



Fundació Privada Estudis del Medi
Ambient de Mollet del Vallès



DEPARTAMENT D'ENGINYERIA
QUÍMICA
Universitat Autònoma de Barcelona

Compostaje de residuos sólidos orgánicos.
Aplicación de técnicas respirométricas en el
seguimiento del proceso

Raquel Barrena Gómez

MEMORIA DE TESIS

2006

FELÍCITAS VÁZQUEZ LIMA, investigadora del Centre Tecnològic de Gestió Integral de Residus Orgànics GIRO-CT i ADRIANA ARTOLA CASACUBERTA, professora agregada del Departament d'Enginyeria Química de la Universitat Autònoma de Barcelona

CERTIFIQUEM:

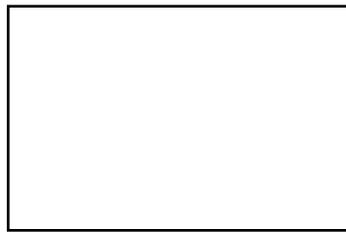
Que la Llicenciada en Ciències Ambientals Raquel Barrena Gómez ha realitzat sota la nostra direcció el treball que amb títol “**Compostaje de residuos sólidos orgánicos. Aplicación de técnicas respirométricas en el seguimiento del proceso**”, presenta en aquesta memòria, la qual constitueix la seva Tesi per optar al Grau de Doctora per la Universitat Autònoma de Barcelona.

I perquè en prengueu coneixement i consti als efectes oportuns, presentem a l'Escola Tècnica Superior d'Enginyeria de la Universitat Autònoma de Barcelona l'esmentada Tesi, signat el present certificat a

Bellaterra, juliol de 2006

Dra. Felicitas Vázquez Lima

Dra. Adriana Artola Casacuberta



Agradecimientos

Los resultados de esta tesis han sido posibles gracias al trabajo de equipo del grupo de Compostaje donde he estado acogida durante los últimos 5 años. Toni, Adriana, Xavi, Fela, M^a Àngels, Tere, Estel·la, Luz, Sergio y las nuevas incorporaciones Belén y Erasmo, gracias por cada consejo y cada duda resuelta, gracias por todo lo que he aprendido durante este tiempo y por todas las cosas compartidas. A mis tutoras, Fela y Adriana gracias por dirigirme y enseñarme y muchas gracias por el esfuerzo en esta última parte. Toni, gracias por tu confianza.

A la antigua Eupma: Eva, Ivet, Ana, Miquel Àngel, Mireia, Mavi, Paco, Albert, Maria, Jose, Miquel, Cartos, gracias a todos por el tiempo compartido.

El desarrollo de este trabajo no hubiese sido posible sin la colaboración y ayuda de: El Ministerio de Medio Ambiente y el Ministerio de Ciencia y Tecnología por el financiamiento de dos proyectos: Estudio de las condiciones de operación en el proceso de compostaje de residuos sólidos urbanos. Evaluación de la viabilidad del proceso en el tratamiento de residuos industriales agroalimentarios y fangos de depuradora (REF. 2000/074) y Estudio integral del compostaje de fangos de origen industrial. Acondicionamiento de la mezcla inicial, evaluación de la co-compostabilidad y tratamiento de los gases (REF. REN2003-00823/TECNO).

Francesc Aguilera, por su interés y su visión de compostaje. Muchas gracias por todo.

Juan Baeza por el desarrollo del programa de control que de tanta utilidad nos ha sido, gracias por tu interés.

La empresa Prointraval S.L, en la persona de Marisol Mompeó por su indispensable

colaboración; la planta de Compostaje de Jorba por su espacio, Leo gracias por tu trabajo; Lidia y Quim gracias por vuestra ayuda.

La empresa Orbitec Internacional S.L. por el interés en el trabajo y su disponibilidad en proporcionar material.

La compañía Igualadina de Depuració i Recuperació S.L., en la persona de Miquel Vila, por el interés en el desarrollo de las pruebas y su disponibilidad.

La empresa Ros Roca S.A. en las personas de Carlos Pérez y Ramón Plana por darme la posibilidad de colaborar en uno de sus experimentos.

La Agencia de residus de Catalunya, en especial en la persona de Francesc Giró, por su interés y ayuda en el trabajo.

He tenido la posibilidad de realizar una estancia de investigación en la Università degli Studi de Milano (Italia) en un grupo pionero en la determinación de índices respirometricos. Agradezco al Dr. Fabrizio Adani del Dipartimento di Produzione Vegetale (Di.Pro.Ve) haberme acogido durante tres meses en su equipo. Giuliana, Barbara, Manuela, Fulvia, Valentina, Giorgia y Silvia muchas gracias por todo.

A nivel logístico, gracias a Dani Fernández por darme soluciones en la ferretería. Al Dr. Daniel Riera por animarme a escribir en \LaTeX , sus consejos y sobre todo su ayuda con la bibliografía y a Eduard Bartrina gracias por leerse esta memoria y corregir las faltas. Mata gracias por el dibujo.

Y resulta curioso que alguien tenga que agradecer a su pareja parte del trabajo: Bob, gracias por el programa “sonda” que nos ha liberado de tanto trabajo y que hoy en día hace tan fácil determinar el índice respirometrico estático. Aunque claro, esperamos que próximamente determine también el AT_4 ... Gracias por convencerme por el Linux aunque a veces sea tan mala alumna, y gracias por solucionarme, aunque no tengas ni idea, mis problemas con el LyX ... aprovecho para agradecer el trabajo de las personas que trabajan con código libre.

Gracias a Kerigma por compartir su vida con la mía, a la peña excursionista por todo lo visto, a las Gironinas por ser tan especiales, y a todos mis amigos, que últimamente me han oído decir tanto: cuando acabe la tesis ...

A mi familia gracias por estar siempre.

A mis gatos.

y finalmente, gracias a mi amiga Raquel porque su llamada significa el final de este trabajo.

Índice general

Resumen	1
Presentación	7
1. EL PROCESO DE COMPOSTAJE	11
1.1. Introducción	11
1.2. El compostaje de RSU	14
1.2.1. Fases del proceso de compostaje	16
1.3. Parámetros de proceso	20
1.3.1. Temperatura	20
1.3.2. Aireación	21
1.3.3. Humedad y Porosidad	23
1.3.4. Nutrientes. Relación C/N	25
1.3.5. pH	28
1.4. Estabilidad y madurez	29
1.5. La calidad de un compost	31
2. OBJETIVOS	35
3. RESPIROMETRÍAS EN EL COMPOSTAJE: REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA	37
3.1. Introducción	38
3.2. Diferentes métodos respirométricos	39

3.2.1.	Comparación entre diferentes métodos respirométricos	47
3.2.2.	Comparación de los diferentes métodos basados en el consumo de oxígeno	49
3.3.	Condiciones de operación para las técnicas respirométricas	52
3.4.	Límites de estabilidad biológica	57
3.5.	Conclusiones	61
4.	MATERIALES Y MÉTODOS	63
4.1.	Planta Piloto	63
4.1.1.	Reactores y monitorización del proceso	64
4.1.1.1.	Parámetros monitorizados	68
4.1.2.	Respirómetro	70
4.1.2.1.	Preparación de la muestra	72
4.1.2.2.	Incubación de la muestra	73
4.1.2.3.	Registro del consumo de oxígeno	73
4.1.2.4.	Análisis de datos y cálculos	75
4.1.3.	Determinación del FAS	78
4.2.	Métodos analíticos	79
4.2.1.	Toma de muestra y preparación del material	79
4.2.2.	pH y conductividad sobre extracto acuoso	80
4.2.3.	Contenido de humedad y materia seca	81
4.2.4.	Materia orgánica (MO)	82
4.2.5.	Contenido en carbono	83
4.2.6.	Nitrógeno Kjeldahl	83
4.2.7.	N-NH ₄ ⁺ soluble	85
4.2.8.	Test de autocalentamiento	86
4.2.9.	Contenido en grasa (Soxhlet/Rotavapor)	88
5.	SEGUIMIENTO DEL PROCESO MEDIANTE IR	91
5.1.	Introducción	92

5.2.	Materiales y métodos	93
5.2.1.	Materiales compostados	93
5.2.2.	Experimentos de compostaje	95
5.2.3.	Parámetros determinados	95
5.3.	Resultados y discusión	95
5.3.1.	Optimización del respirómetro	95
5.3.1.1.	Elección de la temperatura y el tiempo de incubación	96
5.3.1.2.	Descripción del sistema de aireación en el montaje	98
5.3.2.	Primeras experiencias: validación del respirómetro	102
5.3.3.	Unidades de los IR	106
5.3.4.	Seguimiento del proceso de compostaje mediante técnicas respirométricas	111
5.4.	Conclusiones	118
6.	UTILIZACIÓN DE INÓCULOS EN EL COMPOSTAJE DE FORM	121
6.1.	Introducción	122
6.2.	Materiales y métodos	124
6.2.1.	Residuos orgánicos	124
6.2.2.	Composición y preparación del inóculo	125
6.2.3.	Experimentos de compostaje	127
6.2.4.	Parámetros determinados	127
6.2.5.	Análisis de los datos	128
6.3.	Resultados y discusión	129
6.3.1.	Experimentos previos en laboratorio	129
6.3.2.	Experimentos en planta industrial	129
6.3.2.1.	Propiedades físico-químicas	133
6.3.2.2.	Índices de actividad biológica	135
6.4.	Conclusiones	139

7. COMPOSTAJE DE RESIDUOS DE PELO	141
7.1. Introducción	142
7.2. Materiales y métodos	144
7.2.1. Materiales compostados y mezclas utilizadas	144
7.2.2. Experimentos de compostaje	146
7.2.3. Parámetros determinados	148
7.3. Resultados y discusión	148
7.3.1. Experimentos a escala laboratorio	148
7.3.2. Experimentos en planta piloto	150
7.3.3. Experimentos en planta industrial	159
7.3.3.1. Evolución de la temperatura y del oxígeno intersticial	159
7.3.3.2. Parámetros químicos	161
7.3.3.3. Parámetros biológicos	161
7.4. Conclusiones	165
8. COMPOSTAJE DE RESIDUOS CÁRNICOS	167
8.1. Resumen	167
8.2. Introducción	168
8.3. Materiales y métodos	171
8.3.1. Material compostado	171
8.3.2. Experimentos de compostaje	172
8.3.3. Métodos analíticos	174
8.4. Resultados	175
8.4.1. Características de los residuos a compostar	175
8.4.2. Experimento 1: control por oxígeno	175
8.4.3. Experimento 2: control por temperatura	180
8.4.4. Comparación entre ambas estrategias	182
8.4.5. Experimentos 3 y 4: control de oxígeno, control de temperatura	184
8.5. Conclusiones	189

9. DIFERENTES IR PARA UN MATERIAL BIOESTABILIZADO	191
9.1. Introducción	192
9.2. Materiales y métodos	193
9.2.1. Experimentos de compostaje	193
9.2.2. Respirómetro dinámico	193
9.3. Resultados	195
9.3.1. Seguimiento del material tratado por TMB	195
9.3.2. Comparación entre índices respirométricos y sus formas de expresión	196
9.3.3. Comparación de diferentes materiales a partir del índice res- pirométrico	202
9.4. Conclusiones	202
10. CONCLUSIONES	205
Abreviaturas	212
Bibliografía	215
Anexo I. Manual del Respirómetro	225
Anexo II. Publicaciones	241

Índice de Tablas

1.1. Influencia de la relación C/N sobre la conservación de nitrógeno (Soliva, 2001)	26
1.2. Contenido en MO biodegradable y lignina y relaciones C/N según el tipo de MO, total o biodegradable (Soliva, 2001)	27
1.3. Grupo 6. Enmiendas orgánicas según el Real Decreto 824/2005 (*)	33
3.1. Comparación entre los índices respirométricos basados en el consumo de Oxígeno más utilizados	43
3.2. Relación entre el método CO ₂ , el test de autocalentamiento y el método O ₂ , adaptada de Brinton <i>et al.</i> (1995) y Körner <i>et al.</i> (2003)	48
3.3. Límites de estabilidad para índices estáticos y dinámicos propuestos por diferentes autores, modificada de Adani <i>et al.</i> (2002a)	58
3.4. Diferentes nomenclaturas propuestas para el índice respirométrico estático	59
3.5. Diferentes formas de expresar los resultados obtenidos a partir de los índices respirométricos	60
3.6. Equivalencias entre los límites de estabilidad de los índices respirométricos más utilizados (Adani <i>et al.</i> , 2003)	61
4.1. Grado de estabilidad según el test de autocalentamiento	88
5.1. Características iniciales de los lodos de papelera	94
5.2. Propiedades iniciales de los lodos digeridos, los lodos frescos y las virutas de madera	94

5.4. Influencia del tiempo de incubación en las respirometrías efectuadas a la temperatura de proceso.	98
5.5. Porcentaje de pérdidas de humedad por evaporación en las respirometrías realizadas a temperatura de 60°C y 37°C. Humedad inicial de la muestra: 49,89%.	99
5.6. Porcentaje de pérdidas de humedad por evaporación una vez incorporadas las modificaciones propuestas. Humedad inicial de la muestra: 41,17%.	101
5.8. Índices respirométricos obtenidos a diferentes temperaturas	103
5.9. Comparación de IR calculados respecto al contenido de MO y MS de la muestra.	110
6.1. Principales características del compostaje de FORM para las diferentes dosis de inóculo	130
6.2. Principales características del compostaje de FORM para las diferentes dosis de inóculo a los 100 días de proceso	133
6.3. Evolución del test de autocalentamiento en los diferentes tratamientos de inoculación realizados	138
7.1. Contenido en metales del residuo de pelo	144
7.2. Características principales de los residuos compostados	146
7.3. Características de las diferentes mezclas pelo:lodo al principio y al final del proceso de compostaje de 9 días en escala laboratorio	150
7.4. Características de las diferentes mezclas pelo:lodo compostadas al principio y al final del proceso (20 días) a escala piloto	157
7.5. Seguimiento del FAS, pH, CE y contenido en grasas durante el compostaje a escala industrial	162
7.6. Seguimiento de los parámetros de estabilidad del compost	163
7.7. Evolución de las diferentes formas de nitrógeno	165
8.1. Clasificación y métodos de transformación de los subproductos cárnicos animales según el Reglamento 1774/2002/CE (*)	169

8.2. Características iniciales de los residuos cárnicos utilizados	173
8.3. Condiciones de proceso para cada uno de los experimentos de compostaje de residuos cárnicos	174
8.4. Resultado del análisis microbiológico para determinar la higienización del material	177
8.5. Características del material utilizado en el compostaje de residuos cárnicos por control de oxígeno	179
8.6. Características del compostaje de cárnicos por control de temperatura	183
8.7. Características del material final obtenido en ambos tratamientos . .	189
9.1. Comparación entre el índice respirométrico estático y el índice respirométrico dinámico en sus diferentes formas de expresión	196
9.2. Condiciones de ensayo para diferentes índices de consumo acumulado de O ₂ en 4 días	197
9.3. Matriz de correlación entre el índice respirométrico estático y el índice respirométrico dinámico y sus diferentes formas de expresión	198
9.4. Valores iniciales de IR ₃₇ para diferentes tipos de residuos	203

Índice de figuras

1.1. Ecuación del proceso de compostaje (Tchobanoglous, 1994)	16
1.2. Evolución de la temperatura durante un proceso de compostaje (Tchobanoglous, 1994)	21
1.3. Efecto chimenea (Haug, 1993)	23
1.4. Porosidad de diferentes residuos compostables en función de la humedad (Haug, 1993)	25
1.5. Evolución del pH y de la temperatura durante el proceso de compostaje (Tchobanoglous, 1994)	28
3.1. Diagrama general del proceso para obtener el índice respirométrico de una muestra de compost	40
3.2. Efecto del contenido de humedad en la velocidad de consumo de oxígeno, medidas para diferentes residuos en compostaje (Haug, 1993)	54
3.3. Imagen de un material usado para una respirometría que ha sido colonizado por hongos. Imagen izquierda: material original; imagen derecha: material colonizado	58
4.1. Planta piloto de compostaje	64
4.2. Esquema de funcionamiento de la planta piloto	65
4.3. Reactor estático de 100 L procesando lodos de depuradora.	65
4.4. Esquema del reactor estático de 100 L de la planta piloto	66
4.5. Imagen de los reactores de 4,5 L en la planta piloto	67

4.6. Imagen del respirométero donde se muestra el oxímetro dentro de un matraz adquiriendo datos y dos muestras incubando	71
4.7. Esquema del respirómetro utilizado en el laboratorio de compostaje	71
4.8. Matraz con difusor para saturar el aire en humedad y evitar el secado de las muestras	73
4.9. Tapón con sonda de oxígeno incorporada para poder realizar medidas de oxígeno dentro del matraz	74
4.10. Porcentaje de oxígeno en función del tiempo; determinación de la pendiente	75
4.11. Puntos de muestreo en una pila industrial	80
4.12. Test del puño. De izquierda a derecha: material seco; material con la humedad adecuada; material demasiado húmedo.	82
5.1. Aspecto de los lodos de papelera dentro del reactor estático del laboratorio	93
5.2. Materiales utilizados: en la cubeta de la izquierda lodo digerido centrifugado y en la de la derecha virutas de madera utilizadas como agente estructurante	94
5.3. Detalle de la red-soporte del material	99
5.4. Tapón de incubación donde se observa el regulador de caudal de aireación a la entrada del tapón y la conexión para ajustar el tapón de incubación a la red-soporte	100
5.5. Detalle del baño con la salida de burbujas para controlar la aireación	101
5.6. Ejemplo de tres respirometrías de un mismo material (FORM) . . .	102
5.7. Evolución del contenido en oxígeno de muestras de FORM con una aireación insuficiente. A) Respirometría efectuada a una temperatura de 37°C. B) Respirometría efectuada una temperatura de 55°C . . .	104
5.8. Compostaje de FORM en el reactor de 100 L. A) Evolución de la temperatura, el porcentaje de oxígeno y del índice respirométrico a temperatura de proceso. B) Evolución del contenido en materia orgánica y humedad del material y detalle del momento de riego del material	105

5.9. Evolución del proceso de compostaje de lodos de papelera. A) Temperatura e IR_{37} expresado sobre el contenido en materia seca y materia orgánica. B) Evolución del oxígeno y el CO_2 dentro del reactor	109
5.10. Evolución del contenido de materia orgánica y de humedad durante el proceso de compostaje de lodos de depuradora	110
5.11. Evolución del proceso de compostaje de lodos digeridos anaeróbicamente. A) Temperatura e índices respirométricos. B) Evolución del oxígeno y el CO_2 dentro del reactor	113
5.12. Evolución del contenido en materia orgánica y del contenido en humedad durante el proceso de compostaje de lodos digeridos anaeróbicamente	114
5.13. Evolución del proceso de compostaje de lodos frescos. A) Temperatura e índices respirométricos. B) Evolución del oxígeno y el CO_2 dentro del reactor	116
5.14. Evolución del contenido en materia orgánica y del contenido en humedad durante el proceso de compostaje de lodos frescos	117
6.1. Recepción de FORM y vista general de una pila de FORM acabada de montar	124
6.2. Preparación de las dosis de inóculo Microgest 10X a aplicar a escala industrial	126
6.3. Aplicación del inóculo en los experimentos de laboratorio (imagen izquierda) y en la pila industrial (imagen derecha)	126
6.4. Evolución de la temperatura a escala de laboratorio para los diferentes experimentos: control, A, B, C y D	130
6.5. Evolución del IR_T en el compostaje de FORM a escala de laboratorio para los tratamientos control, C y D	131
6.6. Evolución de la temperatura a diferentes profundidades: 0,5 m (figura superior) y 1 m (figura inferior)	132
6.7. Evolución del oxígeno a diferentes profundidades: 1 m (figura superior) y 1,5 m (figura inferior)	134
6.8. Evolución de la humedad	135

6.9. IR ₃₇ para los tratamientos control, B, C y D	136
6.10. IR _T para los tratamientos control, B, C y D	136
7.1. Imagen del residuo de pelo	145
7.2. Imagen del reactor de 100 L con la mezcla inicial pelo:lodo y estruc- turante	147
7.3. Aspecto de la pila a escala industrial formada con mezcla de pelo, lodo y estructurante vegetal	147
7.4. Perfil de temperatura durante el co-compostaje de pelo y lodo fresco en experimentos escala laboratorio para tres proporciones pelo:lodo en peso. A) 1:1, B) 1:2 y C) 1:4	151
7.5. Co-compostaje de la mezcla pelo:lodo 1:1 en peso. A) Perfil de tem- peratura media (T), índice respirométrico a temperatura de proceso (IR _T) e índice respirométrico a 37°C (IR ₃₇). B) Concentración de O ₂ y CO ₂ y cociente respiratorio (CR)	153
7.6. Co-compostaje de la mezcla pelo:lodo 1:2 en peso. A) Perfil de tem- peratura media (T), índice respirométrico a temperatura de proceso (IR _T) e índice respirométrico a 37°C (IR ₃₇). B) Concentración de O ₂ y CO ₂ y cociente respiratorio (CR)	154
7.7. Co-compostaje de la mezcla pelo:lodo 1:4 en peso. A) Perfil de tem- peratura media (T), índice respirométrico a temperatura de proceso (IR _T) e índice respirométrico a 37°C (IR ₃₇). B) Concentración de O ₂ y CO ₂ y cociente respiratorio (CR)	155
7.8. Evolución de la temperatura y del oxígeno intersticial de la pila de compostaje a escala industrial	160
7.9. Evolución de la humedad y la materia orgánica del material de la pila de compostaje a escala industrial	162
8.1. Imagen de una pila de compostaje de residuos cárnicos a los pocos días de proceso	172

8.2. Compostaje de residuos cárnicos utilizando una estrategia de control por oxígeno. A) Perfil de temperatura en diferentes partes del reactor, contenido de humedad y caudal de aire aportado. B) Concentración de O ₂ y CO ₂ y cociente respiratorio (CR). C) Temperatura en el centro del reactor, IR _T y OUR	176
8.3. Compostaje de residuos cárnicos utilizando una estrategia de control por temperatura. A) Perfil de temperatura en diferentes partes del reactor, contenido de humedad y caudal de aire aportado. B) Concentración de O ₂ y CO ₂ y cociente respiratorio (CR). C) Temperatura en el centro del reactor, IR _T y OUR	181
8.4. Evolución del compostaje de residuos cárnicos utilizando la estrategia de control por oxígeno. A) Perfil de temperatura en diferentes partes del reactor, contenido de humedad y caudal de aire aportado. B) Concentración de O ₂ y CO ₂ y cociente respiratorio (CR). C) Temperatura en el centro del reactor, IR _T y OUR	185
8.5. Evolución del compostaje de residuos cárnicos utilizando una estrategia de control de temperatura. A) Perfil de temperatura en diferentes partes del reactor, contenido de humedad y caudal de aire aportado. B) Concentración de O ₂ y CO ₂ y cociente respiratorio (CR). C) Temperatura en el centro del reactor, IR _T y OUR	186
9.1. Esquema del funcionamiento de la planta de TMB donde se ha realizado el estudio	194
9.2. Imagen del material inicial y del material con 32 días obtenido de la planta de TMB	194
9.3. Evolución de los materiales de edad 32, 42, y 63 días en el reactor	200
9.4. Evolución de la fracción rechazo en el reactor	201

RESUMEN

Ante el incremento de la generación de residuos y promovido por la legislación vigente que prioriza el reciclaje y la valorización de residuos como alternativa a su deposición en vertederos, el compostaje se presenta como una tecnología sostenible para el tratamiento de residuos sólidos orgánicos. Esta tecnología permite la valorización de los residuos orgánicos mediante la degradación y estabilización de su contenido en materia orgánica.

El conocimiento de la estabilidad biológica de la materia orgánica, ya sea durante la evolución de un proceso de tratamiento biológico, o bien en el producto final, puede ser de gran importancia tanto en el diseño como en la gestión de plantas industriales de tratamiento de residuos orgánicos. Actualmente se utilizan diferentes índices respirométricos, obtenidos mediante diferentes técnicas para determinar el nivel de actividad biológica en muestras de compost.

El objetivo de esta tesis es estudiar el proceso del compostaje y el co-compostaje en el tratamiento de residuos sólidos orgánicos mediante la utilización de técnicas respirométricas. Para ello, previa revisión bibliográfica y construcción de un respirometro estático, se han aplicado técnicas respirométricas en el compostaje de los siguientes residuos:

- FORM (fracción orgánica de residuos municipales), lodos de EDAR frescos y digeridos y lodos de la industria papelera para la validación y optimización del respirometro estático.
- FORM con y sin aplicación de inóculo, en el estudio de los efectos de un inóculo comercial en el proceso de compostaje.
- Residuos de pelo procedente de la industria de curtidos, en el estudio de su compostabilidad.
- Residuos cárnicos, en la comparación de diferentes estrategias de control en el compostaje de éste residuo con un alto potencial energético y con unos requerimientos específicos de higienización.

- RSU recogidos en masa bioestabilizados en una instalación de tratamiento mecánico biológico (TMB), en el estudio de diferente tipos de índices respirométricos y diferentes formas de expresión.

Actualmente no existe un método reconocido que pueda ser utilizado tanto para la monitorización del proceso de compostaje como para determinar la estabilidad de un material final. La elección de uno o varios índices y sus condiciones de ensayo como parámetros para el seguimiento del proceso, el seguimiento de la materia orgánica biodegradable del residuo, la caracterización inicial del residuo y la determinación de la estabilidad del producto final, se presenta como un punto clave en el campo del tratamiento de residuos sólidos orgánicos.

RESUM

Davant l'increment en la generació de residus i la incidència de la legislació vigent que prioritza el reciclatge i la valorització dels residus en front a la seva deposició en abocadors, el compostatge es presenta com una tecnologia sostenible pel tractament de residus sòlids orgànics. Aquesta tecnologia permet la valorització dels residus orgànics mitjançant la degradació i estabilització de la matèria orgànica que contenen.

El coneixement de l'estabilitat biològica de la matèria orgànica, ja sigui durant l'evolució d'un procés de tractament biològic com en el producte final, pot ser d'una importància rellevant tant alhora de dissenyar com gestionar les plantes industrials de tractament de residus orgànics. Actualment, s'utilitzen diferents índex respiromètrics obtinguts mitjançant diverses tècniques per determinar el nivell d'activitat biològica en mostres de compost.

L'objectiu d'aquesta tesi és estudiar el procés de compostatge i el co-compostatge pel tractament de residus sòlids orgànics mitjançant la utilització de tècniques respiromètriques. Per assolir-ho, mitjançant una revisió bibliogràfica prèvia i la construcció d'un respiròmetre estàtic, s'han aplicat les tècniques respiromètriques en el compostatge dels següents residus:

- FORM (fracció orgànica de residus municipals), fangs d'EDAR frescs y digerits i fangs de la indústria paperera, per la validació i optimització del respiròmetre estàtic.
- FORM amb i sense aplicació d'inòcul, per l'estudi dels efectes d'un inòcul comercial en el procés de compostatge.
- Residus de pell procedent de la indústria de fabricació de la pell, per l'estudi de la compostabilitat d'aquest.
- Residus càrnics, per la comparació de diferents estratègies de control del procés de compostatge d'aquest residu amb un elevat potencial energètic i amb uns requeriments específics d'higienització.

- RSU recollits en massa i bioestabilitzats en una instal·lació de tractament mecànic biològic (TMB), per l'estudi de diferents tipus d'índex respiromètrics i diferents formes d'expressió.

Actualment no existeix un mètode reconegut que pugui ser emprat tant per la monitorització del procés de compostatge com per determinar l'estabilitat d'un material final. L'elecció d'un o diversos índexs i les seves condicions d'assaig com a paràmetres de seguiment del procés, el seguiment de la matèria orgànica biodegradable del residu, la caracterització inicial del residu i la determinació de l'estabilitat del producte final, es presenten com a punts claus en el camp del tractament dels residus sòlids orgànics.

ABSTRACT

Due to the increase in the generation of waste and, promoted by current legislations that favour the recycling and valorisation of wastes as alternative to their landfilling disposal, composting is a sustainable technique that allows the valorisation of organic wastes through the degradation and stabilisation of the organic matter that they contain.

Knowledge of the biological stability of the organic matter, either during the evolution of a biological treatment process, or of the finished product, can be of great importance in the design and management of industrial plants treating organic waste. At present, different respirometric indices obtained using different techniques are used to determine the level of biological activity in compost samples.

The goal of this thesis is to study composting and co-composting processes for the treatment of organic solid waste using respirometric techniques. To do so, after a literature review and the construction of a static respirometer, these techniques have been applied in the composting of the following wastes:

- OFMSW (organic fraction of municipal solid waste), raw and digested sludge from waste water treatment plants (WWTP), and waste sludge from the de-inking paper industry for the validation and optimisation of the static respirometer.
- OFMSW in the study of the effect of a commercial inoculum in the composting process.
- Waste hair produced during the unhairing of cow hide in the leather tanning process, for the evaluation of its compostability.
- Meat wastes, in the comparison of different control strategies during the composting of this highly energetic residue that needs to meet specific hygienisation conditions.
- RSU biostabilized in an installation of mechanical-biological-treatment (MBT), for the study of different types of respirometric indices expressed on different basis.

At present there is not a single recognized method that can be used for the monitoring of the process of composting and the determination of the stability of a final material. The choice of one or several indices and its test conditions for the monitoring of the process and the biodegradable organic matter content of the waste, the initial characterisation of the waste and, the determination of the stability of the finished product, is a key issue in the field of the treatment of organic solid waste.

PRESENTACIÓN

La concentración de la población en núcleos urbanos y un aumento progresivo del nivel de vida han provocado un incremento en la generación de residuos urbanos. Ante la necesidad de buscar una solución a este problema, el compostaje ha recibido mucha atención como tecnología potencial para el tratamiento y valorización de residuos sólidos orgánicos. La importancia de esta tecnología se refleja claramente en la gran proliferación de plantas de compostaje en los últimos tiempos en Cataluña (en el año 2004 se registraban 25 plantas operativas y 5 en construcción (Barrios *et al.*, 2004)). A estas plantas de compostaje hay que sumar las nuevas instalaciones de tratamiento biológico, los Ecoparques y las plantas de tratamiento mecánico-biológico que están en funcionamiento o se están construyendo. Sin embargo, muchas de estas plantas no están funcionando como se esperaba y están planteando serios problemas en la gestión actual de los residuos. El compostaje es una técnica muy antigua presente en la agricultura tradicional, que ha pasado de aplicarse sobre una producción puntual a tratar grandes cantidades de residuos. Este cambio obliga a pasar de un proceso relativamente sencillo a otro mucho más exigente en el cual se han de aplicar técnicas más rigurosas y bajo controles más estrictos, siendo motivo de discusión la calidad apropiada del compost final.

Durante el proceso de compostaje los microorganismos transforman el residuo orgánico en presencia de oxígeno y producen biomasa, CO₂, H₂O y un producto estabilizado, el compost. Por lo tanto, la disponibilidad de una cantidad adecuada de oxígeno es de gran importancia para el buen desarrollo del proceso, es decir, de la actividad de los microorganismos que lo llevan a cabo. Una respirometría mide la velocidad de consumo de oxígeno de los microorganismos y por tanto, indica la actividad metabólica en el proceso. Se han descrito diferentes métodos respirométricos, la mayoría de los cuales se realizan a temperaturas fijas entre 30-37°C. Pero el compostaje es un proceso complejo donde el grado de degradación del material es el resultado de la actividad metabólica de una población microbiana mixta, que incluye microorganismos cuyo crecimiento y desarrollo está determinado por diferentes óptimos de temperatura.

El eje temático de la tesis que se presenta es la utilización de técnicas respirométricas en el seguimiento del proceso de compostaje de residuos sólidos orgánicos de

diferente índole. La tesis se estructura en 10 capítulos y 2 anexos. Los primeros 2 capítulos corresponden a una breve introducción al proceso de compostaje y la presentación de objetivos del presente trabajo. El capítulo 4 corresponde al apartado de materiales y métodos general y el último capítulo corresponde a las conclusiones que se complementan con una propuesta de trabajo futuro. Por lo que a los resultados obtenidos se refiere, estos se dividen esencialmente en cuatro partes:

Una primera parte (capítulo 3), que consiste en una revisión bibliográfica sobre el uso de técnicas respirométricas en el proceso de compostaje, donde se pone de manifiesto la diversidad de métodos, las diferentes formas de expresar los resultados, y la falta de consenso para determinar la estabilidad de una material final.

Una segunda parte (capítulo 5) donde se diseña, construye y valida un respirómetro que servirá posteriormente para el seguimiento del proceso de compostaje de diferentes tipos de residuos sólidos orgánicos mediante la determinación de los índices respirométricos. En esta parte se describen los primeros experimentos y se muestra la importancia de las unidades utilizadas para definir el índice respirométrico.

La tercera parte comprende 3 capítulos (del capítulo 6 al capítulo 8) donde se estudia el proceso de compostaje de diferente residuos (tanto la compostabilidad del residuo como las condiciones óptimas de operación) y se muestra la utilidad de los índices respirométricos en el seguimiento del proceso y la determinación de la estabilidad del producto final. Los trabajos se han realizado a escala de laboratorio, en planta piloto y en planta industrial. Se ha estudiado, a petición de una empresa especializada, la viabilidad de utilizar inóculos específicos en el proceso de compostaje. En este trabajo se muestra la sensibilidad que tienen los índices respirométricos y la importancia de su utilización al destacar sobre los demás parámetros utilizados para el seguimiento del proceso. También, a petición de un grupo de empresas interesadas en el tema, se ha estudiado la viabilidad de utilizar la tecnología de compostaje para el aprovechamiento de los residuos de pelo de vaca generados por la industria de curtidos en la obtención de cuero. La posibilidad de utilizar el proceso de compostaje para el tratamiento de residuos procedentes de la industria cárnica también ha sido objeto de estudio. En esta parte se pone de manifiesto la importancia de controlar las condiciones de operación para el correcto desarrollo del proceso.

La cuarta y última parte es el capítulo 9, previo a la conclusiones, que recoge la comparación entre diversos índices respirométricos y sus diversas formas de expresión obtenidos durante la bioestabilización de RSU recogidos en masa. En este capítulo a modo de conclusión se remarcan los puntos clave en la determinación del índice respirométrico y se destacan los esfuerzos futuros que son necesarios en este campo.

Los anexos corresponden al manual de usuario que se ha desarrollado para el uso del respirómetro estático y a las publicaciones derivadas de los trabajos presentados en esta memoria.

La tesis doctoral que se presenta se enmarca dentro de la línea de investigación sobre compostaje puesta en marcha en la Escola Universitària Politècnica del Medi Ambient de Mollet del Vallès (EUPMA), centro adscrito a la Universitat Autònoma de Barcelona (UAB). Los experimentos presentados en esta tesis se han realizado en el marco de dos proyectos subvencionados por el Ministerio de Medio Ambiente (REF. 2000/074) y el Ministerio de Ciencia y Tecnología (REF. REN2003-00823/TECNO), así como algunos convenios de colaboración realizados con empresas para el estudio de un residuo o proceso concreto.

Capítulo 1

EL PROCESO DE COMPOSTAJE

Resumen

El tratamiento biológico se considera una de las estrategias más apropiadas para la gestión sostenible de los residuos sólidos urbanos (RSU). En la gestión actual de los RSU se encuentran diferentes configuraciones de proceso, aplicables a diferentes escalas, que incluyen el compostaje, la digestión anaerobia, el tratamiento mecánico biológico o el biosecado térmico, y que se relacionan con aspectos clave de la ingeniería ambiental, como son la optimización de la recogida selectiva o la reducción de problemas en los diferentes procesos. En el proceso de compostaje los responsables de la degradación de la materia orgánica son los microorganismos; por tanto, su desarrollo y actividad condicionarán la evolución del proceso.

1.1. Introducción

El principal objetivo de la Directiva Europea 1999/31/CE relativa al vertido de residuos es la reducción de impactos ambientales en los vertederos. Se ha identificado

que la fracción orgánica de los residuos es la principal causa de las emisiones de gas y el origen de los lixiviados que se producen en los vertederos. Esta ley persigue fomentar la prevención, el reciclado y el aprovechamiento de los residuos, la utilización de los materiales y de la energía recuperados, así como reducir el vertido de residuos biodegradables e impulsar la recogida selectiva de los mismos. Además, promueve el estudio de la incineración de residuos municipales no peligrosos, el compostaje, la biometanización y el tratamiento de lodos. En base a esta Directiva, los estados miembros de la Unión Europea tienen la obligación de implantar una red integrada y adecuada de instalaciones de eliminación de sus residuos, cumpliendo determinados requisitos en cuanto a localización, acondicionamiento, gestión, control, cierre y medidas de prevención y de protección. También es importante destacar que en la reciente Directiva 2006/12/CE del Parlamento Europeo y del Consejo relativa a los residuos, la incineración de RSU deja de considerarse una valorización energética y pasa a ser un sistema más de deposición final.

Promovido por esta legislación, el compostaje ha recibido mucha atención como tecnología potencial para el tratamiento de los residuos sólidos orgánicos. Tras la experiencia acumulada en los últimos años, tanto a nivel nacional como internacional, es indudable la influencia que para el proceso de compostaje tiene una buena recogida selectiva tanto en el funcionamiento de las plantas como en el producto obtenido. La clave, sin lugar a dudas, es realizar una buena separación en origen. El problema se encuentra cuando esta separación en origen no es posible, o presenta unos porcentajes de impropios elevados que no permiten la obtención de un producto de calidad. Por otra parte, si se implanta un modelo de recogida selectiva, automáticamente aparece una nueva fracción que se ha venido a denominar resto, constituida por elementos no reciclables (no suficientemente limpios), frecuentemente contaminados con materia orgánica residual (MOR), que impiden su disposición directa en un depósito controlado. Con el objetivo de reducir la carga orgánica de estos residuos y cumplir así con la legislación vigente surgen nuevas necesidades en el tratamiento de residuos y, en este caso, las plantas de tratamiento mecánico biológico aerobio (TMB) juegan un papel importante (Favoino, 2005).

La futura normativa sobre residuos biodegradables ha de tener efectos muy importantes sobre la configuración de las plantas de tratamiento biológico como las que se vayan a construir en el futuro, pasando por todos los grados de calidad y estabiliza-

ción de este producto. De hecho el pasado año, la Comisión Europea decidió retirar el borrador de la Directiva de bioresiduos (*Biowaste Directive*) “**Biological Treatment of Biowaste**”, 2º borrador (Comisión Europea, 2001), para incorporarla al documento sobre Estrategias para la protección del suelo, junto con las regulaciones de aplicación de fangos de depuradora, en discusión desde el año 2002.

La Comisión Europea elaboró este documento de trabajo en línea con la Directiva 1999/31/CE relativa al vertido de residuos, con el objetivo de mejorar la gestión de los residuos biodegradables y reducir el impacto ambiental de los mismos. Según se indica en esta Directiva, el vertido de los residuos urbanos biodegradables deberá reducirse progresivamente, de manera que en el año 2016 la cantidad depositada en vertedero sea inferior al 35 % de la generada en 1995. Para alcanzar este objetivo, la Directiva da indicaciones para el tratamiento de residuos biodegradables mediante procesos biológicos tales como el compostaje y la digestión anaerobia. Ya en las primeras versiones del documento sobre bioresiduos se matiza que el objetivo de éste no es sólo evaluar la calidad del compost obtenido sino que aspira a ordenar jurídica y técnicamente el tratamiento de los residuos biodegradables (Giró, 2000). Por este motivo, en el Anexo I de dicho documento se realiza un listado de residuos biodegradables, distinguiendo los que son susceptibles de recibir algún tipo de tratamiento biológico de los que pueden ser aplicados directamente al suelo. En este documento se prioriza el compostaje y la digestión anaerobia de los residuos biodegradables procedentes de la recogida selectiva por delante de los tratamientos mecánico biológicos o de otros tratamientos de recuperación energética.

Aunque este borrador ha sido retirado, se continua utilizando como guía para el diseño de plantas de tratamiento de toda Europa. En el documento se determinan dos tipos de compost, Clase 1 y Clase 2 y una tercera clase denominada “residuos orgánicos estabilizados”, donde se incluyen los residuos que no cumplen los requisitos de los otros dos grupos. El término compost solamente puede ser aplicado al producto resultante del proceso de compostaje de los residuos biodegradables que procedan de una recogida selectiva en origen. En caso contrario, el producto resultante se incluye dentro del grupo de residuos biodegradables estabilizados, producto con un ámbito de aplicación restringido.

En el anexo IV de dicho documento se realiza un listado de métodos de análisis

y muestreo, para informar a los usuarios finales sobre las características tanto del compost como del residuo estabilizado. Dentro de estos parámetros es importante destacar los parámetros de estabilidad: índice respirométrico dinámico (IRD: $\text{mg O}_2 \text{ kg}^{-1} \text{ VS h}^{-1}$) y consumo acumulado de oxígeno en 4 días (AT_4 : $\text{mg O}_2 \text{ g}^{-1}\text{ST}$).

Ante las expectativas creadas por la futura normativa en residuos biodegradables y con el objetivo de cumplir con la Directiva sobre vertidos, son varios los países que han redactado guías y protocolos. Un ejemplo claro es la guía para el monitoraje de TMB y otros pretratamientos para cumplir los permisos de vertedero de Inglaterra y Gales del 2005 (Environment Agency, 2005). En esta guía se establecen como test de actividad biológica el test respirométrico dinámico DR_4 (consumo acumulado de oxígeno en 4 días) y el test anaeróbico BM_{100} (producción de biogás a 100 días). Otros países tienen también normativas propias. Por ejemplo, en Italia se determina si un residuo estabilizado puede ir a vertedero a partir del índice respirométrico dinámico (IRD) (Adani, 2004).

En los últimos años se ha producido un fenómeno de crecimiento en la construcción de plantas de tratamiento de RSU tanto a nivel nacional como a nivel internacional. Este crecimiento se ha visto impulsado en parte por el aumento de generación de residuos y en parte por legislación vigente que prioriza el reciclaje y la valorización de residuos frente la deposición en vertederos. A nivel nacional, los problemas originados principalmente en las plantas de compostaje hacen pensar en un planteamiento erróneo de su diseño y posterior gestión. El objetivo de este capítulo es presentar de manera resumida el proceso de compostaje, aquellos parámetros que influyen en su evolución, y las propiedades que ha de tener el producto final para ser considerado un compost de calidad.

1.2. El compostaje de RSU

El tratamiento biológico en fase aerobia puede ser utilizado para los siguientes fines (Adani, 2004):

- la producción de un compost de calidad;

- la producción de material compostado de calidad relativamente inferior (“low-grade”) con aplicación limitada o para la recuperación de espacios degradados;
- la reducción de biodegradabilidad de material cuyo destino es la deposición en vertedero (tratamiento de bioestabilización), y
- el aumento del potencial calorífico del material gracias a la evaporación de agua por la aireación forzada y al incremento de temperatura ocasionado por el calor liberado durante la degradación biológica (tratamiento de biosecado).

Es importante distinguir el término “compostaje” de los tratamientos de bioestabilización o de los tratamientos que producen materiales de baja calidad, y reservarlo a los tratamientos donde el objetivo es obtener un producto de elevada calidad para uso agronómico.

Haug (1993) define el compostaje como “la descomposición y estabilización biológica de sustratos orgánicos, bajo condiciones que permiten el desarrollo de temperaturas termófilas como resultado del calor producido biológicamente, para producir un producto final estable, libre de patógenos y semillas, y que puede ser aplicado de forma beneficiosa al suelo”.

Durante el proceso de compostaje los microorganismos transforman el residuo orgánico tal como muestra la figura 1.1 (Tchobanoglous, 1994).

El proceso de degradación aeróbico en estado sólido es un sistema trifásico: sólido, líquido y gaseoso. La fase sólida está representada por la partícula, constituida tanto por fracción inorgánica como por fracción orgánica. La partícula interacciona con la fase acuosa que está adherida a su superficie formando una biopelícula con los microorganismos, donde tienen lugar todos los procesos biológicos. Este estrato interacciona directamente con la fase gaseosa con la cual intercambia los gases (O_2 y CO_2). La biopelícula contiene sustrato soluble ya presente o que es producto de la hidrólisis microbiana del sustrato insoluble y de los gases desprendidos en la fase gaseosa. La fracción orgánica contenida en la biopelícula es oxidada por los microorganismos aerobios presentes. En la fase gaseosa externa, el oxígeno se difunde en la biopelícula gracias al gradiente de concentraciones creado por el consumo de oxígeno y por la producción de CO_2 por parte de la biomasa. Como la profundidad

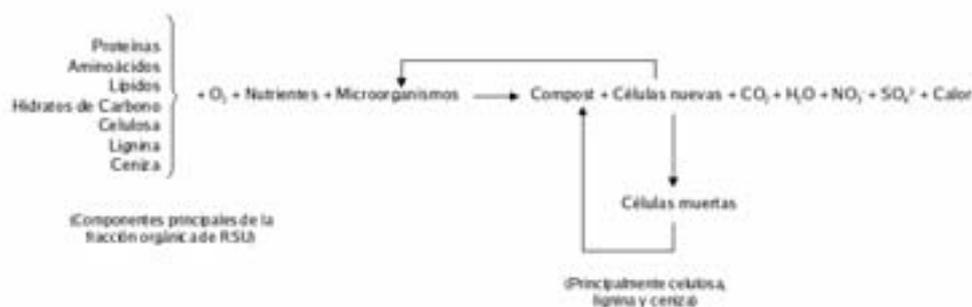


Figura 1.1: Ecuación del proceso de compostaje (Tchobanoglous, 1994)

de penetración del oxígeno en la partícula está limitada por su resistencia interna, en la biopelícula se pueden distinguir dos zonas: una fina superficie externa, aeróbica y una capa interna más espesa, anaeróbica. En el estrato anaeróbico el material insoluble se hidroliza enzimáticamente en sustrato soluble y después se transforma anaeróbicamente por medio de fermentaciones en diferentes productos como ácidos grasos, etc. Los productos resultantes de la fermentación, así como los hidrolizados, pueden ser oxidados después en la zona aerobia. Por lo tanto, teóricamente la presencia de oxígeno en concentraciones adecuadas permitirá la completa degradación de todos los compuestos orgánicos a CO_2 y agua; y de manera contraria, limitaciones en la disponibilidad de oxígeno harán que predominen las reacciones anaerobias (Adani, 2004).

1.2.1. Fases del proceso de compostaje

En todo proceso de compostaje se pueden diferenciar por lo menos dos fases: la fase de descomposición y la fase de maduración (Soliva, 2001).

Fase de descomposición

La descomposición es un proceso de simplificación donde las moléculas complejas se degradan a moléculas orgánicas e inorgánicas más sencillas. Es un proceso exotérmico debido principalmente a la actividad biológica. La etapa de descomposición se compone de dos fases, una fase **mesófila** con temperaturas hasta los 45°C, y una fase **termófila** con temperaturas que pueden llegar a los 70°C.

Al principio del proceso, se desarrollan las familias de microorganismos mesófilos, que inician la descomposición de las moléculas más fácilmente degradables. Esta actividad de descomposición genera energía que se libera en forma de calor, y se traduce en un incremento paulatino de la temperatura. Al avanzar el proceso y variar las condiciones empiezan a aparecer los microorganismos termófilos, a la vez que van disminuyendo los mesófilos. Las sustancias fácilmente degradables como los azúcares, las grasas, el almidón y las proteínas, son rápidamente consumidas. Esta fase es muy importante, ya que al alcanzarse temperaturas tan elevadas, se consigue uno de los objetivos principales del compostaje: eliminar los microorganismos patógenos y las semillas de malas hierbas, con lo que se asegura la higienización del producto final. La higienización tiene que conseguir tres objetivos: prevenir el crecimiento y la diseminación de patógenos, destruir los que hay presentes, y producir un producto final no recolonizable por patógenos. La fase termófila se caracteriza por un elevado consumo de oxígeno y la liberación de una gran cantidad de energía por parte de la población microbiana.

Las proteínas pasan a péptidos, aminoácidos y amoníaco y, progresivamente la mezcla se va alcalinizando. En función de las condiciones de temperatura, humedad y pH, el amoníaco estará en equilibrio con el ión amonio. Para evitar posibles pérdidas de amoníaco, favorecidas por los volteos y las elevadas temperaturas que se alcanzan, conviene sobre todo en esta fase controlar las condiciones de proceso (Soliva, 2001).

La fase de descomposición, a escala industrial, puede durar de unas cuantas semanas a meses en función del tipo de residuo tratado y de las características del sistema aplicado. Es importante llevar a cabo esta fase en las condiciones adecuadas, ya que condiciona la fase de maduración, e influye en la calidad del producto final. Se

han desarrollado muchas tecnologías para realizar la etapa de descomposición. De manera general los sistemas de compostaje se pueden dividir en:

- dinámicos: provistos de algún sistema de agitación del material a lo largo del proceso.
- estáticos: durante todo el proceso, el material permanece tal cual se dispone inicialmente, y no es agitado en ninguna ocasión.
- intensivos: permiten tratar un gran volumen de residuo ocupando poca superficie.
- extensivos: requieren de grandes extensiones de terreno.

Los sistemas de compostaje más utilizados en Cataluña son los siguientes (Barrios *et al.*, 2004):

Pilas volteadas: sistema dinámico extensivo. El material se dispone en hileras o pilas, de sección triangular, que son volteadas en repetidas ocasiones a lo largo del proceso. El volteo, que se realiza con máquinas volteadoras, oxigena el material y provoca un elevado grado de mezcla. Las dimensiones de la pila varían en función del material y del equipo de volteo. El parámetro limitante es la altura, pues si es excesiva provoca la compactación del material. Se recomienda una altura de entre 1,2-1,8 m, y un ancho de 2,4-3,6 m. La longitud de la pila sólo queda limitada por las dimensiones o la distribución de la planta, ya que esta dimensión no está restringida por el proceso (Saña and Soliva, 1987).

Canales: sistema dinámico intensivo. Es un sistema de compostaje en continuo, donde el residuo fresco es alimentado por un extremo del canal y el producto final se obtiene por el otro extremo. El material a compostar se deposita al inicio de unos canales alargados de sección rectangular. Estos canales disponen de un sistema de inyección de aire como las pilas estáticas. Una máquina volteadora que circula por unos raíles situados en la parte superior de las paredes del canal volteo el material periódicamente, homogeneizándolo y haciéndolo

avanzar a lo largo del canal. El tiempo de residencia del material en el canal es función del número de veces que pasa la máquina volteadora. La periodicidad de volteo se establece de modo que, al llegar al final del canal, se pueda dar por finalizada la etapa de descomposición.

Túneles: sistema estático intensivo. El material se introduce en un túnel cerrado que dispone de un sistema de aireación forzada. Las dimensiones de los túneles son variables, alrededor de 4 m de altura, 5-6 m de ancho y longitud variable en función de la cantidad de residuo a tratar, habitualmente 20 m. La ventaja de este tipo de sistema es que permite controlar mejor las condiciones del proceso y, al ser un sistema cerrado, el control de gases y malos olores. El inconveniente es el elevado coste de instalación. Estos sistemas se construyen preferentemente si el emplazamiento está próximo a núcleos urbanos, por el control de olores y por los menores requerimientos de espacio.

Fase de maduración

Se compone también de dos fases, una fase de **enfriamiento**, con temperaturas que van desde los 40°C a temperatura ambiente, y una fase de **estabilización**, que se desarrolla a temperatura ambiente y que se caracteriza por una baja actividad microbiana y por la aparición de organismos superiores (Soliva, 2001).

La duración de la fase de maduración, que en escala industrial es de unas pocas semanas a unos cuantos meses, depende del tipo de material que se ha tratado, y de la destinación final del producto. Durante esta etapa se genera mucho menos calor y el pH se mantiene ligeramente alcalino. En esta fase, los microorganismos mesófilos y algunos tipos de microfauna colonizan el compost que está parcialmente maduro. Además, se genera una intensa competición por el alimento, la formación de antibióticos y la aparición de antagonismos, para finalmente obtener un producto más o menos estable según la duración de la fase.

Para llevar a cabo la fase de maduración en las plantas de compostaje no existen variantes como en el caso de la etapa de descomposición: la maduración suele llevarse a cabo en pilas o altiplanos. No es necesario un sistema de aireación, ni una elevada

frecuencia de volteo, ya que la actividad biológica es mucho más reducida y los requerimientos de oxígeno son muy inferiores a los de la etapa de descomposición. Esto implica que las pilas de maduración pueden ser de mayores dimensiones que las de descomposición. Los requerimientos de espacio también son menores por la reducción en peso y volumen que se da en la etapa de descomposición (Junta de Residuos, 1998).

1.3. Parámetros de proceso

Partiendo de la base que en un proceso de compostaje los responsables de la transformación son los microorganismos, todos aquellos factores que pueden limitar su desarrollo serán limitantes también del propio proceso. Para conseguir que esta transformación se realice en condiciones controladas (aeróbicas y termófilas) hace falta un serie de requisitos, que no son otros que los que necesitan los microorganismos para desarrollarse.

1.3.1. Temperatura

La temperatura es consecuencia del tipo de proceso y por tanto un indicador de su funcionamiento (ver figura 1.2). El incremento de la actividad biológica genera calor, que es retenido al considerarse el residuo una masa autoaislante, lo que provoca un incremento general de la temperatura. El incremento de la temperatura en la primera parte del compostaje indica la presencia de materiales muy degradables y unas condiciones de trabajo adecuadas, mostrando el desarrollo correcto del proceso. Las moléculas orgánicas contienen energía almacenada en sus enlaces que se libera cuando la molécula se degrada y se transforma en otras más sencillas. Los cambios de temperatura durante la evolución del proceso proporcionan información directa del funcionamiento del mismo.

El mantenimiento de temperaturas elevadas asegura la higienización del material, pero se pueden presentar problemas de inhibición de la actividad de la mayoría de microorganismos si éstas son muy altas. Por lo tanto, es necesario conseguir un

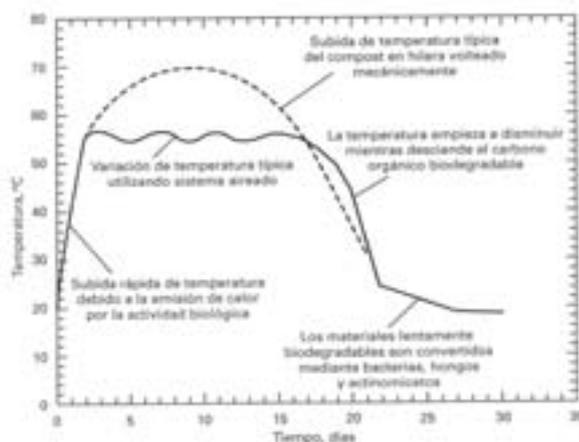


Figura 1.2: Evolución de la temperatura durante un proceso de compostaje (Tchobanoglous, 1994)

equilibrio entre la máxima higienización y la biodegradación. Se considera que la mayor diversidad microbiana se consigue entre 35 y 40°C, la máxima biodegradación entre 45 y 55°C, y la higienización cuando se superan los 55°C (Soliva, 2001).

La temperatura que se alcanza en cada etapa depende de la energía desprendida, de las pérdidas (convección, radiación, conducción) y de la capacidad de almacenar calor (muy relacionada con el calor específico y la conductividad térmica del material), que afecta sobre todo cuando el desprendimiento de energía es bajo. El contenido en humedad y la cantidad de materia mineral intervienen en el mantenimiento de la temperatura en las últimas fases del proceso gracias a su elevada capacidad de almacenar calor (Soliva, 2001).

1.3.2. Aireación

La aireación es imprescindible si el proceso tiene que ser aerobio. El contenido en oxígeno del aire en la matriz del residuo no debe situarse nunca por debajo del 5 o 7%. Los microorganismos consumen oxígeno durante la degradación del material,

que tiene que ser repuesto, ya que es fundamental para mantener las condiciones aerobias.

Las funciones básicas de la aireación son las siguientes (Haug, 1993):

- suministrar el oxígeno necesario para permitir la actividad de los microorganismos aerobios,
- favorecer la regulación del exceso de humedad por evaporación,
- mantener la temperatura adecuada.

La aireación está muy relacionada con la temperatura, ya que interviene en la generación y en la pérdida de calor de diferentes maneras:

- incrementa la actividad de los microorganismos, lo que genera un desprendimiento de energía y como consecuencia, un incremento de la temperatura,
- favorece el enfriamiento al renovar el aire caliente por frío,
- puede provocar una pérdida excesiva de humedad y frenar el proceso provocando una bajada de la temperatura.

El suministro de oxígeno al material en descomposición se realiza mediante los sistemas de aireación y/o volteo de cada tecnología. La aireación también puede producirse de forma natural por ventilación pasiva cuando la mezcla tiene una porosidad y una estructura que favorece el intercambio de gases por fenómenos físicos: difusión, evaporación, diferencias de temperatura. En el caso del compostaje en pilas, el llamado **efecto chimenea** juega un papel importante tanto en la reducción del contenido en agua de la pila como en la renovación de aire dentro de ésta. Como se observa en la figura 1.3 el aire en el interior de la pila se calienta y se satura en agua, desplazándose hacia arriba por efecto de su menor densidad y provocando un ligero vacío que produce la entrada de aire fresco del exterior.

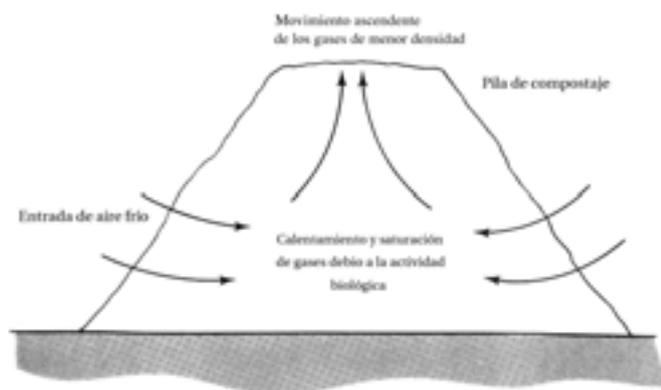


Figura 1.3: Efecto chimenea (Haug, 1993)

Aunque se disponga de un buen sistema de aireación forzada, el volteo no se ha de eliminar, ya que tiene otros beneficios muy importantes como son la homogeneización del material y la redistribución de los microorganismos, la humedad y los nutrientes, a la vez que reduce el tamaño de las partículas y expone nuevas superficies al ataque de los microorganismos. Se ha de tener en cuenta que si se voltea mucho se favorece el enfriamiento de la pila, pero también la pérdida de humedad y las emisiones de nitrógeno en forma de amoníaco.

1.3.3. Humedad y Porosidad

El contenido en agua del material a compostar es muy importante ya que los microorganismos sólo pueden utilizar las moléculas orgánicas si están disueltas en agua. Además, el agua favorece la migración y la colonización microbiana.

Si la humedad es baja, el proceso de compostaje reduce su velocidad llegando incluso a detenerse. La actividad biológica empieza a disminuir a niveles de humedad del 40 % (Haug, 1993); por debajo del 20 % no existe prácticamente actividad. Por el contrario, una humedad alta acompañada de una inadecuada porosidad origina la disminución de la transferencia de oxígeno, siendo éste insuficiente para la demanda

metabólica y reduciéndose, por tanto, la actividad microbiana aeróbica. Este hecho puede provocar la aparición de malos olores, la generación de lixiviados y la pérdida de nutrientes. El rango óptimo de humedad se encuentra entre un 40-60 %, aunque este rango puede variar en función de la naturaleza del material.

En general, el contenido en agua del material en compostaje disminuye a lo largo del proceso a causa del calor generado por el propio proceso. La evolución de este parámetro se utiliza como indicador del funcionamiento del proceso. Aunque durante el proceso se ha de mantener una humedad adecuada para la supervivencia de los microorganismos, al final del proceso se tiene que conseguir que la humedad haya disminuídodisminuido lo suficiente para que el producto se pueda manejar con facilidad.

La mezcla de diferentes tipos de residuos puede ayudar a conseguir la textura y la humedad adecuadas. La mayoría de residuos orgánicos, por su naturaleza, presentan un elevado contenido en humedad y son mezclados con otros materiales para evitar su compactación a lo largo del proceso. Estos materiales son conocidos como estructurantes, esponjantes o material soporte. Suelen ser residuos vegetales, como restos de poda, restos de jardín o residuos de la industria de la madera, como virutas, astillas, etc. Además de actuar como estructurante de la mezcla y proporcionar la porosidad necesaria, también pueden absorber parte de la humedad en exceso que pueda presentar el residuo.

La porosidad de un material sólido es la fracción de volumen vacío respecto al volumen total, y se entiende como espacio vacío el volumen que no está ocupado por la fracción sólida del residuo. Si el residuo carece de porosidad debe ser acondicionado con material estructurante ya que es importante operar en unas condiciones de trabajo que faciliten la existencia de poros (con diferentes tamaños) y que estos estén ocupados equilibradamente por aire y agua (ver figura 1.4).

El término FAS, derivado de las siglas en inglés *Free Air Space*, es el más utilizado para describir esta propiedad. El FAS se define como el volumen vacío disponible para el aire respecto al volumen total, siendo el volumen disponible para el aire aquél que no está ocupado ni por la fracción sólida del residuo ni por el agua. Así pues, proporcionar un FAS adecuado resulta de vital importancia para el desarrollo del

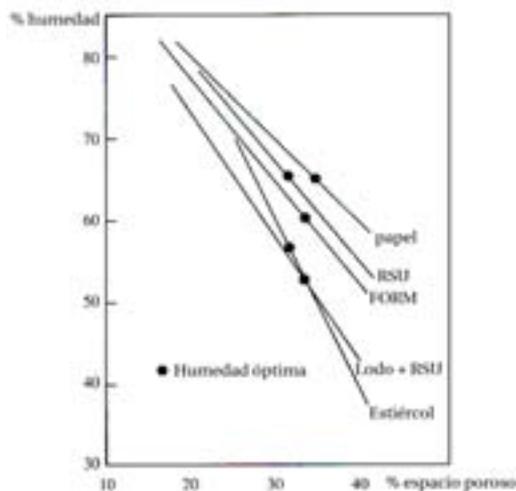


Figura 1.4: Porosidad de diferentes residuos compostables en función de la humedad (Haug, 1993)

proceso ya que este parámetro está directamente relacionado con la disponibilidad del oxígeno para los microorganismos. Haug (1993) sitúa el valor óptimo de FAS alrededor del 30 % aunque otros autores amplían este valor a un rango que va de un 30 a un 60 % (Annan and White, 1999).

1.3.4. Nutrientes. Relación C/N

Para que el proceso de compostaje se desarrolle correctamente es más importante conseguir un equilibrio entre los diferentes nutrientes, especialmente entre el nitrógeno (N) y el carbono (C), que un determinado contenido de ellos (Soliva, 2001).

Los microorganismos que intervienen en el compostaje necesitan nutrientes para su crecimiento. Generalmente, los residuos ya aportan suficientes nutrientes y oligoelementos, pero se ha de asegurar la presencia de aquellos que se necesitan en más cantidad, como es el caso del carbono y el nitrógeno. Estos dos elementos han de encontrarse en una proporción adecuada para evitar que el proceso sea más lento en relaciones C/N altas, o para evitar la pérdida de nitrógeno en el caso de C/N

bajas. Se estima como relación C/N óptima valores entre 25 y 35, pues se considera que los microorganismos utilizan de 15 a 30 partes de carbono por una de nitrógeno (Soliva, 2001). La relación C/N tiene importancia en las condiciones de inicio del proceso de compostaje y en su cinética, así como en el desarrollo de las fases de descomposición y maduración.

Al inicio del compostaje una relación C/N adecuada puede ser clave para la conservación del nitrógeno. Algunos autores (Soliva, 2001) señalan el aumento de nitrógeno conservado al incrementar la relación C/N con alguna enmienda o estructurante (ver tabla 1.1).

Tabla 1.1: Influencia de la relación C/N sobre la conservación de nitrógeno (Soliva, 2001)

C/N inicial	20	22	30	35
% N conservado respecto N inicial	61,2	85,2	99,5	99,5

La relación C/N de un residuo se puede ajustar mezclando éste con otro residuo de características complementarias. Puede ser el mismo agente estructurante utilizado para acondicionar la mezcla, o un material de composición complementaria para corregir la relación. No obstante, es importante tener en cuenta la relación C/N realmente disponible para los microorganismos, ya que en algunas ocasiones se puede cometer el error de añadir un material complementario que en la práctica no aumente la relación. Esto ocurriría por ejemplo, si se utiliza un material con un alto contenido en carbono de difícil degradación (celulosas y ligninas) para aumentar la C/N de un material rico en nitrógeno. Hay autores que recomiendan referir la relación C/N a carbono y nitrógeno disponibles biológicamente. En la tabla 1.2 se dan valores diferentes de la relación C/N, según se hayan calculado sobre la materia orgánica total o solamente sobre la materia orgánica biodegradable.

Evolución del nitrógeno en el proceso de compostaje

El seguimiento de algunas formas de nitrógeno proporciona información de la evolución del proceso de compostaje. La mayoría del nitrógeno de un material a compostar es orgánico, principalmente como parte de la estructura de las proteínas y

Tabla 1.2: Contenido en MO biodegradable y lignina y relaciones C/N según el tipo de MO, total o biodegradable (Soliva, 2001)

	MO biodegradable (%)	Lignina (%)	C/N	
			Respecto a la MO	Respecto a la MO biodegradable
Restos de cocina	81,9	0,4	15,6	12,4
Papel de periódico	21,7	21,9	227,1	143,1
Papel de oficina	81,9	0,4	22,8	14,5
Residuos de jardín	71,5	4,1	59,9	34,4

péptidos simples. Parte de este nitrógeno orgánico es mineralizado a NH_3 mediante reacciones de amonificación, resultado de la actividad microbiana desarrollada durante el proceso de compostaje. El NH_3 formado puede tomar diferentes caminos según el desarrollo del proceso. En disolución, en forma de N-NH_4^+ , puede ser inmovilizado por los microorganismos del material, quienes utilizan el nitrógeno como fuente de alimento y transformado de nuevo a nitrógeno orgánico. También pueden producirse pérdidas de NH_3 al volatilizarse como ocurre cuando se alcanzan altas temperaturas y valores de pH por encima de 7,5 (Sánchez-Monedero *et al.*, 2001). Por último, el N-NH_4^+ puede ser transformado en N-NO_3^- por bacterias nitrificantes cuando la temperatura de proceso se encuentre por debajo de 40°C y las condiciones de aireación sean favorables.

Al principio del proceso, el contenido en nitrógeno amoniacal puede ser alto según los materiales tratados, e incluso aumentar durante la fase termófila. Pero si la mezcla inicial y el desarrollo del proceso son correctos debe disminuir y, a su vez, incrementarse el contenido en N-NO_3^- durante la última fase de maduración, siempre y cuando se hayan mantenido las condiciones aerobias. La evolución de este parámetro proporciona información de cómo se ha realizado el proceso de compostaje y de las posibles pérdidas de nitrógeno (Soliva, 2001).

1.3.5. pH

El pH es un parámetro que condiciona la presencia de microorganismos, ya que los valores extremos son perjudiciales para determinados grupos. Para conseguir que al inicio del compostaje la población microbiana sea la más variada posible hay que trabajar a pH cercanos a 7. Un pH extremo no es un impedimento para el proceso, pero si lo es para su cinética, dificultando la puesta en marcha, el tipo de reacciones y la velocidad, si bien con el tiempo aparece una cierta capacidad tampón del residuo causada por la formación de CO_2 y amoníaco (Soliva, 2001).

Además de condicionar la vida microbiana, el pH es indicador de la evolución del proceso (ver figura 1.5). Así, al inicio, el pH puede disminuir debido a la formación de ácidos libres, pero a lo largo del proceso aumenta por el amoníaco desprendido en la descomposición de las proteínas (Soliva, 2001). Al mismo tiempo, subidas bruscas de pH pueden facilitar la liberación de nitrógeno amoniacal, ya que un pH básico extremo afecta a los equilibrios ácido-base que influyen en la conservación del nitrógeno.

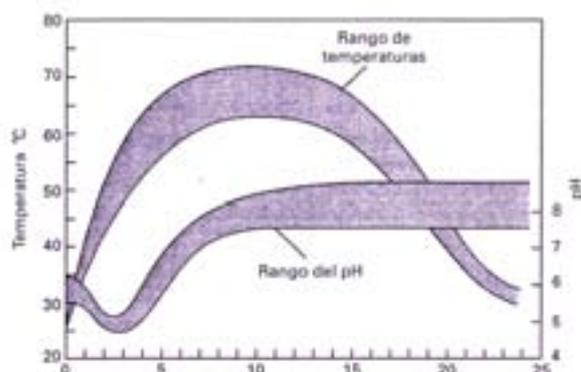


Figura 1.5: Evolución del pH y de la temperatura durante el proceso de compostaje (Tchobanoglous, 1994)

Una reducción de pH en algún momento del proceso puede indicar que se han producido condiciones anaerobias. Los microorganismos en ausencia de oxígeno producen ácidos de cadena corta como producto metabólico, acidificando el medio.

1.4. Estabilidad y madurez

Durante las últimas décadas ha habido un interés común en buscar mecanismos rápidos y válidos para la determinación de la madurez del compost.

Un compost inmaduro y sin estabilizar puede provocar muchos problemas durante su almacenaje, distribución y uso. Durante el almacenaje se pueden crear zonas anaerobias generando problemas de olores y una disminución en la calidad del material por el posible desarrollo de componentes fitotóxicos. Una vez el material ha sido aplicado al suelo, la continua descomposición de la que puede ser objeto puede tener efectos negativos sobre el crecimiento de las plantas.

De forma general, hay un acuerdo en que estabilidad y madurez son dos propiedades diferentes aunque en muchas ocasiones son utilizadas indistintamente. Según Cooperband *et al.* (2003), la estabilidad se define en términos de biodisponibilidad de la materia orgánica, refiriéndose a su grado de descomposición. Por otro lado, se define un compost maduro como el apropiado para el crecimiento de las plantas y normalmente se asocia con el grado de humificación. Por lo tanto, la estabilidad describe las condiciones en las que se encuentra el material, y es una propiedad objetiva y relativamente fácil de medir y cuantificar. La madurez, sin embargo, depende del uso final que se le vaya a dar al material, y por tanto, requiere de una valoración sobre si el compost producido es apropiado o no para el uso al que se destina. De todas formas, no hay que perder de vista que todos los usos del compost requieren un producto estable y libre de componentes fitotóxicos.

La definición de madurez hace pensar que el indicador más apropiado para su determinación puede ser un ensayo sobre el crecimiento y desarrollo de las plantas. Sin embargo, los resultados obtenidos por estos métodos no diferencian entre grados de madurez (Brewer and Sullivan, 2003) y, además, un bioensayo, aunque pueda ser simple, requiere de mucho tiempo para poder obtener un resultado.

Se han descrito numerosos y diversos métodos que indican la madurez del compost, pero por el momento todavía no se ha encontrado un método fiable, consecuente y que cuantifique la madurez para todos los tipos de compost, y que, además, sea universalmente aceptado.

En el borrador de la Directiva de bioresiduos (Comisión Europea, 2001) la estabilización de un material se define como:

"la reducción de la actividad de descomposición de los residuos de forma que los olores ofensivos se reduzcan y el Índice de Respiración Dinámica (IRD) sea menor de $1000 \text{ mg O}_2 \text{ Kg}^{-1} \text{ MO h}^{-1}$ ".

En cuanto a la medida de la estabilidad del compost también se han propuesto diferentes métodos basados en propiedades físicas, químicas y biológicas. A continuación se exponen algunos de los más utilizados:

- Métodos físicos: temperatura de la pila, oxígeno, olor y color, densidad óptica de los extractos.
- Métodos químicos: contenido en materia orgánica, relación carbono nitrógeno (C/N), demanda química de oxígeno (DQO), contenido en polisacáridos, concentración en sustancias húmicas, etc.
- Métodos biológicos: índice respirométrico, medido como consumo de oxígeno o producción de CO_2 , generación de calor, actividades enzimáticas, contenido de ATP, ensayos de germinación y crecimiento de las plantas, etc.

Todos estos métodos ofrecen información sobre las características del material, pero pueden tener limitaciones de interpretación. Por ejemplo, se asume que una relación C/N ideal para un compost maduro suele ser de 10; sin embargo, algunos residuos frescos con un alto contenido en N pueden tener ya de entrada una relación C/N baja, al igual que ocurre con otros residuos que tienen por naturaleza poco contenido en materia orgánica.

Muchas medidas de estabilidad se extrapolan como parámetros de madurez. Sin embargo pueden dar lugar a resultados erróneos cuando se aplica a diferentes tipos de compost que puedan tener un origen muy diferente. Un ejemplo sería hacer un ensayo de estabilidad sobre virutas de madera, material utilizado frecuentemente

como estructurante. En términos de estabilidad, referenciados al grado de descomposición, el resultado sería un material muy estable. En cambio, este resultado no se puede extrapolar a términos de madurez, ya que las virutas de madera no tienen ningún valor como enmienda orgánica, y por lo tanto no se pueden considerar un material maduro (Rynk, 2003). Este ejemplo deja claro que la estabilidad por sí sola no es un parámetro de madurez y que tendrían que tenerse en cuenta otros aspectos. En este caso, se deduciría mejor el grado de madurez conociendo el contenido en nutrientes de la muestra.

Existe una gran diversidad de parámetros para caracterizar muestras de compost y podrían utilizarse muchos más, pero seguramente no es la cantidad de parámetros analizados lo que da una buena información, sino la manera en que se relacionan e interpretan. Posiblemente por este motivo, la solución para determinar la madurez del compost no se basa en encontrar un solo método, sino que partiendo de la gran cantidad de parámetros que se pueden utilizar tener la visión y experiencia adecuadas para poder aplicar los que son apropiados según el tipo de proceso (Rynk, 2003).

1.5. La calidad de un compost

La calidad final de un compost está influenciada además de por el tipo de material que se composta, por el desarrollo del proceso de compostaje, por la procedencia del material, por el tipo de recogida, si se realiza o no alguna selección adicional en planta, y por el tratamiento del residuo (tipo de tecnología, equipamiento, funcionamiento, organización y seguridad en el trabajo)(Soliva, 2001). La calidad no solamente se ha de controlar en el producto final, ya que ésta dependerá totalmente de los controles que se realicen tanto en las materias primas, como durante el proceso y en el producto final. Los diferentes materiales que se pueden compostar determinan los tipos de compost que pueden obtenerse. Esta diversidad aumenta la dificultad de establecer sistemas para valorar la calidad del compost. Los usos que se pueden dar al compost son muchos y las exigencias para cada uso son diferentes. Es importante establecer qué tipo de características interesa más valorar cuando el producto se fabrica con una finalidad determinada.

Normalmente la calidad del compost se relaciona más con la ausencia de contaminantes, un aspecto aceptable y un producto de fácil aplicación, que con el contenido en materia orgánica estabilizada y fitonutrientes. De hecho durante los últimos años, el término compost se ha desprestigiado al comercializarse productos con unas características y un aspecto inapropiados. La introducción de la recogida selectiva de la FORM en Cataluña ha permitido obtener compost con una calidad notablemente superior al compost que se obtenía a partir de los residuos recogidos “en masa”. Con la implementación de la recogida selectiva, la presencia de impropios (vidrio, plástico y metales) en el compost se ha visto reducida. Por esta razón, el contenido de elementos potencialmente tóxicos en el compost es significativamente inferior, y no puede considerarse un factor limitante para su uso comercial (Giró, 2000). De todas formas el compost final debe presentar un aspecto y un olor aceptables, una higienización correcta y un nivel bajo de impurezas y contaminantes.

En el recién publicado Real Decreto 824/2005 sobre productos fertilizantes, se definen algunas de las características relativas a la calidad del compost. En este decreto se presta especial atención a determinados fertilizantes, particularmente a los que utilizan materias primas de origen orgánico y que están sometidos a reglamentaciones específicas. En la tabla 1.3 se muestran los principales parámetros requeridos para algunos fertilizantes que se relacionan con los experimentos realizados en esta tesis.

En el anexo IV de este Decreto se realiza una lista de residuos orgánicos biodegradables que pueden ser compostados haciendo la siguiente diferenciación por grupos.

- 02. Residuos de la agricultura, horticultura, acuicultura, silvicultura, caza y pesca; residuos de la preparación y elaboración de alimentos;
- 03. Residuos de la transformación de la madera y de la producción de tableros y muebles, pasta de papel, papel y cartón;
- 04. Residuos de las industrias del cuero, de la piel y textil;
- 19. Residuos de las instalaciones para el tratamiento de residuos;

Tabla 1.3: Grupo 6. Enmiendas orgánicas según el Real Decreto 824/2005 (*)

Nº	Tipo	Información sobre la forma de obtención y los componentes esenciales	Contenido mínimo en nutrientes (porcentaje en masa) Información sobre la evaluación de los nutrientes	Otras informaciones sobre la denominación del tipo o del etiquetado	Contenido en nutrientes que debe declararse y garantizarse
02	Enmienda orgánica Compost	Producto higienizado y estabilizado, obtenido mediante descomposición biológica aeróbica (incluyendo fase termofílica), de materiales orgánicos biodegradables del Anexo IV, bajo condiciones controladas	-Materia orgánica total: 35 % -Humedad: entre 30 y el 40 % -C/N < 20 -Las piedras y las gravas eventualmente presentes de diámetro superior a 5 mm no superarán el 5 % -Las impurezas (metales, vidrios y plásticos) eventualmente presentes de diámetro superior a 2 mm no superarán el 3 % -El 90 % de las partículas pasarán por la malla de 25 mm	-pH -conductividad eléctrica -Relación C/N -Humedad mínima y máxima -Materias primas utilizadas -Tratamiento o proceso de elaboración	-Materia orgánica total -C orgánico -N total (si supera el 1 %) -N orgánico (si supera el 1 %) -N amoniacal (si supera el 1 %) -P ₂ O ₅ total (si supera el 1 %) -K ₂ O total (si supera el 1 %) -Ácidos húmicos -Granulometría
04	Enmienda orgánica Compost de estiércol	Producto higienizado y estabilizado, obtenido mediante descomposición biológica aeróbica (incluyendo fase termofílica), exclusivamente de estiércol, bajo condiciones controladas	-Materia orgánica total: 35 % -Humedad: entre 30 y el 40 % - C/N < 20 -No podrá contener impurezas ni inertes de ningún tipo tales como: piedras, gravas, metales, vidrios o plásticos	-pH -conductividad eléctrica -Relación C/N -Humedad mínima y máxima -Tratamiento o proceso de elaboración	-Materia orgánica total -C orgánico -N total (si supera el 1 %) -N orgánico (si supera el 1 %) -N amoniacal (si supera el 1 %) -P ₂ O ₅ total (si supera el 1 %) - K ₂ O total (si supera el 1 %) -Ácidos húmicos -Granulometría

(*) Real Decreto 824/2005, de 8 de julio, sobre productos fertilizantes. BOE núm. 171, 2005

- 20. Residuos municipales (residuo doméstico y residuos asimilables procedentes de los comercios, industrias e instituciones), incluidas las fracciones recogidas selectivamente.

También en el Plan Nacional de Residuos Urbanos (PNRU) (Sección 2.2.1 “Plan Nacional de Compostaje”), se recogen algunas de las cuestiones fundamentales para el desarrollo y mejora de la implantación del proceso de compostaje:

- la formulación de un estándar agronómico de calidad del compost;
- la fundación de un Centro Nacional de Compost;
- incentivos para programas de investigación y promoción del uso del compost, y
- la promoción de acuerdos voluntarios para incrementar la demanda y utilización del compost.

La calidad del compost es una de las cuestiones pendientes más importantes y urgentes a desarrollar en los próximos años. Se necesita una herramienta esencial para garantizar la calidad del compost y aportar confianza entre los potenciales compradores. Una de las soluciones sería la creación de un sistema de garantía de calidad (QAS-Quality Assurance System). En varios países como en Alemania y Suiza existen sistemas de etiquetado voluntario que garantizan la calidad del compost (Hogg *et al.*, 2002).

Capítulo 2

OBJETIVOS

El objetivo de esta tesis es estudiar el proceso de compostaje y el co-compostaje en el tratamiento de residuos sólidos orgánicos mediante la utilización de técnicas respirométricas. Este objetivo incluye el estudio de la relación entre estas técnicas y otros parámetros típicos de seguimiento de proceso. Para cumplir este objetivo general se pretende:

- Realizar una búsqueda bibliográfica sobre la aplicación de técnicas respirométricas en el proceso de compostaje haciendo una revisión y discusión de las técnicas respirométricas más utilizadas y de los diferentes límites de estabilidad que se han propuesto basados en los índices respirométricos.
- Diseñar y construir un respirómetro estático basado en los modelos y recomendaciones propuestos en la bibliografía con el objetivo de utilizarlo para determinar la estabilidad de un material final y como parámetro de seguimiento de proceso.
- Optimizar y validar el respirómetro estático como parámetro de seguimiento del proceso y como parámetro de medida de estabilidad y escoger las condiciones de ensayo, temperatura y tiempo de incubación, para ambos.

- Aplicar las técnicas respirométricas en el estudio del proceso de compostaje o co-compostaje a diferente escala y de diferentes residuos sólidos orgánicos, tanto de residuos conocidos como de residuos poco estudiados y de naturaleza diversa.

Finalmente, se pretende la comparación de diferentes técnicas respirométricas entre si, la búsqueda de correlación entre diferentes índices y sus diferentes formas de expresión y la identificación de los puntos donde sea necesaria más investigación para dar una visión global de las tendencias actuales en este campo.

Capítulo 3

RESPIROMETRÍAS EN EL COMPOSTAJE: REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

El contenido de este capítulo está publicado en: Raquel Barrena Gómez, Felicitas Vázquez Lima, Antoni Sánchez Ferrer, 2006 “The use of respiration indices in the composting process: a review” *Waste Management & Research*, **24**, 37-47.

Resumen

La gran aceptación de los métodos respirométricos para determinar la estabilidad de un compost ha llevado a muchos autores a proponer metodologías más fiables y más fáciles de llevar a cabo. La diversidad de métodos, sumada a las diferentes formas de expresar los resultados obtenidos, y a las diferentes interpretaciones de lo que es biológicamente estable, ha generado confusión en su uso.

3.1. Introducción

La respiración se define como un proceso exotérmico donde moléculas inorgánicas como O_2 , NO_3 , SO_4 o CO_2 se reducen a través de varios pasos metabólicos para formar H_2O , N_2 , H_2S o CH_4 . La sustancia que primero se oxida puede ser un compuesto orgánico (glucosa) o inorgánico (NH_4Cl). En la mitocondria y en los organismos heterótrofos aerobios las moléculas orgánicas son la fuente de energía y el oxígeno es reducido. Los heterótrofos anaerobios usan moléculas orgánicas como fuente de energía, pero reducen nitratos y sulfatos. Los autótrofos aerobios usan moléculas inorgánicas como fuente de energía y reducen el oxígeno (US Department of Agriculture and Council, 2001).

La respiración se considera una medida de la actividad biológica. Este parámetro puede proporcionar una medida fiable y repetitiva de la actividad microbiológica de un material. Aplicados al proceso de compostaje, las técnicas respirométricas consisten en la medida del O_2 consumido o el CO_2 producido por los microorganismos heterótrofos aerobios presentes en el proceso, y en consecuencia son indicadoras de la actividad biológica de un material. Los microorganismos utilizan oxígeno y generan dióxido de carbono, vapor de agua y calor durante la descomposición aeróbica de la materia orgánica. La población microbiana respira a tasas elevadas en compost biológicamente inestable, en tal caso, consumiendo más oxígeno y generando más CO_2 y vapor de agua que en compost más estable. El consumo de oxígeno durante el compostaje está determinado por la tasa de actividad biológica aerobia. Como la actividad aerobia es función de la estabilidad del compost, las tasas de respiración también están directamente relacionadas con la estabilidad del compost: a mayor estabilidad menos consumo de oxígeno.

Actualmente se utilizan diferentes índices respirométricos, obtenidos mediante diferentes técnicas para determinar el nivel de actividad biológica en muestras de compost. De forma general, el índice respirométrico (IR) se puede definir como la velocidad de consumo de O_2 o la producción de CO_2 de una muestra de compost en unas condiciones de ensayo determinadas. La diversidad de métodos existente, sumada a las diferentes formas de expresar los resultados obtenidos, y a las diferentes interpretaciones de lo que es biológicamente estable genera confusión en su uso.

El conocimiento del grado de estabilidad de la materia orgánica, bien durante la evolución de un proceso biológico, bien en el producto final, es de gran importancia. Esta información resulta esencial para un efectivo control del proceso, un uso beneficioso del producto final, y un diseño de proceso en planta más apropiado (Lasaridi and Stentiford, 1998).

Partiendo de esta base, el objetivo de este capítulo es hacer una revisión y discusión de las técnicas respirométricas más utilizadas y de los diferentes límites de estabilidad que se han propuesto basados en los índices respirométricos.

3.2. Diferentes métodos respirométricos

La actividad respirométrica de un material puede determinarse directamente a partir del consumo de O_2 o la producción de CO_2 , o indirectamente a través del calor generado. En la figura 3.1 se muestra un diagrama de procedimiento para obtener el índice respirométrico de una muestra. A continuación, se detallan los métodos más significativos para determinar la actividad respirométrica:

El test de autocalentamiento

Este método mide el aumento de temperatura de la muestra provocado por la actividad exotérmica biológica y química. Ampliamente usado en Europa y Norte América se trata de un método práctico y conveniente para operaciones rutinarias de fácil implementación e interpretación. Algunos autores consideran que no es estrictamente una verdadera medida de la respiración porque muchas reacciones químicas y biológicas que no están relacionadas con la respiración son también exotérmicas. Además, el calor generado por la biomasa también está influenciado por otros factores como la porosidad y el contenido en humedad de la muestra. Koenig and Bari (2000) determinan indirectamente la actividad respirométrica de un compost a partir de los datos obtenidos en un test de autocalentamiento utilizando planteamientos bioenergéticos para obtener el calor generado a lo largo del test. La

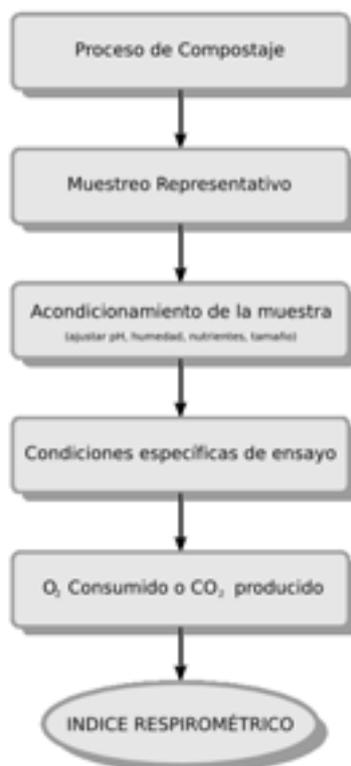


Figura 3.1: Diagrama general del proceso para obtener el índice respirométrico de una muestra de compost

máxima actividad respirométrica se obtiene teniendo en cuenta que la generación de 14000 J de calor biológico consume 1 g de O₂.

Métodos basados en la producción de CO₂

Son métodos sencillos, económicos y muy utilizados en laboratorios comerciales. Normalmente requieren equipos sencillos y de fácil uso. La producción de CO₂ se correlaciona directamente con la respiración aeróbica. Entre los diferentes métodos existentes para determinar la producción de CO₂ de un compost destacan los que utilizan trampas alcalinas para fijar CO₂. Dentro de este grupo se encuentra el test Solvita[®], kit comercial ampliamente utilizado, que mide la respiración y la producción de amoníaco en muestras de un volumen estandarizado. No obstante, existen métodos más complejos basados en técnicas colorimétricas y cromatografía de gases, o métodos más sofisticados como métodos de microtitulación en placa (biolog) (Campbell *et al.*, 2003). Son muchos los autores que en los últimos tiempos han propuesto versiones y adaptaciones de los métodos originales (Brewer and Sullivan, 2003; California Compost Quality Council, 2001).

Por una parte, el mayor inconveniente de este método es que no diferencia entre el CO₂ producido aerobia o anaeróbicamente. Por otra parte, estos métodos asumen que la relación CO₂/O₂ es siempre 1. Sin embargo, esta relación puede variar en función del grado de oxidación del carbono orgánico, por lo que algunos autores han argumentado que no es posible utilizar estos métodos para determinar el índice respirométrico de un material (Lasaridi and Stentiford, 1998). Al contrario, quienes lo defienden afirman que si el ensayo se realiza en condiciones aerobias controladas, todo el CO₂ producido será producto de una respiración aerobia (ADAS Consulting Ltd., 2003). Sin embargo, este método presenta dos desventajas importantes: en primer lugar la solubilidad del CO₂ en soluciones acuosas; y en segundo lugar la dependencia de esta solubilidad con el pH. Esta última desventaja es de especial importancia cuando se comparan actividades respirométricas de diferentes tipos de residuos donde el pH puede variar dentro de un amplio rango. Por ejemplo, el pH de la fracción orgánica de residuos municipales se sitúa en el rango ácido (5,5-6,5), mientras que el pH de los lodos de EDAR se encuentra en el rango alcalino (7,5-8,5)

(Gea *et al.*, 2004). Como la pKa del CO₂ es 6,37, una diferencia de 2-3 unidades en el pH de dos residuos diferentes puede no permitir una comparación entre índices obtenidos midiendo la producción de CO₂.

Métodos basados en el consumo de O₂

Es el grupo de métodos más reconocido para la determinación de la actividad biológica de un material (Iannotti *et al.*, 1993; Adani *et al.*, 2001, 2003; Gea *et al.*, 2004; Barrena *et al.*, 2005). A partir de las respirometrías (como así se denominan estos métodos) se obtiene una información concreta con valores precisos sobre la actividad de un compost. Su principal inconveniente es que requiere el uso de instrumentación concreta y normalmente de personal con formación específica. Además, los equipos utilizados necesitan un mantenimiento y calibración frecuente. En el mercado existen diferentes equipos comerciales disponibles (Costech, Oxitop, Micro-Oxymax, etc.) que pueden alcanzar precios elevados. La velocidad de consumo de oxígeno se puede medir usando respirómetros manométricos o electrolíticos, midiendo los cambios en la concentración de oxígeno con cromatografía de gases o electrodos de oxígeno. Algunas técnicas miden directamente el oxígeno mientras que otras miden el oxígeno disuelto en suspensiones acuosas. La expresión del índice obtenido y sus condiciones de ensayo dependen del método utilizado.

Los métodos basados en el consumo de oxígeno se dividen en dos clases: estáticos y dinámicos (Adani *et al.*, 2001). En los métodos dinámicos, el ensayo se realiza con un aporte continuo de oxígeno a la biomasa, minimizando de esta forma las limitaciones en la difusión del oxígeno. Esta minimización es importante ya que la velocidad de transferencia de oxígeno en la biomasa y dentro de las células se considera el factor limitante en la velocidad de consumo de las reacciones biológicas que tienen lugar en una película fija, como en una matriz orgánica (Paletski and Young, 1995). Varios autores han descrito el uso de métodos dinámicos; entre ellos tenemos Paletski and Young (1995); Scaglia *et al.* (2000); Adani *et al.* (2002a); Gea *et al.* (2004). Los métodos estáticos son aquéllos donde no existe un aporte continuo de aire durante el ensayo. Los métodos estáticos incluyen métodos que trabajan con muestra sólida y con muestra líquida (Pressel and Bidlingmaier, 1981; Usui *et al.*,

1983; Willson and Dalmat, 1986; Haug, 1986; Iannotti *et al.*, 1993; Lasaridi and Stentiford, 1998).

En la tabla 3.2 se resumen las características de los principales métodos respirométricos. En esta tabla se observan las diferentes nomenclaturas utilizadas, el tipo de respirometría y las condiciones de los ensayos.

Tabla 3.1: Comparación entre los índices respirométricos basados en el consumo de Oxígeno más utilizados

Índice	Nombre	Ref.	Tipo	Muestra			Ensayo		
				Estado	Peso	Tamaño	H ₂ O	Tiempo	T
O ₂ uptake	Consumo de O ₂	1	E	S	60 g	<9.5 mm	50-55%	I: 16 h e: 1 h	37
SOUR	Consumo específico de O ₂	2	E	L	3 - 8 g	<9.5 mm	Suspensión acuosa	e: 5-6 h	30
OD ₂₀	Consumo acumulado de O ₂ en 20 h	2	E	L	3 - 8 g	<9.5 mm	Suspensión acuosa	e: 20 h	30
DSOUR	SOUR en muestra sólida	2	E	S	3 - 8 g	<9.5 mm	-	e: 20 h	30
IRD DRI	Índice respirométrico dinámico	3	D	S	Hasta 50 kg	<50 mm Si es necesario	75 % capacidad de retención hidráulica	e: 53 h (4 d máximo)	p

44 RESPIROMETRÍAS EN EL COMPOSTAJE: REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

Índice	Nombre	Ref.	Tipo	Muestra				Ensayo	
				Estado	Peso	Tamaño	H ₂ O	Tiempo	T
IRE <i>SRI</i>	Índice respirométrico estático	3	E	S	Hasta 50 kg	<50 mm Si es necesario	75 % capacidad de retención hidráulica	e: 3 h	p
IRDR <i>RDRI</i>	IRD real	3	D	S	Hasta 50 kg	<50 mm Si es necesario	Sin ajustar	e: 53 h	p
IRDP <i>PDRI</i>	IRP potencial	3	D	S	Hasta 50 kg	<50 mm Si es necesario	Humedad óptima	e: 53 h	p
AT ₄ sapromat	Actividad respirométrica acumulada a 4 días	4	E	S	50 g	<10 mm	Saturación	e: 4 d	20
AT ₄ ASTM	Actividad respirométrica acumulada a 4 días	5	D	S	500 g	<10 mm	50 %	e: 4 d	58
IR _T	Consumo de oxígeno	6	E	S	250 mL	<10 mm si es necesario	40-55 %	I: 4 h e: 1.5 h	p
IR ₃₇	Consumo de oxígeno	6	E	S	250 mL	<10 mm si es necesario	40-55 %	I: 18 h e: 1.5 h	37

Tipo (D: dinámica, E: estática); Estado (S: sólido; L: líquido); Tiempo (I: incubación, e: ensayo);

T: temperatura ensayo ($^{\circ}\text{C}$) (P: temperatura de proceso). Referencias: **1:** Iannotti *et al.* (1993); **2:** Lasaridi and Stentiford (1998); **3:** (Adani *et al.*, 2001); **4:** Binner and Zach (1999); **5:** American Society for Testing and Materials (1996); **6:** Barrena *et al.* (2005)

La respirometría estática propuesta por Iannotti *et al.* (1993), mide los cambios de concentración de oxígeno en un espacio de aire dentro de un recipiente cerrado herméticamente que contiene una muestra de compost de humedad, volumen y peso conocidos, en unas condiciones de temperatura determinadas. El registro de oxígeno se realiza a través de un electrodo de oxígeno.

El método DiProVe propuesto por Adani *et al.* (2001) determina el índice respirométrico dinámico (IRD) midiendo la diferencia de concentración de oxígeno (mL L^{-1}) de un caudal de aire a la entrada y a la salida de un reactor, tras haber pasado a través de la biomasa. El IRD se calcula como la media de 12 datos tomados cada 2 horas, representando 24 horas de la máxima actividad durante un periodo de observación de 4 días. En función de las condiciones de operación escogidas, los autores definen el IRD real (IRDR), realizando el análisis sobre la muestra de compost tal cual llega al laboratorio, y el IRD potencial (IRDP) referido a la actividad respirométrica de una muestra de compost después de ajustar al óptimo su contenido en humedad. El cálculo del índice respirométrico estático (IRE) se realiza en el mismo reactor. Para esta determinación se detiene la aireación en el reactor y se introduce dentro de éste un electrodo de oxígeno en contacto con el aire libre por encima del material. La velocidad de consumo de oxígeno se calcula siguiendo los cambios en la concentración de oxígeno. El registro de datos se realiza cada 5 minutos durante tres horas. Éste índice se calcula según el método propuesto por Iannotti *et al.* (1993), siendo necesario además el cálculo del FAS del material. Es importante destacar que se trata de un reactor adiabático y, por consiguiente, la temperatura a la que se realizan las respirometrías corresponde a la temperatura del material en ese momento del proceso.

El método propuesto por Lasaridi and Stentiford (1998) está basado en el test de la DBO, método usado rutinariamente en el tratamiento de aguas. En este método se determinan dos índices: el SOUR (*specific oxygen uptake rate*, velocidad específica de consumo de oxígeno) y el OD_{20} (consumo acumulado de oxígeno en 20 horas). Para determinar el SOUR se utiliza una sonda de oxígeno disuelto que mide los cambios

en la concentración de oxígeno de una muestra de compost en suspensión, bajo unas condiciones de óptima actividad microbiana y máxima velocidad de reacción. El consumo acumulado de oxígeno a las 20 horas (OD_{20}) se calcula como la integral del consumo de oxígeno entre 0 y 20 horas. A efectos de medida de la estabilidad es indiferente utilizar una u otra variable, pero desde un punto de vista práctico es preferible utilizar el SOUR, ya que el tiempo necesario para alcanzar este valor suele ser inferior a las 10 horas lo que permite disminuir a menos de la mitad el tiempo de ensayo (Chica *et al.*, 2003). Además, la determinación del SOUR se realiza por una simple lectura del máximo de la curva respecto el tiempo y no es necesaria una integración gráfica como sucede para determinar el OD_{20} . El DSOUR (SOUR en muestra sólida), se calcula según el método propuesto por Iannotti *et al.* (1993). En este caso el ensayo se realiza a 30°C a diferencia de la temperatura original del método (37°C) para poder comparar los dos métodos entre sí.

En Europa, el AT_4 (actividad respirométrica a los 4 días) y el IRD son los índices recomendados en el borrador de Directiva de bioresiduos (*Biowaste Directive*) Comisión Europea (2001) como indicadores de estabilidad. Este documento tenía que ser incluido en una nueva directiva de compost, sin embargo, la Comisión Europea ha abandonado esta iniciativa recientemente (European Compost Network, 2005). No obstante, este documento se usa ampliamente como guía para el diseño de plantas de tratamiento de toda Europa. Otros protocolos como el TMECC (US Department of Agriculture and Council, 2001) proponen límites basados en el índice respirométrico estático de Iannotti *et al.* (1993).

Por otra parte, en un futuro cercano, otro importante uso de los índices respirométricos será la valoración del grado de estabilidad biológica del producto final de residuos tratados en plantas de tratamiento mecánico biológico (TMB) (Adani *et al.*, 2002b, 2004a). Este hecho es de especial interés debido a que la legislación europea tiene por objetivo reducir el vertido de residuos urbanos biodegradables según la Directiva 1999/31/CE relativa al vertido de residuos.

3.2.1. Comparación entre diferentes métodos respirométricos

Existe una gran diversidad de métodos respirométricos propuestos en la bibliografía. Son varios los estudios donde se comparan las diferentes técnicas respirométricas entre sí, y con otros parámetros de seguimiento de proceso o de estabilidad del material final. A continuación se detallan varios estudios donde se han realizado comparaciones entre diferentes métodos y donde se argumenta a favor o en contra de cada uno de ellos:

Koenig and Bari (2000) comparan el test de autocalentamiento con la respirometría basada en el consumo de O_2 y concluyen que el test de autocalentamiento es menos complicado, más económico y más apropiado que la respirometría. Además, el test de autocalentamiento permite analizar muestras con mayor cantidad de material (volumen de 1,5 L), de manera que el resultado obtenido es más representativo que en la respirometría.

Por el contrario, Lasaridi *et al.* (2000) indican que comparado con la respirometría, el test de autocalentamiento no muestra precisión durante las primeras fases del proceso. Durante las 2-3 primeras semanas, las respirometrías resultan una herramienta más apropiada para diagnosticar la evolución y los posibles cambios del proceso de compostaje. Por otro lado, sugieren que el test de autocalentamiento junto con diversos test de germinación son más apropiados para determinar la estabilidad-madurez del compost final.

Brinton (2001) considera que la información aportada por el test de autocalentamiento proporciona una idea global del proceso si se compara con la información obtenida con las respirometrías. El autor argumenta que las respirometrías integran un elevado número de factores relacionados con compost y se correlacionan bien con las observaciones de campo realizadas. De todas formas, recomienda que el uso de las respirometrías no debe reemplazar otros procedimientos cuantitativos de laboratorio. Además, añade que el test de autocalentamiento es una herramienta limitada para distinguir entre diferentes estados de madurez de un compost, al no poder diferenciar un compost maduro de uno muy maduro. Este dato puede resultar de

gran valor a la hora de aplicar el compost en el suelo. El autor resalta que no se debe utilizar un sólo método para determinar la estabilidad de un material.

Butler *et al.* (2001) observan que el test de autocalentamiento es más apropiado que las técnicas respirométricas, tanto para la monitorización del proceso como para determinar la estabilidad de un material. Comprueban que los valores obtenidos con las respirometrías no varían a partir del día 29 de proceso, mientras que el test de autocalentamiento aporta información durante 57 días.

Brewer and Sullivan (2003) comparan diferentes métodos respirométricos: test de autocalentamiento, CO₂ colorimétrico (Solvita), CO₂ por trampa alcalina y colorimetría. En este estudio todos los métodos aportan una información comparable pero se critica al test de autocalentamiento por ser demasiado lento en aportar información sobre el proceso.

Brinton *et al.* (1995) proponen un procedimiento estandarizado del test de autocalentamiento. Comparan este test con las respirometrías y encuentran una relación entre ambos (ver tabla 3.2). En esta tabla se muestra que el test de autocalentamiento es incapaz de distinguir entre muestras activas y muy activas.

Tabla 3.2: Relación entre el método CO₂, el test de autocalentamiento y el método O₂, adaptada de Brinton *et al.* (1995) y Körner *et al.* (2003)

Producción de CO ₂ (mg CO ₂ -C g ⁻¹ C)	Velocidad de respiración	Grado autocalentamiento equivalente	Consumo de O ₂ (mg O ₂ g ⁻¹ MS)	Tipo de material
0-2	muy baja	V	<20	estable
2-8	moderadamente baja	IV-III	30-20	estable
8-15	media	II-I	50-30	fresco
15-25	media-alta	I	80-50	fresco
>25	alta	I	>80	crudo

Lasaridi *et al.* (2000) defienden el valor de la respirometría (consumo de oxígeno) como medida directa de la actividad microbiana durante el proceso de compostaje.

El California Compost Quality Council (2001) compara diferentes técnicas respirométricas entre si y concluye que generalmente la medida de consumo de oxígeno

requiere más tiempo, más control y un equipo más sofisticado en comparación con el método respirométrico basado en la producción de CO₂.

Adani *et al.* (2002a) coinciden con Haug (1986) y reportan que los métodos basados en el consumo de oxígeno son preferibles que los del seguimiento de CO₂, ya que el consumo de oxígeno está directamente relacionado con la oxidación de la materia orgánica. Los autores argumentan que en las técnicas basadas en la producción de CO₂ existe la posibilidad que parte de la materia orgánica oxidada no procedente de la respiración microbiana interfiera en la medida. En cambio, los métodos basados en el consumo de oxígeno no están afectados por esta interferencia.

Según el ADAS Consulting Ltd. (2003) combinar el test de autocalentamiento y las respirometrías basadas en el consumo de oxígeno resulta ventajoso para la monitorización del proceso de compostaje comparado con los métodos basados en la producción del CO₂. Respecto a la medida de CO₂, no existe evidencia en la bibliografía consultada para utilizarlo como herramienta en la monitorización de las diferentes etapas del proceso. En cambio, resulta una herramienta útil como parámetro de estabilidad.

Paletski and Young (1995) consideran que las respirometrías basadas en el consumo de oxígeno representan una mejora en las técnicas de estabilidad del compost, ya que proporcionan información sobre la biología del proceso de compostaje y reflejan directamente la actividad de la población microbiana aerobia.

De estos estudios se extrae que en el presente no hay un consenso general en el uso común de las técnicas respirométricas.

3.2.2. Comparación de los diferentes métodos basados en el consumo de oxígeno

Adani *et al.* (2003) comparan tres métodos respirométricos con el objetivo de saber si se pueden usar indistintamente. Dos métodos en estado sólido, uno en condiciones estáticas (IRE) y el otro en condiciones dinámicas (IRD), mientras que el tercero se lleva a cabo en medio líquido (SOUR). Los resultados obtenidos en este trabajo

muestran que todos los métodos están correlacionados entre sí y pueden describir perfectamente la estabilidad biológica del compost. Sin embargo, los métodos están afectados por diferentes factores que en muchos casos pueden influir en los resultados. Por ejemplo, el índice SOUR parece estar afectado por la fracción orgánica soluble y en algunos casos, en función del material analizado, aporta unos valores de estabilidad diferentes a los obtenidos en los métodos sólidos. Por este motivo, estos autores recomiendan más investigación para aclarar la relación entre la fracción soluble y el SOUR. Comparando los valores obtenidos por los IRE y el IRD los resultados muestran que los métodos estáticos dan un valor más bajo que los métodos dinámicos que los autores atribuyen a las limitaciones de difusión de oxígeno. El aporte continuo de oxígeno en el método dinámico conlleva no tener limitaciones de actividad. Otra de las limitaciones del método estático se basa en errores sistemáticos debidos a la dificultad de medir el FAS, ya que obtener una medida precisa del FAS es complicado. El equipo necesario es caro normalmente y complicado de usar (Oppenheimer *et al.*, 1997; Agnew *et al.*, 2003). De todas formas, las diferencias son menores entre los índices cuando el objetivo es determinar la estabilidad del material final.

Lasaridi *et al.* (2000) comparan el índice SOUR con el DSOUR durante el seguimiento de un proceso de compostaje. Durante la etapa de maduración los valores obtenidos tanto por el SOUR como por el DSOUR son similares y por tanto también la información aportada. Se comprueba que existe una alta correlación entre ellos, si bien el DSOUR resulta menos fiable cuando se aplica a las primeras etapas del proceso sin llegar a describir correctamente lo que está sucediendo.

Por otro lado, el IRD, el IRE y el cociente respiratorio (CR) se han utilizado para la monitorización del compostaje de diferentes materiales (Gea *et al.*, 2004). El CR representa la relación entre el CO₂ producido y el O₂ consumido. Se asume que bajo condiciones aerobias el CR tiene un valor cercano a 1, sin embargo el valor real depende de la composición bioquímica del material (Atkinson and Mavituna, 1983). En este trabajo el IRE se determina a 37°C y a la temperatura que se encuentra el material en el momento de muestreo (temperatura de proceso), mientras que el IRD se calcula en línea. En este caso los valores de IRD mostraron ser los más apropiados para evaluar la actividad microbiana en el proceso. Se observa que durante las primeras fases del compostaje el IRE es significativamente más bajo que el IRD;

probablemente debido a las limitaciones de la difusión del oxígeno, mientras que en las últimas etapas ambos IRD e IRE son parecidos. El CR no muestra ningún cambio significativo durante el proceso.

A partir de las comparaciones realizadas entre los diferentes métodos y de las limitaciones comentadas por los propios autores, las ventajas y desventajas de cada uno de ellos se detallan a continuación:

En el método estático sólido, a diferencia del método dinámico, se subestima el consumo de oxígeno de la biomasa y se tienen limitaciones para determinar el potencial de degradabilidad de un residuo. En los métodos en estado líquido, este efecto se minimiza al estar la muestra en solución y agitada constantemente (Lasaridi *et al.*, 2000). El SOUR proporciona una buena respuesta sin tener limitaciones por la transferencia de oxígeno como ocurre en la muestra sólida. Según sus autores, es más reproducible que los métodos sobre muestra sólida porque los resultados de estos últimos dependen de la estructura y humedad del material. Una suspensión líquida elimina las limitaciones relacionadas con la estructura, el contenido en humedad y la disponibilidad de oxígeno.

El SOUR está limitado por la poca cantidad de muestra que se utiliza al realizar el ensayo (3-8 gramos). Las muestras de FORM presentan un alto grado de heterogeneidad, sobre todo en las primeras fases del proceso, por lo que se ha de utilizar una cantidad más elevada de muestra para que ésta sea representativa, y en este caso la diferencia de oxígeno en medio líquido puede ser limitante.

El tiempo de duración de un ensayo es variable. Las respirometrías dinámicas pueden realizarse en línea (Gea *et al.*, 2004) o en el plazo de 2 días, con un periodo de observación de 4 días (Adani *et al.*, 2003). Por otra parte, para las respirometrías estáticas son necesarios 2 días para obtener el índice respirométrico.

Los equipos utilizados en las respirometrías estáticas son relativamente más baratos y simples de operar que los usados en los métodos dinámicos. La interpretación de los resultados no requiere de una formación especializada para los métodos estáticos; en cambio, el método dinámico resulta más complejo. Por lo tanto, el coste del análisis resulta más elevado para la respirometría dinámica que para los métodos estáticos.

La gran ventaja del IRD respecto a los demás es que hay unas condiciones analíticas similares al proceso a escala real. Además de ésta, otra ventaja que cabe destacar del IRD es que puede ser utilizado en compostadores de diferente escala para la determinación del índice respirométrico en línea, aunque hasta ahora no se ha descrito este uso. Al contrario, el índice SOUR, al determinarse en medio líquido, tiene en contra que no refleja las condiciones reales en las que se encuentra el material en el proceso de compostaje. Aunque se presentan ventajas en la difusión del oxígeno comparado con el medio sólido, el compostaje no tiene lugar medio líquido, por lo tanto, los fenómenos de transporte que se dan durante el proceso son diferentes.

Otros estudios muestran que el SOUR es un buen indicador de la estabilidad del material (Lasaridi and Stentiford, 1998). Sin embargo, no puede ser utilizado para la monitorización de las primeras etapas del proceso de compostaje. El IRD y el IRE, además de ser buenos indicadores de estabilidad, representan de forma más precisa la evolución del proceso de compostaje.

El equipo necesario para determinar el IRE descrito por Iannotti *et al.* (1993); US Department of Agriculture and Council (2001) resulta económico. Los índices respirométricos obtenidos en condiciones similares a las del proceso en si, son más reales que los obtenidos en condiciones menos representativas como es el caso del SOUR. En el IRE las limitaciones se encuentran en el manejo de las muestras y en la temperatura a la que se realiza el ensayo.

3.3. Condiciones de operación para las técnicas respirométricas

Las técnicas respirométricas han de llevarse a cabo bajo unas condiciones óptimas para el desarrollo de los microorganismos. Las respirometrías pueden determinar el nivel de actividad microbiana de una muestra, pero sólo si se mantienen unas condiciones óptimas durante el ensayo (Adani *et al.*, 2001). En la determinación del índice respirométrico se requiere una humedad óptima, una temperatura apropiada, y un balance de nutrientes que favorezcan la actividad microbiana.

Son muchos factores los que afectan la actividad de los microorganismos en el proceso de compostaje y, por lo tanto, la determinación del índice respirométrico; en consecuencia se han de mantener cuidadosamente para obtener lecturas de estabilidad precisas (la humedad y la temperatura de la muestra, los microorganismos, equilibrio de nutrientes, presencia de compuestos tóxicos, etc).

Humedad

El contenido de humedad de la muestra es para algunos autores (US Department of Agriculture and Council, 2001; ADAS Consulting Ltd., 2003; Adani *et al.*, 2003) el factor más influyente a la hora de determinar los índices respirométricos. Paletski and Young (1995) realizaron un estudio donde demuestran que el consumo de oxígeno está directamente relacionado con el contenido en humedad de la matriz sólida. Para poder obtener resultados reproducibles es esencial que la humedad de la muestras sea optimizada y preparada de manera que pueda ser reproducible. Es importante determinar la humedad de la muestra y asegurarse de que no hay limitaciones de la actividad por encontrarse el material demasiado húmedo (favorecerá condiciones anaerobias) o demasiado seco (disminuirá la actividad potencial de los microorganismos). En general, las muestras de compost que presentan un contenido de humedad por debajo del 35 % serán biológicamente inactivas y el valor del índice respirométrico será bajo. En la figura 3.2 se muestra el efecto de la humedad en la velocidad de consumo de oxígeno.

Existen diferencias sobre la forma correcta de expresar el contenido de humedad de la muestra. Según el US Department of Agriculture and Council (2001) es más conveniente referirlo a su capacidad de retención de agua, la cual es característica de cada material, que referenciarla al contenido de agua basado en el peso húmedo de la muestra. Por ejemplo, muestras con una elevada densidad aparente, $0,75 \text{ g cm}^{-3}$, y bajo contenido en materia orgánica, generalmente se encuentran sobresaturadas a un 40-50 % de humedad y necesitan menos cantidad de agua (30-40 %). De forma opuesta, muestras con baja densidad aparente y elevada capacidad de retención de agua, pueden estar demasiado secas con sólo un 40-50 % humedad. Las muestras deben humedecerse al 70 % al 85 % de la capacidad de retención de agua. Para la

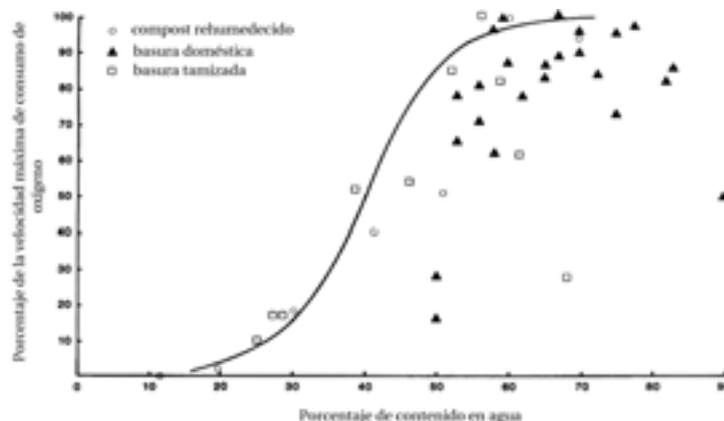


Figura 3.2: Efecto del contenido de humedad en la velocidad de consumo de oxígeno, medidas para diferentes residuos en compostaje (Haug, 1993)

mayoría de las muestras este valor está entre el 40-50 % de humedad sobre peso seco. Por otro lado, se ha de tener en cuenta que muestras que presentan un exceso de humedad, confinadas en un contenedor cerrado pueden alcanzar un estado anaerobio que no es representativo del origen de la muestra y no son adecuadas para el análisis respirométrico.

Temperatura y microorganismos

La actividad biológica es función de la temperatura y son muchas las referencias que demuestran que es uno de los parámetros más críticos en la determinación de índices respirométricos (ADAS Consulting Ltd., 2003; Iannotti *et al.*, 1993; Lasaridi *et al.*, 2000; Mari *et al.*, 2003; Liang *et al.*, 2003; Cronjé *et al.*, 2004).

No hay uniformidad en la elección de la temperatura óptima a la que se han de realizar los ensayos respirométricos. En la mayoría de ensayos, la tasa respirométrica se determina considerando una temperatura estándar, entre los 30-37°C (Paletski and Young, 1995; Iannotti *et al.*, 1993; Lasaridi and Stentiford, 1998; Pressel and Bidlingmaier, 1981). En los protocolos americanos se utiliza normalmente la temperatura de 35°C, mientras que en otros países se utiliza 30°C (Stentiford, 2002).

3.3. Condiciones de operación para las técnicas respirométricas 55

Se considera que las respirometrías realizadas a estas temperaturas son buenas indicadores del potencial metabólico medio de la muestra una vez incorporado al suelo.

Stentiford (2002) trabaja a una temperatura de 30°C. En este estudio se demuestra que trabajando a temperaturas más elevadas, como las que utilizan los métodos italianos (35°C) se obtienen consumos más elevados. En este trabajo se propone una ecuación para obtener el índice SOUR equivalente a otras temperaturas diferentes a 30°C (ver ecuación 3.1):

$$SOUR_T = SOUR_{30} \Theta^{(T-30)} \quad (3.1)$$

Cronjé *et al.* (2003) relacionan la OUR con la temperatura del proceso según indica la ecuación 4.1:

$$OUR = 0,11 \times 1,066^T \quad (3.2)$$

Mari *et al.* (2003) utilizan un respirómetro termogradiante para realizar respirometrías a diferentes temperaturas. Estos autores indican que las respirometrías a 35°C son buenas indicadores del potencial metabólico del compost, en cambio, las respirometrías realizadas a 48,5°C (que en este caso es la temperatura donde se encuentra el óptimo de actividad) representan mejor a la actividad que tiene lugar en ese momento. Haug and Ellsworth (1991) trabajan con una suspensión de la muestra y aconsejan una temperatura de incubación de 45°C para evitar el efecto de las bacterias nitrificantes. Además recomiendan añadir un inhibidor de la nitrificación en el medio.

Barrena *et al.* (2005) estudian la influencia de la temperatura en la determinación del IRE en el seguimiento del proceso de compostaje de lodos de EDAR utilizando dos temperaturas diferentes: a 37°C y a la temperatura que se encuentra el material en el momento del muestreo, temperatura de proceso. Los resultados indican que ambos índices se correlacionan con el perfil de temperaturas en el compostador.

Los valores de IRE a temperatura de proceso resultan más representativos de la actividad metabólica del material y son más sensibles a los cambios que se producen en el material durante la evolución del proceso. Por lo tanto, el IRE a temperatura de proceso es más útil para la monitorización del proceso de compostaje mientras que el IRE a 37°C es más apropiado para la determinación de la estabilidad del material final.

Requerimientos de incubación

Cuando las muestras tienen que ser humedecidas, bien porque tienen un contenido muy bajo en agua, bien porque han sido previamente secadas para su conservación, se considera necesario hacer una incubación con el objetivo de restablecer el equilibrio metabólico de la población. Sin embargo, no hay uniformidad sobre las condiciones en que se ha de realizar la incubación ni su duración. El TMECC (US Department of Agriculture and Council, 2001) recomienda ajustar la humedad directamente en la pila o reactor y propone, para los casos que no sea posible, esperar unas 24 horas a que se equilibren las muestras a la temperatura específica del método. Iannotti *et al.* (1993) remarcan la importancia de usar una temperatura apropiada y evitar el shock de los microorganismos termófilos. Los tiempos de incubación se sitúan entre las 16 (Iannotti *et al.*, 1993) y las 25 horas (US Department of Agriculture and Council, 2001), aunque en algunos casos es necesario incubar hasta 3 días. En un período de incubación corto se pueden obtener valores de índices respirométricos erróneos, demasiado bajos para fases de descomposición, si la temperatura no es la adecuada y no ha habido un tiempo suficiente de aclimatación. Iannotti *et al.* (1993) proponen realizar la respirometría a la temperatura de 37°C. En el TMECC (US Department of Agriculture and Council, 2001) se comenta que hacer el análisis a una temperatura de 37°C como Iannotti *et al.* (1993) puede resultar selectivo para organismos en el rango superior de los mesófilos y no ser indicativo de lo que ocurre una vez el compost es incorporado en el suelo. Por este motivo, este protocolo sugiere realizar el ensayo respirométrico a 34°C, ya que de esta manera se refleja mejor el potencial metabólico del compost.

Equilibrio de nutrientes y ausencia de compuestos tóxicos

Los ensayos respirométricos requieren un balance apropiado de nutrientes y de la ausencia de toxinas y otros compuestos que puedan inhibir la respiración microbiana, ya que una concentración insignificante de componentes tóxicos puede falsear los datos obtenidos por la respirometría. La actividad biológica de un compost puede resultar baja debido al déficit de nutrientes que presentan algunos materiales. Por ejemplo, los lodos procedentes de la industria papelera contienen carbono disponible en abundancia para los microorganismos; pero en cambio, tiene una cantidad limitante de nitrógeno. La tasa respirométrica de este material puede verse limitada por esta carencia de nitrógeno. De todas maneras, existe la posibilidad de suplir estas carencias con la adición de nitrógeno y/o fosfato en los casos en que sea necesario.

También se han de tener en cuenta otros aspectos que pueden surgir por un exceso de nutrientes. Por ejemplo, muestras con concentraciones muy altas de NH_4^+ (>500 mg/kg) pueden ser colonizadas por hongos (ej. saprófitos). El micelio de los hongos sirve como alimento para las bacterias e inducen a una abundante actividad bacteriana durante la incubación. Si no se disminuye la presencia de estos hongos durante la incubación previa a las medidas respirométricas, éstas indicarán elevadas tasas de consumo de O_2 . En la figura 3.3 se observa una muestra de compost donde han proliferado hongos durante el periodo de incubación, y la misma muestra sin hongos. El ensayo respirométrico realizado sobre estas muestras determina que el consumo de oxígeno es muy superior en la muestra con hongos.

3.4. Límites de estabilidad biológica

Se han propuesto diferentes valores de índice respirométrico como límite para determinar la estabilidad biológica de un material. En la tabla 3.3 se muestran los límites de estabilidad propuestos por diferentes autores y los más utilizados en diferentes países para determinar si un material es estable biológicamente.

Algunos protocolos como los propuestos por el TMECC (US Department of Agriculture and Council, 2001) o el CCQC (California Compost Quality Council, 2001),



Figura 3.3: Imagen de un material usado para una respirometría que ha sido colonizado por hongos. Imagen izquierda: material original; imagen derecha: material colonizado

Tabla 3.3: Límites de estabilidad para índices estáticos y dinámicos propuestos por diferentes autores, modificada de Adani *et al.* (2002a)

Métodos respirométricos Estáticos	
TMECC, 1997; Iannotti <i>et al.</i> (1993); USA (IRE)	0,5 mg O ₂ g ⁻¹ SV h ⁻¹
TMECC, 2001 (IRE)	3 mg O ₂ g ⁻¹ SV d ⁻¹
Italia (Regione Veneto, I) (IRE)	0,6 mg O ₂ g ⁻¹ SV h ⁻¹
Sapromat, Indicador de Alemania y Austria (AT ₄)	5 mg O ₂ g ⁻¹ ST (96h)
Comisión Europea (AT ₄)	10 mg O ₂ g ⁻¹ ST (96h)
Lasaridi y Stentiford, 1998 (SOUR)	1 mg O ₂ g ⁻¹ SV h ⁻¹
Métodos respirométricos Dinámicos	
Adani <i>et al.</i> (DiProVe); Italia (Regione Lombardia); Comisión Europea (IRD)	1 mg O ₂ g ⁻¹ SV h ⁻¹
ASTM, 1996 (AT ₄)	35-50 mg O ₂ g ⁻¹ SV (96h)

basados en el modelo estático de Iannotti *et al.* (1993), proponen una nomenclatura y unos límites diferentes a los del método original. En la tabla 3.4 se puede observar como se utiliza la nomenclatura SOUR para definir un método estático con muestra sólida. Esta nomenclatura puede llevar a confusión al compararse con la propuesta

Tabla 3.4: Diferentes nomenclaturas propuestas para el índice respirométrico estático

Autor	índice	Unidades	Límite de estabilidad
US Department of Agriculture and Council (2001)	SOUR	mg O ₂ g ⁻¹ MO d ⁻¹	<3
Índice madurez CCQC según el US Department of Agriculture and Council (2001)	SOUR	mg O ₂ g ⁻¹ MO d ⁻¹	<3
Índice madurez CCQC según California Compost Quality Council (2001)	SOUR	mg O ₂ g ⁻¹ SV h ⁻¹	<0,5
	OUR	mg O ₂ g ⁻¹ ST h ⁻¹	<0,4

por Lasaridi and Stentiford (1998). Por otra parte, el test de madurez propuesto por el CCQC diferencia entre los índices SOUR y el OUR. En este caso, la diferencia está relacionada con la forma de expresar el resultado: el SOUR se refiere a la cantidad de sólidos volátiles del material analizado, mientras que el OUR lo hace sobre el contenido en sólidos totales de la muestra. Además, existe disconformidad en los límites de estabilidad propuestos. El límite de estabilidad para los índices respirométricos que propone el índice de madurez CCQC es diferente según varios autores (ver tabla 3.4).

En general, la coexistencia de diferentes métodos respirométricos ha generado confusión a la hora de aplicarlos. Por ejemplo, en algunas normativas por una falta de asesoramiento científico, se han propuesto unos determinados métodos pero adoptando los límites de estabilidad derivados de otros. Un ejemplo serían los métodos UNI en Italia, donde se propone realizar los ensayos respirométricos a 20°C (UNI

U53001080), pero se adoptan valores derivados del método dinámico (método Di-ProVe) donde el ensayo se lleva a cabo temperatura de proceso (Adani *et al.*, 2003).

Por otro lado, las diferentes formas de expresar los resultados obtenidos pueden llevar a errores de interpretación. Por ejemplo, índices respirométricos determinados sobre valor máximo o sobre la media de 24 horas, o valores referidos a peso seco o al contenido en materia orgánica. En la tabla 3.5 se muestran las diferentes formas de expresar los índices respirométricos. También es importante tener en cuenta las diferentes interpretaciones sobre lo que se considera biológicamente estable. En Alemania y Austria, el límite para que un material se considere estable es mucho más bajo que en Italia. En la tabla 3.3 se observa como el AT_4 propuesto por estos países es más bajo ($5 \text{ mg O}_2 \text{ g VS}^{-1} \text{ h}^{-1}$) que el propuesto por la Comisión Europea ($10 \text{ mg O}_2 \text{ g VS}^{-1} \text{ h}^{-1}$). En Alemania y Austria un compost se considera maduro después de un proceso de duración comprendida entre 4 y 6 meses. En cambio, en Italia el índice se refiere a un tratamiento con una duración entre 15 y 30 días (Adani *et al.*, 2002a).

Tabla 3.5: Diferentes formas de expresar los resultados obtenidos a partir de los índices respirométricos

Expresión de los resultados	
valor máximo	SOUR, Mean Uptake, IRE
media de 24 horas de máxima de actividad microbológica	IRD
acumulado de 96 horas	Sapromat, AT_4 , ASTM

Con el objetivo de unificar los límites de estabilidad, Adani *et al.* (2003) proponen una serie de valores equivalentes para los índices más utilizados. En la tabla 3.6 se muestran las equivalencias entre diferentes índices respirométricos. A partir del valor de IRD propuesto en el segundo borrador de la Directiva de Bioresiduos (Comisión Europea, 2001) como límite de estabilidad, se determinan los diferentes límites de estabilidad para cada uno de los IR. Estos mismos autores también comparan el IRD con el test Solvita, obteniendo unos valores equivalentes para un material estable que corresponden a un IRD inferior de $200\text{-}300 \text{ mg O}_2 \text{ g VS}^{-1} \text{ h}^{-1}$, concluyendo que el test Solvita no resulta útil para determinar la estabilidad de un material debido a su poca resolución. Se recomienda que el test Solvita puede re-

sultar más útil para caracterizar substratos o compost que presenten un alto grado de evolución.

Tabla 3.6: Equivalencias entre los límites de estabilidad de los índices respirométricos más utilizados (Adani *et al.*, 2003)

IRD	IRE	SOUR	Sapromat
$\text{mg O}_2 \text{ g}^{-1} \text{ SV h}^{-1}$	$\text{mg O}_2 \text{ g}^{-1} \text{ SV h}^{-1}$	$\text{mg O}_2 \text{ g}^{-1} \text{ SV h}^{-1}$	$\text{mg O}_2 \text{ g}^{-1} \text{ SV (96h)}$
1	0,40	7,04	45,34

3.5. Conclusiones

A partir de la información disponible en la bibliografía es evidente que no hay un único método que pueda ser utilizado tanto para la monitorización del proceso de compostaje como para la determinación de la estabilidad de una muestra de compost. El método más apropiado depende, en cada caso, del objetivo del ensayo. Sin embargo, a pesar de que las técnicas respirométricas se realizan de forma rutinaria es necesaria más investigación en aspectos como los que se han mencionado para entender mejor la actividad metabólica del material a compostar y así saber de qué forma afecta al grado de estabilidad del compost. Además, resulta evidente que es necesario mas trabajo para obtener una correlación entre los diversos métodos e índices que se utilizan mayoritariamente. Este hecho es particularmente importante ya que los índices respirométricos son considerados parámetros clave en la determinación de la estabilidad de un compost y por lo tanto, en su calidad.

Capítulo 4

MATERIALES Y MÉTODOS

Resumen

En este capítulo se detallan tanto el montaje experimental como los métodos analíticos utilizados en los experimentos de compostaje presentados en este trabajo. La planta piloto de compostaje se ha ido ampliando con el paso del tiempo, disponiendo de nuevas configuraciones y nuevas posibilidades de estrategias de compostaje de las que se disponía cuando se inició el trabajo experimental de esta tesis. En este capítulo se realiza una breve descripción de la planta piloto dónde se han realizado los experimentos. También se muestran los protocolos de los métodos analíticos realizados en la mayoría de experimentos, mientras que aquellos métodos que se han utilizado exclusivamente en algún experimento se detallan en su correspondiente capítulo.

4.1. Planta Piloto

En la figura 4.1 se muestra la planta piloto donde se han realizado los experimentos de compostaje.



Figura 4.1: Planta piloto de compostaje

Esta planta es un montaje versátil que permite realizar estudios en un sistema estático a diferentes escalas. La medida de temperatura y de concentración de oxígeno, y el suministro de aire se pueden realizar sobre cualquiera de los reactores o recipientes existentes (4,5 L, 28 L o 100 L)(Gea, 2001). En la figura 4.2 se muestra un esquema de la planta piloto donde se han desarrollado los experimentos

4.1.1. Reactores y monitorización del proceso

Para la realización de los experimentos de esta tesis se han utilizado reactores de volumen 4,5 L y 100 L.

En la figura 4.3 se muestra una imagen del reactor estático de 100 L de la planta piloto. El reactor estático consiste en un viejo arcón congelador adaptado para su uso en compostaje, con recogida de lixiviados, entrada y salida de aire y orificios para la medida de temperatura y muestreo de gases en diferentes puntos (ver figura 4.4). En la actualidad la planta piloto dispone de 2 reactores de 100 L.

El reactor de 4,5 L de volumen utilizado para pruebas previas de compostabilidad, es un vaso Dewar de 4,5 L acondicionado para su uso en compostaje. El vaso dispone

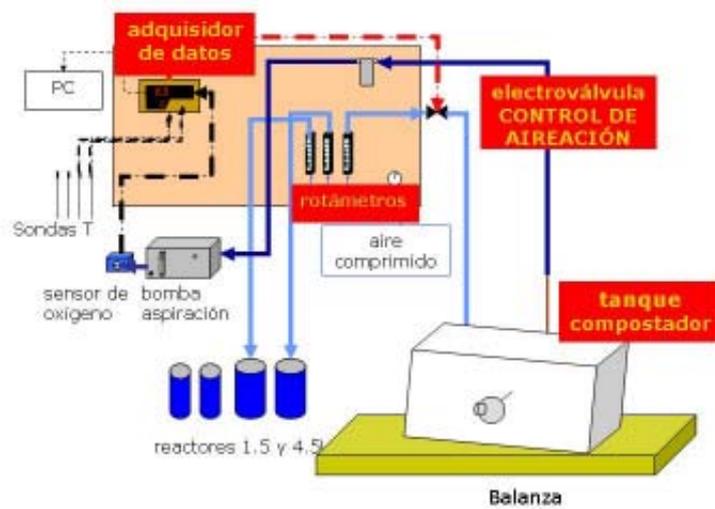


Figura 4.2: Esquema de funcionamiento de la planta piloto



Figura 4.3: Reactor estático de 100 L procesando lodos de depuradora.

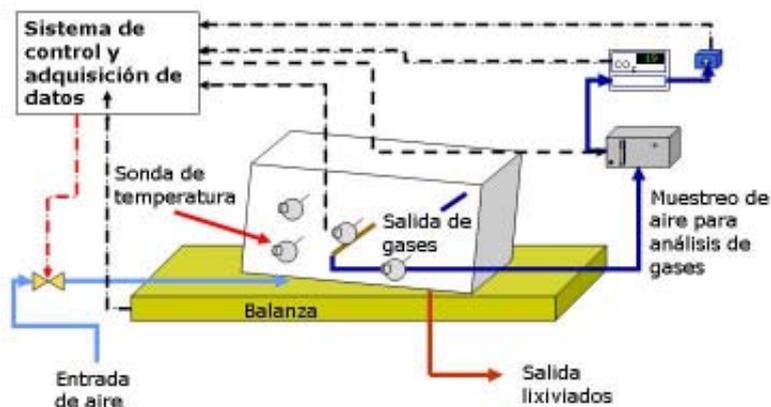


Figura 4.4: Esquema del reactor estático de 100 L de la planta piloto

de una rejilla en el fondo para permitir la lixiviación del material y al mismo tiempo crear una cámara de distribución de aire. El aire se suministra mediante un tubo de plástico insertado a través del material hasta la cámara. En la figura 4.5 se muestra una fotografía del montaje. Dispone también de una tapa con orificios para permitir el paso de la sonda de temperatura y el tubo de aireación.

Para la monitorización del proceso de compostaje en los diferentes reactores se dispone de un programa informático, que ha sido realizado por el Dr. Juan Baeza del departamento de Ingeniería Química de la Universidad Autònoma de Barcelona, que permite realizar las siguientes funciones:

- Medida, visualización y registro de temperaturas a través de sondas Pt-100 conectadas al ordenador (Desin, mod. SR-NHO)
- Medida, visualización y registro de oxígeno, CO₂ y en algunas ocasiones amoníaco en diferentes puntos del reactor, mediante la activación programada de una bomba de aspiración (Sensotran, mod. GCYA/BA) que envía los gases de



Figura 4.5: Imagen de los reactores de 4,5 L en la planta piloto

salida o el aire de la matriz sólida a los sensores de oxígeno (Sensotran, mod. Sensox 6C), CO₂ (Sensotran, mod. IR), y amoníaco (Bionics Instrument Co, mod. TX-FN). Previamente a la bomba, el montaje incluye una trampa de agua (SMC mod. EAF4000 - FO4) para eliminar parte de la humedad que arrastra el aire aspirado, y un sistema de condensación en serpentín (Sensotran, SER15D), puesto que al analizador de oxígeno el aire debe llegar con la menor cantidad de humedad posible. Los analizadores de oxígeno, CO₂ y amoníaco están conectados a un sistema de control y adquisición de datos diseñado exclusivamente para satisfacer las necesidades de la planta piloto de compostaje. Este sistema dispone de 16 entradas analógicas y 16 salidas digitales. Los datos son adquiridos mediante una targeta PCL812PG y registrados en un ordenador personal mediante el software adecuado a los intervalos de tiempo fijados.

- El aire que se suministra al reactor proviene de la red de aire comprimido. La presión del aire se reduce de 6 a 1,5 bares mediante un manoreductor y el caudal se regula mediante rotámetros (Sensotran, mod. MR3A) de diferentes rangos de trabajo (0-5, 0-10, 0-50 L/min). El aporte de aire al reactor se realiza en función de las necesidades de oxígeno de la masa que se está compostando. En los últimos experimentos se ha incorporado al sistema un medidor/controlador digital de caudal másico de un rango de trabajo 0,6-30 L/min (Bronkhorst-Hitel, mod. I-201C-RAA-33-V).
- El sistema de control y adquisición de datos utilizado dispone de controladores

que permiten activar las salidas digitales asignadas en función de la consigna introducida y la señal de la entrada asignada. El control de aireación dentro del tanque se realiza de manera proporcional a la concentración de oxígeno; es decir, la electroválvula que permite el paso del aire se abre un tiempo proporcional a la diferencia entre la medida de oxígeno del tanque y la consigna introducida (10-12 %).

Además, en la planta piloto se dispone de un adquirente de datos (Desin, DAS-8000) que permite mediante su software (Desin, Proasis Das-Win 2.1) realizar el seguimiento de temperatura mediante 8 sondas disponibles de diferentes longitudes, entre 200 y 500 mm, que se pueden insertar a diferentes profundidades de las diferentes configuraciones de reactor.

4.1.1.1. Parámetros monitorizados

La adquisición de datos de temperatura, oxígeno, CO₂, y el registro del caudal de aire de entrada permiten la obtención de parámetros de seguimiento de la actividad biológica en el proceso como son la OUR (*oxygen uptake rate*, velocidad de consumo de oxígeno) y el CR (cociente respiratorio), que se han estudiado en algunos de los experimentos realizados.

La OUR se ha usado tradicionalmente en procesos aerobios, sobre todo en el campo del tratamiento de aguas, para determinar en línea la actividad biológica. En el campo del compostaje, la OUR se suele denominar IRD (Índice Respirométrico Dinámico). La OUR o el IRD se calcula tal como se indica en la ecuación 4.1:

$$OUR = \frac{Q \times (20,9 - O_{2,salida})}{m \times 100} \times \frac{P \times 32 \times 60}{R \times T \times MS \times MO} \quad (4.1)$$

donde:

OUR o IRD = índice respirométrico (mg O₂ g⁻¹ MO h⁻¹)

Q = caudal de aire que entra en el reactor (L min^{-1})

$O_{2, salida}$ = concentración de oxígeno a la salida del reactor ($\%$, $\text{mol O}_2 \text{ mol}^{-1}$)

m = masa del residuo en el reactor (kg)

P = presión atmosférica, 1 atm

32 = masa molecular del O_2 ($\text{g O}_2 \text{ mol}^{-1} \text{ O}_2$)

60 = factor de conversión de minutos a horas

20,9 = porcentaje de oxígeno en el aire de entrada al reactor

R = constante de los gases ideales ($0,08206 \text{ L atm mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$)

T = temperatura (K)

MS = fracción en peso de materia seca de la muestra (kg MS kg^{-1})

MO = fracción en peso de materia orgánica de la muestra ($\text{kg MO kg}^{-1} \text{ MS}$)

El CR representa la relación entre el CO_2 producido y el O_2 consumido y en condiciones aerobicas es aproximadamente igual a 1, aunque este parámetro depende de la composición bioquímica del material orgánico (Atkinson and Mavituna, 1983). Se determina tal como se indica en la ecuación 4.2:

$$CR = \frac{CO_{2, salida}}{20,9 - O_{2, salida}} \quad (4.2)$$

donde:

CR = cociente respiratorio (adimensional)

$CO_{2, salida}$ = concentración de CO_2 a la salida del reactor

$O_{2, salida}$ = concentración de O_2 a la salida del reactor

20,9 = porcentaje de oxígeno en el aire de entrada al reactor. El porcentaje de CO_2 a la entrada de aire al reactor se considera despreciable.

4.1.2. Respirómetro

Como ya se ha comentado en la introducción, una respirometría estática mide los cambios de la concentración de oxígeno en el espacio de aire dentro de un recipiente cerrado herméticamente que contiene una muestra de compost de humedad, volumen y peso conocidos, en unas condiciones de temperatura determinadas.

En primer lugar, la muestra de compost se incuba a la temperatura a la que se realizará el ensayo en un baño termostatzado, y con un aporte continuo de oxígeno. De esta forma se consigue aclimatar las poblaciones de microorganismos que forman parte del compost, y operar en unas condiciones óptimas de desarrollo de los mismos.

Después del período de incubación se detiene el aporte de oxígeno y se mide el consumo de oxígeno de la población microbiana aclimatada anteriormente. Este consumo se determina a partir del oxígeno presente en el medio medido mediante un electrodo de oxígeno. En función de la velocidad de consumo de oxígeno se obtendrá finalmente un índice respirométrico (IR), que proporciona información del grado de actividad del compost.

El respirómetro utilizado para este trabajo se ha construido en base al modelo de Iannotti *et al.* (1993) pero teniendo en cuenta las modificaciones y recomendaciones aportadas en el TMECC (US Department of Agriculture and Council, 2001). Como el objetivo es utilizar las técnicas respirométricas, no sólo como índices de estabilidad sino también como parámetros de seguimiento del proceso de compostaje, el montaje dispone de dos baños termostatzados. De este modo, se pueden realizar respirometrías a diferentes temperaturas en función del objetivo de estudio. En la figura 4.6 se muestra una imagen del respirómetro.

Los materiales que conforman el respirómetro se muestran en la figura 4.7 y son los siguientes:

- baños termostatzados con cubetas de metacrilato capaces de soportar una temperatura máxima de 60°C, y cubetas de plástico que soportan una temperatura superior. La capacidad de cada baño es de aproximadamente ocho matraces erlenmeyer de 500 mL de volumen,



Figura 4.6: Imagen del respirómetro donde se muestra el oxímetro dentro de un matraz adquiriendo datos y dos muestras incubando

- matraces erlenmeyer acondicionados para realizar la incubación de las muestras,
- tubos y codos de poliuretano,
- matraz erlenmeyer con difusor de oxígeno para la aireación de las muestras,
- sonda de oxígeno y ordenador para la adquisición de datos.

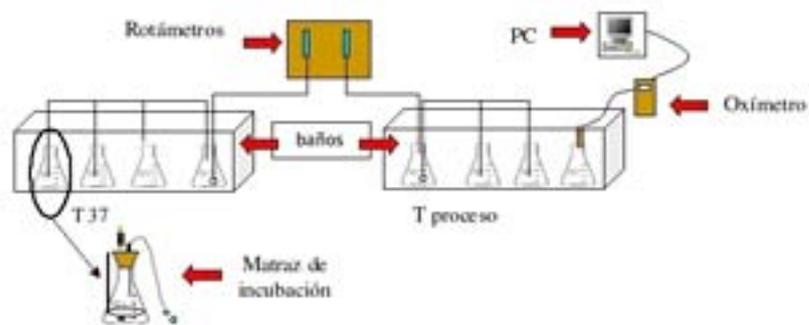


Figura 4.7: Esquema del respirómetro utilizado en el laboratorio de compostaje

Los análisis respirométricos constan de cuatro etapas:

- Preparación de la muestra.
- Incubación de la muestra.
- Registro del consumo de oxígeno.
- Análisis de datos y cálculos.

4.1.2.1. Preparación de la muestra

En la preparación de la muestra se han de tener en cuenta las siguientes consideraciones:

- El volumen de muestra para realizar una respirometría es de aproximadamente 250 mL, aunque puede variar en función de la porosidad y la edad del material. La cantidad de muestra ha de ser la mínima suficiente para hacer el ensayo por triplicado y para poder determinar la humedad del material.
- Cualquier tipo de muestra procedente de FORM se ha de tamizar para evitar la posible interferencia de trozos de plástico, vidrios y otros materiales no biodegradables. Si el material es FORM es recomendable tamizar la muestra a 10 mm (US Department of Agriculture and Council, 2001). Se recomienda tamizar el material en el menor tiempo posible para evitar el enfriamiento de la muestra, sobre todo en las respirometrías realizadas a altas temperaturas.
- El contenido de humedad de la muestra ha de situarse entre el 40-55 %. De este modo se asegura que no haya limitaciones de la actividad microbiana al encontrarse el material demasiado húmedo o demasiado seco. Para una determinación rápida y aproximada del contenido de humedad de la muestra se puede utilizar un horno microondas o el test del puño (ver apartado 4.2.3).

4.1.2.2. Incubación de la muestra

El aire que se suministra a los recipientes para la incubación procede de la red de aire comprimido. El suministro de aire a los matraces se realiza mediante tubos y codos de poliuretano de 5x8 mm conectados a rotámetros de rango de 0 a 5 L/min (Sensotran, mod. MR3A). El aire se satura de agua antes de llegar a las muestras para evitar su secado. Para saturar el aire se utiliza un difusor de pecera que está colocado dentro de un matraz con agua, tal como se muestra en la figura 4.8. Para facilitar el control de aireación se dispone de un rotámetro para cada baño. El montaje está diseñado utilizando conectores rápidos que permiten establecer diferentes combinaciones con los tubos, de modo que en cualquier momento se puede modificar el montaje para cambiar de rotámetro, añadir un nuevo matraz a incubar o retirarle la aireación a otro.



Figura 4.8: Matraz con difusor para saturar el aire en humedad y evitar el secado de las muestras

4.1.2.3. Registro del consumo de oxígeno

Una vez finalizado el periodo de incubación se retira el tapón de incubación y se introduce, dentro del matraz, el tapón con la sonda de oxígeno (ver figura 4.9), para registrar el consumo de oxígeno por la población microbiana presente en la muestra. Para la medida de oxígeno se ha utilizado un oxímetro, con electrodo de oxígeno modelo LT Lutron DO-5510 (Lutron Co. Ltd., Taiwan), que incorpora un sensor de temperatura y que mide con precisión el oxígeno disuelto (DO), el oxígeno en el

aire (O_2) y la temperatura y tiene compensación automática de temperatura de 0 a $50^\circ C$.



Figura 4.9: Tapón con sonda de oxígeno incorporada para poder realizar medidas de oxígeno dentro del matraz

Siguiendo las recomendaciones descritas en el TMECC, para cada muestra se equilibra la presión del aire dentro del matraz con la atmosférica. Para ello se inserta una aguja hipodérmica a través del tapón de septum que sostiene el sensor de oxígeno, y seguidamente se coloca dentro del matraz. En el momento en que la presión en el matraz se ha equilibrado con la del exterior, normalmente unos cinco minutos, la aguja hipodérmica se retira.

La concentración de oxígeno, en porcentaje, se registra en intervalos de 15 segundos, durante un período de 90 minutos. El oxímetro dispone de una salida RS 232 PC serial interface que permite la adquisición de datos directamente en un ordenador. Tanto el registro de datos como el cálculo del índice respirométrico se realiza mediante un programa en Java, compatible con cualquier sistema operativo que soporte Java, que ha sido diseñado con este propósito. En el Anexo 1 se muestra el manual de usuario del respirómetro donde se especifica el funcionamiento del programa utilizado. El programa permite adquirir datos de tres oxímetros simultáneamente.

4.1.2.4. Análisis de datos y cálculos

Determinación de la velocidad de consumo de oxígeno

A partir del registro obtenido se realiza una representación gráfica del porcentaje de oxígeno en función del tiempo. Para el cálculo de la velocidad de consumo de oxígeno se selecciona un segmento lineal del gráfico (de al menos 30 minutos) para calcular la pendiente, tal como muestra la figura 4.10. Los puntos iniciales se desestiman, ya que pueden falsear los resultados por problemas de ajustes de la sonda o presiones, así como los últimos, porque la falta de oxígeno puede ser limitante para la población microbiana.

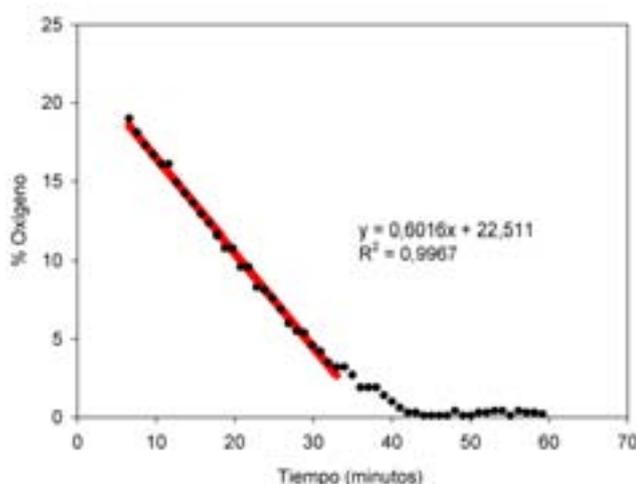


Figura 4.10: Porcentaje de oxígeno en función del tiempo; determinación de la pendiente

Se recomienda hacer un blanco con agua desionizada para detectar posibles errores en la lectura (US Department of Agriculture and Council, 2001). El procedimiento es el mismo, se llena un matraz con agua desionizada y se trata como si fuera una muestra de compost normal. Los errores que se pueden detectar con un blanco son variaciones en la temperatura del baño de agua, fluctuación en el voltaje y otros factores no atribuibles a la estabilidad del compost. La pendiente de los blancos con

agua desionizada ha situarse en el porcentaje de -0,01 y -0,02 de disminución de oxígeno.

Determinación del volumen de aire disponible en el matraz

Una vez finalizado el registro de datos y antes de retirar el tapón con el oxímetro incorporado, se marca el nivel hasta donde llega el tapón en el matraz con un rotulador de vidrio. Tras retirar el tapón, se pesa el matraz (P_f) y se llena parcialmente (80 %) con agua desionizada y Tween[®] 20, éste último en una concentración equivalente a 3 gotas por litro. La adición de Tween 20 (tensoactivo) persigue evitar la formación de burbujas y espuma, a la vez que facilita la absorción. Seguidamente, se deja reposar la muestra durante aproximadamente 2 horas y se golpea de vez en cuando con una pieza de goma para forzar la salida del aire que queda retenido en el material. Para finalizar, se acaba de llenar el matraz enrasando a la marca realizada anteriormente y se procede a su pesado (P_{Tween}).

Asumiendo que la densidad de la solución acuosa de Tween 20 sea de 1 g mL^{-1} el volumen de aire disponible para los microorganismos (V) se calcula como indica la ecuación 4.3:

$$V (mL) = P_{\text{Tween}} - P_f \times \frac{1mL}{1g} \quad (4.3)$$

Donde:

P_f = peso final después del ensayo respirométrico (g)

P_{Tween} = peso del matraz lleno de agua con Tween 20 (g)

El peso total de muestra de compost (X) sobre el que se realiza el ensayo respirométrico se determina tal como indica la ecuación 4.4:

$$X (g) = P_i - T \quad (4.4)$$

Donde:

T = tara (matraz+soporte) (g)
P_i = peso inicial del matraz con la muestra antes de la incubación
 (g)

Determinación del índice respirométrico

El índice respirométrico (IR) se calcula a partir de la ecuación 4.5 y se expresa en miligramos de oxígeno consumido por gramo de materia orgánica y por hora. El resultado también podría referenciarse a la cantidad de materia seca de la muestra.

$$IR = \frac{V \times P \times 32 \times m \times 60}{R \times T \times X \times MS \times MO} \quad (4.5)$$

donde:

IR = índice respirométrico (mg O₂ g⁻¹ MO h⁻¹)

V = volumen de aire en el matraz (mL)

P = presión atmosférica (atm)

m = pendiente del cambio del porcentaje de saturación de oxígeno por minuto, en tanto por uno

R = constante de los gases ideales (0,08206 L atm mol⁻¹ K⁻¹)

T = temperatura (K)

X = peso húmedo de la muestra de compost (g)

MS = fracción en peso de materia seca de la muestra (g MS g⁻¹ X)

MO = fracción en peso de materia orgánica de la muestra (g MO g⁻¹ MS)

Todas las medidas se han realizado por triplicado, para garantizar la representatividad del resultado. Para las respirometrías realizadas a la temperatura de 37°C se propone la nomenclatura **IR₃₇**. Para las efectuadas a la temperatura de proceso, **IR_T**.

4.1.3. Determinación del FAS

El espacio libre de aire, FAS (*Free Air Space*), se define como la fracción de volumen disponible para el aire (V_s) respecto al volumen total (V_t), tal como indica la ecuación 4.6:

$$FAS = \frac{V_s}{V_t} \quad (4.6)$$

El FAS se ha determinado utilizando un picnómetro de aire con una cámara de muestra de volumen efectivo de 1,65 L (V_t) que ha sido construido basado en los trabajos de Agnew *et al.* (2003) y McCartney and Chen (2001) y validado en los laboratorios de la EUPMA (Ruggieri, 2005). El picnómetro de aire consiste en una cámara que contiene aire a una presión conocida, una cámara donde se introduce un volumen conocido de muestra a presión atmosférica, y una válvula de aire que conecta ambas cámaras. Tras cerrar el sistema herméticamente, el aire comprimido de la cámara de aire pasa a la cámara de muestra mediante la apertura de las válvulas de conexión entre ellas. Un presostato en la cámara de aire comprimido registra la medida de presión antes y después de abrir la válvula de aire. A partir de la ley de los gases ideales de Boyle-Mariotte se obtiene la relación de presión-temperatura que existe entre estos dos regímenes de presión, obteniéndose la ecuación 4.7:

$$V_s = \frac{(P_1 - P_2) \times V_1}{P_2} \quad (4.7)$$

Donde:

V_1 : volumen de gas de la cámara de aire comprimido (L)

P_1 : presión inicial en la cámara de aire (6 bar)

P_2 : presión de equilibrio alcanzada en el sistema completo (bar)

La determinación de FAS se ha realizado por duplicado e intentado minimizar los cambios estructurales de la matriz realizando un muestreo cuidadoso del material.

4.2. Métodos analíticos

4.2.1. Toma de muestra y preparación del material

En los reactores del laboratorio el muestreo se realiza sobre el total del material bien homogeneizado. Se toman, al menos 3 submuestras representativas para configurar la muestra final.

En una pila industrial con una longitud aproximada de 18 metros, los puntos de muestreo se han determinado sobre tres cortes transversales (1, 2, 3, 6, 7, 8) teóricos y dos longitudinales (4 y 5), tal como indica la figura 4.11. La distancia entre cada corte transversal es 4-5 metros. La muestra se constituye de submuestras de material extraído de cada uno de los puntos de muestreo. Para recoger el material se escarba hasta unos 40-50 cm de profundidad. Una vez el material ha sido extraído es conveniente cribarlo sobre una malla de 20 mm de luz directamente en la planta. El material de fracción superior se retorna a la pila de maduración.

De cada punto de muestreo (del 1 al 8) se toman medidas de temperatura y oxígeno del centro, de la parte superior de pila y de la parte inferior, tal como muestran las flechas en la figura 4.11. En estos puntos se toman medidas de temperatura superficial y a 1 metro de profundidad, y de oxígeno únicamente a 1 metro de profundidad.

Para la determinación de la temperatura en profundidad se ha utilizado un termómetro digital con conexión a sonda de temperatura (modelo Crison 638), de 1 metro de longitud. Para la temperatura superficial se han utilizado termómetros digitales con sonda de 5 cm de profundidad.

Para la determinación del oxígeno se ha utilizado una sonda de oxígeno de 105 cm de longitud, conectada a un oxímetro digital mediante bombeo manual (Oxy-ToxiRAE, RAE).



Figura 4.11: Puntos de muestreo en una pila industrial

Preparación del material: mezclas y tamizado del material

Las mezclas de diferentes residuos entre si y con material estructurante se han realizado manualmente, ya que de esta forma se consigue una mezcla más homogénea. Para el tamizado del material estructurante se utiliza una tamizadora semi-industrial (Filtro Vibración, mod. FT-400) de 400 mm de diámetro con motor de masas excéntricas. La tamizadora dispone de 3 tamices de 20, 10 y 5 mm de luz. Estos tamices son extraíbles, de modo que se pueden utilizar en la combinación que se desee.

4.2.2. pH y conductividad sobre extracto acuoso

Ambos parámetros se determinan sobre el extracto acuoso de una muestra fresca. Para la obtención del extracto acuoso, las proporciones muestra/agua más comúnmente utilizadas son 1/5 y 1/25 (US Department of Agriculture and Council, 2001).

- Preparación del extracto 1/5: Se pesan 10 g de muestra en una balanza digital con precisión 0,01 g y se introducen en un erlenmeyer de 250 mL junto con 50 mL de agua destilada. Se agita durante 30 minutos en un agitador magnético. Se centrifuga el sobrenadante durante 15 minutos a 3000 rpm y después se filtra.

- Medida de pH: Se realiza la lectura de pH mediante el pH-metro previamente calibrado, con el electrodo sumergido en el extracto acuoso (pH-metro Crison, micropH2000).
- Medida de conductividad: Se realiza la lectura de conductividad con el conductímetro, sumergiendo el electrodo en el extracto acuoso (conductímetro Crison, 524).

4.2.3. Contenido de humedad y materia seca

Estos parámetros se han determinado según el procedimiento descrito por US Department of Agriculture and Council (2001). Se han determinado por triplicado en materiales heterogéneos, o por duplicado en el caso de materiales más homogéneos como lodos deshidratados según el procedimiento que se detalla a continuación:

- Pesar en un crisol de porcelana previamente tarado (**T**) en una balanza de precisión ($\pm 0,01$ g) la muestra húmeda (**P0**).
- Secar la muestra en la estufa a 105°C al menos 18 horas. Sacar la muestra de la estufa, dejar enfriar en el desecador y pesar (**Pf**).
- Determinar el porcentaje en humedad (**%H**) y el porcentaje en materia seca (**%MS**) según las ecuaciones 4.8 y 4.9 respectivamente.

$$\%H = \frac{(P0 - Pf)}{(P0 - T)} \times 100 \quad (4.8)$$

$$\%MS = 100 - \%H \quad (4.9)$$

Métodos rápidos y aproximados de la determinación del contenido en humedad

1. Horno microondas. Se procede de igual forma que en el caso anterior pero sustituyendo la estufa por un horno microondas. El tiempo de análisis se reduce a 5 minutos utilizando el 70% de la potencia del horno microondas (SHARP R-234 800W).

2. Test del puño. La muestra de compost se coge con la mano y se presiona cerrando el puño. Si rezuma agua, la muestra está demasiado húmeda. Si al abrir la mano la muestra se deshace, está demasiado seca. Si no se da ninguno de los dos casos, el material tiene la humedad adecuada. En la figura 4.12 se observan las diferentes formas de interpretar la humedad del material mediante este ensayo.



Figura 4.12: Test del puño. De izquierda a derecha: material seco; material con la humedad adecuada; material demasiado húmedo.

4.2.4. Materia orgánica (MO)

La determinación del porcentaje de materia orgánica total se realiza por gravimetría indirecta en la que se mide la pérdida de peso a causa de la combustión de la materia orgánica, a temperaturas entre 470 y 560°C, siguiendo el procedimiento que se detalla a continuación (US Department of Agriculture and Council, 2001):

- Introducir las cápsulas de porcelana (de 20 mL de capacidad) en la mufla a 550°C durante media hora. Transcurrido este tiempo, sacar y dejar enfriar sobre una superficie adecuada durante unos minutos. A continuación, introducir las en el desecador y dejar que se enfríen completamente antes de tararlas (**T**).
- Pesar en una balanza analítica (con precisión $\pm 0,0001$ g) aproximadamente 1,5 g de muestra seca y molida dentro de la cápsula de porcelana previamente tarada (**P0**).

- Introducir la muestra en la mufia y realizar una rampa de temperatura hasta 550°C. Permitir la combustión de la muestra a 550°C durante 2h y entonces lentamente disminuir la temperatura a 200°C.
- Retirar las muestras de cenizas de la mufia, dejarlas enfriar brevemente sobre una superficie adecuada e introducirlas en el desecador. Cuando se extraen, se dejan enfriar. Una vez completamente frías, se pesan con precisión ($\pm 0,0001\text{g}$) (**Pf**).
- Determinar la cantidad de materia orgánica (**%MO**) de la muestra según indica la ecuación 4.10:

$$\%MO = \frac{(P0 - Pf)}{(P0 - T)} \times 100 \quad (4.10)$$

4.2.5. Contenido en carbono

Debido a la complejidad del análisis del carbono, el contenido de carbono de las muestras se ha estimado en base al contenido en materia orgánica de la muestra y considerando que para la mayoría de materiales el contenido en carbono se encuentra entre el 45 % y el 60 % de la fracción orgánica. Se ha determinado a partir de la ecuación 4.11 tal como indica Haug (1993):

$$\%C = \frac{\%MO}{1,8} \quad (4.11)$$

4.2.6. Nitrógeno Kjeldahl

El nitrógeno kjeldahl se ha determinado siguiendo un procedimiento adaptado del método propuesto por el fabricante del equipo utilizado (Pro-Nitro I, Selecta). Este método consta de tres pasos:

Digestión de la muestra. Con este proceso se transforma todo el nitrógeno orgánico a su forma amoniacal. Este cambio se consigue atacando la muestra

con ácido sulfúrico concentrado, a una temperatura elevada y en presencia de un catalizador.

Destilación. El N-NH_4^+ de una alícuota se desplaza a NH_3 añadiendo un exceso de base y se destila recogiendo en un volumen, conocido y en exceso, de ácido bórico de concentración también conocida.

Valoración. La diferencia entre los equivalentes de ácido inicialmente presentes y los que quedan después de la destilación serán los equivalentes de ácido neutralizados por el amoníaco, es decir, los equivalentes de amoníaco procedentes tanto del N-orgánico como del N-NH_4^+ ya existentes en la muestra. Por diferencia con el N-NH_4^+ de la muestra se obtiene la cantidad de N-orgánico presente en la muestra.

- Pesar con una precisión de $\pm 0,01\text{g}$ entre 0,350-0,500 g de muestra seca y triturada.
- Hacer un pequeño paquete con papel de filtro o papel de fumar sin la parte engomada e introducirlo en un tubo de digestión Kjeldahl de 100 mL. Añadir poco a poco 25 mL de ácido sulfúrico concentrado, moviendo el tubo y asegurando que el ácido moje toda la muestra. A continuación, añadir una pastilla de catalizador Kjeldahl a cada tubo de digestión. Hacer una prueba en blanco introduciendo en el tubo el papel de filtro y el catalizador.
- Digerir los tubos Kjeldahl en un digestor, durante 1,5 h a una temperatura de 420°C . La muestra se digiere hasta que la solución sea transparente, con una cierta tonalidad verdosa, momento en el cual se da por acabada la digestión. Sacar los tubos Kjeldahl del bloque digestor y dejar enfriar. Añadir un volumen de agua aproximadamente de 4 veces el volumen de H_2SO_4 y dejar enfriar de nuevo a temperatura ambiente.
- Para la destilación se utiliza un aparato de destilación sencilla por arrastre de vapor. Se coloca el tubo con la disolución digerida en el aparato de destilación y se añade NaOH (35 %) en exceso.
- A la salida del refrigerante se coloca un erlenmeyer con 100 mL de ácido bórico al 4 % con indicador mixto.

- La destilación se dará por finalizada a los 15-20 min después de caer la primera gota de destilado o hasta recoger un volumen de 250 mL. Se puede comprobar dejando caer una gota de destilado sobre papel indicador de pH. Si el destilado tiene un pH básico, el proceso de destilación todavía no ha finalizado.
- En la valoración como ácido recolector se usa un ácido débil, el ácido bórico, y se valora entonces el borato amónico, sal básica que se ha formado, con un ácido fuerte (HCl 0,25 N) (según la cantidad de borato amónico formado en la muestra se puede utilizar HCl más diluido) y un indicador de zona ácida. Valorar hasta el virado completo de verde a violeta.
- Determinar el porcentaje de nitrógeno Kjeldahl según indica la ecuación 4.12.

$$\%N - Kjeldahl = \frac{(V_1 - V_0) \times N \times 1,4}{P} \quad (4.12)$$

siendo:

V_1 : volumen de HCl consumido en la valoración (mL)

V_0 : volumen de HCl consumido en la valoración del blanco (mL)

P : peso de la muestra (g)

N : normalidad del HCl utilizado en la valoración

4.2.7. N-NH₄⁺ soluble

La determinación del N-NH₄⁺ soluble se basa en una destilación tipo Kjeldahl pero sin realizar la digestión de la muestra, tal como se indica a continuación:

- Preparar un extracto con agua destilada tal como se detalla en el apartado 4.2.2 en una proporción muestra:agua de 1:5.
- Traspasar una alícuota de 10 mL de este extracto a un tubo de destilación Kjeldahl.

- Añadir NaOH (35 %) en exceso con el dosificador.
- Destilar y recoger el destilado obtenido en un erlenmeyer de 250 mL con aproximadamente 100 mL de ácido bórico al 4 % y unas gotas de indicador mixto.
- Valorar el destilado con HCl (0,25N).
- Realizar un blanco con agua destilada.
- Calcular los mg de N-NH₄⁺ soluble por gramo de residuo según indica la ecuación 4.13.

$$(N - NH_4^+ \text{ soluble}) \frac{mg}{g} = \frac{(V_1 - V_0) \times N \times 14 \times V_{ag}}{10 \times P} \quad (4.13)$$

siendo:

V₁: volumen de HCl consumido en la valoración (mL)

V₀: volumen de HCl consumido en la valoración del blanco (mL)

V_{ag}: volumen de agua utilizado para hacer el extracto (mL)

P: peso de la muestra (g)

N: normalidad del HCl utilizado en la valoración

4.2.8. Test de autocalentamiento

El objetivo de este test es determinar el grado de estabilidad de un material en compostaje. Una de las características más importantes del proceso de compostaje es la de ser un proceso fuertemente exotérmico. Cuando se compostea una cantidad de residuos orgánicos se produce una energía en forma de calor que depende de los siguientes factores:

- Las condiciones ambientales internas de la masa en proceso (fundamentalmente nivel de oxígeno y grado de humedad).
- Las características del propio residuo (presencia mayor o menor de sustancias fácilmente biodegradable) de diferente contenido energético.
- La cantidad y características del material presente (forma, volumen, FAS).

Dicha producción de calor se manifiesta en una subida de la temperatura de la masa. Esta circunstancia está favorecida por el hecho de que, en general, los materiales de tipo orgánico suelen ser malos conductores térmicos.

El test de autocalentamiento se basa en la medida del carácter exotérmico del proceso de compostaje, a partir de una pequeña parte representativa del material del cual se desea conocer la estabilidad. Las condiciones adiabáticas del proceso se consiguen depositando la muestra en un recipiente térmicamente aislante. Comúnmente se utiliza un vaso Dewar de medidas estandarizadas (100 mm de diámetro interior y 1,5 L de capacidad) (Federal Compost Quality Assurance Organization, 1994). El procedimiento para determinar el grado de autocalentamiento se detalla a continuación:

- Tamizar la muestra a 10 mm y comprobar la humedad mediante el test del puño (ver 4.2.3) realizando un ajuste de la misma si fuera necesario.
- Introducir la muestra en un vaso Dewar de 1,5 L sin compactarla (se aconseja ir golpeando suavemente el recipiente contra una superficie blanda a medida que se va introduciendo el material).
- Colocar la sonda de temperatura en la masa, más o menos a una profundidad de unos 2/3 de la profundidad total de material.
- Registrar la temperatura del material hasta que los valores de ésta empiezan a disminuir. El tiempo de ensayo puede oscilar entre 3 y 7 días, según el compost sea joven o maduro respectivamente. Paralelamente se registra la temperatura ambiente de la sala en la que se encuentra el recipiente, restándose el valor de la temperatura ambiente al valor máximo de temperatura alcanzado por el

material. Este resultado indica el grado de estabilidad del material, como se refleja en la tabla 4.1.

- Se recomienda realizar la prueba de cada muestra al menos por duplicado.

Tabla 4.1: Grado de estabilidad según el test de autocalentamiento

ΔT	Grado	Comentarios
De 0 a 10°C	V	Compost curado, totalmente maduro (procesos de descomposición prácticamente nulos), similar a una tierra vegetal y con ausencia de malos olores.
De 10 a 20°C	IV	Compost curado, maduro (procesos de descomposición con baja actividad), ausencia de malos olores.
De 20 a 30°C	III	Compost no suficientemente curado, madurez media con una actividad de descomposición apreciable, ausencia de malos olores si no se amontona en grandes pilas o no se ensaca. No recomendado para cultivo en contenedor (sustrato), pero útil ya para abonado de superficie en planta crecida.
De 30 a 40°C	II	Compost no curado, baja madurez con alta producción de calor metabólico y fuerte demanda de oxígeno. Posibilidad de malos olores si entra en anaerobiosis (alta probabilidad de ello, aún en montones pequeños). Potencial fitotoxicidad e inhábil para cultivo en contenedor y con precauciones para abono incluso en planta crecida.
De 40 a 50°C	I	Extremadamente inestable, fuerte fitotoxicidad y grave riesgo de malos olores. No recomendado para ningún tipo de uso (ni siquiera como enmienda orgánica para recuperación de terrenos degradados o en peligro de desertización).

ΔT = Diferencia entre la temperatura máxima y la temperatura ambiente

4.2.9. Contenido en grasa (Soxhlet/Rotavapor)

El método utilizado para la determinación de grasas es una adaptación del método 90710B de la Environmental Protection Agency (EPA, 1998). Para la determinación del contenido de grasas se realizan dos pasos en dos equipos diferentes.

1. Extractor Soxhlet (Bloc Digest 6, Selecta): extracción que se realiza mediante

contactos sucesivos material-disolvente (heptano) durante 4h. La función de este equipo es la de extraer las grasas del material mediante una primera evaporación y condensación con heptano. El contenido recogido formado por heptano y grasas será separado en el rotavapor en el segundo paso.

2. Rotavapor (Büchi rotavapor R200): separación por destilación del heptano de las grasas previamente extraídas.

El procedimiento a seguir es el siguiente:

- Pesar aproximadamente 10 gramos de muestra e introducirlos dentro de un cartucho de celulosa (**Pm**). Si el contenido en grasas se preve superior al 20 %, reducir esta cantidad a 5 g.
- Agregar 3 g de sodio sulfato anhídrido y tapar con lana de vidrio.
- Pesar un matraz de 250 mL (**Tara 1_i**). Verter 200 mL de heptano dentro del matraz de 250 mL.
- Colocar el cartucho de celulosa dentro del tubo de Soxhlet y poner a punto el sistema para comenzar la extracción. Encender la manta calefactora a 20 ciclos/h y permitir la sucesión de ciclos durante 4 h.
- Retirar el matraz de 250 mL (asegurar que todo el heptano esté en el matraz).
- Pesar un matraz pera de 1000 mL (**Tara 2_i**) y verter el contenido del matraz procedente del primer paso en éste.
- Conectar el calentador del baño del rotavapor (a 60°C, ensamblar las partes para que quede un sistema cerrado, es decir: balón recolector del heptano y matraz pera con contenido).
- Generar el efecto de vacío en el aparato, y esperar a que se evapore todo el heptano, vigilando que el contenido sólido del matraz (la grasa) no se calcine.
- Dejar secar y luego pesar los matraces de 250 mL (**Tara 1_f**) y de 1000 mL (**Tara 2_f**)

- Determinar el porcentaje de grasa según indica la ecuación 4.14:

$$\%grasa = \frac{(Tara\ 1_f - Tara\ 1_i) + (Tara\ 2_f - Tara\ 2_i) \times 100}{Pm} \quad (4.14)$$

Capítulo 5

SEGUIMIENTO DEL PROCESO MEDIANTE IR

Los resultados de este capítulo están publicados como: Raquel Barrena Gómez, Felicitas Vázquez Lima, M^a Angels Gordillo Bolasell, Teresa Gea and Antoni Sánchez Ferrer, 2005 “Respirometric assays at fixed and process temperatures to monitor composting process”, *Bioresource Technology*, **96**(10), 1153-1159.

Resumen

Se ha construido un respirométero estático en medio sólido para determinar el índice respirométrico (IR) de muestras de compost. Se ha determinado el índice respirométrico a 37°C (IR₃₇) y a la temperatura que se encuentra el material en el momento del muestreo, la temperatura de proceso (IR_T). Los resultados indican que ambos índices se correlacionan con la curva de temperatura obtenida en los experimentos realizados. El IR_T resulta más representativo de la actividad biológica en el reactor y es más sensible a las variaciones en la temperatura y la composición del material, pero no puede indicar la estabilidad del material en las etapas finales del proceso.

Por otra parte, se muestra la importancia de expresar el IR en unas unidades u otras en el compostaje de un residuo fácilmente compostable. Según los límites de estabilidad sugeridos en la literatura, un valor inicial IR expresado en su contenido sobre materia seca corresponde a un material estable ($\text{IR} < 1 \text{ mg O}_2 \text{ g}^{-1} \text{ MS h}^{-1}$) mientras que expresado sobre su contenido en materia orgánica corresponde a un material inestable ($\text{IR} < 2,5 \text{ mg O}_2 \text{ g}^{-1} \text{ MO h}^{-1}$).

5.1. Introducción

Tal como se ha comentado en el capítulo anterior, existen diferentes tipos de respirometrías y las condiciones de ensayo para unas u otras son diferentes. Para la realización de este trabajo finalmente se ha optado por la construcción y utilización de un respirómetro estático en medio sólido por varios motivos: en primer lugar porque realizar el ensayo sobre muestra sólida implica mantener las mismas condiciones del proceso de compostaje; en segundo lugar, se debe tener en cuenta que si se desea realizar la respirometría en medio líquido, en una suspensión de la muestra sólida pueden influir factores como la fracción de carbono soluble. Por lo que a la opción estática se refiere ésta se justifica también por varias razones: los respirómetros dinámicos disponibles en el mercado tienen un coste elevado; a nivel operativo resulta más práctico el método estático que el dinámico, tanto por el equipo utilizado como por el tratamiento de los datos obtenidos. Sin embargo, la mayor desventaja de escoger un respirómetro estático en medio sólido reside en la elección de la temperatura de ensayo. Normalmente, en los equipos dinámicos se trabaja en un reactor adiabático y el índice se calcula a la misma temperatura que se encuentra el material. Por tanto, el IR es más representativo de la población microbiana presente en la muestra que si se realizara a otra temperatura. Para solventar este problema se ha decidido disponer de un equipo que permita trabajar a diferentes temperaturas en función del objetivo de la respirometría.

Este capítulo describe la parte experimental del desarrollo de un respirómetro estático y su validación, para determinar el índice respirométrico (IR) de muestras de material a diferentes temperaturas. El objetivo final de este trabajo es disponer de un método fiable para monitorizar el proceso de compostaje.

5.2. Materiales y métodos

5.2.1. Materiales compostados

Para las pruebas de optimización y validación del respirómetro se ha utilizado FORM procedente de los túneles de compostaje de la planta de Granollers (Barcelona).

En los experimentos correspondientes a las unidades del IR se han utilizado lodos físico-químicos de una industria papelera. Los lodos proceden del proceso de destintado del papel de una industria que fabrica papel reciclado. En la figura 5.1 puede



Figura 5.1: Aspecto de los lodos de papelera dentro del reactor estático del laboratorio

observarse el aspecto de los lodos dentro del reactor estático. Estos lodos poseen unas propiedades iniciales muy específicas: un contenido bajo en materia orgánica, una humedad inferior a la recomendada para el proceso de compostaje y una elevada relación C/N. Las características iniciales de estos lodos se muestran en la tabla 5.1.

También se han utilizado lodos de EDAR de dos tipos diferentes: lodos digeridos anaeróbicamente y lodos frescos. Los lodos frescos consisten en una mezcla de lodos secundarios y primarios suministrados por la EDAR de la Garriga (Barcelona). Los lodos digeridos anaeróbicamente proceden de la EDAR de Granollers (Barcelona). Como agente estructurante para ambos materiales se han utilizado virutas de madera procedentes de una carpintería donde se trabaja con pino, haya y sapeli. Estas

Tabla 5.1: Características iniciales de los lodos de papelera

Propiedades	Valor inicial
Humedad (%)	42,7
Materia orgánica (% s.m.s.)	29,3
N-Kjeldahl (% s.m.s.)	0,43
Relación C/N	34
pH	8,4
Conductividad (mS cm ⁻¹)	1,92
Celulosa (% materia orgánica)	37,2

virutas contienen una elevada proporción de partículas de pequeño tamaño que se puede considerar serrín. En la figura 5.2 se muestran los dos tipos de materiales utilizados. Los lodos y el agente estructurante han sido mezclados manualmente en proporción 1:1 lodo:viruta v/v, mezcla previamente optimizada por Gea (2001).

**Figura 5.2:** Materiales utilizados: en la cubeta de la izquierda lodo digerido centrifugado y en la de la derecha virutas de madera utilizadas como agente estructurante

Las propiedades iniciales de cada material se muestran en la tabla 5.2. Es importante destacar que el valor inicial de materia orgánica y humedad es inferior para los lodos digeridos que para los lodos frescos.

Tabla 5.2: Propiedades iniciales de los lodos digeridos, los lodos frescos y las virutas de madera

Propiedades	Lodos digeridos	Lodos frescos	Virutas de madera
Humedad (%)	74	80,2	5,0
Materia orgánica (% s.m.s.)	61,7	80,2	99,4
N-Kjeldahl (% s.m.s.)	2,6	2,5	0,1
Relación C/N	8	12	500
pH	7,6	7,1	-
Conductividad (mS cm ⁻¹)	2,1	1,8	-

5.2.2. Experimentos de compostaje

Los experimentos se han llevado a cabo en el reactor estático de 100 L de la planta piloto (ver capítulo 4), simulando un proceso de compostaje estático. El seguimiento del proceso se ha realizado mediante la evolución de la temperatura y la determinación del contenido en materia orgánica total y humedad del material. La temperatura se ha determinado en cuatro puntos diferentes del reactor distribuidos homogéneamente. Con los datos de temperatura obtenidos se obtiene un perfil que proporciona información del conjunto del reactor; de esta forma, se puede asegurar si la higienización del material ha sido completa. El seguimiento de la actividad biológica a partir de los índices respirométricos se ha realizado a dos temperaturas diferentes: a la temperatura de 37°C (IR_{37}) y a la temperatura de proceso (IR_T).

5.2.3. Parámetros determinados

Se han analizado en el laboratorio a partir de muestras representativas los siguientes parámetros: humedad, materia orgánica, nitrógeno Kjeldahl, nitrógeno amoniacal, relación C/N, conductividad eléctrica, contenido en grasas, pH, índice respirométrico a 37°C (IR_{37}) y a temperatura de operación (IR_T) y el test de autocalentamiento. Estos parámetros se han determinado tal como se indica en el capítulo 4.

5.3. Resultados y discusión

5.3.1. Optimización del respirómetro

La optimización del respirómetro ha consistido en una mejora del periodo de incubación de las muestras. También se han escogido los tiempos y las temperaturas de incubación óptimos en función del objetivo de la respirometría. Además se ha diseñado y desarrollado un programa para la adquisición de datos y el cálculo del índice tal como se muestra en el Anexo 1.

5.3.1.1. Elección de la temperatura y el tiempo de incubación

La elección de la temperatura y el tiempo de incubación se ha hecho en función del objetivo de la respirometría:

Índice respirométrico utilizado como parámetro de estabilidad

En la bibliografía consultada se han encontrado diferentes temperaturas de incubación para realizar las respirometrías. Estas temperaturas oscilan entre los 30°C y 37°C (Paletski and Young, 1995; Iannotti *et al.*, 1993; Lasaridi and Stentiford, 1998; Pressel and Bidlingmaier, 1981). En el respirómetro propuesto por Iannotti *et al.* (1993) la temperatura a la que se realiza la incubación es de 37°C. En cambio, en el método propuesto en el TMECC (US Department of Agriculture and Council, 2001), se aconseja realizar la incubación a 34°C, ya que suponen que el potencial metabólico del compost se refleja mejor a esta temperatura. Según estos últimos, la temperatura de 37°C podría resultar selectiva para algunos organismos en el rango superior de los mesófilos y, por tanto, el índice obtenido no sería indicativo de la actividad resultante una vez el compost ha sido incorporado en el suelo. Se ha escogido la temperatura de 37°C para realizar los ensayos respirométricos.

Los tiempos de incubación consultados bibliográficamente oscilan entre 14 horas y 3 días (Iannotti *et al.*, 1993; US Department of Agriculture and Council, 2001).

Por otra parte, algunos autores recomiendan hacer primero una preincubación de la muestra y seguidamente una incubación durante un periodo más breve. Normalmente, esta preincubación se realiza para ajustar la temperatura de la muestra a la del baño donde se va a realizar el ensayo. La preincubación suele tener una duración aproximada de 24 horas, aunque puede llegar a ser de 3 días (US Department of Agriculture and Council, 2001).

Finalmente, se ha optado por un tiempo de incubación de 18 horas para las respirometrías realizadas a la temperatura de 37°C y sin hacer una preincubación previa. Por una parte, tal como se describe en la bibliografía consultada, este tiempo se considera suficiente para aclimatar la población microbiana a la temperatura del

método. Por otra parte, resulta un tiempo operativo adecuado para trabajar en el laboratorio.

Índice respirométrico utilizado como parámetro de seguimiento del proceso

Si se parte de la base que las técnicas respirométricas se utilizan como indicadores de estabilidad de un material, no tiene sentido realizar una respirometría de un material que se encuentra en fase de descomposición. Si el objetivo es analizar la estabilidad y el compost se encuentra todavía a una temperatura elevada, es un gasto económico innecesario realizar la respirometría. Pero si lo que se pretende evaluar es la actividad metabólica durante la producción de compost, la temperatura a la que se realice el ensayo será un punto clave. La temperatura que mejor refleja la actividad microbiológica de una muestra es aquella a la que se encuentra el material en el momento del muestreo: la temperatura de proceso. Las muestras procedentes de zonas de elevada temperatura, entre 55-65°C, contienen microorganismos termófilos que pueden ser no activos a temperaturas bajas, mesófilas por debajo de 37°C y por lo tanto no indicar la actividad que corresponde al material.

En la incubación a la temperatura de proceso hay que considerar que se parte de un material que se encuentra a la misma temperatura a la que se va a realizar la respirometría. Por lo tanto, se preve que el tiempo necesario para aclimatar la población será inferior que cuando se realiza una respirometría a la temperatura de 37°C. Sin embargo, este tiempo de incubación es necesario, ya que durante el tiempo que se tarda en preparar el análisis, sobre todo después de tamizar la muestra, el material puede enfriarse. Por otra parte, el tiempo de incubación, aunque breve, favorece que la muestra esté bien oxigenada justo antes de efectuarse la lectura, además de ser una forma de homogeneizar las condiciones de partida de todas las muestras. Ambos aspectos se consideran importantes en la determinación de una respirometría representativa del material.

Al no encontrarse bibliografía sobre el tiempo de incubación necesario para una respirometría a la temperatura de proceso, éste se ha determinado experimentalmente. Para llevar a cabo este estudio, se han realizado respirometrías de una misma

muestra a diferentes tiempos de incubación. En la tabla 5.4 se observan los valores obtenidos en los diferentes tiempos de incubación escogidos: 40 minutos, 2, 4 y 6 horas. Para esta experiencia se ha creído oportuno utilizar un material que fuese homogéneo y evitar la influencia de la presencia de impuros y de materiales con diferentes tipos de biodegradabilidad. El material utilizado es una mezcla de lodos de depuradora y virutas de madera en una proporción 2:1. Las respirometrías se han efectuado en el día 3 del proceso cuando el material se encontraba a 50°C.

Tabla 5.4: Influencia del tiempo de incubación en las respirometrías efectuadas a la temperatura de proceso.

Tiempo de incubación	IR _T (mg O ₂ g ⁻¹ MO h ⁻¹)
40 minutos	2,35
2 horas	2,24
4 horas	2,00
6 horas	2,09

La desviación estándar de los índices obtenidos es de 0,15. Dado que los resultados no son significativamente diferentes, se ha optado finalmente por una incubación de 4 horas. En primer lugar, porque resulta necesario un tiempo mínimo para que las muestras se encuentren en unas condiciones de partida similares al realizar la respirometría y en segundo lugar, porque resulta un tiempo operativo apropiado para trabajar en el laboratorio.

5.3.1.2. Descripción del sistema de aireación en el montaje

La aireación de las muestras se realiza para asegurar las condiciones aerobias durante el periodo de incubación.

La muestra se introduce dentro de un matraz que, para facilitar la aireación, dispone de una red-soporte en la base del matraz tal cómo se muestra en la figura 5.3. La introducción del aire se realiza mediante un tubo de PVC insertado en el centro de la red-soporte, que permite el movimiento libre del aire bajo y a través de la muestra.

Al mismo tiempo, este tubo facilita la colocación y extracción de la red-soporte en el matraz.



Figura 5.3: Detalle de la red-soporte del material

Las primeras pruebas que se realizaron con el respirométero se hicieron según el modelo propuesto por Iannotti *et al.* (1993). Al contrario de lo esperado, los consumos de oxígeno en las respirometrías efectuadas a la temperatura de proceso resultaron inferiores que los realizados a una temperatura de 37°C. El motivo de esta disminución de actividad se muestra en la tabla 5.5, donde se observa una reducción de peso importante debida a las pérdidas de humedad por evaporación en las muestras. Al efectuar las respirometrías a una temperatura de proceso de 60°C la pérdida de humedad resulta elevada, limitando incluso la actividad biológica de la muestra. Estas pérdidas son elevadas, llegando a ser del 20% si se comparan con las obtenidas a 37°C, que son aproximadamente del 7%. En cambio, en el respirométero propuesto por Iannotti *et al.* (1993) se observan unas pérdidas de humedad del 2% durante una incubación de 16 horas a 37°C.

Tabla 5.5: Porcentaje de pérdidas de humedad por evaporación en las respirometrías realizadas a temperatura de 60°C y 37°C. Humedad inicial de la muestra: 49,89%.

Experimento	T 37 °C			T 60 °C	
	1	2	3	1	2
Pérdida de peso (%)	6,36	7,19	6,93	20,90	22,3
Humedad final de la muestra (%)	46,48	46,01	46,15	36,60	35,48

Para solventar los problema de pérdidas de humedad se propusieron las siguientes soluciones:

1. Como se recomienda en el TMECC (US Department of Agriculture and Council, 2001), se ha acondicionado un tapón de septum, con una entrada y salida de aire, para evitar pérdidas de humedad por evaporación. En la figura 5.4 se muestra el tapón utilizado para realizar la incubación. Además, para mejorar la regulación del caudal de aire y evitar excesos de aire que puedan arrastrar agua, se han incorporado al montaje unos reguladores de caudal a la entrada de cada matraz.
2. Para evitar el enfriamiento de las muestras por el aire procedente de la red, se ha introducido el matraz con el difusor que se utiliza para la aireación, dentro del mismo baño donde se realiza la incubación. De esta forma, se consigue que el aire saturado que se utiliza para la aireación se encuentre a la misma temperatura que las muestras. Este cambio es especialmente significativo cuando se realiza la incubación a temperaturas elevadas.



Figura 5.4: Tapón de incubación donde se observa el regulador de caudal de aireación a la entrada del tapón y la conexión para ajustar el tapón de incubación a la red-soporte

Para asegurar una correcta aireación de las muestras, se ha realizado un control de aireación siguiendo la metodología propuesta en el TMECC (US Department of

Agriculture and Council, 2001). La velocidad de aireación se ha ajustado aproximadamente a una burbuja por segundo al final del tubo de salida, que se encuentra sumergido en el baño (ver figura 5.5). Este ajuste se ha realizado a través de las válvulas colocadas en la entrada de cada matraz. Gracias a este control, se asegura una aireación suficiente y aproximadamente uniforme en todos los matraces. No resulta tan necesario ajustar la aireación con exactitud, como asegurar un caudal de aire mínimo que garantice un aporte continuo de oxígeno, y que este caudal no resulte excesivo y pueda enfriar o secar las muestras. Tal como se observa en la tabla 5.6 las pérdidas de humedad una vez incorporadas estas modificaciones resultan despreciables.



Figura 5.5: Detalle del baño con la salida de burbujas para controlar la aireación

Tabla 5.6: Porcentaje de pérdidas de humedad por evaporación una vez incorporadas las modificaciones propuestas. Humedad inicial de la muestra: 41,17%

Experimento	T 37 °C		T 55 °C	
	1	2	1	2
Pérdida de peso (%)	0,37	0,33	0,78	0,31
Humedad final de la muestra (%)	40,95	40,98	40,71	40,98

5.3.2. Primeras experiencias: validación del respirómetro

Estos experimentos se han planteado con los siguientes objetivos:

1. Comprobar la repetitividad de los IR para una misma muestra.
2. Evaluar la viabilidad de las respirometrías efectuadas a la temperatura de proceso como parámetro de seguimiento de proceso.
3. Evaluar las posibles diferencias entre las respirometrías realizadas a la temperatura de proceso y las efectuadas a la temperatura de 37°C.

Repetitividad de los IR

En la figura 5.6 se muestran los resultados obtenidos al realizar una respirometría de FORM por triplicado. La desviación estándar de los índices obtenidos es de 0,10.

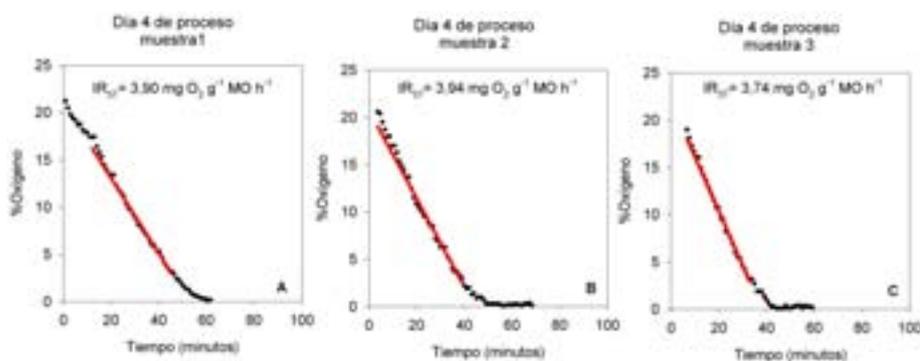


Figura 5.6: Ejemplo de tres respirometrías de un mismo material (FORM)

En la tabla 5.8 se muestran otros valores respirométricos obtenidos tanto en las respirometrías realizadas a la temperatura de 37°C como a la temperatura de proceso, con sus respectivas desviaciones estándar. De forma general, se puede comprobar que las desviaciones obtenidas no son muy elevadas.

Tabla 5.8: Índices respirométricos obtenidos a diferentes temperaturas

T proceso (°C)	Día proceso	T ensayo (°C)	IR (mg O ₂ g ⁻¹ h ⁻¹)	Desviación estándar
55	2	55	8,75	1,17
60	4	37	3,86	0,10
55	8	37	2,46	0,20
55	11	37	2,23	0,11
		55	6,95	0,63
55	17	55	3,17	0,21
50	25	37	0,96	0,45
		50	4,31	0,19

Se observa también que las desviaciones estándar para los valores de IR medidos en las primeras fases del proceso son más elevadas que al final del proceso. Este hecho puede deberse a que, a medida que avanza el proceso, el material va siendo cada vez más homogéneo permitiendo la toma de una muestra más homogénea que hace que la desviación en los IR disminuye, al igual que otros parámetros que se analizan normalmente en el proceso de compostaje. De todas formas, en este experimento se observa un incremento en la desviación para el último valor de IR₃₇. Esto puede ser debido a los diferentes errores experimentales que pueden afectar al resultado, así como la proporción de impropios, que en el caso del compostaje de FORM puede afectar en los resultados obtenidos durante prácticamente todo el proceso.

En el caso de los IR_T se observa que las desviaciones estándar son bastante más elevadas que para los IR₃₇. Este hecho puede ser debido a que las altas temperaturas a las se han realizado los ensayos pueden haber afectado a las mediciones de oxígeno, ya que, aunque la sonda dispone de compensación automática de temperatura, los cambios de temperatura en el baño pueden generar oscilaciones en el registro de datos de la sonda, aumentando el error al calcular los índices respirométricos.

Durante la realización de estos experimentos se ha verificado la importancia que tiene una correcta aireación de las muestras antes de realizar la lectura respirométrica. En la figura 5.7 se muestran los efectos de una aireación deficiente en dos matraces. La caída de oxígeno de las gráficas no corresponde a una elevada activi-

dad del material, sino a un equilibrio del valor real de oxígeno dentro del matraz; es decir, si el porcentaje de oxígeno inicial en el ambiente es del 21 % y por causa de una aireación deficiente el material se encuentra, por ejemplo, a niveles del 10 %, la caída de oxígeno observada en la gráfica corresponde a un equilibrio de la sonda del 21 al 10 % y no a una lectura de actividad biológica. En la figura 5.7-B se detecta claramente este problema cuando los niveles de oxígeno de la muestra son realmente bajos. En pocos minutos el contenido en oxígeno disminuye por debajo de un 5 %, porcentaje que al ser limitante de la actividad biológica no se considera apropiado para determinar un índice respirométrico.

Por último, en la tabla 5.8 se observa que los IR_T son más elevados que los IR_{37} . Sin embargo, los pocos datos disponibles y el hecho que estén calculados en días de proceso diferente, dificultan la comparación entre ambos índices en el seguimiento del proceso.

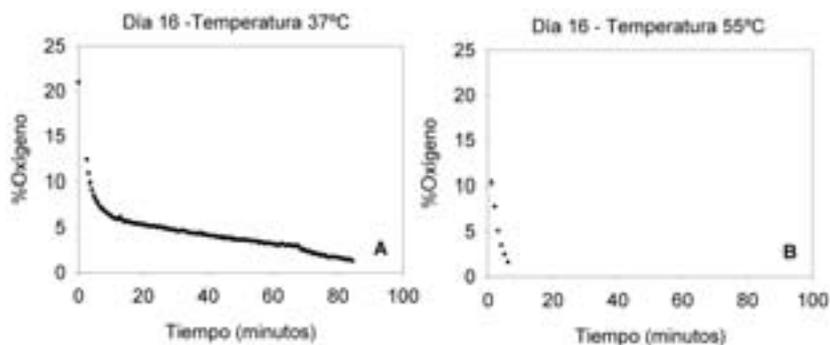


Figura 5.7: Evolución del contenido en oxígeno de muestras de FORM con una aireación insuficiente. A.) Respirometría efectuada a una temperatura de 37°C. B.) Respirometría efectuada una temperatura de 55°C

Seguimiento del proceso a través de los IR_T

La evolución del proceso de compostaje de FORM se muestra en la figura 5.8. En esta figura se representa la temperatura, el porcentaje de oxígeno en el proceso, el índice respirométrico y el contenido de materia orgánica y humedad del material frente al tiempo de proceso.

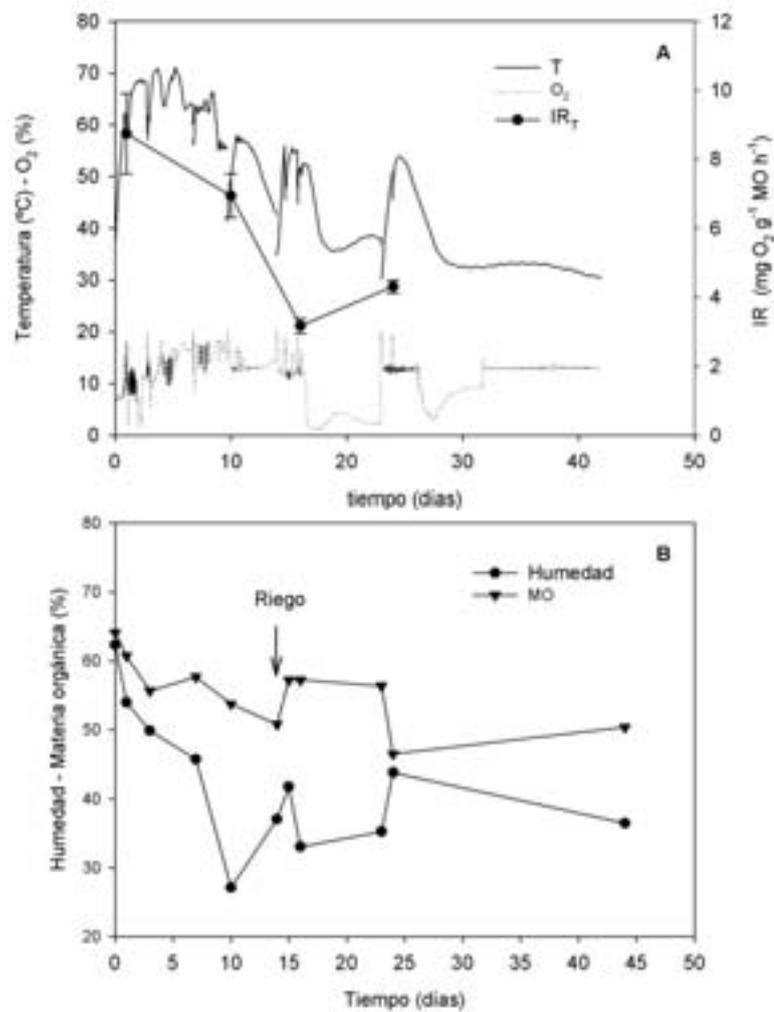


Figura 5.8: Compostaje de FORM en el reactor de 100 L. **A)** Evolución de la temperatura, el porcentaje de oxígeno y del índice respirométrico a temperatura de proceso. **B)** Evolución del contenido en materia orgánica y humedad del material y detalle del momento de riego del material

La evolución de la temperatura sigue la curva típica para este tipo de proceso. Al inicio, se observa una fase termófila con temperaturas por encima de los 65°C y al cabo de aproximadamente 25 días, la fase de enfriamiento. Durante la ejecución de este experimento se han tenido problemas con la aireación. Un fallo en el compresor dejó al reactor sin aireación durante un fin de semana (día 16), lo que provocó la disminución de la temperatura por la carencia de oxígeno disponible para la población microbiana. En el momento que se reinicia la aireación, la temperatura vuelve a recuperarse por encima de los 50°C.

En la figura 5.8-A se observan los IR obtenidos a la temperatura de proceso. En los puntos de máxima actividad el índice respirométrico alcanza los valores más elevados. El índice respirométrico realizado el día 16 muestra un valor de actividad bajo que coincide con el punto donde la temperatura del proceso empieza a disminuir. Como se ha comentado anteriormente, este hecho concuerda con una falta de aireación provocada por un fallo en el compresor. Una vez solucionado el problema, y reanudada la aireación, se observa como el IR obtenido es más elevado que el día 16. Este hecho, junto con el incremento que se observa de la temperatura, indica que la actividad del material se ha recuperado. En el momento que el proceso se sitúa nuevamente en los niveles de oxígeno adecuados, empieza a haber una recuperación de la actividad biológica: la temperatura vuelve a aumentar y en el índice respirométrico también se observa un ligero aumento. Aunque no se dispone de datos suficientes sobre la evolución de todo el proceso, se puede concluir que los índices respirométricos obtenidos muestran la evolución del proceso en términos de actividad biológica.

5.3.3. Unidades de los IR

Aunque la mayoría de autores referencia los IR al contenido en materia orgánica, otros autores como el California Compost Quality Council (2001) comentan que es preferible referenciar los índices respirométricos al contenido en materia seca. Estos autores argumentan que en algunas ocasiones, la evolución de la materia orgánica no se puede considerar una herramienta válida para seguir la evolución del proceso de compostaje y, por lo tanto, los IR referenciados sobre el contenido en materia orgánica total pueden resultar inapropiados.

Por ejemplo, un material como la FORM presenta una gran heterogeneidad, sobre todo en las primeras fases del proceso y un elevado contenido de impropios. Conseguir una muestra homogénea y representativa no resulta fácil si además se tiene en cuenta las reducidas cantidades de las que normalmente se dispone para efectuar los ensayos.

Por otro lado, el estructurante utilizado en muchas mezclas es normalmente de naturaleza vegetal y presenta un contenido en materia orgánica de más del 90%, incrementado de modo significativo el porcentaje de materia orgánica de la mezcla. Sin embargo, la materia orgánica del estructurante no es biodegradable en las condiciones del proceso, pues en su mayor parte está constituida por celulosas, hemicelulosas y ligninas. La presencia del estructurante enmascara la evolución de la materia orgánica del residuo compostado, falseando los resultados obtenidos, con lo que en muchas ocasiones hacer un seguimiento de la materia orgánica resulta desapropiado, o, en todo caso, el valor obtenido simplemente no aporta información sobre el proceso.

En el experimento que se detalla a continuación se ha realizado el seguimiento de la evolución del proceso de compostaje de lodos físico-químicos de la industria papelera (Gea *et al.*, 2005). En el seguimiento del proceso se han aplicado las técnicas respirométricas aunque, por los objetivos del estudio, únicamente se ha calculado el IR_{37} . Como se demuestra a continuación, esta experiencia resulta un buen ejemplo de la importancia de utilizar una u otra unidad para el índice respirométrico y de la necesidad de llegar a un acuerdo para poder comparar los IR de diferentes materiales.

El lodo de papelera se ha compostado sin la adición de ningún agente estructurante ni ningún aditivo para compensar la relación C/N, ya que tras unas primeras pruebas a escala de 4,5 L ha puesto en evidencia el potencial de compostabilidad del lodo por sí mismo (Gea *et al.*, 2005). El proceso se ha llevado a cabo en el reactor estático (100 L) de la planta piloto, simulando un sistema de compostaje estático. El seguimiento del proceso se ha efectuado mediante los siguientes parámetros: temperatura, porcentaje de materia orgánica, porcentaje de humedad y contenido en celulosa del material. Se han realizado ensayos de estabilidad del material mediante el test de autocalentamiento y los IR_{37} .

La evolución del proceso de compostaje para los lodos de papelera se muestra en la figura 5.9, donde se representan temperatura; oxígeno y CO₂ frente al tiempo de proceso.

A pesar de las características iniciales del residuo (ver tabla 5.1), la evolución de la temperatura sigue la curva típica de un proceso de compostaje. Se alcanza con facilidad el rango termófilo y la temperatura se mantiene durante los primeros días de proceso por encima de los 65°C. El descenso de temperatura del día 8 corresponde a un fallo en el sistema de aireación del tanque. Las altas temperaturas alcanzadas y su mantenimiento durante más de dos semanas aseguran la higienización del material.

Los datos obtenidos para la humedad y la materia orgánica en este proceso se muestran en la figura 5.10. La evolución para ambos parámetros es similar, produciéndose el descenso más pronunciado durante la etapa termófila debido a la gran actividad del material en esa fase. Los valores finales de humedad y materia orgánica son 33,15 y 21,82 % respectivamente.

IR calculados sobre el contenido de MO y MS de la muestra

Al compostar lodos de papelera, material con un bajo contenido en materia orgánica, se ha visto la importancia de tener en cuenta la cantidad de material biodegradable a la hora de calcular los IR. En la tabla 5.9 se muestran los valores de IR calculados sobre el contenido en materia orgánica de la muestra y sobre el contenido en materia seca.

Tanto en la figura 5.9-A como en la tabla 5.9 se observa una gran diferencia entre los índices respirométricos según estén referenciados sobre el contenido de materia orgánica o sobre el contenido de materia seca del material. Los valores de IR sobre materia seca obtenidos durante todo el proceso se encuentran por debajo de 1 mg O₂g⁻¹ MS h⁻¹, valor que indica que un material es estable en términos biológicos (California Compost Quality Council, 2001). Además, a partir del día 12 de proceso se obtienen valores inferiores a 0,5 mg O₂g⁻¹ MS h⁻¹, que se traducen en materiales

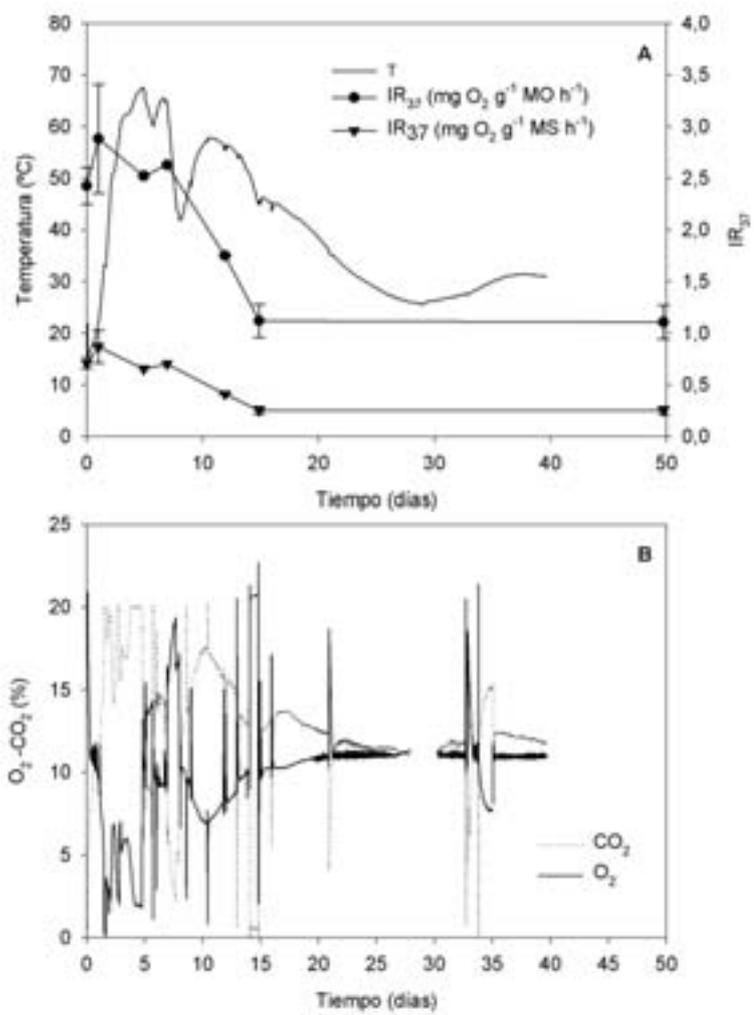


Figura 5.9: Evolución del proceso de compostaje de lodos de papelería. **A)** Temperatura e IR₃₇ expresado sobre el contenido en materia seca y materia orgánica. **B)** Evolución del oxígeno y el CO₂ dentro del reactor

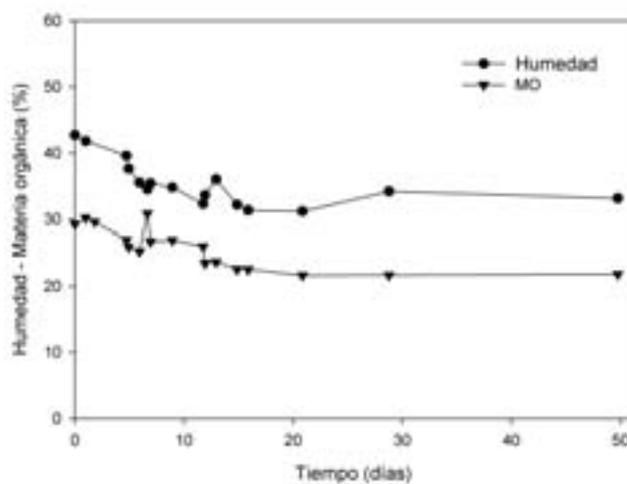


Figura 5.10: Evolución del contenido de materia orgánica y de humedad durante el proceso de compostaje de lodos de depuradora

Tabla 5.9: Comparación de IR calculados respecto al contenido de MO y MS de la muestra.

Día de proceso	IR ($\text{mg O}_2 \text{ g}^{-1} \text{ MO h}^{-1}$)	Desviación estándar	IR ($\text{mg O}_2 \text{ g}^{-1} \text{ MS h}^{-1}$)	Desviación estándar
0	2,43	0,18	0,71	0,05
1	2,88	0,53	0,87	0,16
5	2,52	-	0,65	-
7	2,63	-	0,70	-
12	1,75	0,00	0,41	0,00
15	1,12	0,16	0,25	0,04
50	1,11	0,16	0,25	0,04

muy estables. Según los IR calculados sobre el contenido en materia seca se ha compostado un material que de partida ya era estable.

Sin embargo, al compostar los lodos de papelera se observa un aumento de temperatura y una evolución de ésta típica del proceso de compostaje, donde las elevadas temperaturas que se obtienen muestran una elevada actividad biológica. En este caso, no se ha de perder de vista que la celulosa es el principal componente orgánico presente en este tipo de residuo. El contenido de celulosa de los lodos de papelera decrece de un 37,2% a un 18,1% a lo largo del proceso, calculado sobre el contenido de materia orgánica total, resultando una reducción de celulosa del 67,7%. Un análisis de los resultados muestra que el 75% de la materia orgánica descompuesta ha sido la celulosa, por lo que se deduce que la celulosa es el principal componente degradado durante el compostaje de este tipo de lodos (Gea *et al.*, 2005). Por lo tanto, aunque el contenido en materia orgánica de los lodos de papelera sea bajo se trata en su mayor parte de materia orgánica biodegradable, disponible para los microorganismos.

Al referenciar los índices respirométricos al contenido de materia orgánica de la muestra, la actividad del material se está relacionando directamente con la cantidad de materia disponible para los microorganismos. Sin embargo, es importante conocer, aunque sea de forma aproximada, la naturaleza del material, ya que en materiales con una alta proporción de materia orgánica de difícil degradabilidad este principio no es aplicable. De todas formas, un material de difícil degradabilidad normalmente resulta difícil de compostar.

5.3.4. Seguimiento del proceso de compostaje mediante técnicas respirométricas

Lodos digeridos

La evolución del proceso de compostaje para los lodos digeridos se detalla en la figura 5.11 donde se representan temperatura, índice respirométrico y porcentaje de oxígeno y CO₂ frente al tiempo de proceso. Aunque se dispone de un registro de

datos de temperatura de diferentes puntos del reactor, únicamente se han representado aquellos que se consideran más representativos del conjunto. Se observa que la evolución de la temperatura sigue la curva típica de un proceso de compostaje. Se alcanza con facilidad el rango termófilo y se mantiene la temperatura por encima de los 50°C durante los primeros días de proceso disminuyendo después hasta el rango mesófilo.

En la figura 5.11-A se observa como la temperatura alcanza un máximo, disminuye ligeramente y vuelve a incrementarse de nuevo. Este comportamiento puede darse cuando se sobrepasan ciertas temperaturas. La actividad microbiológica disminuye, de modo que la generación de calor se reduce y las pérdidas de calor por difusión al medio resultan inferiores. Este hecho provoca el enfriamiento del material y, en consecuencia, un descenso de la temperatura de modo que la actividad biológica se reanuda y de nuevo el calor generado provoca el incremento de la temperatura. En otras ocasiones, este descenso puntual de actividad microbiana se debe al agotamiento de las moléculas fácilmente degradables. Tras la carencia de alimento, la población se aclimata a las nuevas condiciones y prosperan cepas capaces de degradar otros compuestos de más difícil biodegradabilidad. Es entonces cuando se recupera la generación de calor y, en consecuencia, la temperatura. En la figura 5.11-A se observa cómo después de la recuperación de la población microbiana se alcanza de nuevo el rango termófilo, por encima de los 45°C.

En la figura 5.11-A también se observa que tanto los IR_{37} como los IR_T obtenidos se correlacionan perfectamente con la curva de temperatura del proceso. Los valores de IR indican una elevada actividad metabólica en la fase de descomposición y una reducción de la actividad durante la fase de enfriamiento. Mediante los IR, también se observa la recuperación de actividad, aproximadamente en el día 5 de proceso, tras el descenso de temperaturas producido. Durante este periodo, los niveles de actividad biológica detectados por los IR disminuyen hasta que se retorna al rango termófilo ($>45^\circ\text{C}$) donde se observa un incremento de actividad para ambos índices, siendo mayor para el IR_T .

En la figura 5.11-B se muestra la evolución de los niveles de oxígeno y de CO_2 dentro del tanque. Como era esperado, en la etapa termófila se observa un gran consumo de oxígeno a la vez que se produce gran cantidad de CO_2 . A partir de

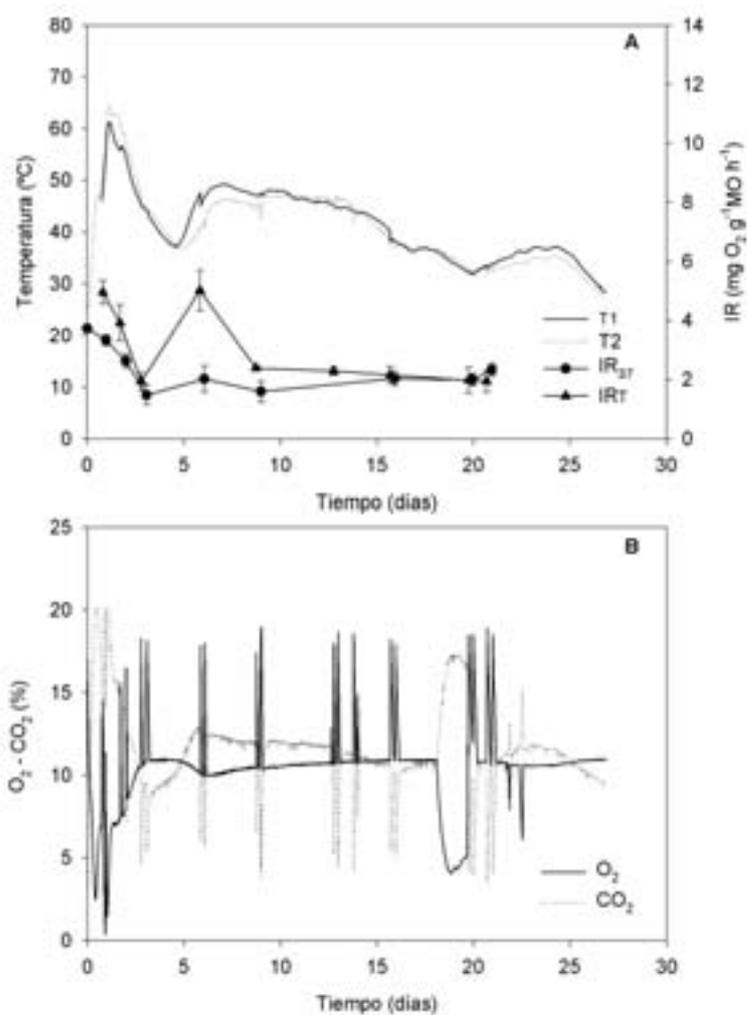


Figura 5.11: Evolución del proceso de compostaje de lodos digeridos anaeróbicamente. **A)** Temperatura e índices respirométricos. **B)** Evolución del oxígeno y el CO₂ dentro del reactor

los valores de oxígeno obtenidos se comprueba que las condiciones de trabajo en el reactor han sido aerobias, a excepción de algún momento concreto al inicio del proceso en el que la concentración de oxígeno se sitúa por debajo del 5%. Gracias a estas evoluciones se pueden detectar posibles fallos del control de aireación que podrían originar comportamientos no deseados durante la evolución del proceso de compostaje.

La evolución del contenido de materia orgánica total y del contenido en humedad se muestran en la figura 5.12. La humedad del material se mantiene constante y dentro del rango óptimo para el compostaje. Al tratarse de un reactor cerrado no se producen pérdidas significativas de humedad por evaporación. En la evolución del contenido en materia orgánica no se observan cambios significativos durante el proceso. En este caso, el resultado está influenciado por el alto contenido de materia orgánica de las virutas (90%), que enmascara el valor real de la materia orgánica de los lodos. Los valores finales de humedad y materia orgánica son 59,20% y 75,08% respectivamente.

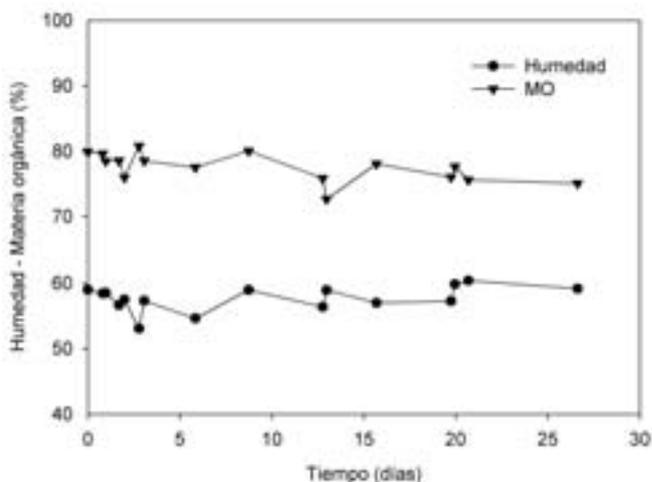


Figura 5.12: Evolución del contenido en materia orgánica y del contenido en humedad durante el proceso de compostaje de lodos digeridos anaeróticamente

Lodos frescos

La evolución del proceso de compostaje para los lodos frescos se detalla en la figura 5.13.

De la misma forma que en caso el anterior, la evolución de la temperatura obtenida describe el típico proceso de compostaje. En este caso, se alcanzan temperaturas más elevadas que en el compostaje de lodos digeridos, sobrepasando los 65°C. Tras una primera etapa con temperaturas muy elevadas, la curva de temperatura inicia un descenso muy pronunciado llegando a alcanzar temperaturas alrededor de los 20°C. Las temperaturas se mantienen bajas durante varios días para recuperarse posteriormente de forma paulatina y en comparación con la experiencia anterior se alcanzan temperaturas inferiores (35°C). También en este caso, los IR obtenidos se ajustan correctamente a la evolución del proceso. Se puede observar como los IR_T después de la bajada pronunciada de temperatura vuelven a recuperarse junto con la temperatura. De todas formas, esta recuperación de actividad no es tan evidente como en el caso de los lodos digeridos.

La evolución del contenido en materia orgánica y el contenido en humedad se muestran en la figura 5.14. La información aportada es prácticamente la misma que para los lodos digeridos anaeróbicamente. La humedad se mantiene constante, pero esta vez en un rango superior (60-70 %). La materia orgánica se muestra prácticamente inalterable durante el proceso, y se sitúa alrededor del 90 % debido a la dilución por el estructurante. En este caso los valores finales de humedad y materia orgánica son 62,71 y 87,78 % respectivamente.

La información aportada por la evolución del oxígeno y el CO₂ muestra, igual que en el caso anterior, que se han mantenido condiciones aerobias en el reactor durante el proceso de compostaje.

Comparación entre ambos procesos mediante los IR

Como se observa en las figuras 5.11 y 5.13 los IR obtenidos se correlacionan con la evolución del proceso de compostaje. Los IR aportan una información que se

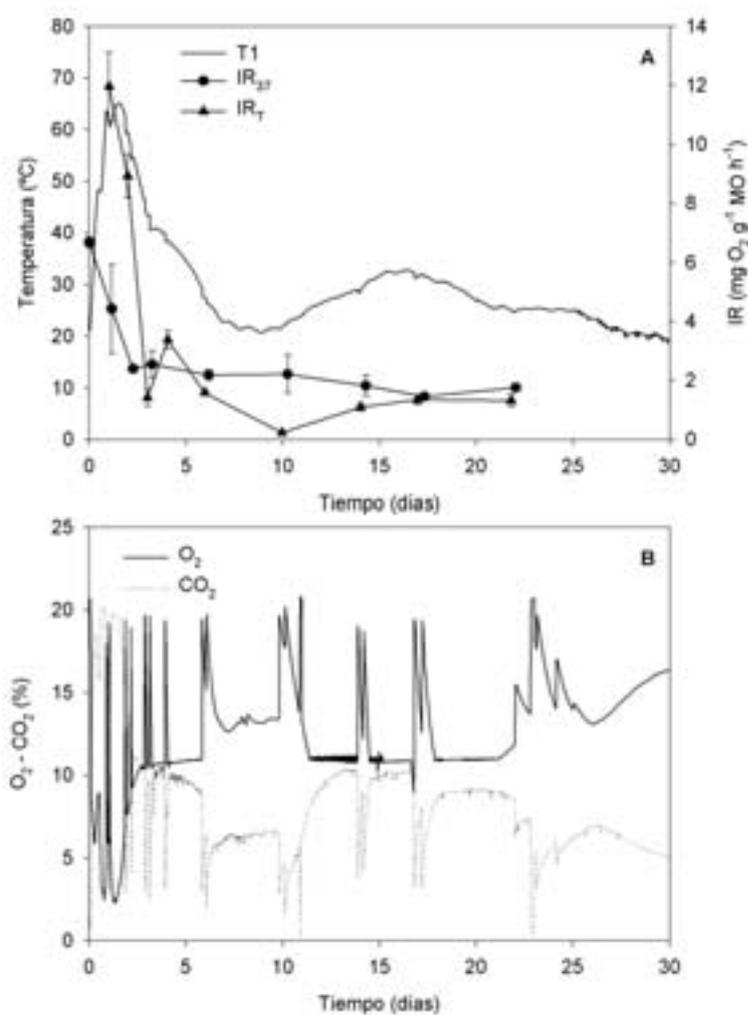


Figura 5.13: Evolución del proceso de compostaje de lodos frescos. **A)** Temperatura e índices respirométricos. **B)** Evolución del oxígeno y del CO₂ dentro del reactor

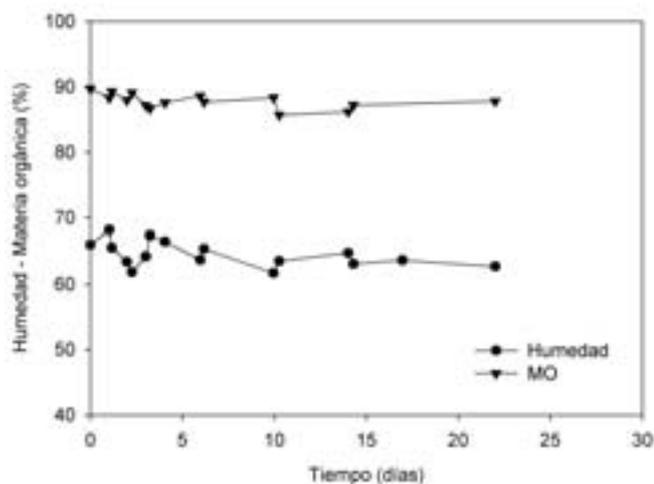


Figura 5.14: Evolución del contenido en materia orgánica y del contenido en humedad durante el proceso de compostaje de lodos frescos

traduce en valores de actividad biológica para cada una de las diferentes etapas que se suceden durante el proceso de compostaje.

Aunque los IR muestran la misma tendencia, los resultados sugieren que el IR_T se ajusta mejor a la evolución del proceso, sobre todo en la etapa termófila. Efectuar las respirometrías a la temperatura de proceso supone conocer la actividad real de la población microbiana en el momento del muestreo. Se observa también como el IR_T es más sensible a los cambios de temperatura que se suceden durante el proceso de compostaje. En la fase termófila, cuando la temperatura es más elevada, los IR_T son mucho más elevados que los IR_{37} . En cambio, cuando la temperatura del proceso está por debajo de 37°C , los valores de IR_T son más bajos que los obtenidos con los IR_{37} .

Al comparar los IR obtenidos durante los dos procesos se observa que la actividad es más elevada en el compostaje de los lodos frescos que en el de los digeridos. Este comportamiento resulta lógico al tener en cuenta la diferente naturaleza de la materia orgánica de ambos tipos de lodos. Los lodos frescos contienen materia orgánica fácilmente digerible, en cambio en los lodos digeridos ésta ya ha desaparecido.

Por este motivo, la naturaleza de la materia orgánica disponible para los microorganismos es diferente. Además, los lodos frescos contienen un elevado porcentaje en materia orgánica, que se sitúa alrededor del 80 %, en cambio los lodos digeridos contienen aproximadamente un 60 %.

El perfil de temperatura de ambos procesos muestra como los lodos frescos alcanzan una temperatura más alta que los digeridos; en cambio la temperatura se mantiene durante más tiempo en el rango termófilo para los digeridos que en los frescos. Además, la caída pronunciada de temperatura de los lodos frescos indica que el potencial energético de este material en comparación con los digeridos es más alto. Los valores máximos de IR_T corroboran este hecho. En el proceso de compostaje de lodos frescos se alcanza un valor de IR_T máximo de $12 \text{ mg O}_2 \text{ g}^{-1} \text{ MO h}^{-1}$, en cambio para los lodos digeridos el valor es de $5 \text{ mg O}_2 \text{ g}^{-1} \text{ MO h}^{-1}$.

Respecto a la estabilidad del material, los valores obtenidos de IR_{37} después de 23 días de proceso son de 1,76 y 1,95 $\text{mg O}_2 \text{ g}^{-1} \text{ MO h}^{-1}$ para los lodos frescos y los lodos digeridos respectivamente. Estos valores son elevados cuando se comparan con los establecidos como estándares de estabilidad que se sitúan para un material estable entre 0,5 y 1,5 $\text{mg O}_2 \text{ g}^{-1} \text{ MO h}^{-1}$ (California Compost Quality Council, 2001). Pero si se comparan con los IR_{37} iniciales 6,68 y 3,73 $\text{mg O}_2 \text{ g}^{-1} \text{ MO h}^{-1}$ para lodos frescos y lodos digeridos respectivamente, se observa una disminución importante de actividad. Los valores respirométricos obtenidos corresponden al final de la fase de descomposición. Para obtener valores de IR inferiores, y por lo tanto materiales más estables, es necesaria una fase de maduración del material, que en laboratorio no se ha realizado.

5.4. Conclusiones

- Se ha construido un respirómetro estático para determinar el índice respirométrico de muestras de compost. Los resultados obtenidos muestran que el IR_T es más sensible a los cambios que se dan en el proceso que los IR_{37} y resultan una herramienta válida para el seguimiento del proceso de compostaje. El IR_{37} proporciona también información sobre la evolución del proceso, pero de una forma aproximada durante la etapa termófila.

- El contenido de materia orgánica del material compostado es importante a la hora de calcular los IR. Es conveniente referenciar los IR al contenido en materia orgánica disponible para los microorganismos, sobre todo en materiales con MO fácilmente biodegradable y con un relación MO/MS baja. Además de obtener un valor de actividad más representativo del residuo, este hecho ayuda a poder realizar comparaciones de diferentes materiales entre sí, ya que cada índice calculado estará en función de la biodegradabilidad del material compostado.
- Existe una diferencia clara al compostar lodos digeridos anaeróbicamente y lodos frescos. En el compostaje de lodos frescos se alcanzan valores más altos de temperatura y de IR_T , indicando una actividad más elevada que al compostar lodos digeridos anaeróbicamente. Además, los lodos digeridos se encuentran durante más tiempo en rango termófilo que los lodos frescos. El motivo reside tanto en la cantidad de materia orgánica como en su biodegradabilidad. Los lodos frescos contienen una cantidad de material biodegradable (80 %) más elevada que los lodos digeridos (60 %) y más fácilmente digerible.

Capítulo 6

UTILIZACIÓN DE INÓCULOS EN EL COMPOSTAJE DE FORM

Los resultados de este capítulo referentes a los experimentos de compostaje a escala industrial están publicados como: Raquel Barrena, Estel·la Pagans, Gary Faltys and Antoni Sánchez, 2006 “Effect of inoculation dosing on the composting of source-selected organic fraction of municipal solid wastes”, *Journal of Chemical Technology and Biotechnology* **81**:420-425.

El trabajo experimental de este capítulo ha sido realizado conjuntamente con Estel·la Pagans.

Resumen

Se han estudiado los efectos de un inóculo comercial (MicroGest 10X, Brooksid Agra L.C.) aplicado al proceso de compostaje de FORM, siguiendo parámetros rutinarios de proceso (temperatura, oxígeno y humedad) y parámetros biológicos como el índice respirométrico y el test de autocalentamiento. Se han realizado pruebas tanto a escala de laboratorio como a escala industrial, en pilas volteadas. A partir

de los resultados obtenidos en las pruebas preliminares, el inóculo se ha añadido en diferentes dosis a las pilas de compostaje de FORM. Se ha seguido la evolución de 4 pilas: control (sin inóculo añadido), tratamiento B (10^5 ufc g^{-1} de FORM), tratamiento C (10^6 ufg g^{-1} de FORM) y tratamiento D (10^7 ufc g^{-1} de FORM). En los resultados obtenidos se observa que la aplicación de suficiente cantidad de inóculo produce una aceleración del proceso de compostaje mostrando un nivel elevado de actividad biológica en la fase termófila. Desde el punto de vista funcional, en términos de aceleración del compostaje, y teniendo en cuenta el factor económico, el tratamiento más óptimo es el C, que produce una reducción de aproximadamente la mitad del tiempo total de compostaje. El tratamiento D comparado con el tratamiento C no mejora significativamente los resultados obtenidos en el caso C, mientras que en el tratamiento B el efecto del inóculo es bajo si se compara con el control. Los índices respirométricos (determinados a $55^{\circ}C$) y el test de autocalentamiento se muestran como los parámetros más apropiados para seguir la actividad biológica del compostaje de FORM. Por otra parte, los parámetros rutinarios como temperatura, oxígeno y humedad no muestran diferencias significativas entre las diferentes dosis de inóculo aplicadas.

6.1. Introducción

Como se ha comentado anteriormente, el compostaje es un proceso biotecnológico por medio del cual diferentes comunidades de microorganismos descomponen la materia orgánica en nutrientes más sencillos. Como proceso basado en la actividad microbiana, el compostaje necesita ser inoculado. Sin embargo, la mayoría de residuos que tradicionalmente son compostados, como la fracción orgánica de residuos municipales (FORM), lodos de depuradora urbana o estiércoles animales, contienen una cantidad suficiente de microorganismos autóctonos y por lo tanto raramente se inocula el proceso de compostaje. Sin embargo, en la literatura se pueden encontrar referencias donde se estudian los resultados de aplicar inóculos en procesos de compostaje. En general, estos estudios muestran algunos efectos positivos en el proceso de compostaje cuando se utiliza un inóculo especializado. Por ejemplo, Ichida *et al.* (2001) observan que un inóculo bacteriano enriquecido con bacterias que degradan pluma incrementa la degradación de la queratina y la formación de una biopelícula

en compost de gallinaza; o que la biodegradación de policaprolactona en compost es alterada significativamente en función del tipo de inóculo usado (Ohtaki *et al.*, 1998). No obstante, en otros trabajos similares no se han encontrado diferencias significativas cuando se ha utilizado inóculo en el compostaje de diferentes residuos. La ineficacia del inóculo en estos trabajos se atribuye a diferentes razones, como la presencia de una cantidad suficiente de microorganismos autóctonos en el material de partida a compostar (Faure and Deschamps, 1991; Nakasaki *et al.*, 1992) o por la competición entre microorganismos autóctonos e inoculados (Baheri and Meysami, 2002). Sin embargo, aunque no existe un efecto perceptible de la inoculación, es importante remarcar que la inoculación disminuye la variabilidad observada en las experiencias de compostaje (Schloss and Walker, 2000).

De todas formas, en la mayoría de los trabajos citados, sólo han tenido en cuenta parámetros rutinarios de seguimiento de proceso y además solo se compara un proceso normal con otro inoculado utilizando normalmente una única dosis de inóculo. A pesar de estos resultados es importante destacar que cuando se han utilizado parámetros biológicos en el estudio de los inóculos parece claro que la inoculación puede tener efectos positivos en la aceleración del compostaje, especialmente en la etapa termófila del proceso, y en la calidad del compost final (Tiquia *et al.*, 1997; Bolta *et al.*, 2003).

La empresa Orbitec Internacional S.L dispone de diferentes preparados biológicos para acelerar el proceso de compostaje de residuos de diferente procedencia. Estos productos se han probado con éxito en el compostaje de ciertos residuos, especialmente en Estados Unidos. El trabajo que se detalla en este capítulo se ha planteado con el objetivo de estudiar el efecto de estos preparados en residuos locales. El trabajo planteado ha consistido en la realización de dos grupos de experimentos, el primero a escala laboratorio donde se han realizado las pruebas preliminares, y el segundo a escala industrial en la planta de compostaje de Jorba (Barcelona). El objetivo de este trabajo es estudiar el efecto de diferentes dosis de un inóculo comercial (MicroGest 10X, Brookside Agra, Highland, IL) en la aceleración del proceso de compostaje de FORM. Para ello, se han utilizado parámetros biológicos, como el índice respirométrico o el test de autocalentamiento, que proporcionan información sobre la actividad biológica del compostaje, y por lo tanto pueden aportar información sobre el funcionamiento del inóculo.

El objetivo de este experimento es mostrar la utilidad del índice respirométrico para comparar la evolución de procesos de compostaje entre sí. La información aportada por los índices respirométricos, en términos de actividad biológica, ha servido para comparar el efecto de las diferentes dosis de inóculo aplicado. La diferencia en la velocidad de compostaje, y el incremento de actividad que se refleja mediante este parámetro no se muestra con otros parámetros rutinarios de proceso, como es el caso de la temperatura, que no presenta diferencias entre los diferentes tratamientos.

6.2. Materiales y métodos

6.2.1. Residuos orgánicos

Para la realización de los experimentos, tanto a escala laboratorio como en planta industrial, se ha utilizado FORM procedente de la recogida selectiva. La FORM utilizada en ambos experimentos procede de la planta de compostaje de Jorba (Barcelona, España). En la figura 6.1 se muestra la recepción del material en la planta y el aspecto de una de las pilas recién montadas antes de la aplicación del inóculo.



Figura 6.1: Recepción de FORM y vista general de una pila de FORM acabada de montar

6.2.2. Composición y preparación del inóculo

MicroGest 10X es un inóculo comercial fabricado por la empresa de EEUU Brookside Agra L.C. que consiste en una combinación de enzimas y microorganismos. Se trata de un producto deshidratado, en forma de polvo que esta compuesto por productos resultantes de la fermentación de *Bacillus megaterium*, *Bacillus licheniformis*, *Bacillus subtilis*, *Saccharomyces cerevisiae*; extractos de la fermentación de *Trichoderma reesei*, *Aspergillus niger*; suero y dióxido de silicio. Según su composición, el número mínimo bacterias del género *Bacillus* es de 4×10^9 unidades formadoras de colonias (ufc) g^{-1} de Microgest 10X.

Las dosis de inóculo para los diferentes tratamientos que se han aplicado a los experimentos de compostaje han sido los siguientes:

Control sin añadir inóculo

A 10^4 ufc g^{-1} de FORM

B 10^5 ufc g^{-1} de FORM

C 10^6 ufc g^{-1} de FORM

D 10^7 ufc g^{-1} de FORM

Se han suspendido diferentes cantidades microgest 10X en polvo en 5 L de agua destilada por tonelada de FORM a temperatura ambiente, para alcanzar la concentración de ufc g^{-1} de FORM deseada en función del tratamiento aplicado (ver figura 6.2). Se ha procurado mantener la cantidad de agua constante en todos los tratamientos, sobre todo a escala de laboratorio, para minimizar las diferencias en el contenido de humedad de los diferentes tratamientos. La suspensión se ha preparado con 1 hora de antelación y se ha aplicado uniformemente, con ayuda de un pulverizador directamente sobre el sólido tal como se muestra en la figura 6.3. A nivel industrial se han volteado las pilas tras la aplicación del inóculo para extender y repartir el inóculo aplicado.



Figura 6.2: Preparación de las dosis de inóculo Microgest 10X a aplicar a escala industrial



Figura 6.3: Aplicación del inóculo en los experimentos de laboratorio (imagen izquierda) y en la pila industrial (imagen derecha)

6.2.3. Experimentos de compostaje

Escala laboratorio

Los experimentos de compostaje a escala de laboratorio se han realizado en los vasos Dewar de 4,5 L acondicionados para compostar, tal como se indica en el capítulo 4.

Escala industrial

Se ha estudiado el uso del inóculo en pilas volteadas de FORM. Las pilas se han construido según el procedimiento normal utilizado en la planta: forma trapezoidal (base: 2 m; altura: 1,5 m) y de aproximadamente 30 toneladas de FORM mezclada con poda en relación volumétrica de 2:1. Las pilas se han volteado semanalmente usando una volteadora (Backhus Model 15.50, Edewecht, Alemania), y se han regado según el procedimiento de planta, en aquellas ocasiones en que ha sido necesario.

La temperatura y el contenido de oxígeno intersticial se han medido en 4 puntos de la pila. La temperatura se ha tomado a diferentes profundidades: 0,5 y 1 metro, mientras que el contenido de oxígeno intersticial se ha medido a 1 y 1,5 metros de profundidad. Los valores de temperatura y oxígeno se han presentado como la media de estas profundidades. La variabilidad entre los valores de temperatura y oxígeno medidos a diferentes profundidades de la pila se sitúa en el rango del 10-20 % (no se incluyen las barras de error en las figura por limitaciones de espacio). La temperatura se ha medido con una sonda Pt-100 portátil (Delta Ohm HD9214, Barcelona, España) y la concentración de oxígeno se ha obtenido con un detector portátil de O₂ (Oxy-ToxiRAE, RAE) con bombeo de aire manual. Otros parámetros para el seguimiento del proceso de compostaje se han analizado en laboratorio previo muestreo de las pilas tal como se indica en el apartado 4.2.1.

6.2.4. Parámetros determinados

Se han analizado en el laboratorio a partir de muestras representativas los siguientes parámetros: humedad, materia orgánica, conductividad eléctrica, pH, índice respi-

rométrico a 37°C (IR₃₇) y a temperatura de operación (IR_T) y el test de autocalentamiento. Estos parámetros se han determinado tal como se indica en el capítulo 4.

El test Solvita[®] se ha determinado según se indica en el TMECC (US Department of Agriculture and Council, 2001). Es un test comercial que mide la tasas de desprendimiento de CO₂ y NH₃. Este test está basado en una escala de colores cuyos rangos varían de 1 a 5 para el nivel relativo de NH₃ y de 1 a 8 para el nivel relativo a CO₂ en escala ascendente de madurez, siendo el 5 y el 8 el máximo nivel de madurez alcanzado.

En los experimentos a escala de laboratorio el índice respirométrico se ha determinado a 37°C y a temperatura de proceso. A escala industrial se ha determinado también a 37°C pero se ha fijado la temperatura de proceso a 55°C. La diversidad de puntos muestreados ha hecho difícil la elección de una temperatura de proceso representativa. Además, a nivel operativamente hubiese sido imposible realizar cada análisis a una temperatura diferente, y por lo tanto, se ha creído oportuno seleccionar una temperatura fija (representativa de la etapa termófila) para comparar con más facilidad las diferentes pilas. Para los ensayos respirométricos, el test de autocalentamiento y el test Solvita se ha ajustado la humedad de la muestra al 40-50 % en los casos en que ha sido necesario.

6.2.5. Análisis de los datos

Se ha utilizado el análisis de variancia para comparar la media de los valores de diferentes parámetros estudiados para cada tratamiento aplicado usando el test de la menor diferencia significativa al 5 % del nivel de probabilidad.

6.3. Resultados y discusión

6.3.1. Experimentos previos en laboratorio

En la figura 6.4 se muestra el perfil de temperatura obtenido en la evolución del compostaje para cada uno de los tratamientos realizados. Se puede observar que la evolución es la típica del proceso de compostaje en todos los casos. No se observan diferencias significativas entre las diferentes curvas obtenidas, aunque en algunos casos se puede pensar que la aplicación del inóculo ayuda a mantener el rango termófilo durante más tiempo, como en los casos C y D, indicando una mayor actividad biológica. Por otra parte, en la tabla 6.1 se muestran los resultados obtenidos para los parámetros típicos del proceso de compostaje. Se puede observar que las diferencias entre ellos no son significativas y pueden ser atribuidas, en gran parte, al tratarse de FORM a la heterogeneidad del material. Sin embargo, en la evolución de los índices respirométricos mostrados en la figura 6.5 se observan diferencias importantes. Tanto el IR_{37} como el IR_T muestran que la evolución de los diferentes tratamientos es diferente. El índice respirométrico máximo a temperatura de proceso para el tratamiento control es de $8,87 \text{ mg O}_2 \text{ g}^{-1} \text{ MO h}^{-1}$ mientras que para los tratamientos C y D es de prácticamente $12 \text{ mg O}_2 \text{ g}^{-1} \text{ MO h}^{-1}$, lo que indica un nivel de actividad mayor en los tratamientos inoculados. Además, para ambas dosis de inóculo se observa una disminución de actividad más acentuada que en el caso del control. Este hecho indica que la MO disponible para los microorganismos ha sido consumida más rápidamente en los materiales inoculados mientras, que en el experimento control donde la actividad es más baja, la disminución de la MO ha sido más lenta. Este hecho se observa también en los índices finales obtenidos.

6.3.2. Experimentos en planta industrial

Los resultados obtenidos en los experimentos de laboratorio muestran que la aplicación del inóculo parece tener efecto en el aumento de actividad biológica. Sin embargo, para confirmar estos resultados previos es necesario realizar una prueba a escala industrial en las condiciones de trabajo reales de la planta. Se ha prescindido

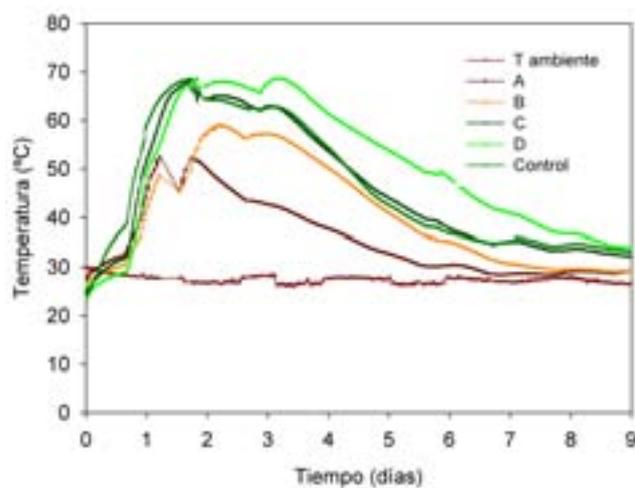


Figura 6.4: Evolución de la temperatura a escala de laboratorio para los diferentes experimentos: control, A, B, C y D

Tabla 6.1: Principales características del compostaje de FORM para las diferentes dosis de inóculo

Propiedades	Control	A	B	C	D
Humedad inicial (%)	54,0	43,2	43,1	52,1	58,4
Humedad final (%)	64,2	46,8	48,2	60,8	55,3
MO inicial (% s.m.s.)	62,9	56,7	57,7	55,4	59,5
MO final (% s.m.s.)	50,6	47,1	45,2	49,3	47,3
pH inicial	6,2	7,0	6,9	6,3	6,7
pH final	8,6	8,6	8,5	8,8	8,8
EC inicial (mS cm ⁻¹)	4,65	4,59	4,95	4,79	4,25
EC final (mS cm ⁻¹)	3,94	4,71	4,54	3,83	4,46

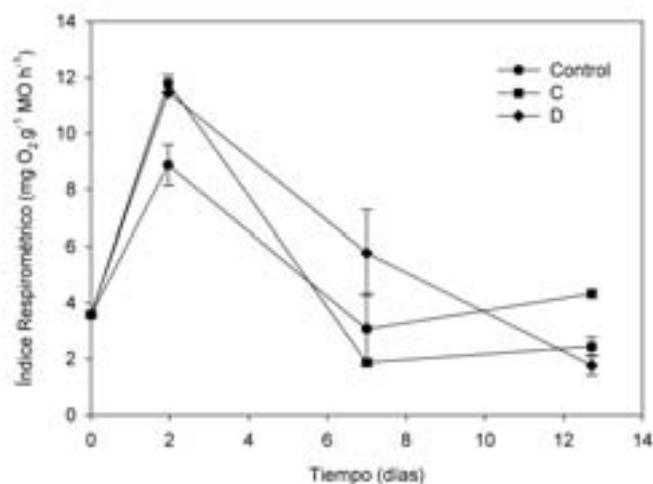


Figura 6.5: Evolución del IR_T en el compostaje de FORM a escala de laboratorio para los tratamientos control, C y D

de la dosis A en los experimentos en la planta de compostaje por falta de espacio, aunque como ya se ha mencionado, no se han observado diferencias entre la dosis A ni la dosis B con el control en los experimentos de laboratorio.

Se han determinado diferentes parámetros de rutina para estudiar la evolución del compostaje de FORM según las diferentes dosis de inóculo aplicadas. En la figura 6.6 se muestra el perfil de temperatura obtenido para los diferentes experimentos realizados. El perfil de temperaturas obtenido es el típico del proceso de compostaje, donde se alcanzan temperaturas elevadas durante la primera fase del proceso y se observa solamente una ligera disminución de temperatura, ya que debido a las propiedades térmicas del compost, el descenso de temperatura es lento. El rango termófilo se alcanza fácilmente para todas las dosis de inóculo aplicadas, incluyendo el experimento control. Según muestra la figura 6.6, la temperatura alcanzada y la duración indican que el material cumple los requisitos de higienización. Sin embargo, este parámetro no muestra diferencias entre las diferentes dosis de inóculo aplicadas.

En la figura 6.7 se muestra la evolución del contenido de oxígeno intersticial del ma-

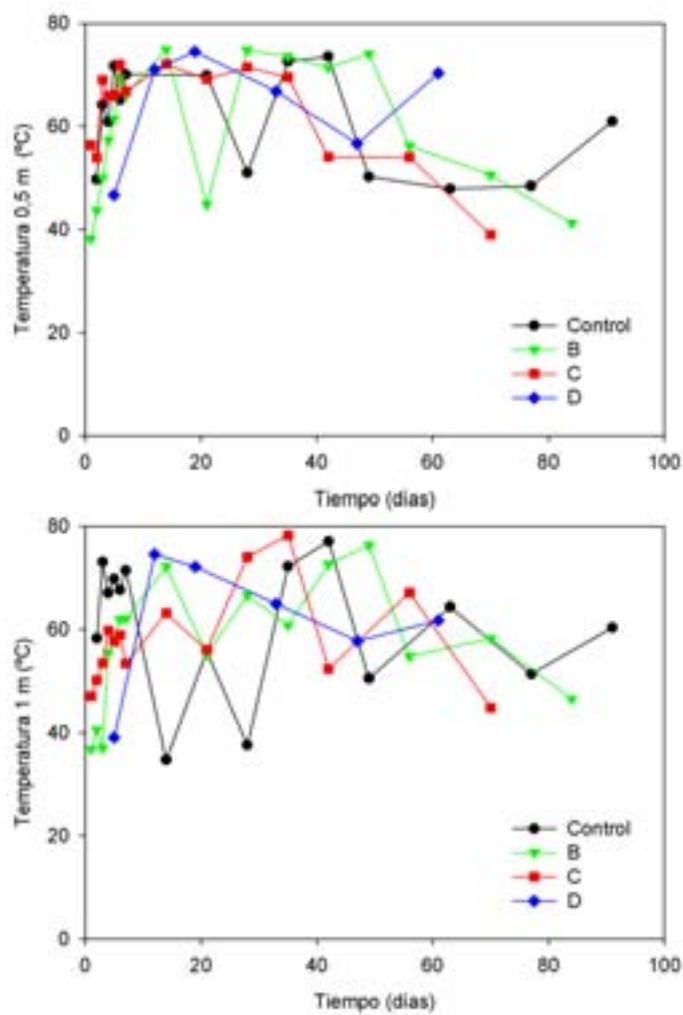


Figura 6.6: Evolución de la temperatura a diferentes profundidades: 0,5 m (figura superior) y 1 m (figura inferior)

terial para cada tratamiento. El perfil de concentración de oxígeno resulta similar y las diferencias entre los diferentes tratamientos no son significativas estadísticamente ($P > 0,05$). Todos los experimentos muestran un perfil de oxígeno similar al observado en una típica pila de compostaje (Haug, 1993), con limitaciones de oxígeno en la primera fase (algunos valores se encuentran por debajo del 5 %) y un aumento en la fase final, que corresponde a una disminución de la actividad biológica.

6.3.2.1. Propiedades físico-químicas

Se ha determinado la humedad, la materia orgánica, la conductividad eléctrica y el pH de una muestra inicial de FORM, y de la muestra final obtenida para cada dosis de inóculo (aproximadamente después de 100 días de compostaje). Los resultados obtenidos se presentan en la tabla 6.2. Como se puede observar en la tabla 6.2, solo se aprecian leves diferencias entre los diferentes tratamientos aplicados y, de hecho, como se ha comentado en los resultados de los experimentos a escala laboratorio, esta variabilidad se observa normalmente entre diferentes muestras de FORM no inoculado, debido a la heterogeneidad del material (Schloss and Walker, 2000; Schloss *et al.*, 2000) y no es estadísticamente significativo. De esta forma se puede concluir que la inoculación del material no tiene efectos en estos parámetros y por lo tanto que su aplicación no altera las propiedades físicas ni químicas del material a compostar.

Tabla 6.2: Principales características del compostaje de FORM para las diferentes dosis de inóculo a los 100 días de proceso

Propiedades	Inicial	Control	B	C	D
Humedad (%)	58,0	35,5	35,2	33,1	24,2
MO (% s.m.s.)	62,9	45,8	47,7	44,4	46,8
pH	6,9	8,6	8,33	8,48	8,9
EC (mS cm ⁻¹)	2,97	5,25	4,92	5,57	4,82
Solvita CO ₂	3	5	5	5	5
Solvita NH ₃	4	5	4	4	4

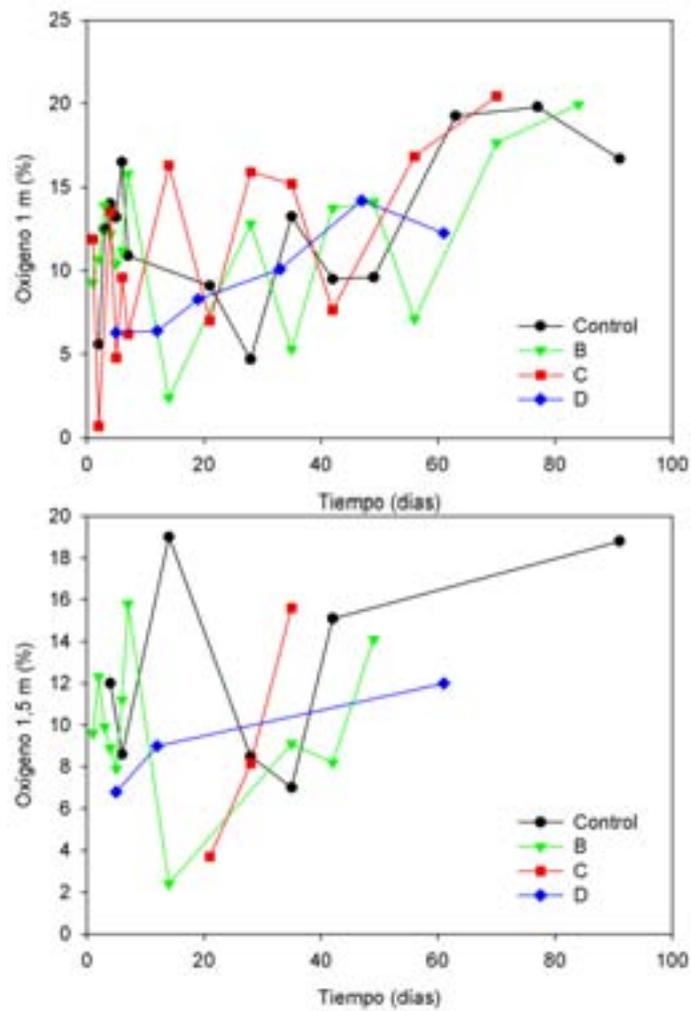


Figura 6.7: Evolución del oxígeno a diferentes profundidades: 1 m (figura superior) y 1,5 m (figura inferior)

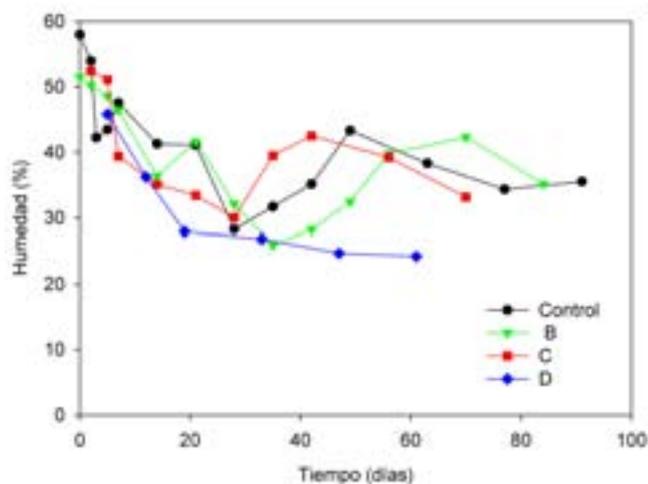


Figura 6.8: Evolución de la humedad

6.3.2.2. Índices de actividad biológica

Como se ha comentado anteriormente, se han utilizado diferentes parámetros de actividad biológica, utilizados normalmente para determinar la estabilidad y la madurez de un compost, para el seguimiento de la evolución de material. Estos parámetros incluyen el índice respirométrico (calculado a 37°C y a 55°C), el test de autocalentamiento y el test Solvita. A excepción del IR_T , son parámetros que se han utilizado ampliamente en el campo del compostaje (Iannotti *et al.*, 1993; Weppen, 2002; Changa *et al.*, 2003) como parámetros de estabilidad. Los resultados de los índices respirométricos (a 37°C y 55°C) para cada tratamiento se presentan en la figuras 6.9 y 6.10.

De las figuras 6.9 y 6.10, resulta evidente que la dosis C y D de inóculo producen una disminución más rápida del índice respirométrico (medido a 37°C y 55°C) que la observada en la dosis B y en el control, indicando una clara aceleración de todo el proceso. Este hecho puede ser debido a la alta actividad microbiana en fase termófila del proceso de compostaje, lo que finalmente produce un producto más estable. Como se puede esperar entre las dosis C y D, la dosis D es la más

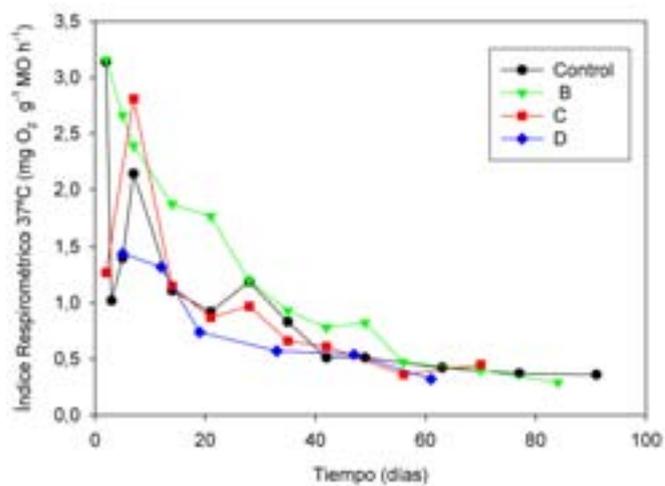


Figura 6.9: IR₃₇ para los tratamientos control, B, C y D

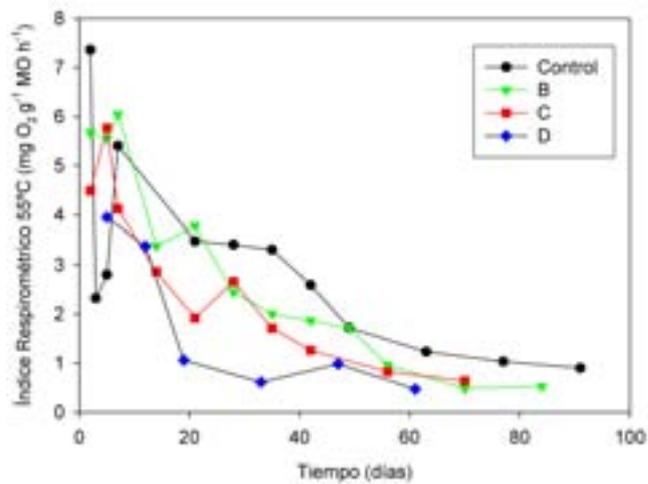


Figura 6.10: IR_T para los tratamientos control, B, C y D

eficiente. Esto puede concluir que grandes cantidades de inóculo aceleran el proceso de compostaje de FORM; sin embargo, las diferencias en el índice respirométrico entre las dosis C y D probablemente no son suficientemente grandes al tener en cuenta el punto de vista económico. Finalmente, la dosis B, igual que pasaba con la dosis A en los experimentos previos, no parece tener un efecto significativo en el índice respirométrico. Así, parece que la principal razón de los resultados positivos obtenidos con MicroGest 10X es debido al hecho que hay un incremento en la cantidad de microorganismos activos que aceleran la degradación de la materia orgánica. Este hecho se observa en los valores de índice respirométrico obtenidos (ver figura 6.9 y 6.10), ya que están directamente relacionados con el consumo de oxígeno de las poblaciones microbianas aeróbicas.

Como era de esperar, las diferencias entre los índices respirométricos determinados a 37°C y 55°C han sido más importantes en la fase termófila que en la fase de maduración, cuando las temperaturas se encuentran cerca de los 37°C. De hecho, los índices respirométricos determinados a 37°C no son estadísticamente diferentes ($P > 0,05$) de los determinados a 55°C a partir del día 55 de proceso (correspondiente a la fase mesófila, ver figura 6.6). A 55°C, el índice respirométrico se determina bajo condiciones termófilas y la población microbiana presente en el material esta totalmente activa, mostrándose en altos índices respirométricos. Uno de los objetivos de este trabajo era estudiar si el IR₃₇ se podía utilizar a escala industrial para el seguimiento del proceso, ya que debido a la variabilidad de temperatura de la pila podía resultar un parámetro práctico.

En conclusión, el índice respirométrico puede ser usado para monitorizar el seguimiento de la actividad biológica del proceso de compostaje; sin embargo, debe ser determinado en condiciones termófilas, ya que determinaciones a temperatura mesófila deben ser exclusivamente utilizadas para materiales finales o en fase de maduración. El uso de índices respirométricos como medida de la actividad biológica resulta de especial interés a escala industrial (especialmente en la fase de maduración) cuando la temperatura se mantiene en el rango termófilo por las limitaciones en la transferencia de calor del material compostado (baja conductividad térmica), el contenido de oxígeno es cercano al atmosférico y el contenido en humedad se mantiene constante. En estas situaciones el índice respirométrico proporciona una medida más exacta de la actividad biológica del material compostado.

Por otra parte, los resultados mostrados en la tabla 6.3 confirman los resultados obtenidos con los índices respirométricos. Así, el experimento control tarda 56 días en alcanzar el rango de estabilidad considerado estable (IV), que es el tiempo típico en las pilas de compostaje de FORM en España (Barrios *et al.*, 2004). En los tratamientos inoculados es clara la aceleración del proceso y la obtención de materiales estables. La dosis C, solo tarda 28 días en alcanzar un grado IV y 49 para alcanzar un grado de autocalentamiento V (el máximo grado de estabilidad). Con la dosis B, los resultados no son tan positivos, pero se mejoran en comparación con el experimento control. Los resultados de la dosis D son parecidos a los obtenidos en el experimento C, lo que indica que la dosis óptima en términos económicos y de aceleración de proceso es la dosis C. Por lo tanto, se puede concluir que el tratamiento óptimo es la dosis C, ya que se produce una reducción del 50 % del tiempo de compostaje.

Tabla 6.3: Evolución del test de autocalentamiento en los diferentes tratamientos de inoculación realizados

Semana	Control	Dosis B	Dosis C	Dosis D
0	-	-	-	I
1	I	I	I	I
2	I	I	III	II
3	I	I	II	-
4	I	I	IV	III
5	I	IV	IV	-
6	I	IV	IV	III
7	III	IV	-	-
8	-	V	V	V
9	IV	-	-	-
10	-	V	V	-
11	IV	-	-	-
12	-	V	-	-
13	V	-	-	-

Finalmente, el test Solvita se ha realizado en la muestra inicial y final de cada tratamiento (ver tabla 6.2). Este test está basado en el cálculo indirecto de CO₂ y las emisiones de NH₃, que se corresponden con el grado de madurez del material. Aunque es un test conocido en Estados Unidos, su uso no es muy común en Europa.

En los resultados obtenidos con el test Solvita, no se observan diferencias entre los diferentes tratamientos y todo el material resultante se muestra como parcialmente estabilizado. Estos resultados se contradicen con la información aportada por el índice respirométrico y el test de autocalentamiento. De hecho, algunos autores recomiendan el test Solvita para determinar la madurez de materiales muy acabados, y a veces no es apropiado para determinar la estabilidad de un material debido a su poca resolución y es más útil para caracterizar sustratos o compost que presenten un alto grado de evolución (Adani *et al.*, 2003). Además el test Solvita puede resultar desapropiado para determinar la estabilidad de un material tan heterogéneo como es la FORM.

6.4. Conclusiones

De los resultados obtenidos se concluye que:

- Los parámetros biológicos han resultado los parámetros clave para estudiar los efectos de la aplicación del inóculo en el proceso de compostaje. El IR_T (determinado a 55°C) y el test de autocalentamiento se pueden considerar como los parámetros clave en este estudio.
- MicroGest 10X resulta un inóculo efectivo para acelerar el proceso de compostaje de FORM, incrementando la actividad biológica en la fase termófila del proceso.
- Entre las diferentes dosis probadas, el tratamiento C (10^6 CFU g^{-1} de FORM) se muestra como el óptimo en términos operativos ya que implica una reducción importante del tiempo de compostaje (una reducción aproximada del 50%) y desde un punto de vista económico. La dosis D, donde la cantidad de inóculo utilizada es mayor que en caso C, no mejora significativamente el compostaje de FORM si se compara con la dosis C, mientras que el tratamiento B (menos inóculo que la dosis C) presenta un efecto menor que C cuando se compara con el experimento control. La determinación de la dosis óptima de inóculo se muestra tan importante como la decisión de utilizarlo.

- Los parámetros de rutina (temperatura, oxígeno y humedad) no muestran diferencias significativas entre los diferentes tratamientos utilizados. Sin embargo, la temperatura es un parámetro crucial para estudiar algunos aspectos del proceso de compostaje como la higienización del compost.
- Se determina la necesidad de trabajo futuro en el uso de inóculos en el proceso de compostaje debiéndose centrar en el estudio de sus efectos y su aplicación en las plantas de compostaje.

Capítulo 7

COMPOSTAJE DE RESIDUOS DE PELO

Los resultados de este capítulo referentes a los experimentos a escala piloto están publicados como: Barrena R., Pagans E., Artola A., Vázquez F., Sánchez A., 2006 “Co-composting of hair waste from the tanning industry with de-inking and municipal wastewater sludges” Biodegradation, DOI 10.1007/s10532-006-9060-z. Los resultados referentes a los experimentos a escala industrial han sido aceptados para su publicación en: Barrena R., Pagans E., Vázquez F., Artola A. and Sánchez A. “Full-scale co-composting of hair wastes from the leather manufacturing industry and sewage sludge”, Compost Science & Utilization.

El trabajo en planta industrial de este capítulo ha sido realizado conjuntamente con Estel·la Pagans.

Resumen

La producción de residuos de pelo crece cada año en la industria de los curtidos por la adopción de técnicas de eliminación de pelambre con recuperación de pelo, dejando a la industria de los curtidos con el problema de hacer frente a los residuos sólidos.

Debido al elevado contenido en nitrógeno del pelo uno de los usos más prometedoros para este residuo sería utilizarlo como fertilizante orgánico. El valor agronómico potencial que le confiere su contenido en nitrógeno puede ser incrementado usando la tecnología del compostaje. En el trabajo que se presenta a continuación se han realizado pruebas de compostaje con pelo parcialmente hidrolizado procedente del curtido de pieles vacunas. Los resultados indican que el pelo no puede compostar solo o con un substrato químicamente complementario, bajo en nitrógeno, como los lodos procedentes del destintado del papel. Sin embargo, se han obtenido buenos resultados cuando se co-composta con lodo de EDAR, que en este caso actúa como inóculo de proceso. Se han realizado pruebas a escala laboratorio, escala piloto y escala industrial. En este experimento se han utilizado diferentes parámetros biológicos en el seguimiento del proceso, destacando el índice respirométrico, y se ha estudiado la información que cada uno de ellos aporta. Los resultados obtenidos indican que es posible utilizar la tecnología del compostaje para tratar el residuo de pelo de vaca obteniéndose un producto final con un alto contenido en nitrógeno.

7.1. Introducción

El curtido es el proceso de transformar la piel de un animal en cuero. España es líder europeo en el sector de curtidos con una producción de 27.473 m² de cuero de bovino y 16.742 m² de oveja en 2003, cifras que representan más del 15 % del total de producción de la Unión Europea. En España, la región con mayor actividad en curtidos se encuentra en Cataluña, concretamente en Igualada (Barcelona) donde existe un importante sector dedicado a la fabricación de cuero a partir del pelaje de vaca. En los últimos 30 años la demanda de cuero y otros productos derivados se ha incrementado en un 55 % (Rivela *et al.*, 2004).

El proceso de curtido de la piel se basa en someter la piel en bruto a una serie de tratamientos químicos y mecánicos que permiten detener el proceso de descomposición natural del tejido, estabilizarlo químicamente, y dotarla de unas propiedades físicas que la convierten en un producto final utilizable y comercializable. Sin embargo, las actividades vinculadas con este sector presentan una importante incidencia ambiental, manifestándose problemas relacionados con el elevado consumo de agua y la

generación de residuos. La industria de los curtidos es responsable de la producción de elevadas cantidades de aguas residuales con elevado contenido de contaminantes (DQO, cromo y residuos sólidos). La eliminación del pelambre de la piel es una de las etapas más importantes de este proceso (Vidal *et al.*, 2004). Tradicionalmente, ésta eliminación de pelo se realizaba disolviendo el pelo con cal y sulfuro de sodio, con la consecuente elevada contaminación de las aguas de proceso. Con la estricta legislación actual, el sector ha visto necesario reducir al máximo la carga contaminante de las aguas residuales. Además, el tratamiento biológico de estas aguas genera grandes cantidades de lodos, que a su vez plantean problemas en su gestión y tratamiento. Por esta razón, las técnicas de pelambre con recuperación del pelo, que evitan la hidrólisis del pelo, han tomado una renovada importancia y hoy en día son prácticas establecidas (Vidal *et al.*, 2004). La recuperación del pelo permite reducir la DQO y el nitrógeno en las aguas residuales, y por tanto la cantidad de lodos del tratamiento biológico, pero genera una mayor cantidad de residuo sólido. La eliminación de los residuos sólidos de la industria de curtidos por deposición en vertederos se ha utilizado ampliamente en el pasado, pero cada día es más difícil encontrar vertederos disponibles y además el coste del transporte es elevado. Desde un punto de vista práctico, económico y ambiental, el reciclaje de estos residuos parece la forma más sostenible de tratamiento. El compostaje se muestra como una tecnología apropiada para transformar los residuos sólidos generados en la industria de los curtidos, con un elevado contenido en materia orgánica y nitrógeno, en compost con un elevado valor agronómico, sobre todo en el caso de los residuos de pelo, donde las concentraciones de metales pesados son bajas (ver tabla 7.1). De esta forma se podría incorporar la gestión medioambiental en el diseño global de sector, cerrando parte del ciclo en la gestión de residuos.

El objetivo de este trabajo es presentar el proceso de compostaje como una alternativa de gestión para el tratamiento de residuos de pelo generados por la industria de curtidos en la obtención de cuero. Para cumplir este objetivo se han realizado diferentes pruebas de compostabilidad, tanto a escala laboratorio, como en planta piloto y en planta industrial. Para el estudio del proceso de compostaje en planta piloto se han utilizado parámetros de seguimiento biológico como el índice respirométrico a 37°C (IR_{37}) y a temperatura de proceso (IR_T), y el cociente respiratorio (CR). Las relaciones entre estos índices se han estudiado en los experimentos de

Tabla 7.1: Contenido en metales del residuo de pelo

Parámetro	Contenido (ppm s.m.s.)
Cromo	<10
Plomo	<20
Zinc	109
Cadmio	<0,7
Níquel	<20
Cobre	6

compostaje de pelo con lodo en diferentes proporciones realizados.

7.2. Materiales y métodos

7.2.1. Materiales compostados y mezclas utilizadas

Se ha utilizado pelo parcialmente hidrolizado proporcionado por la compañía Igualadina de Depuració i Recuperació S.L. (Igualada, Barcelona). El tratamiento de eliminación de pelo utilizado por esta compañía se ha desarrollado en común por diferentes industrias de curtido de Europa con el apoyo de la Unión Europea (Referencia del proyecto ENV 4980764). En resumen, los residuos de pelo son producidos cuando la piel de vaca se trata secuencialmente durante un período total de 24 horas con: 1) hidróxido de calcio (1,3 %) e hidróxido de sodio (0,3 %), 2) hidrosulfuro del sodio (0,4 %) en condiciones alcalinas (pH 13) y 3) sulfuro del sodio (0,7 %) en condiciones alcalinas (pH 13). Después, el pelo prehidrolizado se filtra para evitar que se mezcle con las aguas residuales. El pelo puede representar entre el 17-20 % del peso total de la piel bruta. Las principales características de este residuo son su elevado contenido en materia orgánica y nitrógeno y que no presenta problemas de exceso de metales pesados ni de microorganismos patógenos dada la vía de obtención de este residuo. En la figura 7.1 se muestra el aspecto del residuo de pelo obtenido tras el tratamiento aplicado.



Figura 7.1: Imagen del residuo de pelo

Para los experimentos a escala de laboratorio se ha utilizado lodo procedente del destintado del papel, de una empresa productora de papel reciclado y lodos frescos que consisten en una mezcla de lodos secundarios y primarios suministrados por la EDAR de la Garriga (Barcelona). Para los experimentos en planta industrial se ha utilizado lodos frescos procedentes de la EDAR de Cambrils.

Como agente estructurante a escala laboratorio se ha utilizado palet triturado (tamizado a 10 mm) facilitado por la planta de compostaje de Jorba (Barcelona). Para la prueba a escala industrial se ha utilizado fracción vegetal procedente de Igualada (población vecina a la planta de Jorba), que es el agente estructurante que se utiliza normalmente en la planta. La tabla 7.2 muestra las principales características de los residuos compostados.

Las mezclas utilizadas se han preparado como se indica a continuación: en primer lugar se ha mezclado el pelo con el lodo del destintado del papel o el lodo de EDAR en alguna de las relaciones peso pelo:lodo 1:1, 1:2 y 1:4. Estas mezclas se han estructurado con los palets triturados o fracción vegetal en relación volumétrica 1:1, sugerida por Gea (2001).

Tabla 7.2: Características principales de los residuos compostados

Parámetro	Pelo	Lodo papelera	Lodo Garriga	Lodo Cambrils
Humedad (%)	62,1	36,7	76,5	81,8
Materia orgánica (% s.m.s.)	88,7	33,7	73,3	57,7
N-Kjeldahl (% s.m.s.)	12,1	0,43	2,5	2,5
N-NH ₄ ⁺ (% s.m.s.)	1,53	-	-	0,47
C/N	3,3	34,0	12	13,0
pH	8,8	7,5	7,1	8,1
CE (mS cm ⁻¹)	2,9	1,9	1,8	1,8
FAS (%)	45,3	-	-	42,3

7.2.2. Experimentos de compostaje

Escala laboratorio y escala piloto

Previamente al experimento de compostaje a escala industrial se han realizado distintas pruebas preliminares a escala laboratorio (4,5 litros) y piloto (100 litros) con el objetivo de determinar la compostabilidad del pelo, optimizar las mezclas a utilizar y determinar los valores de las principales variables del proceso. En la figura 7.2 se muestra una de las mezclas pelo:lodo y estructurante dentro del reactor de 100 L. La descripción y funcionamiento de los reactores utilizados se muestra en el capítulo 4.

Las pruebas han incluido distintos tratamientos como el compostaje de pelo solo, el compostaje de pelo y estructurante (palet triturado), y el compostaje de pelo con lodos de papelera o lodos de EDAR, en diferentes proporciones, y estructuradas con palet triturado.

Escala industrial

El experimento a escala industrial se ha llevado a cabo en las instalaciones de la planta de compostaje de Jorba (Barcelona). Se ha construido una pila de compostaje



Figura 7.2: Imagen del reactor de 100 L con la mezcla inicial pelo:lodo y estructurante



Figura 7.3: Aspecto de la pila a escala industrial formada con mezcla de pelo, lodo y estructurante vegetal

trapezoidal (base: 2 m, altura: 1,5 m) constituida aproximadamente por 10 toneladas de pelo y 10 toneladas de lodos procedentes de la estación depuradora de aguas residuales de Cambrils (Tarragona). A la mezcla de pelo-lodo se le ha añadido, en una proporción volumétrica de 1:1, poda triturada como agente estructurante, ya que es un material de uso común en la planta de compostaje (ver figura 7.3).

La duración del experimento ha sido de dos meses y medio. La pila se ha volteado semanalmente utilizando una máquina volteadora (Backhus Model 15.50, Edeweicht, Germany). La pila se ha regado en dos ocasiones (día 44 y 58) cuando mostraba aspecto de sequedad. Es destacable que durante los días 49 y 63 de proceso se han registrado temperaturas ambientes en la planta muy bajas, por debajo de los 0°C.

Durante todo el proceso se ha seguido la evolución de la temperatura del material mediante una sonda portátil Pt-100 (Delya Ohm HD9214) y el porcentaje de oxígeno en la matriz del residuo (oxígeno intersticial) mediante un detector de O₂ portátil con aspiración manual (Oxy-ToxiRAE, RAE). Ambas variables se han determinado a 1 m de profundidad y como mínimo en 4 puntos distintos de la pila. Los resultados obtenidos se presentan en forma de valor promedio, observándose una variabilidad del 10-20 % entre los distintos puntos muestreados.

7.2.3. Parámetros determinados

Se han analizado en el laboratorio a partir de muestras representativas los siguientes parámetros: humedad, materia orgánica, nitrógeno Kjeldahl, FAS, nitrógeno amoniacal, conductividad eléctrica, contenido en grasas, pH, índice respirométrico, CR, y el test de autocalentamiento. Estos parámetros se han determinado tal como se indica en el capítulo 4.

7.3. Resultados y discusión

7.3.1. Experimentos a escala laboratorio

Los primeros experimentos se han llevado a cabo con el objetivo de determinar la viabilidad de compostar el residuo de pelo en base a su alto contenido en materia orgánica y nitrógeno (ver tabla 7.2). Los resultados obtenidos indican que ni el pelo sólo, ni el pelo con estructurante, se pueden compostar correctamente, ya que no se alcanza el rango termófilo en los reactores de 4,5 L. Este hecho puede ser debido a que las duras condiciones alcalinas a que el material ha sido expuesto durante el proceso de separación del pelo del cuero han eliminado toda la flora microbiana que el material puede contener, previniendo por tanto el desarrollo de cualquier actividad biológica.

Ante la imposibilidad de compostar pelo solo, el siguiente paso ha sido intentar co-compostarlo con otros residuos con el objetivo de encontrar condiciones que favorezcan desarrollo del proceso. El pelo se ha mezclado con lodos del destintado

del papel, un residuo industrial que previamente había sido compostado satisfactoriamente (Gea *et al.*, 2005). Los lodos del destintado del papel están constituidos básicamente por celulosa y por tanto, tienen una elevada relación C/N tal como se indica en la tabla 7.2. Por esta elevada relación C/N se puede considerar que una mezcla entre el pelo y el lodo del destintado del papel puede compensar el exceso de nitrógeno del pelo. Sin embargo, en las pruebas de compostaje realizadas en diferentes proporciones de ambos residuos no se alcanza el rango termófilo. Una posible explicación de este hecho puede deberse a una baja población microbiana existente en el lodo del destintado y/o que esta población no haya sido suficientemente diversa como para desarrollarse en un ambiente como el proporcionado por el residuo de pelo (Charest *et al.*, 2004). Estos resultados indican que para el co-compostaje de diferentes tipos de residuos no solamente se ha de tener en cuenta un adecuado balance de nutrientes sino que también resulta imprescindible una adecuada población microbiana inicial. Este hecho es de especial interés ya que las recetas de co-compostaje normalmente son formuladas únicamente en la base química de los residuos sin tener en cuenta si la mezcla tiene la presencia adecuada de microorganismos.

Finalmente el residuo de pelo se ha co-compostado con éxito con lodos frescos de EDAR. Se han realizado diversas pruebas en diferentes proporciones tal como se muestra en la figura 7.4. Para todos los casos, la evolución de la temperatura muestra el típico comportamiento para este tipo de proceso, es decir, al principio del proceso se observa un rápido incremento de la temperatura (por encima de los 60°C) seguido por un descenso en función de la cantidad de pelo utilizada en las diferentes mezclas compostadas. El descenso más rápido se observa en la mezcla con la proporción más alta de pelo (1:1), donde se mantienen temperaturas termófilas durante 4 días del proceso. Al contrario, la temperatura de la mezcla con la proporción más pequeña de pelo (1:4) se mantiene en los 40°C después de 9 días de proceso.

La tabla 7.3 resume los principales parámetros obtenidos durante el monitoraje del proceso. Se puede observar una disminución importante de actividad todos los casos, tal como indica el índice respirométrico después de 9 días de proceso.

Estos resultados muestran como el lodo fresco puede actuar de inóculo para el co-compostaje del pelo de vaca. Otros materiales como compost maduro o inóculos de

Tabla 7.3: Características de las diferentes mezclas pelo:lodo al principio y al final del proceso de compostaje de 9 días en escala laboratorio

Parámetro	mezcla 1:1		mezcla 1:2		mezcla 1:4	
	inicial	final	inicial	final	inicial	final
Materia seca (%)	42,2	35,4	44,8	38,7	41,8	34,1
Materia orgánica (% s.m.s.)	76,5	74,8	72,9	60,5	70,7	67,6
N-Kjeldahl (% s.m.s.)	5,7	4,4	5,5	4,9	8,2	6,6
N-Kjeldahl (g)	42	26	36	26	36	12
IR ₃₇ (mg O ₂ g ⁻¹ MO h ⁻¹)	-	1,10	-	1,15	-	1,71

FORM también podrían utilizarse con este objetivo. En este caso, la decisión de usar un residuo específico como inóculo ha sido tomada en base a la disponibilidad y/o a la operativa de la planta de compostaje donde se debería tratar el residuo de pelo si el proceso se demostraba viable.

Los resultados obtenidos en las pruebas preliminares han llevado a continuar los experimentos a escala piloto para estudiar la evolución del proceso de co-compostaje de pelo:lodo en detalle. Es importante matizar que tanto los experimentos a escala laboratorio como a escala piloto no han perseguido realizar el proceso completo de compostaje, sino estudiar la compostabilidad y comportamiento de las mezclas, por este motivo se han finalizado los experimentos a un tiempo determinado, 9 y 20 días respectivamente, tiempo suficiente para estudiar el comportamiento del residuo.

7.3.2. Experimentos en planta piloto

En las figuras 7.5, 7.6, 7.7 se muestran los perfiles de temperatura obtenidos para las diferentes mezclas lodo:pelo a escala piloto, en el reactor de 100 L así como otros parámetros que se comentarán más adelante. Como era esperado, los perfiles de temperatura han resultado similares a los observados a escala de laboratorio, con la diferencia de que en este caso las temperaturas termófilas se han mantenido durante 15 días o más (proporción 1:4). Esta etapa termófila más larga es un comportamiento normal en esta escala, puesto que el calor se conserva mejor en una escala más grande debido a un cociente más bajo de superficie:volumen. Se observa

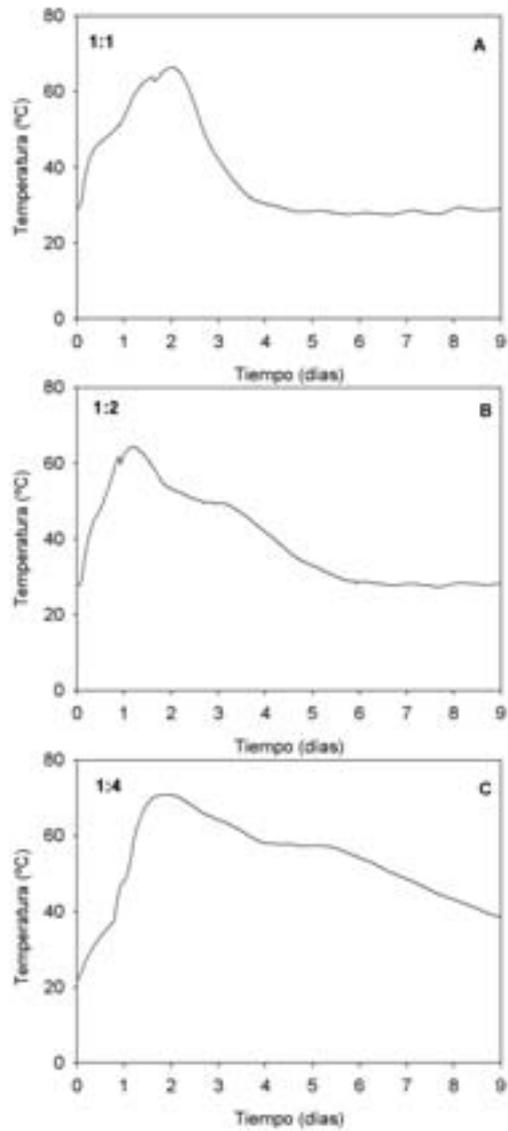


Figura 7.4: Perfil de temperatura durante el co-compostaje de pelo y lodo fresco en experimentos escala laboratorio para tres proporciones pelo:lodo en peso. **A)** 1:1, **B)** 1:2 y **C)** 1:4

un comportamiento similar en todas las mezclas compostadas: un aumento rápido inicial de la temperatura alcanzando valores sobre los 70°C en el segundo día de proceso, un mantenimiento de estas temperaturas durante varios días y finalmente una disminución al final del proceso. Sin embargo, existen algunas diferencias entre las diferentes mezclas. Para la mezcla 1:1 (ver figura 7.5) se observa un ligero aumento de temperatura en el final del proceso. Para la mezcla 1:2 (ver figura 7.6) se obtiene una disminución más notable de temperatura a final de proceso, y para la mezcla 1:4 (ver figura 7.7) las temperaturas se han mantenido por encima de los 40°C incluso en la etapa final del proceso.

En las figuras 7.5-A, 7.6-A y 7.7-A se muestra la evolución de los índices respirométricos determinados a 37°C y temperatura de proceso. Estos índices, indicadores de la actividad microbiana, muestran que durante las primeras fases del proceso se degradan los compuestos más fácilmente biodegradables, ya que es cuando se obtienen las actividades más altas. Con la evolución del proceso se observa un descenso en la actividad microbiana indicado por un descenso de los índices respirométricos motivada por el agotamiento del material fácilmente degradable. Se puede observar para todos los casos que la evolución de los índices respirométricos se correlaciona con el perfil de temperatura del reactor. Sin embargo como se ha comentado en los capítulos anteriores, los IR_T se muestran más sensibles a los cambios de temperatura que los IR_{37} aunque a medida que disminuye la temperatura en el reactor las diferencias entre IR_{37} y IR_T se acortan.

El CR obtenido en los diferentes experimentos se muestra en las figuras 7.5-B, 7.6-B y 7.7-B. En estas figuras se puede observar que los valores obtenidos no muestran una tendencia clara durante el proceso de ninguna de las mezclas de compostaje realizadas, es decir, la etapa del proceso, termófila o mesófila, y la composición de la mezcla no parecen tener una influencia directa en los valores de CR obtenidos. Estos resultados se corresponden con los obtenidos por Gea *et al.* (2004) al compostar diversos tipos de lodo y FORM. Este hecho podría sugerir que el compostaje es un proceso donde las reacciones catabólicas y anabólicas ocurren al mismo tiempo y no como una serie de reacciones secuenciales. Si esto último tuviese lugar, se esperaría tener valores de CR altos al principio del proceso, puesto que los materiales fácilmente degradables tales como proteínas y glucosa y sus compuestos complejos asociados tienen un elevado valor de CR (Cronjé *et al.*, 2004). A medida

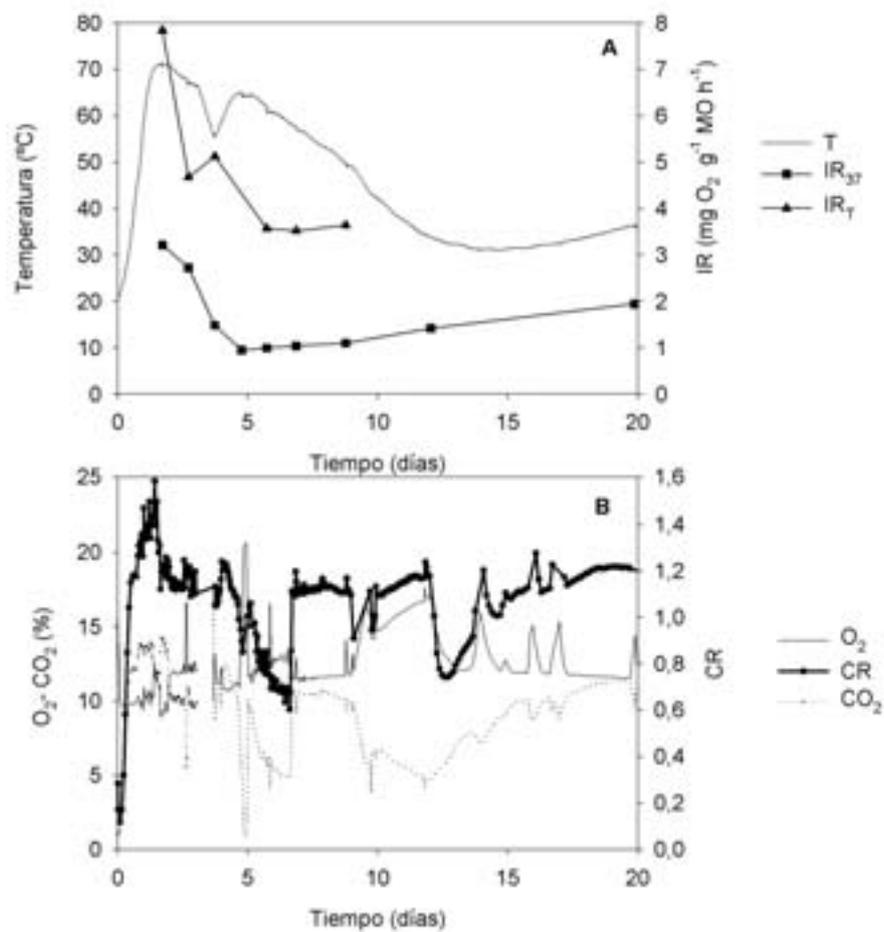


Figura 7.5: Co-compostaje de la mezcla pelo:lodo 1:1 en peso. **A)** Perfil de temperatura media (T), índice respirométrico a temperatura de proceso (IR_T) e índice respirométrico a 37°C (IR_{37}). **B)** Concentración de O_2 y CO_2 y cociente respiratorio (CR)

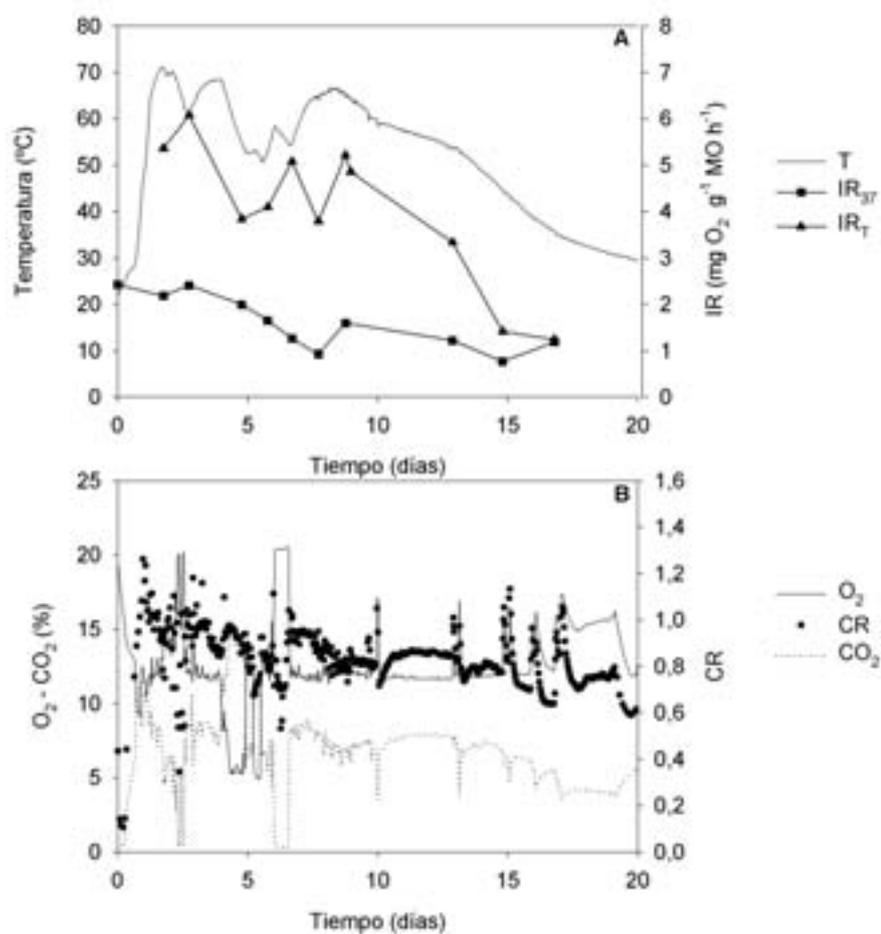


Figura 7.6: Co-compostaje de la mezcla pelo:lodo 1:2 en peso. **A)** Perfil de temperatura media (T), índice respirométrico a temperatura de proceso (IR_T) e índice respirométrico a 37°C (IR₃₇). **B)** Concentración de O₂ y CO₂ y cociente respiratorio (CR)

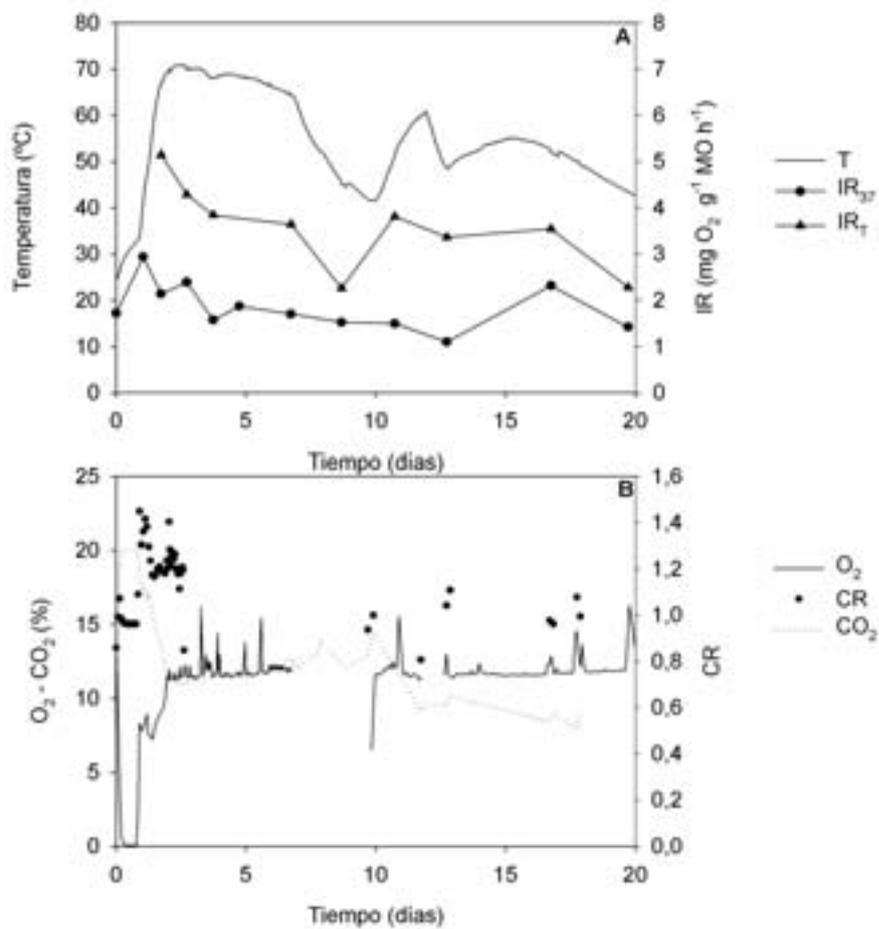


Figura 7.7: Co-compostaje de la mezcla pelo:lodo 1:4 en peso. **A)** Perfil de temperatura media (T), índice respirométrico a temperatura de proceso (IR_T) e índice respirométrico a 37°C (IR₃₇). **B)** Concentración de O₂ y CO₂ y cociente respiratorio (CR)

que el proceso avanza, la existencia de diversas comunidades de microorganismos y el hecho de que cada vez menos material oxidable puede ser degradado indicaría que los valores de CR tienen a disminuir. Sin embargo, en los experimentos realizados este comportamiento no se observa, probablemente porque el proceso de compostaje implica la hidrólisis y la síntesis de diversos compuestos al mismo tiempo. Por otra parte, los valores de CR para la mezcla con un contenido más elevado en pelo son considerablemente más altos. Esto puede ser debido a que el pelo se compone principalmente de proteínas. El contenido proteico total de la mezcla es entonces más alto y contribuye significativamente en el CR. Sin embargo, es importante tener en cuenta que en algunas ocasiones los valores de CR se encuentran por encima de uno, hecho que indica que en algunos momentos el sistema podría trabajar bajo limitaciones del oxígeno. En estas condiciones el cálculo del CR no es válido pero puede ser un buen indicador de la presencia de zonas anaerobias.

En la tabla 7.4 se muestran las características principales de las mezclas compostadas al inicio y tras de 20 días de proceso. Se observa que la disminución de materia orgánica más importante se da en la mezcla 1:4, que es la mezcla que más materia orgánica tiene de partida. Esta degradación concuerda con la pérdida de peso ocurrida durante el proceso. Visualmente también se ha observado la descomposición del pelo para todas las mezclas. En la tabla 7.4 se muestra también que el pH ha aumentado durante el proceso en todos los casos. Seguramente se debe a la producción de amoníaco como consecuencia de la amonificación del nitrógeno orgánico, la solubilización del amoníaco permitiendo la formación del amonio y un aumento en los valores de pH. No se han observado diferencias importantes entre las tres mezclas. La conductividad también ha aumentado durante el proceso siendo este aumento más claro en la mezcla 1:1. Esto se debe seguramente a la liberación de sales minerales como iones de potasio y amonio durante la descomposición de substratos orgánicos (Sánchez-Monedero *et al.*, 2001; Venglovsky *et al.*, 2005).

En la tabla 7.4 también se muestra el contenido inicial y final de nitrógeno Kjeldahl de las mezclas compostadas. Se observa un aumento del nitrógeno para todas las mezclas debido al efecto de concentración causado por la pérdida del peso asociada a la mineralización de la materia orgánica. Sin embargo, este aumento parece ser más pequeño para la mezcla de 1:1 probablemente debido a la concentración inicial más elevada que puede llevar a una volatilización más alta de amoníaco. Las emisiones

Tabla 7.4: Características de las diferentes mezclas pelo:lodo compostadas al principio y al final del proceso (20 días) a escala piloto

Parámetro	mezcla 1:1		mezcla 1:2		mezcla 1:4	
	inicial	final	inicial	final	inicial	final
Materia seca (%)	42,6	50,7	43	50,4	44,4	50,7
Materia orgánica (% s.m.s.)	60,1	48,7	80,2	77,8	82,7	66,1
pH	8,20	8,53	7,66	8,63	7,58	8,6
CE (mS/cm)	3,42	8,29	3,25	5,54	3,16	5,43
N-Kjeldahl (% s.m.s.)	6,1	6,7	5,5	8,9	4,0	5,1
N-Kjeldahl (kg)	1,19	1,15	0,9	0,96	0,55	0,51
C/N	5,5	4,0	8,1	4,9	11,6	7,2
FAS (%)	60,4	-	66,5	-	61,9	-
Pérdida de peso (%)	-	10,8	-	12,2	-	20,4
Grado de autocalentamiento	-	IV	-	IV	-	IV
IR ₃₇ (mg O ₂ g ⁻¹ MO h ⁻¹)	3,22	1,95	2,43	1,28	1,72	1,42

del amoníaco van desde los 1000 a 1500 mg NH₃ m⁻³ para la mezcla 1:1 y hasta 500 a 1000 mg NH₃ m⁻³ para la mezcla 1:4. Pagans *et al.* (2006) indican que la contribución total de estas emisiones a las pérdidas del nitrógeno se encuentra por debajo del 10 % según los resultados obtenidos recientemente con residuos con alto contenido en nitrógeno. Los valores finales obtenidos indican que más del 90 % del nitrógeno se ha conservado en todas las mezclas compostadas. A partir de estos contenidos de nitrógeno se ha determinado la relación C/N al principio y final del proceso. Como era de esperar, la relación C/N inicial es baja para todas las mezclas estudiadas, siendo el valor más bajo el correspondiente a la mezcla con mayor contenido en pelo. Sin embargo, esta relación C/N tan baja no ha afectado a la cinética del proceso de compostaje, ya que se han alcanzado altas temperaturas de la misma forma que en las otras mezclas. Después de 20 días, la relación C/N ha disminuido en todos los casos. Resultados similares se han obtenido en el co-compostaje de otros residuos con alto contenido en nitrógeno como en desechos de pescado (Laos *et al.*, 2002). La disminución de la relación C/N durante el compostaje se considera como positivo (US Department of Agriculture and Council, 2001). De hecho, la relación C/N se ha propuesto como indicador de la estabilidad del compost final (US Department of Agriculture and Council, 2001). Sin embargo, para ser

un indicador valioso, la relación C/N inicial debe ser próxima a 30, que no es el caso de las mezclas lodo:pelo realizadas en este estudio. Con todo, los valores de C/N obtenidos sugieren que una parte importante del nitrógeno contenido en el material compostado se ha mantenido durante el proceso. Estos resultados indican que la relación C/N final obtenida depende en última instancia de la relación C/N inicial del material a compostar. Este dato resulta interesante si se considera el uso agrícola como la destinación final del compost. Sin embargo, es importante tener en cuenta que no se tienen datos sobre la biodisponibilidad del C y el N; aunque la disponibilidad del nitrógeno debe ser alta debido a las fuertes condiciones alcalinas a las que el pelo ha sido sometido previamente al compostaje.

Los valores iniciales de FAS para las diferentes mezclas compostadas se han situado alrededor 60-65 %; es decir, bastante más altos que el rango óptimo (30-35 %) propuesto para el compostaje (Haug, 1993; Madejón *et al.*, 2002). Este hecho no parece haber tenido un impacto negativo en el proceso. Sin embargo, el FAS obtenido indica que se podría haber utilizado otro tipo de agente estructurante, menos poroso. No obstante, si se considera el escalado del proceso, un FAS elevado asegurara que no haya problemas de compactación del material si el proceso se lleva a cabo en planta industrial. Es importante resaltar que existen pocos trabajos que relacionan el FAS con el proceso de compostaje, y además muchos de ellos están realizados con residuos típicos y bien caracterizados. El FAS óptimo para otro tipo de residuos, como por ejemplo el pelo de vaca, puede ser diferente a los indicados en otros estudios (Ruggieri, 2005).

En la tabla 7.4 se muestra la estabilidad de los productos finales obtenida mediante el cálculo del índice respirométrico a 37°C. Según la literatura (California Compost Quality Council, 2001), los composts finales con un índice entre 0,5 y 1,5 mg O₂ g⁻¹ MO h⁻¹ se pueden considerar materiales estables, mientras que valores por encima de 1,5 mg O₂ g⁻¹ MO h⁻¹ corresponden a materiales inestables biológicamente. Por lo tanto, los materiales finales obtenidos muestran que el compost de las mezclas lodo:pelo 1:2 y de 1:4 son estables con los valores IRE₃₇ de 1,28 y 1,42 mg O₂ g⁻¹ MO h⁻¹ respectivamente, mientras que la mezcla con relación 1:1 con un IR₃₇ de 1,95 mg O₂ g⁻¹ MO h⁻¹ no es un material estable. Este último resultado parece coincidir con el leve aumento de temperatura observado en el reactor en la fase final del proceso (ver figura 7.5), seguramente ocasionado por el aumento de la actividad

microbiana responsable de la degradación de sustratos orgánicos más complejos. Los resultados del test de autocalentamiento también se muestran en la tabla 7.4. Según este método, los materiales finales de todas las mezclas corresponden a un IV (en una escala del I al V, donde I corresponde a material fresco y V a un material muy maduro, ver capítulo 4), lo que indica que el material se encuentra en la fase final del proceso. Para obtener un material final más estable es necesario una fase final de maduración que en escala de laboratorio es difícil de conseguir. Sin embargo, el importante descenso de actividad observado en todas las mezclas indican un desarrollo correcto del proceso y la obtención de un material apropiado según la evolución del proceso.

7.3.3. Experimentos en planta industrial

7.3.3.1. Evolución de la temperatura y del oxígeno intersticial

El perfil de temperaturas y oxígeno obtenido en la pila se muestra en la figura 7.8. En esta figura se observa que la temperatura ha sido elevada durante todo el proceso, indicando, por tanto, una elevada actividad biológica, incluso en aquellos momentos que la temperatura del ambiente se encontraba por debajo de 0°C (días 49 y 63 de proceso). También se puede observar que las temperaturas se han mantenido por encima de los 55°C durante más de 70 días. La frecuencia de volteo ha sido semanal, y por lo que todo el material ha estado expuesto a temperaturas en el rango termófilo. Por lo tanto, se puede decir que el material final obtenido cumple con los requisitos de higienización del compost, que están basados en condiciones de temperatura-tiempo (Environmental Protection Agency, 1995).

La concentración de oxígeno se ha mantenido en un rango muy bajo durante todo el proceso (ver figura 7.8), hecho que indica que se ha dado un elevado consumo de oxígeno y una elevada actividad biológica (Gea *et al.*, 2004). Por otro lado, unos niveles tan bajos de oxígeno (por debajo del 5%) pueden provocar la aparición de zonas anaerobias, ralentizando el proceso y la aparición de malos olores. Aunque no haya sido el caso de la pila estudiada, sobre todo por la elevada frecuencia de volteo realizada, para próximos experimentos es aconsejable utilizar una proporción más

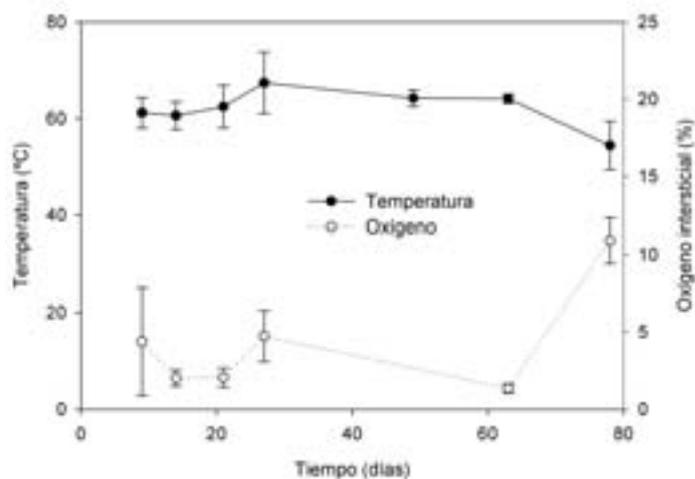


Figura 7.8: Evolución de la temperatura y del oxígeno intersticial de la pila de compostaje a escala industrial

elevada de estructurante y así facilitar el movimiento del aire dentro de la matriz del residuo. Por ejemplo, se podría probar la proporción 1,5:1, proporción volumétrica estructurante:mezcla de lodo y pelo en lugar de la proporción 1:1 utilizada. Por otra parte, en la figura 7.8 se observa que cuando la temperatura desciende al final del proceso (sobre el día 70) se produce un incremento en la concentración de oxígeno. Ambos factores indican una baja actividad biológica debida a la progresiva disminución y el agotamiento de materia orgánica biodegradable, y por tanto indican la finalización del proceso de compostaje. El incremento de temperatura y el contenido de oxígeno muestran que es apropiado utilizar lodos de EDAR como inóculo en el proceso de compostaje de pelo hidrolizado. Se pueden encontrar diversos estudios de co-compostaje de residuos complementarios en la bibliografía, aunque en la mayoría están enfocados en ajustar algunas propiedades químicas como la humedad o la relación C/N (Tiquia and Tam, 2000; Huang *et al.*, 2004; Meunchang *et al.*, 2005); sin embargo se encuentran pocos estudios donde el uso del residuo complementario sea actuar como inóculo en el proceso.

7.3.3.2. Parámetros químicos

La evolución del contenido en humedad y en materia orgánica del material se muestra en la figura 7.9. La humedad sigue el perfil típico del proceso de compostaje, con una marcada disminución en los primeros días debido a las elevadas temperaturas alcanzadas. Ha sido necesario necesario regar la pila en dos ocasiones para mantener el nivel de humedad adecuado por encima del 40 %, que se considera el valor mínimo necesario para que el proceso de compostaje se realice con normalidad (Haug, 1993). En algunos momentos del proceso se puede considerar que los niveles de humedad de la pila son bajos, pero en los índices respirométricos obtenidos (ver tabla 7.6) no se observa ninguna disminución de actividad significativa, lo que indica que el proceso se ha desarrollado correctamente.

En relación a la materia orgánica, el perfil obtenido se puede considerar como el típico de un proceso de compostaje a escala industrial (Mason *et al.*, 2004), mostrando una disminución de este parámetro centrada en las primeras fases del proceso seguida de una fase de mantenimiento, pero finalizando con un contenido adecuado en el material final (57,8 %) certificando su calidad como enmienda orgánica.

En la tabla 7.5 se muestran otros parámetros analizados en el seguimiento del compostaje de pelo de vaca. En primer lugar, se observa que la porosidad del material compostado ha sido la adecuada durante todo el proceso al ser el FAS superior al 30 %. Por otro lado, el pH y la conductividad eléctrica siguen las evoluciones típicas del proceso de compostaje, con una ligera alcalinización del material y un aumento de la conductividad eléctrica debida a la mineralización de la materia orgánica. El porcentaje en grasa del material disminuye de un 7,97 % a un 3,07 %, por lo que se puede decir que se observa una importante degradación de la grasa presente en el material.

7.3.3.3. Parámetros biológicos

En la tabla 7.6 se presentan el índice respirométrico estático y el test de autocalentamiento, parámetros biológicos que se han utilizado para seguir la evolución del proceso. Los elevados valores iniciales, tanto de índice respirométrico como de grado

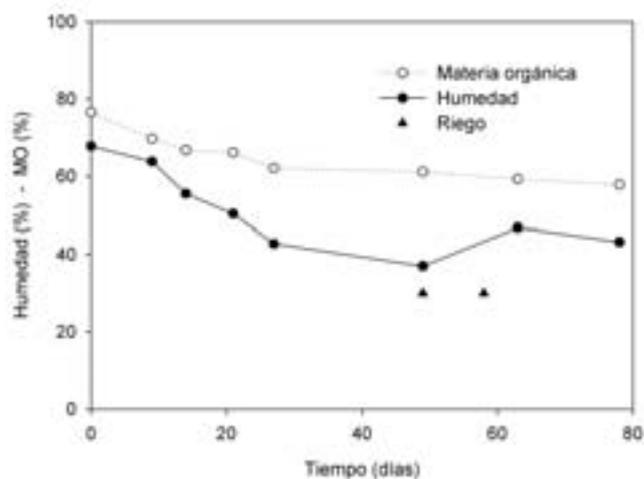


Figura 7.9: Evolución de la humedad y la materia orgánica del material de la pila de compostaje a escala industrial

Tabla 7.5: Seguimiento del FAS, pH, CE y contenido en grasas durante el compostaje a escala industrial

Día de proceso	FAS (%)	pH	CE (mS cm ⁻¹)	Grasas (% s.m.s.)
0	54	8,06	4,67	7,97
9	-	8,77	5,05	-
14	59	8,55	6,42	-
21	66	8,55	8,66	-
27	68	8,68	6,66	-
49	-	8,68	9,36	-
63	-	8,52	8,14	-
78	63	8,44	9,17	3,07

Tabla 7.6: Seguimiento de los parámetros de estabilidad del compost

Día de proceso	Grado de autocalentamiento	IR (mg O ₂ g ⁻¹ MO h ⁻¹)
0	-	5,1 ± 0,5
9	I	3,3 ± 0,1
14	I	2,6 ± 0,3
21	II	1,8 ± 0,2
27	-	2,0 ± 0,1
49	III	1,4 ± 0,2
63	V	1,3 ± 0,2
78	V	0,83 ± 0,04

de autocalentamiento, muestran una elevada actividad biológica que se corresponde con las elevadas temperaturas del proceso y los bajos niveles de oxígeno detectados. En la evolución del índice respirométrico se observa un importante descenso de actividad durante el proceso, correspondiendo a una progresiva estabilización de la materia orgánica que confirmaría el elevado consumo de oxígeno que tiene lugar en la primera fase del proceso. Al mismo tiempo, se muestra evidente que el índice respirométrico es un valioso indicador de la actividad biológica cuando se trabaja a escala industrial. A partir del índice respirométrico inicial obtenido para cada material compostado (índice respirométrico de 6,68, 3,22 y 5,09 mg O₂ g⁻¹ MO h⁻¹) y el valor del material final (0,83 mg O₂ g⁻¹ MO h⁻¹) se observa una elevada degradación biológica del pelo. El índice respirométrico resulta de especial interés al final del proceso de compostaje, en la fase de maduración, cuando todavía se tienen temperaturas elevadas que son consecuencia de las propiedades térmicas del compost (baja velocidad de transferencia de calor por las baja conductividad térmica) y de la actividad biológica del material. En este caso el índice respirométrico es suficientemente sensible para detectar una disminución en la actividad biológica del material y aportar información concreta sobre el proceso.

Los resultados del test de autocalentamiento confirman los resultados obtenidos con el índice respirométrico. Así, se necesitan once semanas de compostaje para obtener un material final muy estable (grado V), tiempo que por otra parte es el típico para el compostaje en pilas (Haug, 1993).

Características del material final

Tanto el índice respirométrico como el test de autocalentamiento de material final indican que el material final obtenido es muy estable, alcanzando en dos meses y medio de proceso un grado de autocalentamiento (grado V) y un índice respirométrico ($0,83 \text{ mg O}_2 \text{ g}^{-1} \text{ MO h}^{-1}$) que corresponden a los valores de un material final estable (ver tabla 7.6). Estos valores son importantes desde el punto de vista de la aplicación de este compost al suelo. Sin embargo, para determinar el valor agronómico del compost y su madurez, sería necesario realizar algún ensayo biológico de germinación o crecimiento con plantas.

Respecto a la conservación del nitrógeno, se ha de tener en cuenta que el proceso que se ha llevado a cabo no permite realizar un balance de nitrógeno, ya que las pérdidas debidas a las emisiones son difíciles de cuantificar. En la tabla 7.7 se muestran las diferentes formas de nitrógeno estudiadas, que corresponden al nitrógeno total Kjeldahl y al nitrógeno amoniacal. Como se puede observar, la evolución del nitrógeno total del material sufre una disminución importante al principio del proceso (entre los días 0 y 27), y una progresiva estabilización y conservación en los últimos días, para finalizar con un contenido de nitrógeno alto, de aproximadamente el 5 %. De hecho algunos autores han propuesto el uso de las pérdidas de nitrógeno como un indicador de la actividad biológica del material, a pesar de que esto implique una pérdida de valor agronómico del compost (Liao *et al.*, 1995). El contenido en nitrógeno total puede ser considerado elevado cuando se compara con valores típicos de compost producidos con otros residuos, como por ejemplo FORM o lodos de EDAR (Barrington *et al.*, 2002). Esto es debido al alto contenido en nitrógeno que tiene en sí el residuo de pelo. Esta propiedad es una de las principales indicaciones del valor potencial que tiene en la agricultura el producto final resultante del compostaje de pelo.

El nitrógeno amoniacal presenta un incremento importante durante la fase más activa del proceso, seguido de un descenso hasta alcanzar un contenido final de nitrógeno amoniacal del 0,55 %. Este valor (ver tabla 7.7) se puede considerar relativamente alto si se compara con valores típicos en compost propios a partir de la fracción orgánica de residuos municipales que se sitúan alrededor del 0,1-0,2 %

Tabla 7.7: Evolución de las diferentes formas de nitrógeno

Día de proceso	Nitrógeno Kjeldahl (% s.m.s.)	N-NH ₄ ⁺ (% s.m.s.)
0	8,5	0,3
27	4,9	1,2
63	5,5	1,4
78	5,6	0,5

(Grau *et al.*, 2000). Este contenido elevado de nitrógeno amoniacal se debe al contenido en nitrógeno inicial en el pelo; sin embargo, es posible que en una fase final de maduración del compost, cuando las temperaturas son mesófilas, se produzca la transformación del nitrógeno amoniacal a nitrato a través del proceso de nitrificación (Sánchez-Monedero *et al.*, 2001).

En cualquier caso, el contenido en nitrógeno y materia orgánica de este producto final le proporciona un elevado valor agronómico que puede ser utilizado como motivo para reciclar este material procedente de la industria de los curtidos.

7.4. Conclusiones

Las principales conclusiones de este trabajo se detallan a continuación:

- El pelo recuperado en el proceso de pelambre de la piel de vaca puede ser co-compostado con éxito si se encuentran las condiciones de proceso apropiadas, como es el caso de las mezclas con lodos de EDAR. La imposibilidad de compostar pelo solo o pelo con agente estructurante demuestra la importancia de tener una población microbiana inicial adecuada o de utilizar un inóculo.
- La actividad biológica del compostaje y, por tanto, la descomposición de la materia orgánica puede ser monitorizada usando el índice respirométrico estático, especialmente los calculados a la temperatura de proceso (IR_T), ya que

ellos aportan información de la situación real del material y del paso limitante en la velocidad de degradación. En el caso de los experimentos a escala piloto, el parámetro CR no es suficientemente sensible para ser usado como herramienta de monitorización.

- El co-compostaje de pelo:lodo produce un producto estable con un alto contenido en nitrógeno, que incrementa el valor del uso del pelo en agricultura.
- Aunque se han probado diferentes relaciones pelo:lodo, es necesario más trabajo para optimizar la mezcla a compostar, especialmente con relación al agente estructurante. En el caso de la pila industrial una mejora del proceso sería utilizar una proporción más elevada de estructurante para facilitar el movimiento del aire dentro de la matriz del residuo y asegurar un nivel de oxígeno intersticial adecuado en toda la pila.
- El compost final obtenido se caracteriza por un elevado contenido en materia orgánica y nitrógeno a la vez que se presenta como un material estable, parámetros clave para su utilización como un fertilizante orgánico. Sin embargo, es necesario un ensayo de crecimiento con plantas para determinar su valor agronómico.
- El compostaje se puede considerar como una tecnología sostenible y respetuosa con el medio ambiente para el compostaje de un residuo sólido producido en grandes cantidades en la industria de los curtidos.

Capítulo 8

COMPOSTAJE DE RESIDUOS CÁRNICOS

8.1. Resumen

Se han compostado a escala de laboratorio residuos procedentes de la industria cárnica, compuestos mayoritariamente por restos de pollo y conejo. La legislación vigente en el compostaje de este tipo de residuos es estricta y pone especial énfasis en la higienización del producto final. Los residuos cárnicos, de contenido proteico en su mayor parte, muestran un elevado potencial energético, alcanzándose con facilidad temperaturas por encima de los 60°C durante gran parte del proceso de compostaje. Las altas temperaturas alcanzadas y su mantenimiento durante periodos largos permiten la higienización del material pero a su vez pueden provocar un descenso en la actividad de los microorganismos. Se han realizado experimentos de compostaje con residuos cárnicos donde se han probado diferentes estrategias de control con el objetivo de encontrar las condiciones óptimas de proceso. Se han estudiado los efectos de las estrategias de control mediante parámetros biológicos, como el IR_T y la OUR.

8.2. Introducción

En el Reglamento 1774/2002/CE del Parlamento Europeo y del Consejo de 3 de octubre de 2002 se establecen las normas sanitarias aplicables a los subproductos animales no destinados al consumo humano. Como subproducto animal se considera los cuerpos enteros, partes de animales o productos de origen animal no destinados al consumo humano. Estos subproductos según sus características, se clasifican en diferentes categorías tal como se muestra en la tabla 8.1 donde también se especifican los tratamientos aplicables de interés para este trabajo en cada categoría. Como se puede observar, el compostaje junto con la digestión anaerobia son tratamientos aplicables a las categorías 2 y 3 de subproductos animales.

En el Reglamento 1774/2002/CE se especifican algunas condiciones operativas de las plantas de compostaje; respecto al equipamiento las plantas han de disponer de:

- a) un reactor de compostaje obligado con:
 - i) instalaciones para comprobar la evolución de la temperatura a lo largo del tiempo,
 - ii) dispositivos que registren los resultados de esas mediciones de forma continua, y
 - iii) un sistema de seguridad adecuado para evitar un calentamiento insuficiente; e
- b) instalaciones adecuadas para la limpieza y desinfección de los vehículos y contenedores que transporten subproductos animales no tratados.

La higienización del material final es uno de los requisitos más importantes que debe cumplirse en el compostaje de este tipo de residuos. La preocupación por los patógenos ha generado un nuevo interés por el compostaje de productos derivados de estiércoles o, como en el caso de estudio, residuos cárnicos que pueden estar infectados por *Escherichia coli* o *Salmonella spp.* (Turner *et al.*, 2005). La temperatura alcanzada en el proceso y el tiempo que esta temperatura se mantiene son las

Tabla 8.1: Clasificación y métodos de transformación de los subproductos cárnicos animales según el Reglamento 1774/2002/CE (*)

Categoría	Definición de categorías	Tratamientos aplicables
Categoría 1	Todas las partes del cuerpo de: animales sospechosos de infección por EET, animales sacrificados en aplicación de medidas de erradicación de EET; animales salvajes sospechosos de estar infectados con EET Material específico de riesgo (bovino, ovino y caprino) Otros (Reglamento 177/2002)	Admite: Incineración Vertedero
Categoría 2	Estiércol y contenido de tubos digestivos y leche no válida para consumo humano. Animales muertos o sacrificados (no cat. 1), no válidos para consumo humano. Materiales sólidos (>6 mm) recogidos al depurar aguas residuales de mataderos. Subproductos animales distintos de las categorías 1 o 3.	Admite: Compostaje Biogás
Categoría 3	Todos los subproductos animales aptos para consumo humano, despreciados por motivos comerciales, o no aptos, pero que no presenten síntomas de enfermedad alguna; pieles, pezuñas, plumas, ...; sangre de animales no rumiantes, residuos de la elaboración de productos alimenticios, leche cruda y sangre de animales sin síntomas de enfermedad alguna, residuos de cocina.	Admite: Pasteurización Higienización Biogás Compostaje

EET: encefalopatías espongiformes transmisibles

(*) Reglamento 1774/2002/CE del Parlamento Europeo y del Consejo de 3 de octubre de 2002 por el que se establecen las normas sanitarias aplicables a los subproductos animales no destinados al consumo humano. DOCE de 10/01/2002, pag. L273/1

claves para conseguir esta higienización. El Reglamento 1774/2002/CE especifica que el material de la categoría 3 utilizado como materia prima en las plantas de compostaje ha de cumplir las siguientes condiciones mínimas:

- a) dimensión granulométrica máxima antes de entrar al reactor de compostaje: 12mm;
- b) temperatura mínima de todo el material en el reactor: 70°C, y
- c) permanencia mínima en el reactor a 70°C (todo el material): 60 minutos

Estos requisitos son obligados con el objetivo de cumplir las normas de higienización que se especifican en dicho reglamento, que son:

- *Salmonella*: ausencia en 25 g
- *Enterobacteriaceae*: máximo 300 ufc/g

La tasa de mortalidad de los patógenos está en función del tiempo y de la temperatura. Según Jones and Martin (2003) la mayoría de patógenos se inactivan en el proceso de compostaje durante 3 días a temperaturas superiores a los 55°C. Sin embargo, la temperatura es un factor clave en la evolución de la actividad de los microorganismos. La temperatura óptima donde se encuentra la máxima actividad ha sido estudiada por varios autores (Miyatake and Iwabuchi, 2005, 2006; Liang *et al.*, 2003) y ésta depende, en gran parte, de los residuos compostados. Algunos autores han determinado que a temperaturas por encima de los 60°C, se produce una disminución de la actividad y de la diversidad bacteriana, y que algunos microorganismos beneficiosos para el compostaje pueden inactivarse (Kalbasi *et al.*, 2005). Sin embargo, los resultados obtenidos en otros trabajos sugieren que existe diversidad bacteriana a altas temperaturas y se produce un incremento en la actividad respirométrica a temperaturas por encima de los 65°C. Miyatake and Iwabuchi (2005) estudian el efecto de altas temperaturas en la actividad enzimática durante el compostaje de estiércol, observando que el máximo nivel de actividad se alcanza a una temperatura de 54°C; al aumentar la temperatura, a los 63°C observan una

reducción de la diversidad bacteriana, en cambio, a los 66°C esta diversidad vuelve a incrementar. A 70°C la actividad de algunas bacterias es superior que a 66°C, sin embargo, concluyen que a esta temperatura la velocidad de descomposición de las proteínas resulta más baja que a los 66°C por la elevada temperatura a la que se encuentra el material. Por este motivo, para una evolución de proceso correcta, en materiales con un potencial energético elevado, la temperatura de proceso puede resultar un parámetro clave.

El objetivo de este trabajo es estudiar el compostaje de residuos cárnicos, y para ello se han realizado experimentos de compostaje en los reactores estáticos de 100 L de la planta piloto. No se han encontrado demasiadas referencias sobre el compostaje de este tipo de residuo en la bibliografía consultada. A causa de la complejidad del residuo y de las restricciones legales, durante los experimentos que se explican en este capítulo se han utilizado diferentes estrategias de control de proceso con el objetivo de encontrar la más adecuada tanto para cumplir con la normativa correspondiente como para evitar problemas de olores característicos, debidos a las grandes emisiones de amoníaco de estos materiales. Para el seguimiento del proceso se han utilizado parámetros biológicos como IR_T , el cociente CR y la OUR del sistema. La comparación entre el IR_T y la OUR aporta información válida para la estrategia de control.

El compostaje se muestra como una posible alternativa de tratamiento para este grupo de residuos con un elevado potencial energético, así como la posibilidad de utilizarlo como co-substrato, obteniéndose como producto final un material higienizado y con un elevado valor fertilizante.

8.3. Materiales y métodos

8.3.1. Material compostado

Se han utilizado residuos cárnicos procedentes de pequeños mataderos y algunas granjas que se gestionan en la planta de compostaje de Jorba (Barcelona). Los restos cárnicos consisten en el desecho de animales pequeños, conejos y pollos en su



Figura 8.1: Imagen de una pila de compostaje de residuos cárnicos a los pocos días de proceso

mayoría, y se componen principalmente de plumas, vísceras, y carcasas. Resulta un material muy heterogéneo sobre todo porque en la planta todavía no se dispone de la infraestructura necesaria para triturar el material y obtener el tamaño de partícula que se recomienda en el Reglamento 1774/2002/CE. El material que se ha utilizado en los experimentos de laboratorio se ha obtenido de una pila de compostaje ya estructurada y se ha recogido entre el segundo y el tercer día de proceso para evitar problemas con su manipulación. El estructurante utilizado consiste en una mezcla de palet triturado y poda vegetal, materiales que se utilizan normalmente en la planta, y se ha mezclado con los residuos cárnicos en relación volumétrica 2:1. En la figura 8.1 se observa el material de una pila de compostaje en los primeros días de proceso.

En la tabla 8.2 se recogen las características de los residuos cárnicos utilizados en los distintos experimentos.

8.3.2. Experimentos de compostaje

Los experimentos de compostaje que se detallan en este capítulo se han realizado en los reactores de 100L estáticos de la planta piloto. La descripción y funcionamiento de estos reactores se ha descrito en el capítulo 4. En este caso debido a las caracte-

Tabla 8.2: Características iniciales de los residuos cárnicos utilizados

Propiedades	Experimento			
	1	2	3	4
Humedad (%)	41,63	49,31	46,76	46,76
Materia orgánica (% s.m.s.)	62,08	67,73	72,92	72,92
pH	8,59	8,35	7,67	7,67
CE (mS cm^{-1})	5,63	4,70	6,23	6,23
N-Kjeldahl (% s.m.s.)	4,18	5,04	7,33	7,33
N-Kjeldahl (kg)	0,93	0,80	1,08	0,98
C/N	8,25	7,47	5,53	5,53
NH_4^+ (% s.m.s.)	0,54	0,81	0,88	0,88
Grasas (% s.m.s.)	7,16	17,68	11,8	11,8
IR_{37} ($\text{mg O}_2 \text{ g}^{-1} \text{ MO h}^{-1}$)	2,42	4,87	6,51	6,51

rísticas del proceso y residuo se ha seguido y registrado la temperatura de todos los puntos del reactor preparado para ello (ver esquema del reactor en el capítulo 4).

Se han realizado diferentes experimentos utilizando diferentes estrategias de control de proceso, con el objetivo de encontrar la estrategia más adecuada para el compostaje de residuos cárnicos. En el primer experimento se ha realizado un control por oxígeno dejando libre la evolución de temperatura para mantener un porcentaje de oxígeno en el reactor entre el 10-12 % y de esta forma asegurar las condiciones aerobias, siendo ésta una forma de control típica en plantas de compostaje. En el segundo experimento se ha realizado una estrategia de control por temperatura. Se ha suministrado aire al reactor tanto para mantener una concentración de oxígeno adecuada (consigna 10-12 %) como para mantener la temperatura por debajo de los 55°C , esto último después de una primera fase de higienización que se ha creído necesaria.

El tercer y el cuarto experimento se han realizado en paralelo, utilizando los dos reactores de 100 L disponibles en la planta piloto, y utilizando el mismo material en ambos casos. En el tercer experimento se ha realizado un control por oxígeno, pero en este caso, a diferencia del experimento 1, se ha suministrado el aire al reactor de forma continua regulando el caudal de aireación de forma manual en función de la concentración del oxígeno del reactor con el objetivo de asegurar condiciones

Tabla 8.3: Condiciones de proceso para cada uno de los experimentos de compostaje de residuos cárnicos

Experimento	Control oxígeno	Control temperatura	Observaciones
1	X		aireación discontinua caudal variable
2		X	
3	X		aireación continua caudal variable
4		X	mejora del sistema de distribución de aire

aerobias en el proceso. El caudal se ha suministrado por medio de un caudalímetro másico tal como se indica en el capítulo 4. Por último, en el cuarto experimento se ha realizado un control de temperatura como en el experimento segundo aunque introduciendo cambios en el sistema de distribución de aire para hacerlo más homogéneo. En la tabla 8.3 se resumen las condiciones de control aplicadas en cada experimento.

8.3.3. Métodos analíticos

Se han analizado en el laboratorio a partir de muestras representativas los siguientes parámetros: humedad, materia orgánica, nitrógeno Kjeldahl, nitrógeno amoniacal, la relación C/N, FAS, conductividad eléctrica, contenido en grasas, pH, índice respirométrico a 37°C (IR_{37}) y a temperatura de operación (IR_T), velocidad de consumo de oxígeno (OUR, *oxygen uptake rate*), cociente respiratorio (CR), y el test de autocalentamiento. Estos parámetros se han determinado tal como se indica en el capítulo 4.

Los análisis microbiológicos se han realizado en un laboratorio externo de análisis mediante métodos normalizados. La muestra se ha tomado de forma representativa y se ha enviado dentro de un recipiente estéril.

8.4. Resultados

8.4.1. Características de los residuos a compostar

Por motivos de operación, ya que se han realizado diferentes experimentos, se ha trabajado con diferentes partidas de residuos cárnicos recogidos en diferentes épocas del año (ver tabla 8.2). A pesar de que los residuos proceden de la misma planta se observan algunas diferencias en la composición, ya que se trata de un material muy heterogéneo que depende de la entrada que ha recibido la planta.

La diferencia más significativa se encuentra en el contenido en grasa del residuo y el IR_{37} inicial, que están influenciados por el tipo de resto cárnico compostado. También se observan algunas diferencias más pequeñas en el contenido en materia orgánica y nitrógeno total, que implican diferencias en la relación carbono/nitrógeno inicial. Sin embargo, de forma general, se observa que los residuos cárnicos presentan contenidos en materia orgánica y nitrógeno elevados. El valor inicial de FAS se sitúa entre el 50-55 %, un rango apropiado para trabajar a escala industrial con este tipo de residuos.

8.4.2. Experimento 1: control por oxígeno

En la figura 8.2 se muestra la evolución del proceso de compostaje de residuos cárnicos utilizando una estrategia de control de oxígeno. En la figura 8.2-A se observa el perfil de temperatura obtenido, que corresponde al típico observado en el proceso de compostaje. Al principio del proceso se observa una pronunciada subida de temperatura hasta llegar con facilidad a los 70°C; esta temperatura se alcanza en prácticamente todos los puntos de reactor y durante más de un hora. Sin embargo, se observa que la parte del reactor que queda cerca de la entrada del aire del reactor no llega a alcanzar estas temperaturas; la máxima temperatura obtenida en esta zona es de 68°C. Sin tener en cuenta esta zona del reactor se podría decir que de forma general se están cumpliendo con los requisitos de higienización especificados en el Reglamento N° 1774/2002/CE. La temperatura se ha mantenido por encima

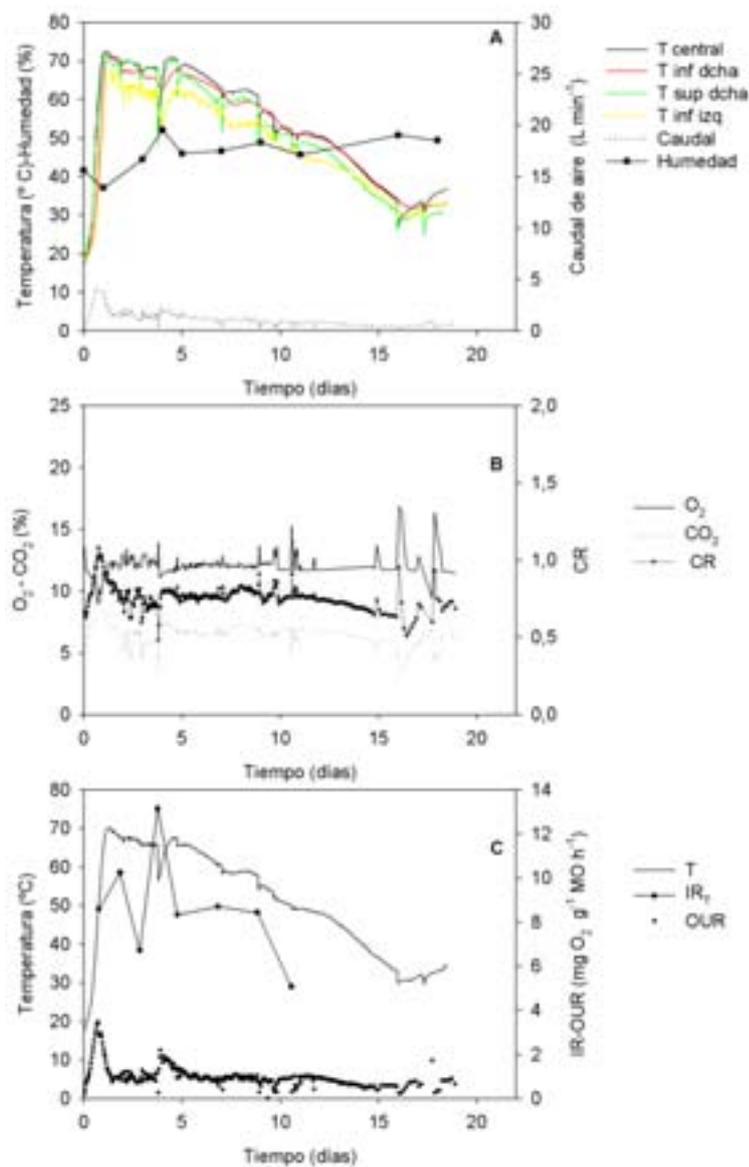


Figura 8.2: Compostaje de residuos cárnicos utilizando una estrategia de control por oxígeno. **A)** Perfil de temperatura en diferentes partes del reactor, contenido de humedad y caudal de aire aportado. **B)** Concentración de O₂ y CO₂ y cociente respiratorio (CR). **C)** Temperatura en el centro del reactor, IR_T y OUR

Tabla 8.4: Resultado del análisis microbiológico para determinar la higienización del material

Muestra	<i>Salmonella</i>	<i>Enterobacteriaceae</i>
Muestra inicial	Ausencia en 25 g	$1,10 \times 10^6$ ufc/g
Día 10 de proceso	Ausencia en 25 g	Ausencia en 1 g
Muestra final	Presencia (+) en 25 g	$5,0 \times 10^2$ ufc/g

de los 60°C durante aproximadamente 10 días, disminuyendo posteriormente hasta alcanzar el rango mesófilo.

En la tabla 8.4 se muestran los resultados del análisis microbiológico que se ha realizado con el objetivo de comprobar la higienización del material. Los resultados obtenidos indican que el material se ha higienizado después de las altas temperaturas alcanzadas en el proceso de compostaje, ya que en el día 10 de proceso los análisis microbiológicos realizados muestran ausencia tanto de *Salmonella* como de *Enterobacteriaceae*. Los resultados de la muestra final analizada superan ligeramente el límite permitido de *Enterobacteriaceae* (límite 300 ufc/g) pero muestran presencia de *Salmonella*. Esos resultados indican que posiblemente se haya producido una contaminación del material procedente de las herramientas utilizadas o bien la parte del reactor que puede no haber sido higienizada correctamente (zona cercana a la entrada de aire). Algunos autores han descrito que un material higienizado puede recontaminarse con *Salmonella* si el proceso de compostaje ha sido ineficaz y la materia orgánica está poco estabilizada (Jones and Martin, 2003). La ausencia de *Salmonella* en el material inicial puede deberse a una falta de representatividad de la muestra.

En la figura 8.2-B se presenta el contenido en oxígeno y CO₂ del gas de salida del reactor así como el CR. Como ya se ha comentado en capítulos anteriores el valor de CR se mantiene en valores correspondientes a procesos aerobios y no presenta grandes variaciones, si se exceptúan los valores correspondientes a los primeros días en que se alcanza el valor de 1. Esto se puede deber a que en este periodo la elevada actividad biológica y la consecuente gran demanda de oxígeno hagan que el aporte de aire que es sistema es capaz de realizar no sea suficiente. Al utilizarse un sistema de control basado en el contenido de oxígeno, este valor se mantiene en la consigna

establecida a excepción de los primeros días cuando la elevada actividad biológica asociada a una elevada demanda de oxígeno hace que el aporte de aire que el sistema es capaz de realizar no sea suficiente.

En la figura 8.2-C se muestra la evolución los parámetros biológicos, el IR_T y la OUR junto con el perfil de la temperatura en el centro del reactor como referencia. El perfil obtenido en la OUR indica una actividad baja si se comparada con los valores de IR_T . Los valores de IR_T se encuentran muy por encima de los valores de OUR obtenidos, mostrando un comportamiento diferente al observado previamente por otros autores (Adani *et al.*, 2003; Gea *et al.*, 2004). Teóricamente, el IR y la OUR tendrían que aportar valores similares si ambos se determinan en condiciones adecuadas. En realidad, el IR_T aporta información de la actividad del material a la temperatura que se esta procesando, pero en unas condiciones ideales ya que la muestra se extrae del reactor y se acondiciona para calcular el índice (ver capítulo 4). Al contrario, la OUR se determina dentro del reactor en las condiciones reales del proceso, por lo tanto aporta información sobre la actividad real del proceso. En estos perfiles se observa además que en el día 5 de proceso se produce una disminución puntual de temperatura, que coincide con un aumento de actividad indicada tanto por el IR_T como por la OUR. La evolución de la OUR del sistema sumada a estas observaciones hace pensar en que las condiciones del proceso tal vez no sean las óptimas. Uno de los factores que podrían afectar la actividad de los microorganismos es la elevada temperatura alcanzada y mantenida durante gran parte de proceso. Parece claro que el IR_T está aportando información acerca de la actividad potencial del material a una temperatura determinada, y por tanto debería considerarse como el valor óptimo de actividad.

Las propiedades finales del material obtenido en este experimento se muestran en la tabla 8.5 donde se presentan también las características iniciales del material para facilitar la comparación. Se observa una reducción de materia orgánica y de las grasas presentes en el residuo, que indican que se ha producido una degradación del mismo. Sin embargo, el IR_{37} utilizado como parámetro de estabilidad junto con el grado de autocalentamiento, indican que el material todavía muestra una importante actividad biológica. A pesar de que se observa una reducción importante de actividad durante el proceso, sería necesaria todavía una fase final para alcanzar una estabilidad adecuada. El contenido final de nitrógeno es alto, aunque se han

Tabla 8.5: Características del material utilizado en el compostaje de residuos cárnicos por control de oxígeno

Propiedades	Inicial	Final
Humedad (%)	41,63	49,40
Materia orgánica (% s.m.s.)	62,08	58,56
pH	8,59	8,63
CE (mS cm ⁻¹)	5,63	5,05
N-Kjeldahl (% s.m.s.)	4,18	4,38
N-Kjeldahl (kg)	0,93	0,73
C/N	8,25	7,42
NH ₄ ⁺ (% s.m.s.)	0,54	0,62
FAS (%)	54,20	62,48
Grasas (%)	7,16	2,49
IR ₃₇ (mg O ₂ g ⁻¹ MO h ⁻¹)	2,42	1,75±0,28
Grado de autocalentamiento	-	grado III (22,5°C)

dado unas pérdidas durante el proceso del 20 %. Estas pérdidas son parecidas a las observadas por Beck-Friis *et al.* (2001) en el compostaje de FORM (pérdidas de nitrógeno entre un 24-33 %) e inferiores a las detectadas por Ekling and Kirchmann (2000) en el compostaje de FORM a escala industrial (entre un 50-70 %). Las emisiones del amoníaco se han situado entre 500 y 800 mg NH₃ m⁻³ en la etapa termófila, relativamente elevadas al tratarse de un residuo con un elevado contenido inicial en nitrógeno. El nitrógeno amoniacal es alto comparado con otros tipos de residuos, debido a la elevada cantidad de nitrógeno orgánico del material inicial.

Las características finales del material compostado, sumadas a la información aportada por la OUR y el IR_T hacen pensar que el proceso no se ha realizado en condiciones óptimas. Por tanto, el experimento 2 se ha planteado con el objetivo de mejorar las condiciones de proceso. Se ha optado por trabajar a temperaturas más bajas que no puedan influir negativamente en la actividad de los microorganismos. Por este motivo, en el experimento 2 se ha utilizado una estrategia de control por temperatura combinada con el control clásico de oxígeno.

8.4.3. Experimento 2: control por temperatura

En la figura 8.3 se muestra la evolución del proceso utilizando una estrategia de compostaje por control de temperatura.

En la figura 8.3-A se muestra el perfil de temperaturas obtenido al intentar controlar la temperatura de proceso por debajo de los 55°C. Se observa una primera fase donde la temperatura supera los 60°C alcanzando los 70°C durante un intervalo corto de tiempo que se ha creído oportuno por requerimientos de higienización de acuerdo con el Reglamento 1774/2002/CE. Después, el aire suministrado al reactor ha conseguido mantener la temperatura por debajo de los 55°C aunque tal como se observa en la figura 8.3-A existen diferencias muy importantes entre los diferentes puntos del reactor, por ejemplo entre la temperatura central y la temperatura inferior izquierda. En algunas partes del reactor (inferior derecha, y la inferior izquierda) la temperatura se ha mantenido muy baja, sobre todo durante los primeros días de proceso, sin alcanzar temperaturas termófilas. Estos gradientes de temperatura son debidos al elevado aporte de aire necesario para mantener la temperatura del reactor por debajo de los 55°C. Tal como se ha descrito en capítulo 4 el aire se suministra al reactor por la parte inferior izquierda, siendo ésta zona junto la parte inferior derecha las que registran valores más bajos de temperatura ya que el aire se suministra a temperatura ambiente al reactor. Las altas temperaturas alcanzadas en el experimento 1 (ver figura 8.2) indican el elevado potencial energético del residuo, lo que explica las necesidades tan elevadas de aire que originan los gradientes de temperatura dentro del reactor. A escala industrial los efectos de una aireación elevada podrían disminuirse ya que en muchas instalaciones existe la posibilidad de recircular el aire caliente a la salida de reactor. Este hecho podría también ser positivo para la conservación de la humedad.

En la figura 8.3-B se muestran los perfiles de oxígeno, CO₂ y el CR. En los primeros días de proceso se observa que el caudal de aire necesario para mantener la temperatura en los 55°C resulta muy elevado, manteniéndose el nivel del oxígeno alrededor del 20% durante esta fase. Esto hace que la detección de las diferencias entre el porcentaje de oxígeno entrada y salida sea muy difíciles y así el valor de CR se presente excesivamente bajo. También disminuye la sensibilidad en la determinación del oxígeno consumido, que podría afectar al cálculo de la OUR. Posteriormente

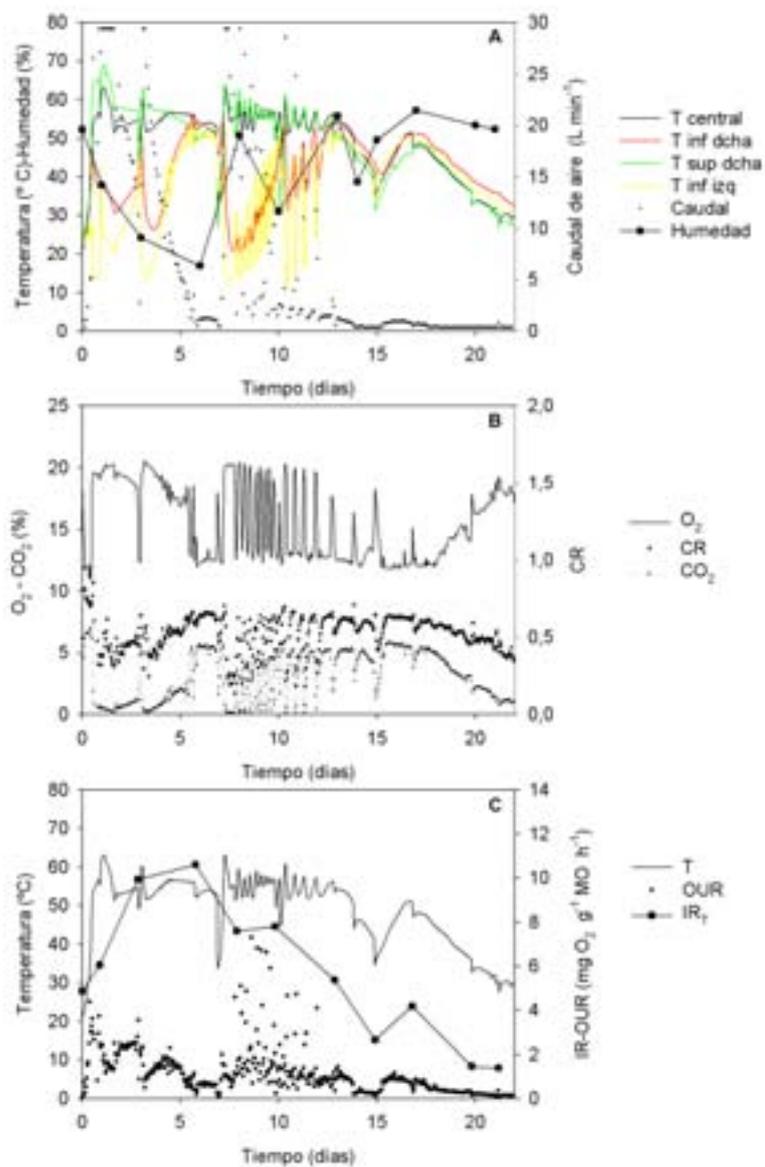


Figura 8.3: Compostaje de residuos cárnicos utilizando una estrategia de control por temperatura. **A)** Perfil de temperatura en diferentes partes del reactor, contenido de humedad y caudal de aire aportado. **B)** Concentración de O₂ y CO₂ y cociente respiratorio (CR). **C)** Temperatura en el centro del reactor, IR_T y OUR

la concentración de oxígeno se estabiliza entre el 12-14 % para aumentar en la fase final como sucede normalmente cuando el proceso ha finalizado. Las oscilaciones que se observan en el perfil de oxígeno se deben a la entrada de aire en el reactor al actuar el control para mantener la temperatura por debajo de los 55°C.

En la figura 8.3-C se muestra el perfil de temperatura en el centro del reactor y la actividad biológica representada por el IR_T y la OUR. Como en la caso anterior se observan diferencias importantes en el IR_T y la OUR; sin embargo, en este caso los valores de OUR obtenidos durante todo el proceso son superiores a los obtenidos en el experimento anterior. En algunas partes del proceso el IR_T y la OUR presentan valores cercanos. Al inicio del proceso, ambos índices presentan un valor ligeramente superior a los 4 mg O₂ g⁻¹ MO h⁻¹, también alrededor del día 10 de proceso se obtienen unos valores máximos próximos en 7 mg O₂ g⁻¹ MO h⁻¹.

En la tabla 8.6 se muestran las características del producto final utilizando una estrategia de control por temperatura, así como las características iniciales de los residuos cárnicos para facilitar la comparación. Se observa una importante reducción de materia orgánica y sobre todo un descenso muy importante de las grasas presentes en el material. En este experimento, las pérdidas de nitrógeno se sitúan en el 16 %, no obstante, el material final contiene un porcentaje de éste elevado. En términos de estabilidad se observa que el material ha alcanzado un grado de autocalentamiento elevado (grado V, máximo de estabilidad) y un índice de 1,39 mg O₂ g⁻¹ MO h⁻¹, valores que indican una estabilización importante del producto final.

8.4.4. Comparación entre ambas estrategias

Al comparar la evolución del proceso para las diferentes estrategias de control utilizadas y las características finales de los productos obtenidos se observa que las condiciones en que se ha desarrollado el experimento 2 son más idóneas que las del experimento 1. El material resultante del experimento 2 resulta más estable que el del experimento 1 en un tiempo de proceso similar, lo que indica que el proceso se ha desarrollado en mejores condiciones que en el experimento 1. Los resultados obtenidos indican que el control por temperatura ha sido más efectivo, observándose más actividad biológica a lo largo del proceso que en el experimento 1, donde las

Tabla 8.6: Características del compostaje de cárnicos por control de temperatura

Propiedades	Inicial	Final
Humedad (%)	49,31	47,70
Materia orgánica (% s.m.s.)	67,73	59,68
pH	8,35	8,89
CE (mS cm ⁻¹)	4,70	5,11
N-Kjeldahl (% s.m.s.)	5,04	4,97
N-Kjeldahl (kg)	0,8	0,67
C/N	7,47	6,67
NH ₄ ⁺ (% s.m.s.)	0,81	0,45
Grasas (%)	17,68	4,10
IR ₃₇ (mg O ₂ g ⁻¹ MO h ⁻¹)	4,87	1,39±0,11
Grado de autocalentamiento	-	grado V (7,2°C)

elevadas temperaturas alcanzadas y mantenidas durante tanto tiempo han podido influir negativamente en la actividad de los microorganismos. Sin embargo, es importante tener en cuenta que los gradientes de temperatura en el reactor obtenidos durante el experimento 2 pueden dar como resultado materiales con diferentes estados de degradación. También es importante tener en cuenta que los requisitos de humedad son más elevados para el control por temperatura, alcanzando en algún punto valores limitantes para el proceso. En el experimento 2 se han añadido 15 L de agua para mantener una humedad apropiada del material, mientras que en el experimento 1 ha sido necesario añadir 6 L.

Las diferencias observadas en las propiedades iniciales de los residuos cárnicos pueden tener implicaciones en la evolución del material en compostaje. Por ejemplo, la degradación de grasas puede jugar un papel importante en el mantenimiento de la temperatura del reactor, tal como se ha observado por Gea *et al.* (2005). En este caso, el residuo con el contenido más alto en grasas ha sido el compostado en el experimento 2, por lo tanto, se remarca todavía más los buenos resultados de la estrategia de control utilizada, ya que si, en principio, la degradación de grasas alarga el proceso, en este experimento se ha obtenido un producto final más estable en el experimento 1. Por este motivo, frente a la variabilidad de la composición del material de partida y la influencia que esto puede tener en el proceso se ha creído oportuno realizar otro experimento para comparar las diferentes estrategias de

control pero con un material de partida común y en un experimento realizado en paralelo.

8.4.5. Experimentos 3 y 4: control de oxígeno, control de temperatura

La evolución del proceso de compostaje para los experimentos 3 y 4 se muestra respectivamente en las figuras 8.4 y 8.5. Previamente a estos experimentos se han acondicionado los reactores para evitar en lo posible los gradientes de temperatura observados en el experimento 2. Para ello se ha mejorado el sistema de aporte de aire al reactor, intentando que el aire se distribuya más uniformemente. A pesar de los cambios realizados, tal como se muestra en la figura 8.5-A, se continúa teniendo un pronunciado gradiente de temperaturas en el reactor aunque se mejora en relación con el experimento anterior. También en este experimento se ha dejado inicialmente que el material tratado alcance temperaturas cercanas a los 70°C con el objetivo de conseguir la higienización del material.

En la figura 8.4-A se muestra el perfil de temperaturas para el experimento por control de oxígeno. En este experimento se observa que la temperatura ha sido muy elevada durante todo el proceso, manteniéndose tras 20 días por encima de los 60°C.

En las figuras 8.4-B y 8.5-B se muestra el perfil de oxígeno, CO₂ y CR. En ambos casos el valor de CR disminuye ligeramente durante el experimento y se sitúa de media entre 0,6 y 0,8. Aunque la tendencia observada por otros autores es a mantenerse estable (Klauss and Papadimitriou, 2002; Gea *et al.*, 2004), la disminución de CR observada en estos experimentos puede deberse a la presencia de material todavía biodegradable en la etapa final del proceso.

En las figuras 8.4-C y 8.5-C se muestra la temperatura en el centro del reactor y los índices biológicos determinados, el IR_T y la OUR, correspondientes a los experimentos 3 y 4 respectivamente. La evolución de los índices biológicos del experimento 3 resulta muy diferentes a la obtenida en los experimentos anteriores. El perfil de OUR muestra una actividad dentro del reactor muy baja, además los valores de IR_T se mantienen dentro del mismo rango (4 y 6 mg O₂ g⁻¹ MO h⁻¹) durante el

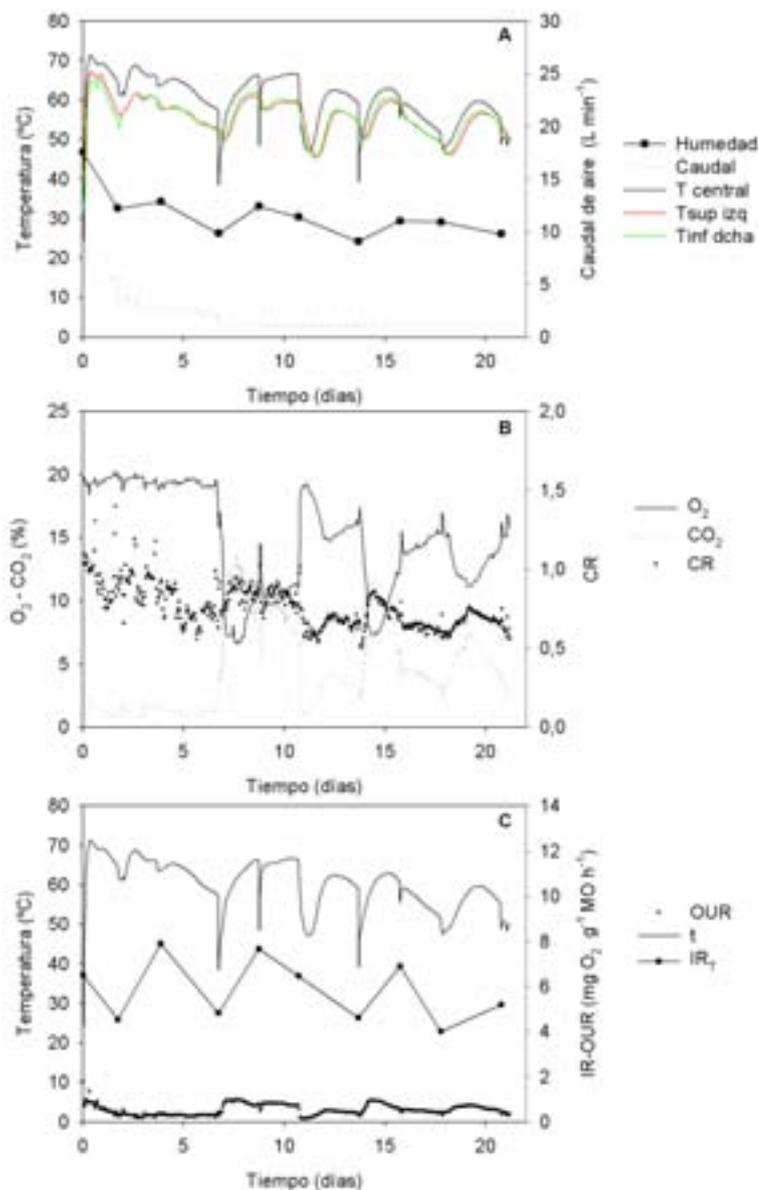


Figura 8.4: Evolución del compostaje de residuos cárnicos utilizando la estrategia de control por oxígeno. **A)** Perfil de temperatura en diferentes partes del reactor, contenido de humedad y caudal de aire aportado. **B)** Concentración de O_2 y CO_2 y cociente respiratorio (CR). **C)** Temperatura en el centro del reactor, IR_T y OUR

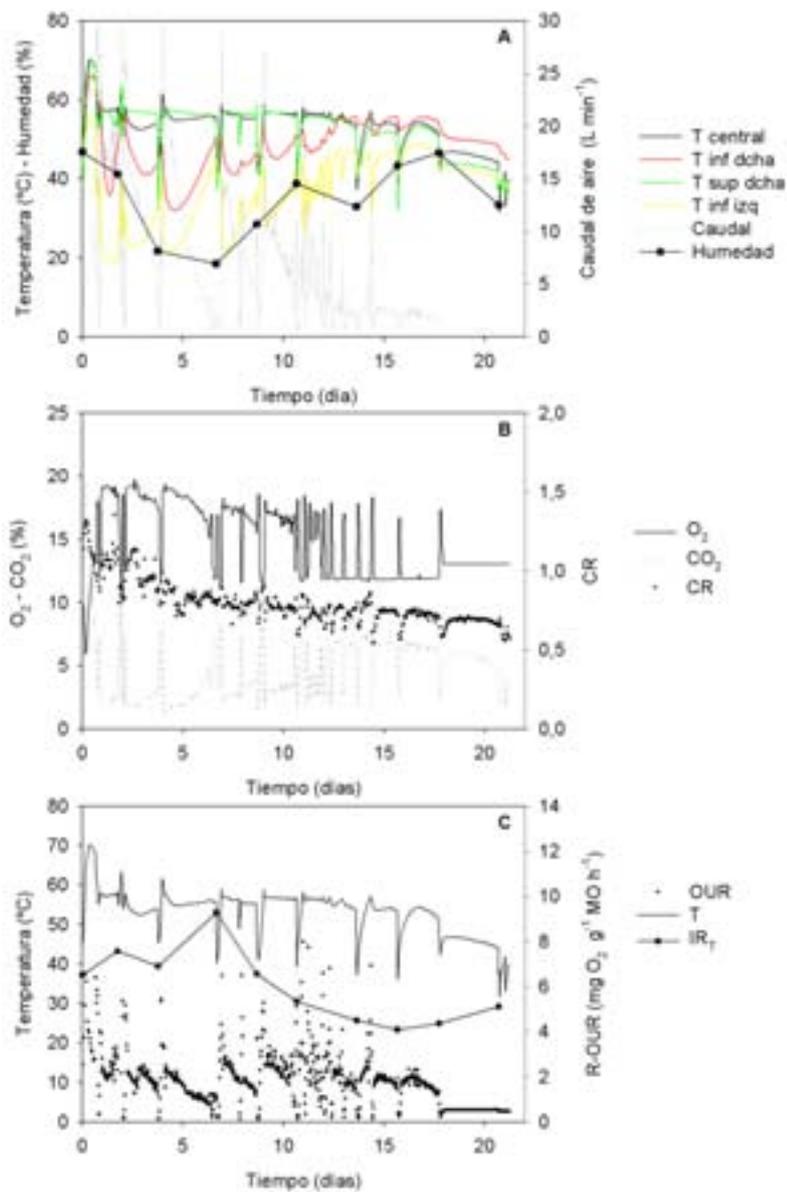


Figura 8.5: Evolución del compostaje de residuos cárnicos utilizando una estrategia de control de temperatura. **A)** Perfil de temperatura en diferentes partes del reactor, contenido de humedad y caudal de aire aportado. **B)** Concentración de O₂ y CO₂ y cociente respiratorio (CR). **C)** Temperatura en el centro del reactor, IR_T y OUR

proceso, comenzando y finalizando con una actividad igual, y sin alcanzar el máximo de actividad de los experimentos anteriores. El motivo de esta falta de actividad y de degradación del material puede ser el contenido de humedad (figura 8.4-A). La humedad del material durante todo el proceso se ha mantenido muy baja, incluso por debajo del rango óptimo para los microorganismos. Debe recordarse que se recomienda mantener este contenido entre el 40 y el 60% en los experimentos de compostaje (Haug, 1993). En este caso la humedad ha oscilando en el rango del 20-35%. Es importante destacar que durante la evolución de este proceso se ha añadido agua al material (aproximadamente unos 6 L), pero sin llegar a alcanzar valores apropiados. Las elevadas temperaturas del proceso, más los efectos de una aireación en continuo son las causas de la falta de humedad en este experimento. Margesin *et al.* (2006); Liang *et al.* (2003) determinan en sus estudios que el parámetro que más influencia tiene en la actividad de los microorganismos es la humedad. Liang *et al.* (2003) indican que el contenido en humedad es el parámetro que más condiciona la actividad de los microorganismos, por encima de la temperatura, que aunque es un parámetro importante para la actividad influye en menor medida. Además, es importante tener en cuenta tal y como indican Jones and Martin (2003) que la humedad del material es también es uno de los factores claves para conseguir una correcta higienización del material. Por este motivo, en el compostaje de residuos cárnicos, material con un elevado potencial energético, donde se alcanzan con facilidad temperaturas muy elevadas es necesario controlar con rigor este parámetro para un desarrollo correcto del proceso.

En el experimento 4 se muestra que la OUR obtenida es superior que en los experimentos anteriores, indicando una mayor actividad biológica durante el proceso, situándose de media por encima de los $4 \text{ mg O}_2 \text{ g}^{-1} \text{ MO h}^{-1}$ y aproximándose en más ocasiones a los valores obtenidos de IR_T (ver figura 8.5-C). El IR_T máximo se encuentra sobre $10 \text{ mg O}_2 \text{ g}^{-1} \text{ MO h}^{-1}$ coincidiendo de manera aproximada con los valores obtenidos en el experimento 1 y 2, y se observa una disminución en la actividad a medida que el proceso avanza. Después del día 10 de proceso se observa un mantenimiento e incluso un ligero aumento de actividad al final del proceso, obteniéndose valores de IR_T por encima de $4 \text{ mg O}_2 \text{ g}^{-1} \text{ MO h}^{-1}$. Estos valores reflejan que después de más de 20 días de proceso existe una elevada actividad en el material que también se detecta en la curva de temperaturas, que a final de proceso

se encuentra aún en un rango termófilo por encima de los 45°C.

A pesar de los resultados obtenidos que impiden comparar las estrategias en condiciones óptimas de proceso, en este experimento se resalta la importancia de la información aportada por los índices biológicos pues ponen de manifiesto la baja degradación alcanzada durante el proceso. La falta de humedad se ha visto reflejada en la gran diferencia entre los valores de IR_T y los de OUR , ya que para la determinación de los primeros se ajusta este contenido hasta condiciones óptimas siendo los valores de OUR los que más reflejan lo que está sucediendo en el proceso mientras que los valores IR_T proporcionan información del potencial del residuo.

En la tabla 8.7 se observan las características iniciales del residuo cárnico compostado y las características finales para cada uno de los experimentos. Fuera de lo esperado, la estabilidad de ambos materiales después de 20 días de proceso es muy baja, sobre todo en el experimento de aireación constante. No obstante, en el experimento 4 se observa una reducción de materia orgánica y de grasas importante en comparación con el experimento 3, y un IR_{37} final de $1,62 \text{ mg O}_2 \text{ g}^{-1} \text{ MO h}^{-1}$. Partiendo del valor de IR_{37} final, el grado obtenido en el test de autocalentamiento (grado II) resulta muy elevado. Una posible explicación para estas diferencias en las propiedades del material obtenido en el experimento 4, podría encontrarse en la heterogeneidad del material dentro del reactor, debido a los gradientes de temperatura obtenidos. El test de autocalentamiento es un método para el que se necesita un volumen considerable de material, y al muestrearse diferentes puntos de reactor, puede que se hayan mezclado materiales con un grado de descomposición diferente. Curtis *et al.* (2005) comparan el sistema de pila volteada con dos sistemas estáticos en el compostaje de residuos animales con paja, encontrando diferencias importantes en las características del producto final. Estos autores observan una estratificación del material en el sistema estático y recomiendan un volteo del material antes de su aplicación. A nivel industrial, una posible solución para el compostaje de estos residuos, sería realizar una primera etapa de descomposición en túnel, para evitar problemas de malos olores y dispersión de patógenos, y posteriormente una segunda etapa en pila volteada que ayudaría a la homogeneización del material.

En el experimento 3, resulta evidente que no se han producido prácticamente cambios en el material durante los 20 días de proceso. Se observa una ligera disminución

Tabla 8.7: Características del material final obtenido en ambos tratamientos

Propiedades	Inicial	control oxígeno	control temperatura
Humedad (%)	46,76	26,12	33,38
Materia orgánica (% s.m.s.)	72,92	70,88	60,73
pH	7,67	8,19	8,33
CE (mS cm ⁻¹)	6,23	5,00	4,24
N-Kjeldahl (% s.m.s.)	7,33	5,77	5,31
N-Kjeldahl (kg)	1,08/0,98	1,07	0,82
C/N	5,53	6,83	6,36
NH ₄ ⁺ (% s.m.s.)	0,88	0,71	0,45
Grasas (%)	11,8	9,58	2,92
IR ₃₇ (mg O ₂ g ⁻¹ MO h ⁻¹)	6,51	2,88±0,35	1,62±0,09
Grado de autocalentamiento		Grado I (42,30)	Grado II (38,8)

en el contenido en grasas, aunque la materia orgánica se ha mantenido dentro del mismo rango, de hecho, no se ha observado prácticamente reducción de peso durante todo el proceso, ni pérdidas de nitrógeno. Los índices de estabilidad son muy elevados, coincidiendo con la información aportada por los parámetros biológicos durante el proceso. El valor de NH₄⁺ es bastante más elevado que en los demás experimentos lo que sería también un indicador de inestabilidad (Haug, 1993).

8.5. Conclusiones

Las principales conclusiones de este trabajo se detallan a continuación:

- Es posible compostar un residuo cárnico cumpliendo con los requisitos de higienización al alcanzar con facilidad los 70°C. Sin embargo, las elevadas temperaturas alcanzadas durante el proceso y los requerimientos de aireación, especialmente en la estrategia de control por temperatura, generan problemas en el mantenimiento de una humedad de proceso correcta.

- La estrategia de control de proceso por temperatura parece la más eficiente en vista de las características del producto final y la evolución de los índices. Por contra, existen dificultades para realizar una aportación de aire homogénea en todo el reactor, generando gradientes de temperatura. A nivel industrial se recomendaría una primera etapa de descomposición en túnel con la posibilidad de recircular el aire de salida para evitar el enfriamiento del material y una segunda etapa en pila volteada para homogeneizar el material.
- Es importante encontrar un equilibrio entre las necesidades de aire para enfriamiento y optimizar la temperatura y el secado del material.
- La información aportada por los índices biológicos se muestra de gran importancia para la comprensión de la evolución del proceso. La OUR ha proporcionado información concreta sobre la actividad de los microorganismos en el reactor, mostrando valores bajos en los procesos que no se han desarrollado correctamente. El IR_T puede ser utilizado para indicar la actividad potencial del material y la comparación entre la OUR y el IR_T puede proporcionar información importante sobre la evolución del proceso.
- Se ha demostrado la importancia de mantener en lo posible los perfiles de temperatura dentro del reactor para así asegurar que todo el material es sometido al proceso de higienización.

Capítulo 9

DIFERENTES IR PARA UN MATERIAL BIOESTABILIZADO

Resumen

En la actualidad no existe un parámetro normalizado para la determinación de la estabilidad de un material. En este capítulo se tratan los aspectos claves que han de tenerse en cuenta en la elección del parámetro de estabilidad adecuado y sus respectivas condiciones de ensayo. Para ello, se ha comparado del índice respirométrico estático con el dinámico en sus diferentes formas de expresión en el seguimiento de bioestabilización de RSU recogido en masa tratado en una instalación de tratamiento mecánico biológico (TMB). En este tipo de material, con una elevada proporción de impropios, se muestra la importancia de conocer la materia orgánica realmente biodegradable.

9.1. Introducción

La investigación en torno al desarrollo de índices de medida de la materia orgánica biodegradable en residuos orgánicos se está realizando a nivel europeo, constatándose que, así como para las aguas residuales existe un índice específico, estandarizado y fiable para la determinación de la materia orgánica biodegradable como es la Demanda Bioquímica de Oxígeno (DBO), para los residuos sólidos debe todavía alcanzarse un índice de consenso.

Los experimentos que se presentan a continuación corresponden a parte del trabajo experimental realizado en un estancia de investigación en el Dipartimento di Produzione Vegetale (Di.Pro.Ve) de la Università degli Studi de Milano (Italia) en el equipo de investigación dirigido por el Dr. Fabrizio Adani, grupo pionero en la determinación de índices respirométricos en compost y residuos.

Se ha realizado el seguimiento de la estabilización aeróbica de RSU recogidos en masa en una planta de tratamiento mecánico biológico (TMB). El seguimiento se ha realizado utilizando diferentes parámetros biológicos, tanto índices aerobios como anaerobios, que pueden tener cabida en la futura normativa de residuos biodegradables. Sin embargo, por los objetivos de esta tesis se presentan únicamente los datos correspondientes a los índices respirométricos aerobios. Se ha determinado el índice respirométrico dinámico (IRD) en sus diferentes formas de expresión: IRD máximo obtenido (IRD_{max}), el IRD correspondiente a la media de las 24 horas de máxima actividad ($IRD_{diprove}$) y el IRD acumulado a 96 h (IR_{96}). También se ha determinado el índice respirométrico estático tal y como se ha descrito en capítulos anteriores. En este caso se ha determinado únicamente el índice respirométrico a $37^{\circ}C$ (IR_{37}) por motivos operativos, ya que por una parte no ha sido posible determinar la temperatura de la pila en el momento del muestreo, y por otra parte, se tuvieron que enviar las muestras desde Italia para determinar el índice estático.

Además, en este capítulo y como resumen de estudio se presentan los valores de IR_{37} iniciales obtenidos para diferentes materiales durante el tiempo de investigación en que se ha desarrollado la presente tesis. La recopilación de estos valores tiene por objetivo ser una base de consulta en la comparación de diferentes residuos a partir

del IR_{37} , ya que este parámetro proporciona información sobre la compostabilidad de estos.

9.2. Materiales y métodos

9.2.1. Experimentos de compostaje

Se han obtenido RSU recogidos en masa de una planta de tratamiento mecánico biológico. La planta trabaja con dos líneas de tratamiento; una línea donde se produce compost de material procedente de la recogida selectiva (FORM) y otra donde se estabilizan aeróbicamente RSU recogidos en masa. La estabilización aeróbica se realiza mediante pilas dinámicas aireadas, utilizando un sistema de aireación por succión. En la figura 9.1 se muestra un esquema del funcionamiento de esta planta. Antes de entrar a formar parte de las pilas, el material es triturado y tamizado a 50 mm. La operativa de la planta es de 45 días de proceso durante los cuales el material va cambiando de posición en las diferentes pilas, hasta finalizar su estabilización.

Se han recogido y analizado muestras que corresponden al material inicial (día 0) y a los días de proceso 32, 42, 63. También se ha determinado la actividad respirométrica del material que queda por encima del tamiz de 50 mm, que es el rechazo de la planta y no se procesa al ser su contenido de materia orgánica despreciable. En la figura 9.2 se muestra una imagen de material inicial y del material a los 32 días de proceso.

9.2.2. Respirómetro dinámico

Se ha utilizado un reactor-respirométero modelo Costech de 20 L de capacidad que dispone de un programa propio que permite el control del proceso mediante un control por oxígeno o un control por temperatura. El IRD se ha determinado calculando la diferencia de concentración de oxígeno (mL L^{-1}) de un caudal de aire a la entrada y a la salida del reactor, tras haber pasado a través de la biomasa. Tal y como indican Adani *et al.* (2001), el IRD se calcula como la media de 12 datos tomados

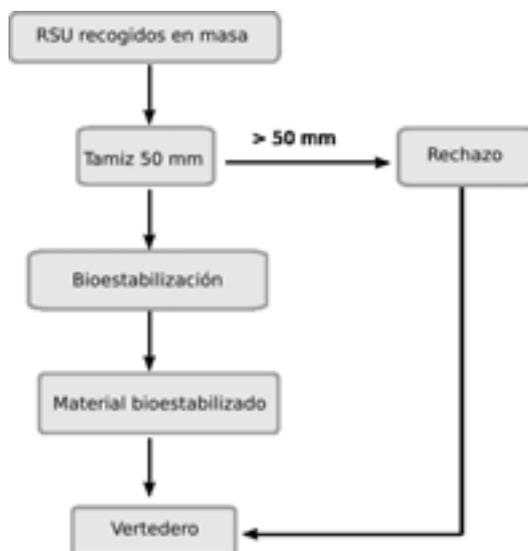


Figura 9.1: Esquema del funcionamiento de la planta de TMB donde se ha realizado el estudio



Figura 9.2: Imagen del material inicial y del material con 32 días obtenido de la planta de TMB

cada 2 horas, representando en total 24 horas de la máxima actividad durante un periodo de observación de 4 días. Se han utilizado diferentes formas de expresión del IRD propuestas por Adani *et al.* (2004b): IRD máximo obtenido (IRD_{max}), el IRD correspondiente a la media de las 24 horas de máxima actividad ($IRD_{diprove}$) y el IRD acumulado a 96 h (IR_{96}). En los experimentos que se detallan a continuación se ha utilizado sistema de control por oxígeno, con un consigna de oxígeno al 14 %, para mantener las condiciones aerobias.

9.3. Resultados

9.3.1. Seguimiento del material tratado por TMB

En la tabla 9.1 se presentan los índices obtenidos, el IR_{37} y el IRD en sus diferentes formas de expresión para las diferentes muestras analizadas.

Todos los índices determinados indican que ha habido una importante disminución de actividad durante el tratamiento del residuo. El IRD inicial del residuo es de $5,11 \text{ mg O}_2 \text{ g}^{-1}\text{MO h}^{-1}$, que tras el tratamiento de bioestabilización alcanza un IRD de $1,26 \text{ mg O}_2 \text{ g}^{-1}\text{MO h}^{-1}$. Por lo tanto se observa una reducción del 75 % de la actividad respirométrica. Sin embargo, a pesar de ésta importante reducción de actividad, el material final no alcanza el límite para poder ser depositado en vertedero ya que de acuerdo a la legislación italiana para depositar un material en vertedero el IRD ha de ser inferior a $1 \text{ mg O}_2 \text{ g}^{-1}\text{MO h}^{-1}$. Desde el año 1999, el IRD es un test oficial para determinar la estabilidad biológica en la región de Lombardía (norte de Italia) (Adani *et al.*, 2006). Sin embargo, el valor de IRD final obtenido supera ligeramente este límite, con lo que únicamente sería necesario alargar un poco más el tiempo de tratamiento. Como se ha comentado anteriormente, la planta de estudio opera en 45 días de proceso, sin embargo durante la época que se realizó el estudio hubieron problemas en el funcionamiento de ésta. Es por este motivo que se ha analizado la muestra final a los 63 días y lo que puede explicar que el índice final obtenido se encuentre por encima del límite de deposición aún habiendo permanecido en la planta más tiempo del necesario.

Tabla 9.1: Comparación entre el índice respirométrico estático y el índice respirométrico dinámico en sus diferentes formas de expresión

	IR estático	IR dinámico		
	IR ₃₇	IRD _{diprove}	IRD _{max}	IRD ₉₆
Muestra	(mg O ₂ g ⁻¹ MO h ⁻¹)			(mg O ₂ g ⁻¹ MO)
Inicial	5,14	5,11	5,48	290,54
32 días	2,68	2,56	2,64	162,4
42 días	2,07	1,67	1,81	105,45
63 días	1,75	1,26	1,33	66,27
rechazo (>50 mm)	1,00	0,38	0,44	31,37

9.3.2. Comparación entre índices respirométricos y sus formas de expresión

En primer lugar, es importante remarcar que los parámetros IRD y OUR (utilizada en otros capítulos) son equivalentes, aunque en este capítulo se ha optado por mantener la nomenclatura utilizada por los autores (Adani *et al.*, 2001, 2003).

La forma de expresión es una de las diferencias entre los índices determinados en estos experimentos. El IRD y el IR₃₇ se expresan como velocidades específicas de consumo de oxígeno (O₂ consumido por unidad de masa y por unidad de tiempo) mientras que IRD₉₆ se expresa como consumo acumulado a un tiempo total fijado (O₂ consumido por unidad de masa). El parámetro IRD₉₆ sería equivalente al parámetro AT₄, nomenclatura más conocida, y propuesto en la legislación alemana y austriaca.

El consumo acumulado de oxígeno es uno de los parámetros que más atención está recibiendo para la determinación de la estabilidad biológica de un residuo. En la tabla 9.2 se muestran los métodos respirométricos de consumo acumulado de oxígeno más relevantes en la actualidad. Al tratarse de un consumo total de oxígeno su interpretación puede resultar más sencilla que cuando se habla de velocidades de consumo. Además, al ser un análisis de duración de 4 días, se pueden detectar problemas que en otros índices pueden llevar a errores de interpretación. Por ejemplo,

Tabla 9.2: Condiciones de ensayo para diferentes índices de consumo acumulado de O₂ en 4 días

Índice	Autor	T (°C)	Método
AT ₄ Sapromat	Binner and Zach (1999)	20	Estático
ASTM	American Society for Testing and Materials (1996)	58	Dinámico
DR ₄	Environment Agency (2005)	35	Dinámico
IRD ₉₆	Adani <i>et al.</i> (2004b)	T proceso	Dinámico

una fase de latencia del material de más de 18 h en un IR₃₇ podría llevar a interpretar el material como estable, mientras que en un análisis más largo este efecto sería detectado fácilmente. Por contra, debido a la larga duración de este ensayo, se ha de tener especial cuidado en las condiciones en que se desarrolla ya que cualquier problema afectará directamente al cálculo de este índice. Además, en la utilización de este índice es importante tener en cuenta las diferentes condiciones de ensayo en que se realiza. Uno de los puntos claves es la temperatura que tal y como se observa en la tabla 9.2 no existe uniformidad en su uso.

En la tabla 9.3 se muestran las correlaciones entre los diferentes índices respirométricos y sus diferente formas de expresión. En general se observa una correlación muy elevada entre los diferente índices y las diversas formas de expresión.

Entre las diferentes formas de expresión, velocidad de consumo o consumo total, se observa una alta correlación para el IRD_{diprove}, el IR₃₇ y el IRD₉₆. Estos resultados sugieren que para determinar la estabilidad de una material podría utilizarse un método más rápido como el IRD_{diprove} o el IR₃₇ sin tener la necesidad de esperar cuatro día para obtener un valor de consumo acumulado. No obstante, se necesita más investigación con otros tipos de residuos y en diferentes condiciones de ensayo para establecer que parámetro es más adecuado en la determinación de la estabilidad de un material.

Respecto a la correlación entre el IR₃₇ y el IRD_{diprove} también es alta, encontrándose ambos índices en el mismo rango. Estos resultados no coinciden con los aportados en otros trabajos (Adani *et al.*, 2003; Gea *et al.*, 2004) en que se aprecian algunas

Tabla 9.3: Matriz de correlación entre el índice respirométrico estático y el índice respirométrico dinámico y sus diferentes formas de expresión

	IR ₃₇	IRD _{max}	IRD _{diprove}	IRD ₉₆
IR ₃₇	1	1,22 ^{***}	1,14 ^{***}	63,54 ^{**}
IRD _{max}		1	0,94 ^{***}	52,39 ^{***}
IRD _{diprove}			1	55,95 ^{***}
IRD ₉₆				1

***, **, *: significancia en $p < 0,001$, $0,01$ y $0,05$ respectivamente

diferencias significativas entre estos índices. Adani *et al.* (2003) observa diferencias entre ambos índices que atribuye a problemas de difusión de oxígeno en el método estático. La cantidad de muestra utilizada por estos autores para determinar el índice estático (volumen del reactor-respirómetro de 20 L) es muy superior a la utilizada en el método utilizado en este experimento (volumen de 250 mL). Al utilizar un volumen de muestra inferior los problemas de difusión de oxígeno son menores, siendo comparables los resultados obtenidos por ambos índices. Estos resultados indican que si ambos índices se determinan en condiciones apropiadas los resultados deberían que ser comparables. De todas formas, es importante tener en cuenta que en algunos casos pueden darse diferencias entre ambos índices. En primer lugar, porque el volumen de muestra utilizado es diferente en cada caso, siendo el IRD más representativo del material al tratarse mayor cantidad de muestra. En segundo lugar, porque la temperatura a la que se calcula el IR₃₇ puede no ser la más representativa de la totalidad del material estudiado mientras que el IRD se obtiene en las condiciones reales de proceso, y en tercer lugar porque el tiempo de incubación de las muestras puede no ser el óptimo según el residuo analizado.

En principio, el IR_T, que como se ha comentado anteriormente no ha podido determinarse, sería el índice estático más adecuado para comparar con el IRD, ya que al calcularse a la temperatura a la que se encuentra el material en el momento del muestreo, se determina en condiciones similares al IRD. No obstante, en este experimento se ha obtenido una buena correlación entre el IR₃₇ y el IRD_{diprove}. La buena correlación entre ambos índices puede explicarse al observar el perfil de temperatura obtenido en la determinación del IRD. En la figura 9.3 se muestra la evolución para

el material con 32, 42 y 63 días respectivamente. En esta figura está representado el $IRD_{diprove}$ para cada hora de proceso y el perfil de temperatura alcanzado en función del tiempo. Como se puede observar, la temperatura máxima alcanzada para estos materiales se encuentra sobre los 40°C , por lo tanto no dista mucho de los 37°C , que es la temperatura a la que se ha determinado el índice estático. Así, en realidad, en estos experimentos el IR_{37} podría equipararse al IR_T , ya que en este caso, la temperatura de 37°C coincidiría con la temperatura de proceso.

Por último, en la figura 9.4 se muestra la evolución del material correspondiente a la fracción rechazo, fracción que queda por encima del tamiz de 50 mm. El objetivo de analizar este material ha sido determinar la cantidad de materia orgánica biodegradable que puede perderse al tamizar el material. Como se puede observar en la tabla 9.1 el IR_{37} es más elevado que el $IRD_{diprove}$, obteniendo valores de 1 y $0,38 \text{ mg O}_2 \text{ g}^{-1} \text{ MO h}^{-1}$ respectivamente. En la figura 9.4 se muestra la evolución de la temperatura la determinación del IRD y se observa que no se alcanzan temperaturas elevadas en el reactor, y que el índice respirométrico obtenido es bajo. Estos resultados indican que el potencial de degradación es bajo, y por lo tanto, la cantidad de materia orgánica que se está perdiendo en la fracción gruesa es pequeña. La diferencia entre los valores de IR_{37} y $IRD_{diprove}$ puede ser debida a la diferencia de temperatura en que se han realizado ambos análisis, en este caso, la temperatura a la que se ha realizado el IR_{37} es superior a la que ha alcanzado el material en el reactor.

Los resultados obtenidos muestran que la temperatura a la que se realizan los ensayos respirométricos es uno de los factores claves en la determinación del índice respirométrico. Para determinar la estabilidad de un material es necesario que se llegue a un acuerdo con la temperatura a la que se realiza el análisis. Sin embargo, la elección de ésta temperatura no será trivial por lo que es necesaria más investigación. Una vez más es importante destacar el amplio margen de valores de temperatura que se observa en las metodologías propuestas (ver tabla 9.2).

Otro de los puntos claves en la determinación de los índices respirométricos en materiales bioestabilizados de RSU recogidos en masa es el contenido de materia orgánica biodegradable del residuo. Por ejemplo, por calcinación el contenido de materia orgánica en el material rechazo es del 80 %, cuando a simple vista práctica-

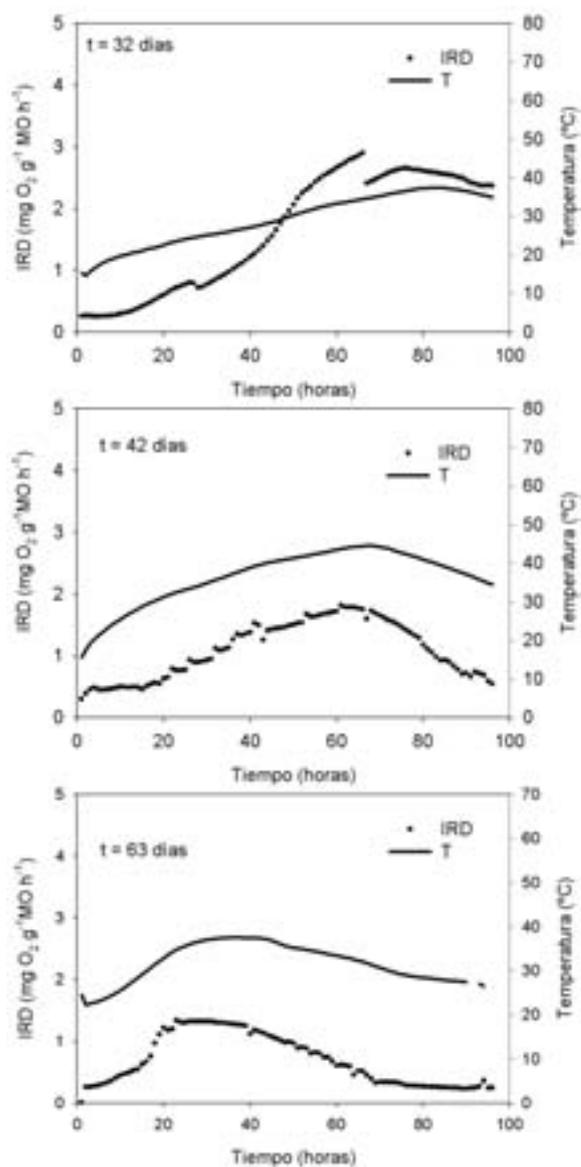


Figura 9.3: Evolución de los materiales de edad 32, 42, y 63 días en el reactor

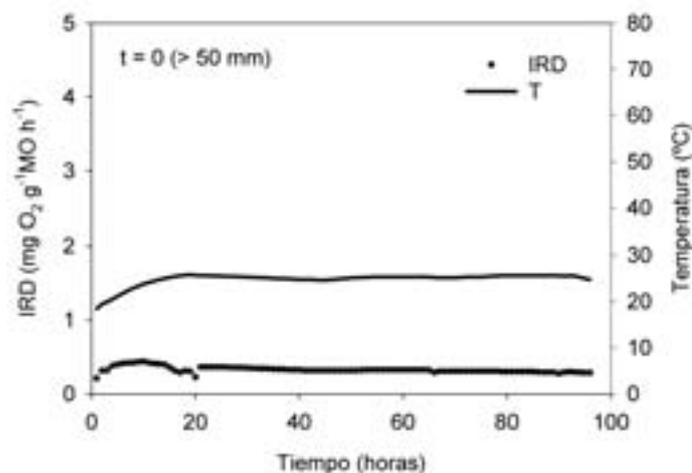


Figura 9.4: Evolución de la fracción rechazo en el reactor

mente todo lo que se observa son diversos tipos de plásticos, papel y tejidos. Como se ha indicado en capítulos anteriores la forma de expresión de los índices, sobre el contenido de materia seca o sobre el contenido de materia orgánica, es un factor clave para su interpretación. Los parámetros clásicos utilizados para determinar el contenido en materia orgánica de los residuos (contenido de carbono orgánico total o pérdida de peso por calcinación, por ejemplo), no son aplicables en este caso pues no reflejan las cantidades de materia orgánica biodegradable, sino las cantidades de materia orgánica total. Un ejemplo claro es el de los plásticos (presentes en cualquier corriente de RSU) que quedan contabilizados como materia orgánica en los análisis antes mencionados y en cambio no presentan una biodegradabilidad significativa en la mayoría de los casos. En el proceso de compostaje también hay que detectar la aportación del material estructurante (a veces, poco biodegradable) al contenido en materia orgánica total.

De lo expuesto anteriormente se muestra la necesidad de realizar estudios exhaustivos y definitivos que permitan la selección de uno o varios parámetros como estándares internacionales a nivel europeo de forma común, y en los que queden definidos todos estos aspectos que a fecha de hoy son objeto de discrepancia. Puede ser nece-

sario incluso el desarrollo de una nueva técnica para la determinación del contenido en materia orgánica biodegradable de un residuo sólido y tendría que formar parte de una futura Directiva de bioresiduos.

9.3.3. Comparación de diferentes materiales a partir del índice respirométrico

En la tabla 9.4 se muestra el valor inicial de IR_{37} para diferentes tipos de residuos. Estos datos se han obtenido en diferentes experimentos de compostaje, tanto a escala laboratorio como en planta industrial y determinados por diferentes miembros del grupo de compostaje en su trabajo experimental. El objetivo de esta tabla es proporcionar una información de base para futuros trabajos que puede ser de utilidad para comparar diferentes materiales entre sí. Los valores aportados pueden proporcionar información sobre el potencial de biodegradabilidad inicial del residuo e información sobre el estado de degradación en que se encuentra el material. Por ejemplo, en la tabla 9.4 se puede observar que el IR_{37} de la FORM es más elevado cuando el porcentaje de impropios es más bajo; también que la actividad de los microorganismos es más elevada en los lodos frescos que en los lodos digeridos; o la influencia del estructurante en la mezcla: lodos digeridos y grasas, donde un cambio en el tamaño de partícula del estructurante disminuye el IR_{37} inicial.

Sin embargo, es necesario más trabajo en este campo para poder profundizar en la información aportada por estos valores. Es necesario ampliar el rango de residuos estudiados, los efectos del co-compostaje de diferentes residuos en la población, la importancia del acondicionamiento inicial así como profundizar en la determinación del contenido de materia orgánica biodegradable de los residuos.

9.4. Conclusiones

De los resultados de este capítulo se pueden extraer las siguientes conclusiones por lo que a la determinación de los índices respirométricos se refiere:

Tabla 9.4: Valores iniciales de IR_{37} para diferentes tipos de residuos

Residuos	IR_{37} inicial ($mg\ O_2\ g^{-1}MO\ h^{-1}$)
FORM >15 % impropios	3,82
FORM >15 % impropios	3,86
FORM <5 % impropios	6,85
FORM <5 % impropios	4,92
FORM + inóculo	3,59
Fracción resto	2,38
RSU recogidos en masa	5,14
RSU recogidos en masa	3,60
Lodos frescos	6,68
Lodos frescos	7,27
Lodos digeridos	3,73
Lodos digeridos	2,7
Lodos papelera	2,9
Lodo digerido + estructurante 0-5mm + grasa (44 %)	1,96
Lodo digerido + estructurante 5-10mm + grasa (44 %)	0,66
Lodo digerido + estructurante 0-5 mm+ grasa (47,5 %)	3,02
Meseta 2:1 (estructurante:lodo)	1,62
Mesta 3:1 (estructurante:lodo)	2,43
Pila 3:1 (estructurante:lodo)	4,14
Pila 1:1 (estructurante:lodo)	2,08
Pila 2:1 (estructurante:lodo)	1,68
Pila 3:1 (estructurante:lodo)	2,07
Pila 1:1/1 (pelo:lodo/estructurante vegetal)	5,01
Cárnicos	2,42
Cárnicos	4,87
Cárnicos	6,51
Purín	1,99
Pelo:lodo/estructurante 1:1/1	3,22
pelo:lodo/estructurante 1:2/1	2,43
pelo:lodo/estructurante 1:4/1	1,72
Substrato champiñón *	2,20
Substrato champiñón con gravillín *	1,11
Substrato seta *	1,19

(*) Residuos derivados del cultivo del champiñón y la seta

- La temperatura de análisis y la forma de expresar el índice: como consumos acumulados a un tiempo total fijado o como velocidades específicas de consumo de oxígeno se muestran como factores claves en la determinación del índice respirométrico.
- En materiales procedentes de RSU recogidos en masa, donde el contenido en impropios es elevado, la determinación de la materia orgánica biodegradable puede ser de mucha utilidad.
- Es necesario llegar a un consenso sobre la expresión de estos índices, y sobre la determinación de la materia orgánica biodegradable para obtener una medida de estabilidad fiable y aplicable a todos los residuos orgánicos.

Capítulo 10

CONCLUSIONES

La revisión bibliográfica realizada sobre el uso de técnicas respirométricas en el proceso de compostaje ha puesto de manifiesto que la diversidad de métodos encontrados, las diferentes formas de expresar los resultados obtenidos, y las diferentes interpretaciones de lo que es biológicamente estable, pueden generar confusión en su uso. Se pone en evidencia la falta de consenso para determinar la estabilidad de un material final, y se observan dos puntos clave a los que es necesario llegar a un acuerdo: las condiciones de ensayo, especialmente la temperatura, y la forma de expresión del índice, como velocidad de consumo o como consumo acumulado de oxígeno.

Tras la revisión realizada, teniendo en cuenta consideraciones de tipo práctico y económico, se ha diseñado y construido un respirométrico estático en medio sólido. Se han escogido las condiciones de ensayo, temperatura y tiempo de incubación, en función del objetivo del análisis: como parámetro de estabilidad (IR_{37}) y como parámetro de seguimiento de proceso (IR_T). Se concluye que en el diseño del respirómetro se han de tener en cuenta los siguientes factores:

- El efecto de la temperatura al realizar la respirometría. Se ha comprobado la diferencia de trabajar a diferentes temperaturas en la obtención del índice respirométrico.

- El tiempo de incubación de las muestras necesario para acondicionar la población a la temperatura del método.
- La correcta humedad del material: ésta tiene que estar dentro de un rango óptimo para el correcto desarrollo de la población microbiana.

Se ha diseñado un programa que permite calcular el índice respirométrico con facilidad y se ha desarrollado un manual de usuario, para un uso práctico del respirómetro. El diseño del respirómetro estático y el software desarrollado hacen que sea un equipo práctico y útil en plantas industriales.

Se ha validado el respirómetro estático con FORM y con diferentes tipos de lodos. De la aplicación de las técnicas respirométricas en el seguimiento del compostaje de los residuos mencionados se extraen la siguientes conclusiones:

- El IR_T se muestra como una herramienta válida para la monitorización del proceso de compostaje, sobre todo durante las primeras etapas del proceso. Aunque tanto el IR_T como el IR_{37} se correlacionan con los perfiles de temperatura obtenidos, el IR_T representa mejor a la actividad biológica en cada momento del proceso y es más sensible a los cambios que pueden producirse. En cambio, el IR_{37} resulta más apropiado para determinar la estabilidad del material final.
- La forma de expresar el índice respirométrico, en función de la MO o MS de la muestra, resulta de gran importancia. Es conveniente calcular los índices en función de la biodegradabilidad del material compostado, es decir, referidos al contenido en materia orgánica disponible para los microorganismos. Además, este hecho ayuda a poder comparar diferentes materiales entre sí.
- El índice respirométrico ha aportado información de interés al comparar el compostaje de lodos frescos con el de lodos digeridos anaeróbicamente. En el compostaje de lodos frescos se alcanzan valores IR_T más elevados que al compostar lodos digeridos, mostrándose una actividad biológica más elevada en los lodos frescos que está directamente relacionada con la cantidad y biodegradabilidad de la materia orgánica de éstos.

Se han aplicado las técnicas respirométricas en el estudio de los efectos de un inóculo comercial en el compostaje de FORM. La información aportada por los índices respirométricos, al contrario que la de otros parámetros típicos de seguimiento del proceso como la temperatura, ha servido para comparar el efecto del inóculo entre las diferentes aplicadas y recomendar una de ellas. El inóculo estudiado ha resultado efectivo para acelerar el proceso de compostaje de FORM, incrementando la actividad biológica en la fase termófila del proceso.

Se han co-compostado con éxito residuos de pelo de vaca procedentes de la industria de los curtidos, material con un alto contenido en nitrógeno, con lodos de EDAR. La imposibilidad de compostar pelo solo o pelo con agente estructurante demuestra la importancia de tener inicialmente una población microbiana adecuada. Se han utilizado las técnicas respirométricas en el seguimiento del compostaje para diferentes proporciones y a diferentes escalas. Se ha comprobado que el compostaje es una vía válida de gestión para este tipo de residuo y permite la obtención de un producto final estable y con un valor añadido como fertilizante por su elevado contenido en nitrógeno.

Se han utilizado técnicas respirométricas en el seguimiento del compostaje de residuos cárnicos utilizando diferentes estrategias de control con el objetivo de encontrar las condiciones óptimas de proceso. En las estrategias utilizadas ha sido clave la información aportada por los índices respirométricos: la OUR ha proporcionado información concreta sobre la actividad de los microorganismos en el reactor, mientras que el IR_T ha indicado la actividad potencial del material. La estrategia de control del proceso por temperatura ha resultado la más eficiente en vista de las características del producto final y la evolución de los índices.

Se ha obtenido una elevada correlación entre el índice respirométrico estático y el índice respirométrico dinámico durante la bioestabilización de RSU recogidos en masa tratados en una instalación TMB. Esta correlación indica que si ambos índices se determinan correctamente los resultados son comparables. Además, se ha visto que el índice dinámico, el índice estático y valor del consumo acumulado de oxígeno en 4 días se correlacionan perfectamente, lo que podría suponer una disminución importante del tiempo de análisis si se opta por determinar la estabilidad mediante el índice dinámico o el estático. Finalmente, en materiales procedentes de RSU reco-

gidos en masa, donde el contenido en impropios es elevado, se muestra la necesidad de disponer de una medida fiable de la materia orgánica biodegradable.

El índice respirométrico se muestra como una herramienta potencial en la determinación de la estabilidad de un material final, tanto en el caso del compost como en los productos bioestabilizados. Sin embargo, es necesario llegar a un acuerdo (científico y político) basado en criterios científicos en la expresión de estos índices, en las condiciones de ensayo (especialmente la temperatura) y en la determinación de la materia orgánica biodegradable para obtener una medida de estabilidad fiable y aplicable a todos los residuos orgánicos.

Actualmente no existe un único método que pueda ser utilizado tanto para la monitorización del proceso de compostaje como para la determinación de la estabilidad de una muestra de compost. La elección de uno o varios índices como parámetros para el seguimiento del proceso, el seguimiento de la materia orgánica biodegradable del residuo, la caracterización inicial del residuo y la determinación de la estabilidad del producto final será un punto clave en el campo del tratamiento de residuos orgánicos. En este sentido, de los resultados obtenidos en los diferentes experimentos de compostaje realizados en esta tesis y de la experiencia acumulada en este campo se puede concluir:

- la OUR o el índice dinámico al determinarse en línea dentro del reactor proporciona un valor real de la actividad biológica y podría considerarse la herramienta más adecuada para la monitorización del proceso de compostaje.
- El IR_T se propone como un indicador de la actividad potencial del residuo, siendo de mucha utilidad en el seguimiento del compostaje a escala industrial por su fácil y rápida determinación y/o en sistemas abiertos donde la determinación de la OUR no es posible. En sistemas cerrados, donde es posible determinar la OUR, proporciona una información similar a la OUR si las condiciones en que se desarrolla el sistema son adecuadas, pudiéndose utilizar para detectar problemas en el compostaje.
- El IR_{37} se propone como parámetro de estabilidad para un material final; también puede emplearse como valor inicial del potencial de biodegradabilidad de un residuo. Además resulta de mucha utilidad a escala industrial, en

la fase de maduración, cuando todavía se tienen temperaturas elevadas que son consecuencia de las propiedades térmicas del compost, ya que en estas situaciones el índice es suficientemente sensible para detectar una disminución en la actividad biológica y aportar información concreta sobre el proceso. Sin embargo, no se recomienda su uso para el seguimiento del proceso de compostaje sobre todo en el rango termófilo donde se subestima la actividad de los microorganismos.

- El consumo acumulado de oxígeno (AT_4) tanto el calculado de forma dinámica como estática puede ser de utilidad para determinar la estabilidad de un material final. Al tratarse de un consumo de oxígeno total su interpretación resulta más sencilla que al hablar de velocidades de consumo. Además, al ser un consumo total podría resultar una medida más fiable del conjunto del material analizado. Sin embargo, se trata de un análisis delicado, ya que cualquier problema durante su determinación afectará directamente al cálculo. De todas formas, debido a la larga duración del ensayo no se recomienda como parámetro de seguimiento del proceso.

Además, del seguimiento de los diferentes parámetros utilizados durante la evolución del compostaje de los experimentos de esta tesis, se extraen las siguientes conclusiones parciales:

- En muchas ocasiones la determinación de materia orgánica por calcinación de la muestra no aporta información práctica sobre la evolución del proceso, viéndose falseado el valor por la cantidad de impropios y por la influencia del material estructurante. El conocimiento de la materia orgánica realmente biodegradable sería de gran utilidad. De la misma forma, la relación C/N tendría que estar basada en el carbono biodegradable para un uso correcto.
- La humedad es un parámetro control clave para el óptimo desarrollo del proceso de compostaje.
- Las diferentes formas de nitrógeno aportan información sobre la correcta evolución del proceso. De todas formas, estos parámetros están más relacionados con el valor agronómico del compost.

- La combinación de parámetros de actividad biológica con parámetros analíticos y su adecuada interpretación es la forma correcta de controlar tanto la evolución del proceso como la calidad del compost final.

Trabajo futuro

Aunque las metodologías para la realización de las respirometrías están establecidas, en el estudio de las técnicas respirométricas se ha visto que hay diversos aspectos que necesitan ser investigados en detalle. Entre estos cabe destacar:

- el efecto de la humedad en la actividad, sobre todo cuando el residuo tiene un elevado contenido energético y durante el proceso alcanza temperaturas por encima de los 70°C;
- la influencia de las poblaciones microbianas en los índices respirométricos puesto que las respirometrías se realizan partiendo de las poblaciones nativas de las muestras, hasta ahora no se ha considerado cual sería el índice con una población óptima;
- el tiempo óptimo de incubación de las muestras en el método estático, sobre todo en muestras congeladas, para poder determinar la actividad máxima de la muestra;
- el efecto de una fase de latencia en la determinación de los índices;
- la relación entre pH y la producción de CO₂;
- el efecto de la porosidad del material;
- el efecto de tóxicos contenidos en el material;
- el estudio de otros parámetros que pueden además de los ya comentados, influir en el resultado de las respirometrías, y
- obtener una correlación entre los índices que se utilizan mayoritariamente, y unificar los criterios en la selección de la metodología más apropiada teniendo en cuenta el destino final del material.

El trabajo realizado en la presente tesis representa el punto de partida de una nueva línea de investigación en el campo del seguimiento de la materia biodegradable en residuos sólidos a partir de índices biológicos. El conocimiento de la evolución de la materia orgánica biodegradable puede proporcionar información de mucha utilidad tanto en el diseño como en la gestión de plantas industriales de tratamiento de residuos orgánicos.

ABREVIATURAS

ASTM: “American Society for Testing and Materials”

AT₄: consumo acumulado de oxígeno en 4 días

BM100: producción de biogás a 100 días

CCQC: California Compost Quality Council

C: carbono orgánico

CR: Cociente respiratorio

DBO: demanda bioquímica de oxígeno

DiProVE: método propuesto por el “Dipartimento di Produzione Vegetale” de la Universidad de Milán

DQO: demanda química de oxígeno

DR₄: consumo acumulado de oxígeno en 4 días

DSOUR: SOUR en muestra sólida “Dry SOUR”

EDAR: estación depuradora de aguas residuales

FAS: “free air space”

FO: fracción orgánica

FORM: fracción orgánica de residuos municipales

FV: fracción vegetal

IR: Índice respirométrico

IR₃₇: Índice respirométrico realizado a la temperatura de 37°C

- IR_T**: Índice respirométrico realizado a la temperatura del proceso
- IRD**: índice respirométrico dinámico
- IRD_{max}**: índice respirométrico dinámico máximo
- IRD_{diprove}**: índice respirométrico dinámico media de las 24 horas de máxima actividad
- IRD₉₆**: índice respirométrico dinámico acumulado a 96 horas
- IRDR**: índice respirométrico dinámico real
- IRDP**: índice respirométrico dinámico potencial
- IRE**: índice respirométrico estático
- MO**: materia orgánica
- MOR**: materia orgánica residual
- MS**: materia seca
- OD₂₀**: consumo acumulado de oxígeno en 20 horas
- OUR**: “Oxygen uptake rate” Velocidad de consumo de oxígeno
- PNRU**: plan nacional de residuos urbanos
- QAS**: “Quality Assurance System”
- Relación C/N**: relación carbono/nitrógeno
- RM**: residuos municipales
- RO**: residuos orgánicos
- RSU**: residuos sólidos urbanos
- SOUR**: “Specific Oxygen Uptake Rate” Velocidad específica de consumo de oxígeno
- s.m.h.**: sobre materia húmeda
- s.m.s.**: sobre materia seca
- TMB**: Tratamiento mecánico-biológico
- TMECC**: “Test Methods for the Examination of Composting and Compost”
- ucf**: unidades formadoras de colonias
- WRAP**: “The Waste and Resources Action Programme”

Bibliografía

- Adani, F. (2004). I processi aerobici per il trattamento dei rifiuti urbani. *Ingegneria Ambientale*.
- Adani, F., C. Ubbiali, F. Tambone, B. Scaglia, M. Centemero y P.L. Genevini (2002a). In: *Static and dynamic respiration indexes - Italian research and studies*. Workshop on biological treatment of biodegradable waste. Bruselas.
- Adani, F., C. Ubbiali y P. Genevini (2006). The determination of biological stability of composts using the dynamic respiration index: the results of experience after two years. *Waste Management* **26**, 741–48.
- Adani, F., D. Baido, E. Calcaterra y P. Genevini (2002b). The influence of biomass temperature on biostabilization-biodrying of municipal solid waste. *Bioresource Technology* **83**, 173–179.
- Adani, F., F. Tambone y A. Gotti (2004a). Biostabilization of municipal solid waste. *Waste Management* **24**, 775–783.
- Adani, F., G. Gigliotti, F. Valentini y R. Laraia (2003). Respiration index determination: A comparative study of different methods. *Compost Science & Utilization* **11**(2), 144–151.
- Adani, F., P. Lozzi y P. Genevini (2001). Determination of biological stability and oxygen uptake on municipal solid waste and derived products. *Compost Science & Utilization* **9**(2), 163–178.

- Adani, F., R. Confalonieri y F. Tambone (2004b). Dynamic respiration index as a descriptor of the biological stability of organic wastes. *Journal of Environmental Quality* **33**, 1866–1876.
- ADAS Consulting Ltd. (2003). Assessment of options and requirements for stability and maturity testing of compost. Technical report. <http://www.wrap.org.uk> (07/01/05). Banbury, Oxon OX16 0AH.
- Agnew, J.M., J.M. Leonard, J. Feddes y Y. Feng (2003). A modified air pycnometer for compost air and density determination. *Canadian Biosystems Engineering* **45**, 627–635.
- American Society for Testing and Materials (1996). *Standard test method for determining the stability of compost by measuring oxygen consumption. Standard test method for determining the stability of compost by measuring oxygen consumption.*
- Annan, J. y R. White (1999). *Evaluation of techniques for measuring air filled porosity in compost of municipal biosolid and wood chips. Evaluation of techniques for measuring air filled porosity in compost of municipal biosolid and wood chips.* AWARE Environmental. Inc. North Carolina.
- Atkinson, B. y F. Mavituna (1983). *Biochemical Engineering Handbook. Biochemical Engineering Handbook.* Nature Press.
- Baheri, H. y P. Meysami (2002). Feasibility of fungi bioaugmentation in composting a flare pit soil. *Journal of Hazardous Materials* **B89**, 279–286.
- Barrena, R., F. Vázquez, M. Gordillo, T. Gea y A. Sánchez (2005). Respirometric assays at fixed and process temperatures to monitor composting process. *Biore-source Technology* **96**, 1153–1159.
- Barrington, S., D. Choiniere, M. Trigui y W. Knight (2002). Effect of carbon source on compost nitrogen and carbon losses. *Biore-source Technology* **83**, 189–194.
- Barrios, S., R. Fernández, F. Vázquez y X. Font (2004). Composting activity in catalonia. *Biocycle* **25**(2), 64–66.

- Beck-Friis, B., S. Smars, H. Jönsson y H. Kirchmann (2001). Gaseous emissions of carbon dioxide, ammonia and nitrous oxide from organic household waste in a compost reactor under different temperature regimes. *Journal of Agricultural Engineering* **78**, 423–430.
- Binner, E. y A. Zach (1999). In: *Laboratory Test Describing the Biological Reactivity of Pretreated Residual Wastes*. Proceedings of ORBIT. pp. 255–261.
- Bolta, S.V., R. Mihelic, F. Lobnik y D. Lestan (2003). Microbial community structure during composting with and without mass inocula. *Compost Science & Utilization* **11**(1), 6–15.
- Brewer, L.J. y D.M. Sullivan (2003). Maturity and stability evaluation of composted yard trimmings. *Compost Science & Utilization* **11**(2), 96–112.
- Brinton, W.F. (2001). An international look at compost standards: methods used for evaluating compost quality in europe are summarized in a new report. *Biocycle* **42**(4), 74–76.
- Brinton, W.F., E. Evans, M.L. Droffner y R.B. Brinton (1995). A standardized dewar test for evaluation of compost self-heating.
- Butler, T.A., L.J. Sikora, P.M. Steinhilber y L.W. Douglass (2001). Compost age and sample storage effects on maturity indicators of biosolids compost.. *Journal of Environmental Quality* **39**(6), 2141–2148.
- California Compost Quality Council (2001). Compost maturity index, ccqc. Technical report. <http://www.ccqc.org> (07/01/05).
- Campbell, C.D., S.J. Chapman, C.M. Davidson y J.M Potts (2003). A rapid microtiter plate method to measure carbon dioxide evolved from carbon substrate amendments so as to determine the physiological profiles of soil microbial communities by using whole soil. *Applied Environmental Microbiology* **69**, 3593–3599.
- Changa, C.M., P. Wang, M.E. Watson, H.A.J. Hoitink y F.C. Michel (2003). Assessment of the reliability of a commercial maturity test kit for composted manures. *Compost Science & Utilization* **11**, 125–143.

- Charest, M.H., H. Antoun y C.J. Beauchamp (2004). Dynamics of water-soluble carbon substances and microbial populations during the composting of de-inking paper sludge. *Bioresource Technology* **91**, 53–67.
- Chica, A., J.J. Mohedo, M.A. Martín y A. Martín (2003). Determination of the stability of msw compost using a respirometric technique. *Compost Science & Utilization* **11**(2), 169–175.
- Comisión Europea (2001). Working document on biological treatment of biowaste 2nd draft. Technical report. Technical report. Brussels.
- Cooperband, L.R., A.G. Stone, M.R. Fryda y J.L. Ravet (2003). Relating compost measures of stability and maturity to plant growth. *Compost Science & Utilization* **11**(2), 113–124.
- Cronjé, A., C. Turner, A. Williams, A. Barker y S. Guy (2003). Composting under controlled conditions. *Environmental Technology* **24**, 1221–1234.
- Cronjé, A.L., C. Turner, A.G. Williams, A.J. Barker y S. Guy (2004). The respiration rate of composting pig manure. *Compost Science & Utilization* **12**(2), 119–129.
- Curtis, M.J., W.A. Kleiner, V.P. Claassen y R.A. Dahlgren (2005). Differences in a composted animal waste and straw mixture as a function of three compost methods. *Compost Science & Utilization* **13**(2), 98–107.
- Ekling, Y. y H. Kirchmann (2000). Composting and storage of organic household waste with different litter amendments ii: nitrogen turnover and losses. *Bioresource technology* **74**, 125–133.
- Environment Agency (2005). Guidance on monitoring mbt and other pretreatment processes for the landfill allowances schemes (england and wales). Technical report. <http://www.environment-agency.gov.uk/commondata/acrobat/newmbt1154981.pdf> (05-05-2005).
- Environmental Protection Agency (1995). *A guide to the biosolids risk assessments for the EPA Part 503 Rule*. <http://www.epa.gov/owm/mbt/biosolids/503rule>.

- European Compost Network (2005). Stakeholders disappointed that commission backs down on strategic biowaste legislation. Technical report. <http://compostnetwork.info> (5/2006).
- Faure, D. y A.M. Deschamps (1991). The effect of bacterial inoculation on the initiation of composting of grape pulps. *Bioresource Technology* **37**, 235–238.
- Favoino, E. (2005). The residual waste stream as an essential part of integrated biological waste treatment- consequences with respect to the eu landfill directive. The future of residual waste management in Europe. Orbit e.V., Luxemburgo.
- Federal Compost Quality Assurance Organization (1994). *Methods Book for the Analysis of Compost. Methods Book for the Analysis of Compost*. Abfall Now e. V. Publishing House. Stuttgart, Alemania.
- Gea, T. (2001). *Diseño y validación de sistemas de compostaje a escala laboratorio. Aplicación al tratamiento de residuos sólidos urbanos y lodos de depuradora. Diseño y validación de sistemas de compostaje a escala laboratorio. Aplicación al tratamiento de residuos sólidos urbanos y lodos de depuradora*. Master de investigación. EUPMA-UAB.
- Gea, T., A. Artola y A. Sánchez (2005). Composting of de-inking sludge from the recycled paper manufacturing industry. *Bioresource Technology* **96**, 1161–1167.
- Gea, T., R. Barrena, A. Artola y A. Sánchez (2004). Monitoring the biological activity of the composting process: Oxygen uptake rate (our), respirometric index (ri), and respiratory quotient (rq). *Biotechnology and Bioengineering* **88**, 520–527.
- Giró, F. (2000). In: *El compostatge a Catalunya i marc legislatiu*. 4 jornada tècnica sobre la gestió de residus municipals. El compostatge. Barcelona.
- Grau, J., A. Sánchez, X. Font y F. Aguilera (2000). Windrow pile composting systems. study of the composting plant of jorba (barcelona). *Ingeniería Química* **374**, 121–126.
- Haug, Roger T. (1993). *The practical Handbook of Compost Engineering. The practical Handbook of Compost Engineering*. Lewis Publishers. Boca Raton, Florida.
- Haug, R.T. (1986). Composting process design criteria, part1: feed conditioning. *Biocycle* **27**(8), 36–43.

- Haug, R.T. y W.F. Ellsworth (1991). Measuring compost substrate degradability. *Biocycle* **32**, 56–62.
- Hogg, D., J. Barth, E. Favoino, M. Centemero, V. Caimi, F. Amlinger, W. Devliegher, W. Britton y S. Antler (2002). Comparison of compost standards within the eu, north america and australasia. Technical report. <http://www.wrap.org.uk> (07/01/05). Banbury, Oxon OX16 0AH.
- Huang, G.F., J.W.C. Wong, Q.T. Wua y B.B. Nagarb (2004). Effect of c/n on composting of pig manure with sawdust. *Waste Management* **24**, 805–813.
- Iannotti, D.A., T. Pang, B.L. Toth, D.L. Elwell, H.M. Keener y H.A.J. Hoitink (1993). A quantitative respirometric method for monitoring compost stability. *Compost Science & Utilization* **1**(3), 52–65.
- Ichida, J.M., L. Krizova, C.A. LeFevre, H.M. Keener, D.L. Elvell y E.H. Burt (2001). Bacterial inoculum enhances keratin degradation and biofilm formation in poultry compost. *Journal of Microbiological Methods* **47**, 199–208.
- Jones, P. y M. Martin (2003). A review of the literature on the occurrence and survival of pathogens of animals and humans in green compost. Technical report. <http://www.wrap.org.uk> (07/01/05). Banbury, Oxon OX16 0AH.
- Junta de Residus (1998). *Guia del compostatge dels residuos orgànics generats a les llars. Guia del compostatge dels residuos orgànics generats a les llars*. Departament de Medi Ambient de la Generalitat de Catalunya.
- Kalbasi, A., S. Mukhtar, S.E. Hawkins y B.W. Auvermann (2005). Carcass composting for management of farm mortalities: A review. *Compost Science & Utilization* **13**(3), 180–193.
- Klauss, M. y E.K. Papadimitriou (2002). Determining the degree of aerobiosis in composting material. *Bioprocessing Solid Waste & Sludge* **2**, 37–47.
- Koenig, A. y Q.H. Bari (2000). Application of self-heating test for indirect estimation of respirometric activity of compost: Theory and practice. *Compost Science & Utilization* **8**(2), 99–107.

- Körner, I., J. Braukmeir, J. Herenkloge, K. Leikam, M. Ritzkowski, M. Schlegelmilch y R. Stegmann (2003). Investigation and optimization of composting process-test systems and practical examples. *Waste Management* **23**, 17–26.
- Laos, F., M.J. Mazzarino, I. Walter, L. Roselli, P. Satti y S. Moyano (2002). Composting of fish offal and biosolids in northwestern patagonia. *Bioresource Technology* **81**, 179–186.
- Lasaridi, K.E., E.I. Stentiford y T. Evans (2000). Windrow composting of wastewater biosolids: process performance and product stability assessment. *Water Science and Technology* **42**(9), 217–226.
- Lasaridi, K.E. y E.I. Stentiford (1998). A simple respirometric technique for assessing compost stability. *Water Research* **32**(12), 3717–3723.
- Liang, C., K.C. Das y R.W. McClendon (2003). The influence of temperature and moisture contents regimes on the aerobic microbial activity of a biosolids composting blend. *Bioresource Technology* **86**, 131–137.
- Liao, P.H., A.C. May y S.T. Chieng (1995). Monitoring process efficiency of a fullscale invessel system for composting fisheries wastes. *Bioresource Technology* **54**, 159–163.
- Madejón, E., M.J. Díaz, R. López y F. Cabrera (2002). New approaches to establish optimum moisture content for compostable materials. *Bioresource Technology* **85**, 73–78.
- Margesin, R., J. Cimadom y F. Schinner (2006). Biological activity during composting of sewage sludge at low temperatures. *International Biodeterioration and Biodegradation* **57**, 88–92.
- Mari, I., C. Ehalotis, M. Kotsou, C. Balis y D. Georgakakis (2003). A quantitative respirometric method for monitoring compost stability. *Bioresource Technology* **87**, 331–336.
- Mason, I.G., S.M. Mollah, M.F. Zhong y G.J. Manderson (2004). Composting high moisture content bovine manure using passive aeration. *Compost Science & Utilization* **12**(3), 249–267.

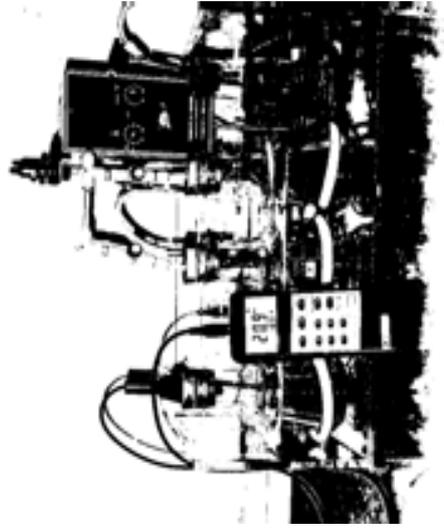
- McCartney, D. y H. Chen (2001). Bench-scale simulation of the composting process: Effect of compression on free air space and microbial activity. *Compost Science & Utilization* **9**(4), 283–302.
- Meunchang, S., S. Panichsakpatanaa y R.W. Weaver (2005). Co-composting of filter cake and bagasse: by-products from a sugar mill. *Bioresource Technology* **96**, 437–442.
- Ministerio de la presidencia (2005). Real decreto 824/2005, de 8 de julio, sobre productos fertilizantes.
- Miyatake, F. y K. Iwabuchi (2005). Effect of high compost temperature on enzymatic activity and species diversity of culturable bacteria in cattle manure compost. *Bioresource technology* **96**, 1821–1825.
- Miyatake, F. y K. Iwabuchi (2006). Effect of compost temperature on oxygen uptake rate, specific growth rate and enzymatic activity of microorganisms in dairy cattle manure. *Bioresource technology* **97**, 961–965.
- Nakasaki, K., A. Watanabe, M. Kitano y H. Kubota (1992). Effect of seeding on thermophilic composting of tofu refuse. *Journal of Environmental Quality* **21**, 714–719.
- Ohtaki, A., N. Akakura y K. Nakasaki (1998). Effects of temperature and inoculum on the degradability of poly-caprolactone during composting. *Polymer Degradation and Stability* **62**, 279–284.
- Oppenheimer, J., J. Martin y L. Walker (1997). Measurements of air-filled porosity in unsaturated organic matrices using a pycnometer. *Bioresource Technology* **59**, 241–247.
- Pagans, E., R. Barrena, X. Font y A. Sánchez (2006). Ammonia emissions from the composting of different organic wastes. dependency on process temperature. *Chemosphere* **62**, 1534–1543.
- Paletski, W.T. y J.C. Young (1995). Stability measurement of biosolids compost by aerobic respirometry. *Compost Science & Utilization* **3**(2), 16–24.
- Pressel, F. y W. Bidlingmaier (1981). Analyzing decay rate of compost. *Biocycle* **22**, 50–51.

- Rivela, B., M.T. Moreira, C. Bornhardt, R. Méndez y G. Feijoo (2004). Life cycle assessment as a tool for the environmental improvement of the tannery industry in developing countries. *Environmental Science & Technology* **38**(6), 1901–1909.
- Ruggieri, M.L. (2005). *Diseño, construcción y validación de un picnómetro de aire. Estudio del compostaje de residuos grasos y aplicación de la picnometría para el seguimiento del proceso. Diseño, construcción y validación de un picnómetro de aire. Estudio del compostaje de residuos grasos y aplicación de la picnometría para el seguimiento del proceso.* Master de investigación. EUPMA-UAB.
- Rynk, R. (2003). The art in the science of compost maturity. *Compost Science & Utilization* **11**(2), 94–95.
- Sánchez-Monedero, M.A., A. Roig, C. Paredes y M.P. Bernal (2001). Nitrogen transformations during organic waste composting by the Rutgers systems and its effects on pH, EC and maturity of the composting mixtures. *Bioresource Technology* **78**, 301–308.
- Saña, J. y M. Soliva (1987). *El Compostatge. Procés, sistemes i aplicacions. El Compostatge. Procés, sistemes i aplicacions.* Diputació de Barcelona. Barcelona.
- Scaglia, B., F. Tambone, P. L. Genevini y F. Adani (2000). Respiration index determination: Dynamic and static approaches. *Compost Science & Utilization* **8**(2), 90–98.
- Schloss, P.D., B. Chaves y L.P. Walker (2000). The use of the analysis of variance to assess the influence of mixing during composting. *Process Biochemistry* **35**, 675–684.
- Schloss, P.D. y L.P. Walker (2000). Measurement of process performance and variability in inoculated composting reactors using ANOVA and power analysis. *Process Biochemistry* **35**, 931–942.
- Soliva, M. (2001). *Compostatge i gestió de residuos orgànics. Compostatge i gestió de residuos orgànics.* Diputació de Barcelona. Barcelona.
- Stentiford, E. (2002). In: *The Specific Oxygen Uptake Rate (SOUR)*. Biowaste workshop, Bruselas.

- Tchobanoglous, G. (1994). *Gestión integral de Residuos Sólidos. Gestión integral de Residuos Sólidos*. McGraw-Hill. Madrid.
- Tiquia, S.M., N.F.Y. Tam y I.J. Hodgkiss (1997). Effects of bacterial inoculum and moisture adjustment on composting of pig manure. *Environmental Pollution* **96**, 161–171.
- Tiquia, S.M. y N.F.Y. Tam (2000). Co-composting of spent pig litter and sludge with forced-aeration. *Bioresource Technology* **72**, 1–7.
- Turner, C., A. Williams, R. White y R. Tillet (2005). Inferring pathogen inactivation from the surface temperatures of compost heaps. *Bioresource technology* **96**, 521–529.
- US Department of Agriculture y US Composting Council (2001). *Test Methods for the Examination of Composting and Compost, TMECC*. <http://www.tmecc.org>. Edapho International.
- Usui, T., A. Shoji y M. Yusa (1983). Ripeness index of wastewater sludge compost. *Biocycle* **24**, 25–27.
- Venglovsky, J., N. Sasakova, M. Vargova, Z. Pacajova, I. Placha, M. Pretrovsky y D. Harichova (2005). Evolution of temperature and chemical parameters during composting of the pig slurry solid fraction amended with natural zeolite. *Bioresource Technology* **96**, 181–189.
- Vidal, G., J. Nieto, K. Cooman, M. Gajardo y C. Bornhardt (2004). Unhairing effluents treated by an activated sludge system. *Journal of Hazardous Materials* **B112**, 143–149.
- Weppen, P. (2002). Determining compost maturity: evaluation of analytical properties. *Compost Science & Utilization* **10**(1), 6–15.
- Willson, G.B. y D. Dalmat (1986). Measuring compost stability. *Biocycle* **27**, 34–37.

ANEXO I. MANUAL DEL RESPIRÓMETRO

Respirómetro estático. Manual de Usuario



ESCOLA UNIVERSITÀRIA POLITÈCNICA DEL
MEDI AMBIENT

Rambla Pompeu Fabra, 1
08100 Mollet del Vallès
Telf: 93-5796784 Fax: 93-5796785



ESCOLA UNIVERSITÀRIA POLITÈCNICA DEL MEDI
AMBIENT

Manual elaborado por Raquel Barrena Gómez
Mollet del Vallès, Marzo 2005

Índice general

1. Definición y uso	1
2. Obtención del IRE	3
2.1. Preparación de la muestra	4
2.2. Incubación de la muestra	5
2.3. Registro del consumo de Oxígeno y cálculo del IRE	7
2.3.1. Ventana Leer Muestras	8
2.3.2. Ventana Analizar Resultados	11
3. Resumen del procedimiento	16
4. Métodos analíticos	20
4.1. Contenido en humedad y materia seca	20
4.2. Materia Orgánica (MO)	21
Bibliografía	23

Capítulo 1

Definición y uso

Las técnicas respirométricas consisten en la medida del O_2 consumido o CO_2 producido por los microorganismos heterótrofos aerobios que hay en el compost, y en consecuencia son indicadoras de la actividad biológica de un material. Los microorganismos utilizan O_2 y generan CO_2 , vapor de agua y calor durante la descomposición aeróbica de la materia orgánica. La población microbiana respira a tasas elevadas en compost biológicamente inestable, en tal caso, consumiendo más oxígeno y generando más CO_2 y vapor de agua que en compost más estable. El consumo O_2 de durante el compostaje está determinado por la tasa de actividad biológica aerobia. Como la actividad aerobia es función de la estabilidad del compost, las tasas de respiración también están directamente relacionadas con la estabilidad del compost, a mayor estabilidad menor consumo de oxígeno.

El conocimiento del grado de estabilidad de la materia orgánica, bien durante la evolución de un proceso biológico, bien en el producto final, es de gran importancia. Resulta esencial para un efectivo control del proceso, un uso con beneficios del producto final, y un diseño de proceso en planta más apropiado.

Una respirometría estática mide los cambios de la concentración de oxígeno en un espacio de aire dentro de un recipiente cerrado herméticamente que contiene una muestra de compost de humedad, volumen y peso conocidos, en unas condiciones de temperatura determinadas.

En primer lugar, la muestra de compost se incuba a la temperatura a la que se realizará el ensayo con un aporte continuo de oxígeno. De esta forma se consigue aclimatar las poblaciones de microorganismos que forman parte del compost, y operar en unas condiciones óptimas de desarrollo de los mismos. Después del período de incubación se detiene el aporte de aire y se mide el consumo de oxígeno de la población microbiana aclimatada anteriormente. Este consumo se determina mediante un electrodo de oxígeno. En función de la velocidad de consumo de oxígeno se obtendrá finalmente un índice respirométrico estático (**IRE**), que proporciona información del grado de actividad del compost.

Las técnicas respirométricas se pueden utilizar con dos propósitos:

- como parámetro de estabilidad de un material, y
- como parámetro de seguimiento del proceso de compostaje.
- La interpretación del IRE como parámetro de estabilidad se muestra en la tabla 1.1:

Tabla 1.1: Interpretación del índice respirométrico (CCQC, 2001; Adani *et al.*, 2003; Iannotti *et al.*, 1993).

$\frac{\text{IRE } mg O_2 \times g MO^{-1} \times h^{-1}}{\text{Muy estable}} < 0.5$
--

Capítulo 2

Obtención del IRE

Los materiales que conforman el respiómetro son los siguientes:

- baño termostático con cubeta de metacrilato capaz de soportar una temperatura máxima de 60°C. La capacidad del baño es de aproximadamente unos ocho matraces de 500 mL de capacidad,
- matraces de 500 mL acondicionados para realizar la incubación de las muestras,
- tubos y codos de politerano,
- tapones acondicionados tanto para la incubación de las muestras como para el registro del consumo de oxígeno,
- matraz con difusor de aire para la aireación de las muestras,
- sonda de oxígeno y ordenador para la adquisición de datos,
- compresor.

Los análisis respirométricos constan de tres etapas principales:

1. Preparación de la muestra.
2. Incubación de la muestra.
3. Registro del consumo de oxígeno y cálculo del IRE.



Figura 2.1: *Detalle de la red-soporte del material.*

2.1. Preparación de la muestra

En la preparación de la muestra se han de tener en cuenta las siguientes consideraciones:

- La cantidad de muestra ha de ser la mínima suficiente para hacer el ensayo por triplicado o triplicado y para poder determinar la humedad del material. El volumen de muestra para cada uno de los replicados es de aproximadamente 250 mL, aunque puede variar en función de la porosidad y la edad del material.
 - Cualquier tipo de muestra procedente de FORM se ha de tamizar para evitar la posible interferencia de trozos de plástico, vidrios y otros materiales no biodegradables. Si el material es FORM es recomendable tamizar la muestra a 10 mm. Se recomienda tamizar el material en el menor tiempo posible para evitar el enfriamiento de la muestra.
 - El contenido en humedad de la muestra ha de situarse entre el 40-55%. De este modo se asegura que no haya limitaciones de la actividad microbiana al encontrarse el material demasiado húmedo o demasiado seco. Para una determinación rápida y aproximada del contenido en humedad de la muestra se puede utilizar el test del puño (ver apartado 4.1). En los casos que sea necesario se ha de ajustar la humedad en la muestra.
- Una vez preparada la muestra el procedimiento a seguir es el siguiente:
- Talar un matraz erlenmeyer acondicionado para realizar las respirometrías (T). El matraz dispone de una red-soporte en la base como se muestra en la figura 2.1.
 - Pesar para cada réplica un volumen aproximado de compost de 250 mL (Po).

2.2. Incubación de la muestra

El siguiente paso en la obtención del IRE es la incubación de las muestras, donde el objetivo es aclimatar las poblaciones de microorganismos que forman parte del compost, y operar en unas condiciones óptimas de desarrollo de los mismos. La temperatura y el tiempo de duración de la incubación se ha de seleccionar en función del objetivo de la respirometría:

1. Respirometría como parámetro de estabilidad

Temperatura de incubación: 37°C.

Duración incubación: 18 horas.

2. Respirometría como parámetro de seguimiento del proceso:

Temperatura de incubación: temperatura a la que se encuentra el material en el momento de muestreo.

Duración incubación: aproximadamente 4 horas.

En la incubación a la temperatura de proceso hay que considerar que se parte de un material que se encuentra a la misma temperatura a la que se va a realizar la respirometría. Por lo tanto, se prevé que el tiempo necesario para aclimatar la población será inferior que cuando se realiza una respirometría a la temperatura de 37°C. Sin embargo, este tiempo de incubación es necesario ya que durante el tiempo que se tarda en preparar el análisis, sobre todo después de tamizar la muestra, el material puede enfriarse. Por otra parte, el tiempo de incubación, aunque breve, favorece que la muestra esté bien oxigenada justo antes de efectuarse la lectura, además de ser una forma de homogeneizar las condiciones de partida de todas las muestras.

Durante la incubación de las muestras es imprescindible asegurar condiciones aerobias del medio. El aire que se suministra a los recipientes procede de un compresor y el suministro se realiza mediante tubos y codos de poliuretano de 5x8 mm conectados al compresor. El aire se satura de agua antes de llegar a las muestras para evitar su secado. Para saturar el aire se utiliza un difusor de pecera que está colocado dentro de un matraz con agua, tal como se muestra en la figura 2.2. El montaje está diseñado utilizando conectores rápidos que permiten establecer diferentes combinaciones con los tubos, de modo que en cualquier momento se puede modificar el montaje.

Para facilitar la aireación de las muestras y evitar pérdidas de humedad por evaporación se dispone de un tapón, con una entrada y salida de aire, tal como se muestra en la figura 2.3. Además, para mejorar la regulación del caudal de aire y evitar excesos de aire que puedan arrastrar agua, se han incorporado al montaje unos reguladores a la entrada de cada matraz.



Figura 2.2: Matraz con difusor para saturar el aire en humedad y evitar el secado de las muestras.



Figura 2.4: Detalle del baño con la salida de burbujas para controlar la aireación.

Para asegurar una correcta aireación de las muestras es conveniente ajustar la velocidad de aireación a una burbuja por segundo al final del tubo de salida, que se encuentra sumergido en el baño (ver figura 2.4). Este ajuste se realiza a través de las válvulas colocadas en la entrada de cada matraz. Este control asegura una aireación suficiente y aproximadamente uniforme en todos los matraces. No resulta tan necesario ajustar la aireación con exactitud, como asegurar un caudal de aire mínimo que garantice un aporte continuo de oxígeno, y que este caudal no resulte excesivo y pueda enfriar o secar las muestras.



Figura 2.3: Tapón de incubación. Se observa la válvula que regula el caudal de aireación a la entrada del tapón y la conexión para ajustar el tapón de incubación a la red-soporte.

2.3. Registro del consumo de Oxígeno y cálculo del IRE

Una vez finalizado el periodo de incubación se retira el tapón de incubación y se substituye por el tapón con la sonda de oxígeno (ver figura 2.5), para registrar el consumo de oxígeno de la población microbiana de la muestra. Para la medida de oxígeno se utiliza un oxímetro, con electrodo de oxígeno modelo LT Lutron DO-5510 (Lutron Co. Ltd., Taiwan), que incorpora un sensor de temperatura y que mide con precisión el oxígeno disuelto (DO), el oxígeno en el aire (O_2) y la temperatura, y dispone de compensación automática de temperatura de 0 a 50°C. La concentración de oxígeno (%) se registra en intervalos de 15 segundos, durante un período de 90 minutos. El oxímetro dispone de una salida RS 232 PC serial interfaz que permite la adquisición de datos directamente en un ordenador, mediante un cable conectado a los puertos serie de ordenador (COM1, COM2, COM3...). Tanto el registro de datos como el cálculo del IRE se realiza mediante un programa en Java, compatible con cualquier sistema operativo que soporte Java.

Para iniciar el programa se ha de ejecutar el fichero *sonda.dat*. (Consultar el capítulo 3 para ver el orden de las diferentes acciones).

El programa se divide en dos ventanas:



Figura 2.5: Tapón con sonda de oxígeno incorporada para poder realizar medidas de oxígeno dentro del matraz.

1. Ventana Leer Muestras.
2. Ventana Analizar Resultados.

2.3.1. Ventana Leer Muestras

En la figura 2.6 se muestra la ventana de Leer Muestras. Esta ventana está preparada para realizar un ensayo respirométrico de una muestra por triplicado. En cada uno de recuadros que se observa en la figura 2.6 se graficará automáticamente la caída del oxígeno de cada una de las réplicas de la muestra estudiada. El procedimiento es el siguiente:

- Indicar los puertos serie del ordenador (COM1, COM2, COM3...) donde están conectados los oxímetros, en el desplegable de la parte superior de la pantalla. El programa puede adquirir datos como máximo de tres oxímetros a la vez, pero se pueden adquirir datos únicamente de un oxímetro o dos, simplemente al no seleccionar los puertos serie y dejando el desplegable en la opción **-none-**.
- Introducir el nombre de muestra en cada casilla "muestra". Se recomienda usar un nombre identificativo del material tratado, por ejemplo *mesetaA*. En los replicados para una misma muestra se ha de introducir el mismo nombre. Por ejemplo si se tienen dos muestras de la mesetaA y una de la mesetaB proceder tal como se muestra en la figura 2.7.
- Pulsar la tecla **Start** para empezar a adquirir datos.

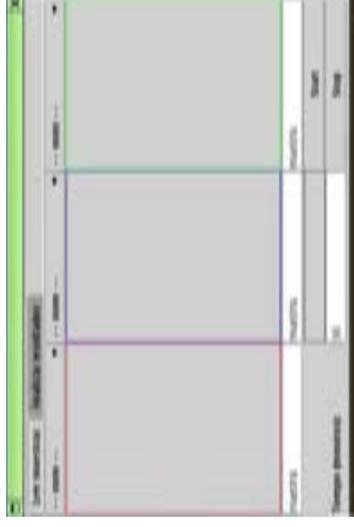


Figura 2.6: Ventana Leer Muestras.

El nombre del fichero donde se guardarán los registros de datos está formado por dos partes: por la palabra introducida en la casilla "muestra", por ejemplo *mesetaA*, más la fecha en la que se efectúa el análisis, en el orden: año, mes y día, *mesetaA-050310*, si se ha realizado el 10 de marzo de 2005. Cada fichero dispone de espacio para almacenar tres registros de tres oxímetros, es decir, de cada muestra se pueden hacer tres replicados. Estos registros se guardarán de forma consecutiva hasta llenar el fichero en un **mismo día**.

En el momento que se pulsa la tecla **Start** se abre un cuadro de diálogo (ver figura 2.7) donde se muestra el nombre del fichero que guardará los datos y la posición donde se guardarán los diferentes registros. La interpretación de este cuadro de diálogo es la siguiente:

- los datos del puerto COM1 se guardarán el fichero *mesetaA-050310* en la posición **(1)**, por lo tanto se guardarán como *mesetaA-050310 (1)*;
- los datos del puerto COM2 se guardarán en el fichero *mesetaA-050310* en la posición **(2)**, *mesetaA-050310 (2)*;
- y los datos del puerto COM3, se guardarán en otro fichero llamado *mesetaB-050310* y como es el primero de esta muestra en la posición **(1)**, *mesetaB-050310 (1)*.

De esta forma, finalizado este registro se pueden volver a registrar nuevos datos dentro de estos ficheros. Por ejemplo, si se introducen los mismo nombres de muestra, *mesetaA*, en el puerto COM1 y COM2, y *mesetaB*

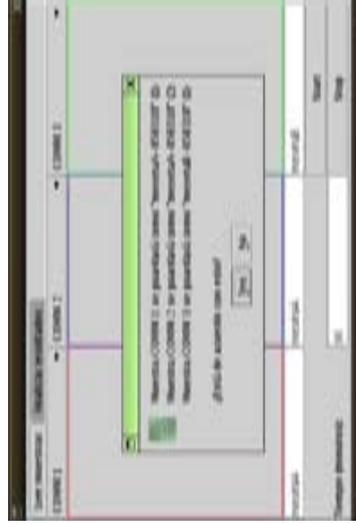


Figura 2.7: Cuadro de diálogo donde se especifica el fichero y la posición donde se guardarán los datos (I).

en el puerto COM3 para un nuevo registro, al pulsar la tecla **Start** se abrirá un cuadro de diálogo (ver figura 2.8) que indicará:

- los datos del puerto COM1 se guardarán el fichero *mesetaA-050310* en la posición (3), ya que la posición (1) y (2) ya se encuentran ocupadas del análisis anterior, por lo tanto se guardarán como *mesetaA-050310 (3)*;
- los datos del puerto COM2 serán **ignorados !!!IMPORTANTE!!!**. Como el fichero *mesetaA-050310* ya tiene las tres posiciones para los registros ocupadas no se pueden guardar más datos, por lo que habría que cambiar el nombre de la muestra;
- y los datos del puerto COM3 se guardarán en el fichero *mesetaB-050310* en la posición (2), *mesetaB-050310 (2)*.

Es importante remarcar que este procedimiento es válido en los datos registrados en el **mismo día**, ya que al cambiar de día el fichero recibirá automáticamente un nuevo nombre, por ejemplo *mesetaA-050311*, por lo que los registros volverán a estar vacíos.

Los ficheros se guardarán automáticamente en *C:/respirometro/datos*.

El registro de datos se realiza durante 90 minutos o hasta que se alcanza una concentración de O₂ inferior al 2%. Al comenzar la adquisición de datos se muestra por pantalla el tiempo que falta (cuenta atrás) para finalizar la lectura de la caída de oxígeno.

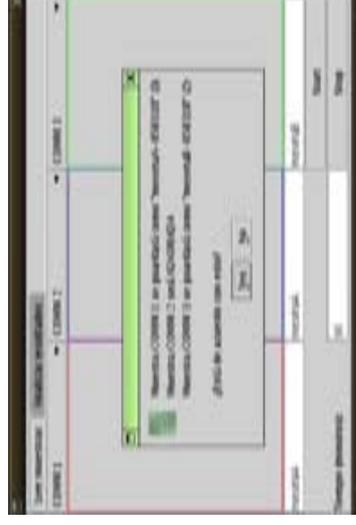


Figura 2.8: Cuadro de diálogo donde se especifica el fichero y la posición donde se guardarán los datos (II).

Una vez finalizado el registro de datos se presiona la tecla **Stop** y automáticamente se guardan los datos en el fichero anteriormente nombrado. Por otra parte, antes de retirar el tapón con el oxímetro incorporado, se ha de marcar el nivel hasta donde llega el tapón en el matraz con un rotulador de vidrio. Tras retirar el tapón, se pesa el matraz (**Pf**) y se llena parcialmente (80%) con agua preferiblemente desionizada y Tween® 20, éste último en una concentración equivalente a 3 gotas por litro. La adición de Tween® 20 evita la formación de burbujas y espuma, a la vez que facilita la adsorción. Seguidamente, se deja reposar la muestra durante aproximadamente 1 hora y se golpea el matraz de vez en cuando con una pieza de goma para forzar la salida del aire que queda retenido en el material. Para finalizar, se acaba de llenar el matraz enrasando a la marca realizada anteriormente y se procede a su pesado (**Ptween**).

2.3.2. Ventana Analizar Resultados

En la figura 2.9 se muestra la ventana de *Analizar Resultados*. Los resultados se analizarán considerando las réplicas realizadas. El procedimiento es el siguiente:

- Pulsar **Abrir** y buscar un archivo de datos anteriormente registrados, por ejemplo el fichero *mesetaA-050310* (ver figura 2.10).
- Rellenar para cada réplica los siguientes campos:

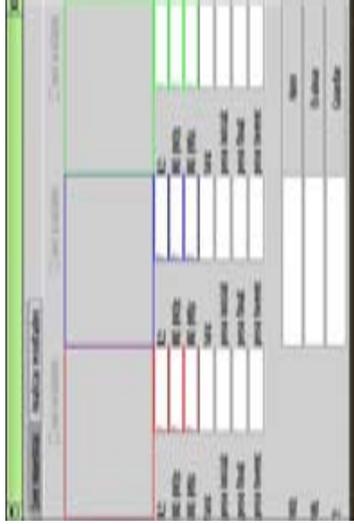


Figura 2.9: Ventana Analizar Resultados.

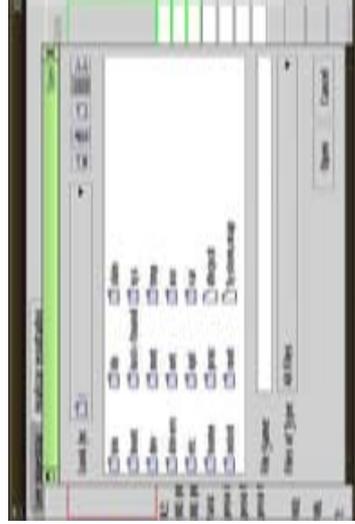


Figura 2.10: Ventana abrir archivo.

- Tara (**T**) (g).
 - peso inicial (**Po**) (g).
 - peso final (**Pf**) (g).
 - peso tween (**Ptween**) (g).
- Además, para réplicas de una misma muestra introducir los siguientes campos comunes:
 - MS = fracción en peso de materia seca de la muestra (g MS/g totales) (ver apartado 4.1).
 - MO = fracción en peso de materia orgánica de la muestra (g MO/MS) (ver apartado 4.2).
 - T = temperatura a la que se realiza el ensayo.

Una vez introducidos los datos de los campos anteriores se procede a calcular el IRE de la siguiente forma:

- Para el cálculo de la velocidad del consumo de oxígeno se selecciona un segmento lineal del gráfico (de **al menos 30 minutos**) para calcular la pendiente. Los puntos iniciales se desestiman, ya que pueden falsear los resultados por problemas de ajustes de la sonda o presiones, así como los últimos, porque la falta de oxígeno puede ser limitante para la población microbiana. Generalmente la velocidad de consumo de oxígeno se mantiene lineal tras los primeros 10-15 minutos. Una vez decidido el intervalo con que se quiere trabajar, seleccionar sobre el gráfico el punto inicial y final de dicho intervalo. La forma de proceder es la siguiente:

- “Clickar” con el ratón el punto inicial y final del segmento escogido para calcular la velocidad de consumo de oxígeno tal como se muestra en la figura 2.11. Con un tercer “click”, el segmento marcado anteriormente desaparece dando lugar a la posibilidad de escoger un nuevo intervalo de puntos.
- Presionar el botón de **Evaluar**.

En este momento, el programa ajusta una recta al segmento lineal escogido. Si no se determina previamente este segmento el **programa calculará automáticamente la recta que mejor se ajuste a todos los valores adquiridos** (exceptuando los valores iniciales que se descartan automáticamente). Una vez el programa ajusta la recta tal como se muestra en la figura 2.12 se mostrarán los valores de los siguientes campos fijos:

- R^2 = Coeficiente de correlación de la recta de regresión.
- IRE (MO) = índice respirométrico estático calculado sobre la materia orgánica de la muestra ($mg O_2 \times g MO^{-1} \times h^{-1}$).

- b) Fijar la temperatura deseada en el termostato del baño.
- c) Colocar el tapón de incubación en cada matraz.
- d) Poner en marcha el compresor y ajustar la aireación de los matraces con los reguladores de caudal.

3. Registro del consumo de oxígeno.

- a) Finalizado el periodo de incubación, se procede a la lectura de la caída de oxígeno. Conectar los cables de adquisición de datos al oxímetro y a sus correspondientes puertos serie en el ordenador (puertos COM1, COM2, COM3...).
- b) Encender el oxímetro presionando la tecla *POWER*. Calibrar el oxímetro tal como se muestra en su manual. Es importante tener en cuenta que el oxímetro se apaga tras 15 minutos de funcionamiento. Para que se mantenga encendido durante toda la adquisición de datos presionar la tecla *RECORD*. Al realizar esta operación se van almacenado datos en la memoria del oxímetro por lo que es necesario realizar de vez en cuando un borrado de la CPU del sistema, tal como se indica en el manual de la sonda. (En caso de obtener datos no coherentes con las lecturas u observar que el oxímetro no responde, actuar de la misma manera. Para cambiar las membranas de las sondas y solucionar otros problemas con el oxímetro consultar su manual).
- c) Ejecutar el fichero *sonda.dat*.
- d) En la ventana *Leer Muestras* seleccionar los puertos serie, desplegando las pestañas en la parte superior de la pantalla para cada una de las réplicas.
- e) Rellenar los campos "muestra", con el mismo nombre para réplicas de una misma muestra, o con nombres diferentes si se trata de muestras diferentes (ver apartado 2.3.1).
- f) Retirar los tapones de incubación de los matraces que han estado incubando.
- g) Pulsar la tecla **Start**; aceptar el comando que sale por pantalla con el nombre del fichero y la posición donde se guardarán los datos y en ese preciso momento introducir el tapón con la sonda de oxígeno, ya que comenzarán a adquirirse los datos.
- h) Realizar la adquisición de datos durante 90 minutos (tiempo recomendado) o hasta que el oxígeno esté por debajo del 2%.
- i) Para finalizar pulsar la tecla **Stop**. (Pasados 90 minutos el programa se apagará por defecto). Los datos se guardan automáticamente en el fichero.
- j) Presionar la tecla *Stop* para apagar el oxímetro.

4. Cálculo del IRE.

Capítulo 3

Resumen del procedimiento

De forma resumida, los pasos a seguir para efectuar una respirometría son los siguientes:

1. Preparación muestra.

- a) Preparar la muestra: tamizar y ajustar el contenido en humedad en los casos en que sea necesario.
- b) Coger muestra para calcular el contenido de materia seca (MS). Posteriormente (pasadas 24 horas) determinar el contenido en materia orgánica (MO) sobre la misma muestra (ver protocolos en los apartados 4.1 y 4.2).
- c) El ensayo se ha de realizar por duplicado o triplicado. Tarar una matraz erlenmeyer acondicionado para realizar las respirometrías para cada una de las réplicas (**T**).
- d) Pesar un volumen aproximado de compost de 250 mL en cada matraz (**Po**).

2. Incubación de la muestra.

- 1) Respirometría como parámetro de estabilidad
 Escoger la temperatura y el tiempo en función del objetivo de la respirometría (ver apartado 2.2).
Temperatura de incubación: 37°C.
Duración incubación: 18 horas.
- 2) Respirometría como parámetro de seguimiento del proceso:
Temperatura de incubación: temperatura a la que se encuentra el material en el momento de muestreo.
Duración incubación: aproximadamente 4 horas.

- a) Marcar con un rotulador de vidrio los niveles hasta donde llegan los tapones dentro de los matraces y retirarlos posteriormente.
- b) Pesar el matraz (**Pf**).
- c) Llenar parcialmente (80%) el matraz con agua desionizada con Tween®20.
- d) Dejar reposar la muestra durante aproximadamente 1 hora y golpear de vez en cuando con una pieza de goma para forzar la salida del aire que queda retenido en el material.
- e) Acabar de llenar el matraz enrasando a la marca realizada anteriormente y proceder a su pesado (**Ptween**).
- f) Abrir la Ventana *Analizar Resultados*.
- g) Pulsar la tecla **Abrir** y buscar el fichero por defecto en **C:/respirometro/datos**
- h) Rellenar para cada réplica los siguientes campos:
- 1) tara (**T**).
 - 2) peso inicial (**Po**).
 - 3) peso final (**Pf**).
 - 4) peso tween (**Ptween**).
- i) Rellenar los siguientes campos comunes para las réplicas:
- 1) MO (porcentaje de materia orgánica de la muestra %**MO**).
 - 2) MS (porcentaje de materia seca de la muestra %**MS**).
 - 3) T (temperatura a la que se realiza el análisis **T**).
- j) Seleccionar con un "click" el punto inicial del segmento escogido para ajustar la recta. Con un segundo "click" seleccionar el punto final. Con un tercer "click" el segmento marcado desaparece y se puede volver a escoger un nuevo segmento.
- k) Presionar el botón **Evaluar**.
- l) El programa dibuja la recta de regresión y muestra los valores de los siguientes campos fijos:
- 1) R^2 = Coeficiente de correlación de la recta de regresión.
 - 2) IRE (MO) = índice respirométrico estático calculado sobre la materia orgánica de la muestra
($mg O_2 \times g MO^{-1} \times h^{-1}$).
 - 3) IRE (MS) = índice respirométrico estático calculado sobre la materia seca de la muestra ($mg O_2 \times g MS^{-1} \times h^{-1}$).
 - 4) Tiempo de lectura de la caída de oxígeno en minutos (en la parte inferior de cada gráfica).

- m) Al mismo tiempo por pantalla aparecerá un cuadro de diálogo donde se indica el IRE (MO) medio de las réplicas y la desviación estándar de los valores. En caso de querer desestimar alguna de las muestras, o de tener menos de tres réplicas, sólo es necesario desactivar la casilla que se encuentra en la parte superior de cada gráfica.
- n) Para finalizar, pulsar **Guardar**.

Para estimar la humedad de una muestra de forma rápida y aproximada se puede utilizar el **test de puño**. Este método consiste en coger una muestra de compost con la mano y presionarla cerrando el puño. Si rezuma agua, la muestra está demasiado húmeda. Si al abrir la mano la muestra se deshace, está demasiado seca. En la figura 4.1 se observan las diferentes formas de interpretar la humedad del material mediante este ensayo.



Figura 4.1: Test del puño. De izquierda a derecha: material seco; material con la humedad adecuada; material demasiado húmedo.

4.2. Materia Orgánica (MO)

La determinación del porcentaje de materia orgánica se realiza por gravimetría indirecta en la que se mide la pérdida de peso a causa de la combustión de la materia orgánica, a temperaturas entre 470 y 560°C. La determinación de estos parámetros se realiza por duplicado.

Procedimiento

- Introducir las cápsulas de porcelana (de 20 mL de capacidad) en la mufla a 550 °C durante media hora. Transcurrido este tiempo, sacar y dejar enfriar sobre una superficie adecuada durante unos minutos. A continuación, introducir las en el desecador y dejar que se enfríen completamente antes de tararlas (**T**).
- Pesar en una balanza analítica (con precisión ± 0.0001 g) aproximadamente 1.5 g de muestra seca y molida dentro de la cápsula de porcelana previamente tarada (**P0**).
- Introducir la muestra en la mufla y realizar una rampa de temperatura hasta 550°C. Permitir la combustión de la muestra a 550°C durante 2h y entonces lentamente disminuir la temperatura a 200°C.
- Retirar las muestras de cenizas de la mufla, dejarlas enfriar brevemente sobre una superficie adecuada e introducir las en el desecador. Cuando se extraen, se dejan enfriar. Una vez completamente frías, se pesan con precisión (± 0.0001 g) (**Pf**).

Capítulo 4

Métodos analíticos

4.1. Contenido en humedad y materia seca

Estos parámetros se determinan tradicionalmente por secado de la muestra a 105°C durante un periodo de 18-24 horas. La determinación de ambos parámetros se realiza por triplicado en materiales heterogéneos, o por duplicado en el caso de materiales más homogéneos como lodos deshidratados.

Procedimiento

- Pesar en un recipiente seco previamente tarado (**T**) en una balanza de precisión (± 0.01 g) la muestra húmeda (**P0**).
- Secar la muestra en la estufa a 105°C al menos 18 horas. Secar la muestra de la estufa, dejar enfriar en el desecador y pesar (**Pf**).
- Posteriormente, se vuelve a introducir en la estufa 2 horas más y se comprueba la constancia del peso procediendo igual que en el punto anterior.
- Determinar el porcentaje en humedad (**%H**) y el porcentaje en materia seca (**%MS**) según la ecuación 4.1 y 4.2 respectivamente.

$$\%H = \frac{(P0 - Pf)}{(P0 - T)} \times 100 \quad (4.1)$$

$$\%MS = 100 - \%H \quad (4.2)$$

- Determinar la cantidad de materia orgánica (%MO) de la muestra según indican la ecuación 4.3:

$$\%MO = \frac{(P_0 - Pf)}{(P_0 - T)} \times 100 \quad (4.3)$$

Bibliografía

- Adani, F., G. Gigliotti, F. Valentini, and R. Laraia, 2003, Compost Science & Utilization **11**(2), 144.
- CCQC, 2001, *California Compost Quality Council. Compost Maturity Index*, Technical Report, URL <http://www.ccqc.org>.
- Iannotti, D. A., T. Pang, B. L. Toth, D. L. Elwell, H. M. Keener, and H. A. J. Hoiink, 1993, Compost Science & Utilization **1**(3), 52.

ANEXO II. PUBLICACIONES

The use of respiration indices in the composting process: a review

Respiration is directly related to the metabolic activity of a microbial population. Micro-organisms respire at higher rates in the presence of large amounts of bioavailable organic matter while respiration rate is slower if this type of material is scarce. In the composting process respiration activity has become an important parameter for the determination of the stability of compost. It is also used for the monitoring of the composting process and it is considered an important factor for the estimation of the maturity of the material. A wide range of respirometric protocols has been reported based either on CO₂ production, O₂ uptake or release of heat. The most common methods are those based on O₂ uptake. Respirometric assays are affected by a number of parameters including temperature, humidity, and both incubation and pre-incubation conditions. Results from respirometries are generally expressed as 'respiration indices', most of them with their own units and basis. In consequence, some confusion exists when referring and comparing respiration indices. This is particularly important because current and future legislations define and measure the biological stability of waste on the basis of respiration activity of the material. This paper discusses and compares most common respiration indices currently used.

Raquel Barrena Gómez
Felicitas Vázquez Lima

Escola Universitària Politècnica del Medi Ambient, Universitat Autònoma de Barcelona, Barcelona, Spain

Antoni Sánchez Ferrer

Departament d'Enginyeria Química, Escola Tècnica Superior d'Enginyeries, Universitat Autònoma de Barcelona, Barcelona, Spain

Keywords: Compost stability, compost maturity, organic solid waste, respiration index, respirometry, wmr 906–6

Corresponding author: Felicitas Vázquez Lima, GIRO-Centre Tecnològic, Rambla Pompeu Fabra 1, 08100 Mollet del Vallès (Barcelona), Spain.

Fax: 34-93-579-6785;

e-mail: f.vazquezl@gmail.com

DOI: 10.1177/0734242X06062385

Received 7 September 2005; accepted in revised form 20 November 2005

Figure 2 appears in colour online: <http://wmr.sagepub.com>

Introduction

Composting is a natural aerobic process by which micro-organisms transform putrescible organic matter into CO₂, H₂O and complex metastable compounds (e.g. humic substances). The final product, the compost, is a stable, sanitized and humus-like material.

Maturity and stability are important parameters for compost quality assessment. Maturity is a general term describing the fitness of a compost for a particular end use (Brewer & Sullivan 2001). It is commonly associated with plant-growth potential or phytotoxicity (Iannotti *et al.* 1993). Mature composts are ready to use; they contain negligible or acceptable concentrations of phytotoxic compounds such as NH₃ or short-chain organic acids (Brewer & Sullivan 2003).

Stability can be defined as the extent to which readily biodegradable material has decomposed. A material is considered unstable if it contains a high proportion of biodegradable matter that may sustain high microbial activity. If the material contains mainly recalcitrant or humus-like matter, it is not able to sustain microbial activity and therefore, it is considered stable. Stability is not only an important compost quality characteristic but it can also be used for process performance monitoring and comparative evaluation of different composting systems (Lasaridi & Stentiford 1998).

Respiration can be considered as a general measure of the microbial activity. It can provide a reliable, repeatable and sci-

entifically sound assessment of microbial activity. For this reason, respirometry (CO_2 evolution rate and/or O_2 uptake rate) has been widely used to evaluate microbial activity and therefore, stability of a compost sample. Different respiration indices, obtained from different respirometry techniques, are currently used to determine the level of microbial activity in a sample of compost as determined by a respiration test. In general, a respiration index (RI) can be defined as the rate of O_2 uptake or CO_2 evolution of a sample under specific conditions. All indices use their own units and nomenclature. Furthermore, some of them have a threshold value, below which will determine if a compost is stable or not. This has produced a certain degree of confusion when referring to respirometric techniques and stability limits.

On this basis, the objective of this paper is to review and discuss the different respirometric techniques currently available and the different stability limits that have been proposed based on respiration indices. A detailed description of the analytical procedures used in the respiration measurements is also presented.

Methods for determining respirometric activity

As mentioned above, respirometric activity of a material can be directly determined either from the O_2 uptake or the CO_2 production. It can also be indirectly estimated from the released heat during the process. Figure 1 shows a general diagram of

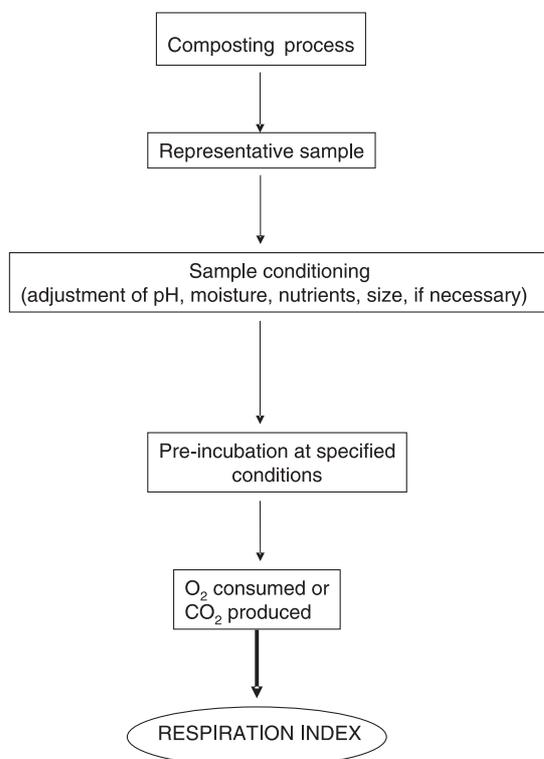


Fig. 1: General diagram of the procedure to obtain the respiration index of a compost sample.

the general procedure to obtain the respiration index of a compost sample. The following methods have been described for the determination of the respirometric activity.

Self-heating test

This method measures the temperature increase due to the heat released from the biological and chemical activity of a compost sample. It is a handy and suitable method for everyday operations. It is simple to implement and results are easy to understand. It is widely used in Europe and North America (Brinton *et al.* 1995, ADAS 2003). However, it could be argued that this test cannot be directly correlated to respiration since many chemical and biochemical reactions not related to respiration are also exothermal. Moreover, biomass heating is also influenced by other factors such as porosity or moisture content. Nevertheless, Koenig & Bari (2000) indirectly determined the respirometric activity of a compost sample from results obtained in a self-heating test using a bioenergy approach to estimate the heat generated along the process. The maximum respirometric activity was obtained on the basis that the generation of 14 000 J of biological heat consumes 1 g of O_2 .

Methods based on CO_2 production

These methods are widely used in commercial laboratories. Their equipment is generally very simple and easy to use. CO_2 production is directly correlated with the aerobic respiration. Among the most commonly used are those that use alkaline traps to fix the CO_2 . These methods include the commercial kit Solvita[®], widely used for the determination of the respirometric activity and ammonia production of volumetric compost samples. There are also more complex methods based on colorimetric techniques and gas chromatography. More sophisticated methods such as microtitre plate methods (Biolog) have also been reported for the monitoring of CO_2 evolution (Campbell *et al.* 2003). Many authors have proposed new versions and modifications of the original methods (California Compost Quality Council CCQC 2001, Brewer & Sullivan 2003). The main disadvantage of these methods is that they are unable to distinguish between CO_2 produced aerobically from that produced anaerobically. Moreover, these methods assume that the CO_2/O_2 ratio is always 1. However, it can vary depending on the oxidation degree of the organic carbon. On this basis, some authors argue that they cannot be used to estimate the RI of a material (Lasaridi & Stentiford 1998). Conversely, it has been indicated that if the assay is carried out under controlled aerobic conditions, all CO_2 will be produced under aerobic respiration (ADAS 2003). However, monitoring of CO_2 evolution presents two major drawbacks: (1) the solubility of CO_2 in aqueous solutions; and (2) this solubility is pH-dependent. This is particularly important when com-

paring respiration activities of different residues since their pH can vary over a wide range. For instance, the pH of organic fraction of municipal solid wastes is often near acidic conditions (5.5–6.5), whereas pH of sewage sludge is in the alkaline range (7.5–8.5) (Gea *et al.* 2004). Since the pKa of CO₂ is 6.37, a difference of 2–3 units in the pH of two different residues may not permit a comparison between respiration indices obtained measuring CO₂ production.

Methods based on O₂ uptake

They are the most accepted methods for the determination of the biological activity of a material (Iannotti *et al.* 1994, Adani *et al.* 2001, 2003, Gea *et al.* 2004, Barrena *et al.* 2005). Respirometries provide accurate information on the activity of a compost sample. Their main disadvantage is that they need more specific instrumentation and more skilled labour. Furthermore, the equipment needs constant maintenance and frequent calibration. Different commercial equipments are currently available (Costech, Oxytop, Micro-Oxymax, etc.); however, they are expensive and troublesome. The rate of O₂ uptake can be quantitatively measured using manometric or electrolytic respirometers, by measuring changes in O₂ concentrations with gas chromatography or O₂ electrodes. O₂ can

be measured either directly or as dissolved O₂ in aqueous suspensions. The expression of the RI and the assay conditions depend on the method used for its determination. This will be reviewed in detail later on this paper.

Methods based on O₂ uptake rate have been classified into two different classes: statics and dynamics (Adani *et al.* 2001). Dynamic methods are those where a continuous supply of air is used throughout the assay minimizing thus O₂ diffusion limitations. This is particularly important since it is well known that biological reactions that take place within solid substrates are often limited by the O₂ transfer rate (Paletski & Young 1995). Several authors have described the use of dynamic methods (Paletski & Young 1995, Scaglia *et al.* 2000, Adani *et al.* 2002a, Gea *et al.* 2004). Static methods do not include a continuous O₂ supply during the assay. They can be performed either with solid or liquid samples (Pressel & Bidlingmaier 1981, Usui *et al.* 1983, Wilson & Dalmat 1986, Haug & Ellsworth 1991, Iannotti *et al.* 1993, Lasaridi & Stentiford, 1998).

Table 1 summarizes the characteristics of the main respirometry methods including the type of respirometry, assay conditions and nomenclature used. A brief description of some of them is given below.

Table 1: Comparison between most commonly used respiration indices bases on O₂ uptake.

Index	Name	Reference	Type	Sample				Assay conditions	
				State	Weight	Sieving	Moisture	Time	Temperature
O ₂ uptake	O ₂ uptake	Iannotti <i>et al.</i> 1993	Static	Solid	60 g	< 9.5 mm	50–55% w/w	16 h incubation + 1 h assay	37°C
SOUR	Specific O ₂ uptake rate	Lasaridi & Stentiford 1998	Static	Liquid	3–8 g	< 9.5 mm	In suspension	5–6 h	30°C
OD ₂₀	Cumulative O ₂ uptake in 20 h	Lasaridi & Stentiford 1998	Static	Liquid	3–8 g	< 9.5 mm	In suspension	20 h	30°C
DSOUR	SOUR in solid sample	Lasaridi & Stentiford 1998	Static	Solid	3–8 g	< 9.5 mm		20 h	30°C
DRI	Dynamic respiration index	Adani <i>et al.</i> 2001	Dynamic	Solid	From few grams up to industrial scale	< 50 mm if necessary	Adjustment to 750 g kg ⁻¹ water holding capacity	53 h as mean 4 days maximum	Process
SRI	Static respiration index	Adani <i>et al.</i> 2001	Static	Solid	From few grams up to industrial scale	< 50 mm if necessary	Adjustment to 750 g kg ⁻¹ water holding capacity	3 h	Process
RDRI	Real DRI	Adani <i>et al.</i> 2001	Dynamic	Solid	From few grams up to industrial scale	< 50 mm if necessary	No adjustment	53 h	Process
PDRI	Potential DRI	Adani <i>et al.</i> 2001	Dynamic	Solid	From few grams up to industrial scale	< 50 mm if necessary	Optimal moisture	53 h	Process
AT ₄ Sapromat	Respiration activity at 4 days	Binner & Zach 1998	Static	Solid	50 g	< 10 mm	Saturation	4 days	20°C
RI _T	O ₂ uptake	Barrena <i>et al.</i> 2005	Static	Solid	250 mL	< 10 mm	40–55%	4 h incubation + 1.5 h assay	Process
RI ₃₇		Barrena <i>et al.</i> 2005	Static	Solid	250 mL	< 10 mm	40–55%	18 h incubation + 1.5 h assay	37°C

The static respirometry proposed by Iannotti *et al.* (1993), measures changes in O₂ concentration in the head space of a closed flask containing a moist compost sample of known volume and mass, at known temperature and barometric pressure. The decline in O₂ concentration over time is monitored with an O₂ electrode.

In the DiProVe method proposed by Adani *et al.* (2001), the 'dynamic respiration index' (DRI) is determined measuring the difference in O₂ concentration (mL L⁻¹) between the inlet and outlet of an air flow passing throughout a compost reactor. The DRI is calculated from the average of 12 measurements taken every 2 h, representing 24 h of the maximum activity during 4 days. According to the assay conditions, authors distinguish between a real dynamic respiration index (RDRI) carried out with no moisture adjustment of the sample and a potential dynamic respiration index (PDRI) for samples adjusted to optimal moisture. The static respiration index (SRI) can also be estimated in the same reactor. For this case, aeration is stopped and an O₂ electrode is placed in the headspace on top of the solid material. O₂ uptake rate is calculated from the decline in O₂ concentration. Readings are made every 5 min during 3 h. SRI is calculated according to Iannotti *et al.* (1993) requiring also the measurement of the free air space (FAS). Since all measures are obtained in an adiabatic reactor respirometries are then recorded at the process temperature of the material at the moment of the assay.

A protocol based on the biological oxygen demand (BOD), method customarily used in wastewater treatment has also been suggested (Lasaridi & Stentiford 1998). Two indices are obtained: the specific oxygen uptake rate (SOUR) and the cumulative oxygen demand in 20 h (OD₂₀). For the SOUR determination a dissolved O₂ probe is used to measure changes in O₂ concentration of a sample suspended in water under optimal conditions for microbial activity and O₂ uptake at a temperature of 30°C. The OD₂₀ is calculated from the integration of the oxygen uptake curve from 0 to 20 h. The two methods can be used to determine the stability of a compost sample. However, SOUR determination is faster (Chica *et al.* 2003). Furthermore, it only needs a single reading from the curve O₂ concentration over time whereas the OD₂₀ requires a graphical integration. The specific oxygen uptake rate for a solid sample (DSOUR) is calculated as described by Iannotti *et al.* (1993), but in this case the assay is performed at 30°C for its comparison with SOUR results.

In Europe, the respiration activity after 4 days (AT₄) and the DRI are recommended in the Second Draft of the Working Document on the Biological Treatment of Biowaste as parameters for the estimation of the stability of compost (European Union 2001). This working document was supposed to be included in a new Directive on Compost. However, the European Commission abandoned this initiative

very recently (European Compost Network 2005). Nevertheless, this document is widely used as guidelines in the design of treatment plants all over Europe.

Meanwhile other official bodies (US Department of Agriculture and US Composting Council 2001) recommend the use of the static respirometer proposed by Iannotti *et al.* (1993), for the determination of compost stability.

Moreover, another significant impeding use of respiration indices will be the assessment the degree of biological stability of end-products from combined mechanical biological waste processing plants (MBT) (Adani *et al.* 2002b, 2004). This is important since European legislation states that only stabilized waste can be disposed in landfill according to the Landfill Directive (European Union 1999).

Comparison between the different respirometric methods

Several studies have compared the different respirometric techniques both among themselves and with other protocols used either for the monitoring of the composting process or for the evaluation of the stability of the end product. These studies include the following.

- Koenig & Bari (2000) compared the self-heating test with a respirometry based on O₂ consumption. They concluded that the former is a simpler, cheaper and more suitable method than the latter. Furthermore, as self-heating tests use a higher amount of sample (1.5 L) the results are more representative of the process.
- Lasaridi *et al.* (2000) indicated that during the first stages of the composting process, the self-heating test is not accurate enough. Therefore, they suggest that during the first 2–3 weeks of the process, respirometries are more useful for monitoring it. However, the self-heating test, in conjunction with germination tests, is more appropriate for the determination of the stability/maturity of the end product.
- Brinton (2001) also compared the information provided by the self-heating test with that from respirometries. The author argues that the former gives more comprehensive information about the composting process but respirometries include a larger number of factors related to the composting process. Moreover, it is considered that the self-heating test is not able to distinguish between different curing stages during the late stages of the process. This information is particularly important when the final product is intended for land application. The author also emphasizes that a single method should not be used.
- Butler *et al.* (2001) indicated that the self-heating test is more appropriate for the monitoring of the process and the determination of the stability of the material than the

Table 2: Relationship between CO₂ techniques and self-heating test, adapted from Brinton *et al.* (1995) and Körner *et al.* (2003).

CO ₂ production mg CO ₂ -C g ⁻¹ C	Respiration rate	Self-heating grade equivalent	O ₂ consumption mg O ₂ g ⁻¹ dry matter	Material status
0–2	very slow	V	≤ 20	stable
2–8	moderately slow	IV–III	30–20	stable
8–15	medium	II–I	50–30	fresh
15–25	medium – high	I	80–50	fresh
> 25	high	I	> 80	raw

respirometric techniques. They observed that respirometric values obtained from day 29 of the process did not change; however, the self-heating values varied until day 57.

- Brewer & Sullivan (2003) compared different respirometry methods: self-heating test, colorimetric CO₂ (Solvita®), alkaline trap and the CO₂ evolution via a Dräger tube method. According to these authors, all methods provided similar information; however, they consider that the self-heating test took substantially longer to provide such information.
- Brinton *et al.* (1995) proposed a standardized protocol for the self-heating test. They also found a correlation between this test and the production of CO₂. This equivalency is shown in Table 2. This table shows that this test is unable to distinguish between active and very active samples.
- Lasaridi *et al.* (2000) consider that respirometries based on O₂ uptake are the best method for the evaluation of microbial activity during the composting process.
- The CCQC (2001) compared different respirometry techniques and concluded that measurement of O₂ uptake took longer and required more control and more sophisticated equipment than methods based on the measurement of CO₂ evolution.
- Adani *et al.* (2002a) agree with Haug (1986) in indicating that methods based on the monitoring of O₂ uptake are better than those that monitor the production of CO₂, since O₂ uptake is directly related to the oxidation of organic matter. It is argued that in the case of CO₂ production, oxidation of organic matter not related to microbial respiration, may interfere with the measurement. Methods based on O₂ are not affected by this interference. Nevertheless no practical comparison has been reported so far on the monitoring of composting following O₂ uptake and CO₂ evolution.
- According to ADAS Consulting Ltd. (2003), the composting process is better monitored by a combination of the self-heating test and respirometries based on O₂ uptake. It is also mentioned that there are no references regarding the use of CO₂ measurements for the monitoring of the process although they are very useful for the determination of the stability of the material.

- Palestski & Young (1995) consider that respirometries based on O₂ uptake are the best method for the determination of the stability of a compost sample since they directly provide information about the metabolic activity of the aerobic microbial population.

From these studies, it can be seen that at present, there is no general consensus on the use of a common respirometric technique.

Comparison amongst methods based on O₂ uptake

In static solid methods, the potential O₂ uptake rate is underestimated. The actual O₂ uptake rate is lower than in dynamic and/or soluble methods, and it is the actual O₂ uptake rate that is measured. Methods using liquid suspensions do not have these problems as the sample is continuously stirred, and so in the determination of SOUR there are no O₂ transfer limitations as with solid samples. The results obtained with liquid samples are also more reproducible since for solid samples they depend on the material structure and moisture. A liquid suspension obviates limitations related to the structure and moisture of the sample and O₂ transfer limitations.

Nevertheless, liquid respirometries are limited by the small quantity of sample used for the assay (3–8 g). Samples from the organic fraction of municipal solid wastes are highly heterogeneous mainly during the early stages of the composting process. Therefore, larger samples are required to improve their representation of the waste stream.

The length of the assays can also vary. Dynamic respirometries can be either carried out on-line (Gea *et al.* 2004) or measured within 2 days (Adani *et al.* 2003). On the other hand, static assays usually last up to 2 days.

The main advantage of the DRI is that the assay is carried out under conditions similar to those of real scale. However, a more important advantage of DRI is that it may be used in production scale composters for the determination of the respiration index on-line, although no reference to this use has been reported so far. On the contrary, one of the main disadvantages of the SOUR index is that it does not really represent the actual conditions of the material. SOUR measurements are made in aqueous suspension where O₂ transfer limitations

are avoided. However, composting does not take place in aqueous suspension and so transfer phenomena occurring during the process are different.

The SOUR index was compared with the DSOUR dry index (Lasaridi *et al.* 2000) for the monitoring of a composting process. The results showed that both indices were fairly similar during the curing stage. The correlation coefficient between the two parameters was 0.94 with a 0.01 significance level indicating a good correlation between them. However, the DSOUR values were somewhat erratic during the initial thermophilic stage; therefore, they could not clearly represent this phase. This could be attributed to experimental errors to which the DSOUR test is more susceptible, and to the inherent limitations of respirometric tests using solid samples.

Adani *et al.* (2003) compared three different methods with the aim of finding their similarities. Two of the methods used solid samples, one in static conditions (SRI) and the other under dynamic conditions (DRI), whereas the third was carried out in liquid samples (SOUR). The results indicated that there was a good correlation among them and all could be used to describe the biological stability of the samples. However, they were affected by different factors that in some cases could influence the results. For instance, it seems that soluble organic matter content might affect the SOUR index. Hence, depending on the material, stability values estimated using this method may be different from those obtained with methods using solid samples. The authors recommend more research on the relationship between SOUR and soluble organic matter. When the SRI and DRI were compared it was shown that former were lower. This is probably because of mass transfer limitations in O₂ diffusion in static methods whereas the continuous supply of O₂ in dynamic methods prevents these limitations. Another possible drawback of the static method is the systematic error when measuring the FAS of the sample. This is because accurate measurement of FAS is complicated. The equipment is generally expensive and complicated to use (Oppenheimer *et al.* 1997, Agnew *et al.* 2003). Nevertheless, stability values obtained with the three methods are reliable.

DRI, SRI and respiratory quotient (RQ) have been used for the monitoring of the composting of different materials (Gea *et al.* 2004). RQ is the ratio between CO₂ produced and O₂ consumed. It is assumed that under aerobic conditions, the RQ value is close to one although it depends on the biochemical composition of the material (Atkinson & Mavituna 1983). The results indicated that DRI values were the most reliable to evaluate the microbial activity in the process. SRI was evaluated at 37°C and at the process temperature. It was found that during the first stages of the process SRI at 37°C were significantly lower than DRI probably due to O₂ diffusion limitations whereas at latter stages both DRI and SRI were

similar. The RQ did not show any significant change throughout the process.

Other studies have shown that the SOUR index is a good indicator of the stability of the material (Lasaridi & Stentiford 1998). However, it cannot be used for the monitoring of the first stages of the process. Conversely, SRI and DRI are useful for both stability determination and monitoring of the process.

Equipment required for the determination of SRI described by Iannotti *et al.* (1993) and the US Department of Agriculture and US Composting Council (2001) is cheaper and easier to use than that required for the SRI and DRI determination proposed by Adani *et al.* (2003). Respiration indices obtained at conditions closer to the actual process conditions are more realistic than those obtained at less representative conditions such as SOUR.

Operative conditions for respirometry techniques

Respirometries should be done under conditions that allow the optimum development of micro-organisms.

Respirometries can be used to determine the biological activity in a sample if the assay is performed under optimal and controlled conditions (Adani *et al.* 2001). A respirometry assay requires optimal moisture content, oxygen content, appropriate temperature and, a nutrient balance that favours microbial activity.

Microbial activity in a compost process and – by consequence – in a respirometry assay, is affected by many different factors such as moisture content and temperature of the sample, microbial population, nutrients equilibrium, or occurrence of toxic compounds.

Moisture content

For many authors (US Department of Agriculture and US Composting Council 2001, ADAS 2003, Adani *et al.* 2003) this is the most influential parameter in a respirometry assay. Palentski & Young (1995) have shown that O₂ uptake is directly related to the moisture content of a solid matrix. Reliable results require a sample with an optimal moisture content since microbial activity can be limited either in too wet samples (anaerobic conditions are favoured) or too dry (lower potential microbial activity). In general, compost samples with moisture below 35% on a wet weigh basis, will be biologically dormant and in consequence its respiration index will be falsely low.

Some debate exists on the way moisture content is expressed, according to the US Department of Agriculture and US Composting Council (2001) it should be referred to the water-holding capacity of the material rather than based upon its total wet weight. For instance, samples with high bulk density

(0.75 kg m^{-3}) and low organic matter content are generally over-saturated at moisture contents between 40 and 50%. Conversely, samples with low bulk density and very high water-holding capacity may be too dry at these moisture levels. However, it has also been pointed out (US Department of Agriculture and US Composting Council 2001) that appropriate moisture content should be between 70 and 85% of water-holding capacity which, for most samples, corresponds to 40–50% moisture (wet weight basis). Moreover, over-moist samples, tightly packed in a sealed container may reach an anaerobic state that is unrepresentative of the sample source and therefore would not be suitable for respirometry analysis.

Temperature influence on microbial population

Temperature is considered a critical parameter for the determination of respiration indices since biological activity is a function of temperature (Iannotti *et al.* 1993, Lasaridi *et al.* 2000, ADAS 2003, Mari *et al.* 2003, Liang *et al.* 2003, Cronjé *et al.* 2004).

There is no agreement about an optimal temperature range for the respirometry assays. Most of them are performed at a standard temperature, normally set between 30 and 37°C (Pressel & Bidlingmaier 1981, Iannotti *et al.* 1993, Paletski & Young 1995, Lasaridi & Stentiford 1998). American procedures generally use 35°C as standard temperature, whereas in other countries a temperature of 30°C is used (Stentiford 2002). It is considered that respirometries carried out at these temperatures are a good indicator of the metabolic potential of the sample once the compost is incorporated into the soil.

Stentiford (2002) carried out respirometries at 30°C and argued that working at higher temperatures, for instance 35°C, produced higher uptakes. The author proposes an equation to convert the SOUR obtained at 30°C to any given temperature based on empirical data

$$\text{SOUR}_T = \text{SOUR}_{30} \Theta^{(T-30)} \quad (1)$$

Meanwhile, Cronjé *et al.* (2003) have related *OUR* to the process temperature according to

$$\text{OUR} = 0.11 \times 1.066^T \quad (2)$$

where *OUR* is based on the volatile solid (VS) content at temperature *T*, expressed in centigrade degrees, and expressed in $\text{g O}_2 \text{ kg}^{-1} \text{ VS h}^{-1}$.

Mari *et al.* (2003) used a 'thermogradient' respirometer to carry out respirometries at different temperatures. They concluded that assays at 35°C are good indicators of the metabolic potential of the compost. However, assays at 48.5°C were better indicators of the respiration activity occurring *in situ*.

Another advantage of carrying out respirometries at working temperature when in the thermophilic stage is that nitrifying bacteria are inhibited. Haug & Ellsworth (1991) working with suspended samples, recommended a temperature of 45°C to avoid the effect of nitrifying bacteria; otherwise they suggest the use of nitrifying inhibitors.

The influence of temperature on SRI has also been studied by Barrena *et al.* (2005) using sludge. SRI indices of composting samples were determined at 37°C and at process temperature at sampling. The results indicated that both indices correlated well with the temperature profile in the composter. The SRI values at process temperature were more representative of the metabolic activity in the composter and more sensitive to temperature and composition variations of the composting material; however, they could not indicate the stability of the material at later stages of the process. Therefore, the SRI values at process temperature are more useful for the monitoring of the process whereas the SRI at 37°C are more suitable for the determination of the stability of the material.

Pre-incubation requirements

When samples are moistened either because their moisture content is very low or because they have been previously dried, a pre-incubation is required to restore the metabolic equilibrium of the population. However, no uniform criteria exist about the conditions under which this should be carried out. The US Department of Agriculture and US Composting Council (2001) recommend adjusting the moisture content directly in the pile or reactor. However, in cases where this is not possible, a 24-h pre-incubation is proposed at the specified temperature of the assay. Some samples may require up to 3 days of pre-incubation at temperatures between 25 and 28°C. Iannotti *et al.* (1993) emphasized the importance of using an appropriate temperature and thus avoiding a thermal shock for thermophilic micro-organisms. In consequence, samples should be incubated prior to the assays at the corresponding temperature. Recommended incubation times vary between 16 h (Iannotti *et al.* 1993) and 25 h (US Department of Agriculture and US Composting Council 2001), although in some instances incubation times may be as long as 3 days. If short incubation times are used false respiration indices may be obtained. Respiration indices of samples from early stages of decomposition may be too low if incubation time has not been long enough. According to Iannotti *et al.* (1993), respirometries should be carried out at 37°C. However, it has also been argued that using such a temperature may be selectively testing for organisms in the upper range of the mesophilic organisms and may not be indicative of what happens in the soil after the compost is incorporated (US Department of Agriculture and US Composting Council 2001).

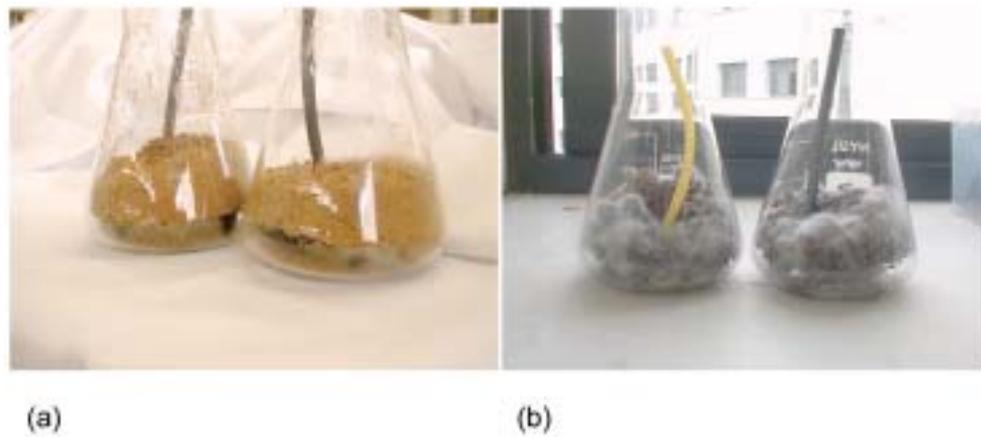


Fig. 2: Material used for respirometry assay that has been colonized by fungi: (a) original, (b) colonized.

Thus, a pre-incubation at 25–28°C and testing at 34°C is suggested as more representative of the actual compost metabolic activity potential.

Sometimes it is necessary to pre-incubate the samples prior to their assay, especially those that had been previously dried. Once the samples are moistened they need to be pre-incubated as there is a lag phase while the metabolic activity is re-established. This may require from 3 to 5 days. Nevertheless, more work is needed to determine optimal conditions for pre-incubations (temperature, moisture, time).

Nutrients equilibrium and occurrence of toxic compounds

Respirometry assays require an appropriate balance of nutrients and the absence of toxins and other compounds that may inhibit microbial respiration.

Low microbial activity may be a consequence of lack of nutrients. For instance, sludge from the paper industry has enough carbon but low levels of nitrogen for microbial growth. As a result, respiration indices could be low. Nevertheless,

nitrogen and/or phosphate can be added to make good such deficiencies.

Conversely, problems can also arise from an excess of nutrients. For instance, in samples with very high organic N content such as fish waste, this nitrogen can be transformed to produce very high levels of NH_4 , (above 500 mg kg^{-1}). As a result, these samples may be colonized by saprophytic fungi (US Department of Agriculture and US Composting Council 2001). Fungal mycelium serves as a food source for bacteria and will induce an abundant bacterial activity during incubation and upon aeration. If the presence of fungi is not diminished through incubation prior to respirometry measurements, respiration measures will indicate high O_2 uptake rates. Figure 2 shows a compost sample in which fungi have proliferated during incubation.

Established limits for biological stability

Different limits have been established for the respiration indices for their use as a biological stability parameter. Table 3 shows

Table 3: Different limits recommended for the static respiration index (SRI) and the dynamic respiration index (DRI), adapted from Adani *et al.* (2002).

Static respiration index	Reference
$0.5 \text{ mg O}_2 \text{ g}^{-1} \text{ VS h}^{-1}$	US Department of Agriculture and US Composting Council 1997, Iannotti <i>et al.</i> 1993
$3 \text{ mg O}_2 \text{ g}^{-1} \text{ VS day}^{-1}$	US Department of Agriculture and US Composting Council 2001
$0.6 \text{ mg O}_2 \text{ g}^{-1} \text{ VS h}^{-1}$	Italia (Regione Veneto, I)
$5 \text{ mg O}_2 \text{ g}^{-1} \text{ TS 96 h}^{-1}$	Sapromat, Austrian and German indicator (AT ₄)
$10 \text{ mg O}_2 \text{ g}^{-1} \text{ TS}$	AT ₄ (European Union 2001)
$1 \text{ mg O}_2 \text{ g}^{-1} \text{ VS h}^{-1}$	SOUR (Lasaridi & Stentiford 1998)
Dynamic respiration index	
$0.5 \text{ mg O}_2 \text{ g}^{-1} \text{ VS h}^{-1}$	Italy (Regione Lombardia) ;
$1.0 \text{ mg O}_2 \text{ g}^{-1} \text{ VS h}^{-1}$	DRI (European Union 2001)
$35\text{--}50 \text{ mg O}_2 \text{ g}^{-1} \text{ VS 96 h}^{-1}$	ASTM 1996

Table 4: Different nomenclatures proposed for the static respiration index (SRI).

Reference	Index	Units	Stability limit
US Department Agriculture and US Composting Council (2001)	SOUR	mg O ₂ g ⁻¹ OM day ⁻¹	< 3
CCQC maturity index according to the USDA and US Composting Council (2001)	SOUR	mg O ₂ g ⁻¹ OM day ⁻¹	< 3
CCQC maturity index according to CCQC (2001)	SOUR	mg O ₂ g ⁻¹ VS h ⁻¹	< 0.5
	OUR	mg O ₂ g ⁻¹ TS h ⁻¹	< 0.4

the different limits proposed by several authors and the countries in which these indices are mostly used for the determination of the stability of compost.

Several protocols, such as those proposed by the US Department of Agriculture and US Composting Council (2001) or the CCQC (2001), are based on the static model described by Iannotti *et al.* (1993); however, nomenclature and limits used to express the indices are different from the original. Table 4 shows how SOUR nomenclature is used to define a static method with solid samples. As can be seen, some references refer the respiration index to the amount of organic sample whereas others utilize the volatile solids content. The use of this nomenclature can cause some confusion if results are compared with those obtained using the method proposed by Lasaridi & Stentiford (1998).

The maturity test recommended by the CCQC (2001) differentiates between the SOUR and OUR indexes. The difference is given by the way the results are expressed: SOUR is referred to the volatile solid content of the sample whereas OUR is referred to the total solid content.

Moreover, different limits have been proposed for the respiration indices to determine the stability of a material as described below.

In general, it can be said that some confusion exists when applying respirometry protocols probably because of lack of scientific assessment. For instance, some regulations have recommended the use of determined methods but using stability limits derived from different ones. In Italy, the UNI methods recommend that respirometry assays should be carried out at 20°C but the proposed limits (UNI U53001080 2005) derive from the DiProVe method, in which the respirometries are carried out at process temperature (Adani *et al.* 2003).

Furthermore, the way results are expressed can also be a source of confusion. For instance, respiration indices can be

Table 5: Considered values for the estimation of the different respiration indexes.

Index	Considered value
SOUR, mean uptake	Maximum value
DRI	Average of the 24 h of maximum biological activity
Sapromat, AT ₄	Cumulative in 96 h

Table 6: Equivalences amongst different stability limits for the most commonly used respiration indexes, adapted from Adani *et al.* (2003).

Index	Value
DRI* (mg O ₂ g ⁻¹ VS h ⁻¹)	1.000
SRI (mg O ₂ g ⁻¹ VS h ⁻¹)	0.395
SOUR (mg O ₂ g ⁻¹ VS h ⁻¹)	7.038
Sapromat® (mg O ₂ g ⁻¹ VS 96 h ⁻¹)	45.39

*Used as reference value for equivalences.

determined either from maximum values or as average of measurements made over 24 h, they can also be referred either to dry weight or to organic matter content. Table 5 shows the different ways used to determine respiration indexes.

Moreover, there is no general interpretation to the biological stability of a material. In Germany and Austria, threshold values are much lower than in Italy. As shown in Table 3, the AT₄ proposed by Germany and Austria is lower, 5 mg O₂ g⁻¹ VS 96 h⁻¹, than that proposed by the European Union, 10 mg O₂ g⁻¹ VS h⁻¹. In Austria and Germany, compost is considered mature after 4 to 6 months of processing whereas in Italy the index is referred to a 15 to 30 day process.

Equivalences amongst the most commonly used indices have been proposed (Adani *et al.* 2003) as shown in Table 6. These equivalences have been obtained from the DRI proposed as the stability threshold value in the second draft of the European Union working document. The DRI has also been compared with the Solvita® test (Adani *et al.* 2003). Results indicate that a stable material according to the Solvita® would have very low DRI values, around 0.2–0.3 mg O₂ g⁻¹ VS h⁻¹, whereas the stability limit for this index is 1; therefore this test does not have enough resolution for the determination of compost stability.

Future trends

Although respirometry methodologies are established there are still different aspects that need more detailed investigation. Amongst these it is worth mentioning: (1) the relationship between pH and CO₂ and its influence on respirometries based on CO₂ production; (2) the effect of optimizing the porosity of the material on static respirometries and the comparison of results with those obtained from dynamic methods;

(3) the effect of humidity when highly energetic residues are composted, namely, when temperatures above 70°C are reached during composting; (4) the influence of microbial population on respiration indices since respirometries are currently performed based on the microbial activity of native microbial populations – no optimum population has been considered so far; (5) the effect of toxins contained in the material; and (6) a collective effort aimed at the unification of criteria in the selection of most suitable methodologies depending on the final application of the compost.

Conclusions

From the information found in the literature, it is evident that there is no single respirometric method that can be used for both the monitoring of the process and the determination of the stability of a compost sample. The most appropriate method will depend on the aim of the assay. Moreover, although respirometries are routinely carried out further investigation is needed in aspects such as those mentioned above to obtain a better understanding of the metabolic activity of a composting material and hence, how this affects the degree of stability of the compost.

Furthermore, it is clear that more work needs to be done to correlate all the different methods and indices that are cur-

rently used. This is particularly important since respiration indices are now considered as key parameters in the determination of the stability of a compost and hence, its quality.

Acknowledgements

The authors wish to acknowledge the financial support from the Spanish Ministerio de Ciencia y Tecnología (Proyecto REN2003-00823).

Nomenclature

AT ₄	Respirometry activity at 4 days
DM	Dry matter
DRI	Dynamic respiration index
DSOUR	Specific oxygen uptake rate for solid sample
OD ₂₀	Cumulative O ₂ uptake in 20 h
OM	Organic matter
OUR	Oxygen uptake rate
PDRI	Potential dynamic respiration index
RI	Respiration index
RDRI	Real dynamic respiration index
SOUR	Specific oxygen uptake rate
SRI	Static respiration index
VS	Volatile solids.

References

- Adani, F., Lozzi, P. & Genevini, P. (2001) Determination of biological stability by oxygen uptake on municipal solid waste and derived products. *Compost Science & Utilization*, **9**, 163–178.
- Adani, F., Gigliotti, G., Valentini, F. & Laraia, R. (2003) Respiration index determination: a comparative study of different methods. *Compost Science & Utilization*, **11**, 144–151.
- Adani, F., Ubbiali, C., Tambone, F., Scaglia, B., Centemero, M. & Genevini, P. (2002a) Static and dynamic respirometric indices—Italian research and studies. In: *The Biological Treatment of Biodegradable Waste – Technical aspects*. Brussels 8–10 April. http://europa.eu.int/comm/environment/waste/events/past/bio_programme.htm (07/01/05).
- Adani, F., Baido, D., Calcaterra, E. & Genevini, P. (2002b) The influence of biomass temperature on biostabilization-biodrying of municipal solid waste. *Bioresource Technology*, **83**, 173–179.
- Adani, F., Tambone, F. & Gotti, A. (2004) Biostabilization of municipal solid waste. *Waste Management*, **24**, 775–783.
- ADAS Consulting Ltd. (2003) *Assessment of Options and Requirements for Stability and Maturity Testing of Compost*, Technical Report. ADAS Consulting Ltd., Banbury, Oxon, UK. URL <http://www.wrap.org.uk> (07/01/05).
- Agnew, J.M., Leonard, J.J., Feddes, J. & Feng, Y. (2003) A modified air pycnometer for compost air volume and density determination. *Canadian Biosystems Engineering*, **45**, 6.27–6.34.
- ASTM (1996) *Standard Test Method for Determining the Stability of Compost by Measuring Oxygen Consumption*. American Society for Testing and Materials, D 5975-96.
- Atkinson, B. & Mavituna, F. (1983) *Biochemical Engineering Handbook*. Nature Press, New York, p. 64.
- Barrena Gómez, R., Vázquez Lima, F., Gordillo Bolasell, M.A., Gea, T. & Sánchez Ferrer, A. (2005) Respirometric assays at fixed and process temperatures to monitor composting process. *Bioresource Technology*, **96**, 1153–1159.
- Binner, E. & Zach, A. (1998) Biological reactivity of residual wastes in dependence on the duration of pretreatment. In: *Third Swedish Landfill Symposia*, Lulea (Sweden).
- Brewer, L.J. & Sullivan, D.M. (2003) Maturity and stability evaluation of composted yard trimmings. *Compost Science & Utilization*, **11**, 96–112.
- Brewer, L.J. & Sullivan, D.M. (2001) A quick look at quick compost stability tests. *Biocycle*, **42**, 53–55.
- Brinton, W.F. (2001) An international look at compost standards: methods used for evaluating compost quality in Europe are summarized in a new report. *Biocycle*, **42**, 74–76.
- Brinton, W.F., Evans, E., Droffner, M.L. & Brinton, R.B. (1995) A standardized Deward test for evaluation of compost self-heating. <http://www.woodsend.org/> (07/01/05).
- Butler, T.A., Sikora, L.J., Steinhilber, P.M. & Douglass, L.W. (2001) Compost age and sample storage effects on maturity indicators of biosolids compost. *Journal of Environmental Quality*, **30**, 2141–2148.
- CCQC (California Compost Quality Council) (2001) *Compost Maturity, Index*, Technical Report. <http://www.ccqc.org> (07/01/05).
- Campbell, C.D., Chapman, S.J., Cameron, C.M., Davidson, M.S. & Potts, J.M. (2003) A rapid microtiter plate method to measure carbon dioxide evolved from carbon substrate amendments so as to determine the physiological profiles of soil microbial communities by using whole soil. *Applied Environmental Microbiology*, **69**, 3593–3599.
- Chica, A.J., Mohedo, J.J., Martín, M.A. & Martín, A. (2003) Determination of the stability of MSW compost using a respirometric technique. *Compost Science & Utilization*, **11**, 169–175.
- Cronjé, A.L., Turner, C., Williams, A.G., Barker A.J. & Guy, S. (2004) The respiration rate of composting pig manure. *Compost Science & Utilization*, **12**, 119–129.
- Cronjé, A.L., Turner, C., Williams, A., Barker, A. & Guy, S. (2003) Composting under controlled conditions. *Environmental Technology*, **24**, 1221–1234.

Respirometric assays at fixed and process temperatures to monitor composting process

Raquel Barrena Gómez, Felicitas Vázquez Lima *, Ma. Angels Gordillo Bolasell, Teresa Gea, Antoni Sánchez Ferrer

Escola Universitaria Politècnica del Medi Ambient, Universitat Autònoma de Barcelona, Rambla Pompeu Fabra 1, 08100 Mollet del Vallès (Barcelona), Spain

Received 1 March 2004; received in revised form 22 September 2004; accepted 30 September 2004
Available online 2 December 2004

Abstract

A static respirometer was built to determine the respiration index (RI) of composting samples. Respiration indices of different sludges were determined at 37°C (RI₃₇) and at the in situ temperature of the composter at sampling (RI_T). Results indicated that both indices correlated well with temperature evolution in the composter. RI_T were more representative of the metabolic activity in the reactor and more sensitive to temperature and composition variations of the composting material, but could not indicate the stability of the material at later stages of the process. Moreover, significance of RI units was shown in the composting of a highly compostable residue. According to the stability limits suggested in the literature, initial RI expressed on dry matter (DM) basis corresponds to a stable material (RI < 1 mg O₂ g DM⁻¹ h⁻¹) whereas initial RI expressed on organic matter basis (OM) corresponds to an unstable material (RI = 2.5 mg O₂ g OM⁻¹ h⁻¹).

© 2004 Elsevier Ltd. All rights reserved.

Keywords: Monitoring; Respiration index; Stability

1. Introduction

Composting has received much attention as a potential technology for treating solid wastes such as municipal solid wastes, sewage sludge, yard trimmings, and agricultural wastes (De Vault, 2004; Grigatti et al., 2004; Brewer and Sullivan, 2003; Aziz et al., 1992). During the last decades research has focused on the qualitative evaluation of the composting process. Several indicator variables have been proposed for monitoring the process and evaluating the stability of the final product. Biological and biochemical indices are particularly useful since they relate composting processes to meta-

bolic activity; methods such as total ATP, enzyme activity and microbial biomass measurements have been employed (García et al., 1992; Tiquia and Tam, 1997; García and Polo, 1999; Benítez et al., 1999; Tiquia et al., 2002). However, the most widely used biological methods are the respirometric studies which determine the O₂ or CO₂ evolution during the microbial metabolism (Kuter et al., 1985; Atkinson et al., 1996; Pérez et al., 1999; Larsen and McCartney, 2000; Lasaridi et al., 2000). The basis of these methods is that immature compost has a strong demand for O₂ and high CO₂ production rates due to intense development of microorganisms as a consequence of the easily biodegradable compounds in the raw material. Conversely, at late composting stages both processes decline as the amount of degradable organic matter decreases. However, it has been argued (Haug, 1986; Adani et al., 2001) that O₂

* Corresponding author. Fax: +34 93 579 6785.

E-mail address: fvazquez@eupma.uab.es (F. Vázquez Lima).

consumption is a more reliable method since oxygen is directly responsible for the oxidation of the organic matter. Still, O₂ monitoring requires more control and therefore more sophisticated equipment and is more time consuming than the measurement of CO₂ production.

Methods based on O₂ consumption have been classified into dynamic and static protocols (Adani et al., 2001). Dynamic methods are characterised by a continuous oxygen supply whereas static methods can be used with solid or liquid samples. A wide range of devices has been developed for the measurement of respiration from solid matrices. One of the most widely reported uses a dissolved oxygen (DO) meter with a polarographic probe measuring the decline in oxygen concentration over a compost sample in a flask. Such tests generally provide near-optimum conditions for microbial respiration (e.g. moisture, nutrients, and oxygen supply). In almost all respirometric experiments, the measurement of respiration activity is carried out at standard temperatures of about 30–37°C (USDA, 2001; Iannotti et al., 1993; Lasaridi and Stentiford, 1998). It is considered that respirometric activities measured at these fixed temperatures are good indicators of the mean metabolic potential of the compost. Nevertheless, composting is a complex process where the rate of degradation is a result of the metabolic activity from a mixed microbial population that includes microorganisms with different optimum growth temperatures. It can be considered that, although respirometric experiments performed at fixed temperatures are a useful indicator of the compost stability, they do not show the actual metabolic stage of the process and, therefore, cannot be used to follow its evolution. On this basis, this paper describes the experimental setup of a respirometer developed to determine the respiration index (RI) of composting samples at different temperatures. The final aim of this work will be to have a reliable method to monitor the composting process.

2. Methods

2.1. Substrate characteristics

Homogenised source-separated organic fraction of municipal solid waste (OFMSW) was obtained from the full-scale municipal solid waste composting plant in Granollers (Barcelona). Samples were taken directly from the composting tunnels.

Dewatered sludge (DS), consisting of primary and activated sludge, was obtained from the municipal wastewater plant in La Garriga (Barcelona). Dewatered anaerobically digested sludge (ADS) was obtained from the municipal wastewater treatment plant in Granollers (Barcelona). Physico-chemical sludge (PCS) was ob-

tained from the de-inking process of a recycled paper manufacturing industry.

Wood chips, consisting of a variable mixture of pine and beech tree wood, were obtained from a local carpentry and used as bulking agent. Sludge and wood chips were mixed by hand after the screening of the bulking agent. A semi-industrial sieve (Filtro Vibración, FT-400) was used for the wood chips screening. Three different screens (20, 10 and 5 mm) mesh were available. A 1:1 sludge:wood chips volumetric ratio was used in all experiments since it had been previously optimised by Gea Leiva et al. (2003).

2.2. Composter

A 100l fridge was adapted to be used as a static composter for the pilot-scale experiments described in this work. It was filled either with OFMSW, the sludge:wood chips mixture or PCS.

The recipient was kept horizontal with a slight inclination to allow its opening from the top and to make the collection of possible leachates easier. A plastic mesh was fitted at the bottom of the recipient to support the material and collect the leachates. Several holes were perforated through the walls of the vessel to permit the entry and exit of air, the discarding of leachates and the insertion of different probes. The air inlet was at one end of the vessel whereas its outlet was at the other end. An air flow rate of 20l/min was used and its entry was regulated either by temperature or O₂ control. Four Pt 100 sensors (Desin mod. SR-NOH), inserted at different points inside the vessel, were used for monitoring the temperature. Oxygen concentration in interstitial air was monitored with an oxygen sensor (Sensox, Sensotran, Spain). CO₂ concentration at the outlet of the composter was monitored with an infrared detector (Sensotran I.R., Sensotran, Spain). All sensors were connected to a specially-made data acquisition system. Oxygen was controlled by means of a feedback oxygen control which automatically supplied fresh air to the reactor when oxygen concentration fell below 10%.

2.3. Sampling procedure and chemical and physical analyses

Samples were collected periodically to determine organic matter content and the respiration index. Sampling procedure was as follows: first, the container was opened and its contents mixed with a rake; then, several samples of about the same size were collected from different parts and different depths until a 1l beaker was filled with sample. The whole procedure was performed as quickly as possible to minimise disturbances to the system. Samples from OFMSW were sieved to remove glass, plastics and other inerts and oversized material.

For respirometric experiments, humidity content was adjusted to a range of 40–50% (w/w) if required. Analytical parameters were determined according to the standard procedures recommended by the Test Methods for the Examination of Composting and Compost (TMECC) (USDA, 2001).

2.4. Respirometer

A static respirometer (Fig. 1) was built according to the original model described by Iannotti et al. (1993, 1994) and following the modifications and recommendations given in the TMCC (USDA, 2001). The drop of oxygen content in a flask containing a compost sample was monitored with a dissolved oxygen meter (Lutron 5510, Lutron Co. Ltd., Taiwan) connected to a data logger.

The setup included two water baths to allow the carrying out of experiments at two different temperatures simultaneously. Temperatures assayed were at a fixed value of 37°C and at the in situ temperature of the composter at the moment of sampling. Prior to the assays, samples for experiments at 37°C were incubated for 18 h at this temperature, while samples for experiments at in situ temperatures were incubated for 4 h at such temperature. During all the incubation periods, samples were aerated with previously humidified air at the sample temperature.

The aeration system consisted of a flask with a two-hole stopper and two glass delivery tubes. At the bottom tip, the delivery tube had an aquarium air-stone to produce small air bubbles. This sparger was immersed in water to humidify the air. The flask was always kept inside the incubation bath. The delivery tube was connected to a manifold that served to deliver air to the different flasks containing the samples. The manifold was constructed from plastic tubing connected by quick disconnect fittings. Individual valves were also fitted to each sample tube to regulate the air flow.

Once the incubation period was finished, the DO sensor was assembled into the flask without removing it from the water bath. The air pressure inside the flask

was then equilibrated with the outside pressure by inserting a hypodermic needle through the stopper and leaving it in place for 5 min. O₂ level was then recorded every 15 s for 90 min. In all experiments three replicates were used. After the DO readings finished, the total volume of free air space in each sample flask was determined as described in TMECC (USDA, 2001).

2.5. Calculation of respiration index (RI)

The respiration index (RI) of the compost sample referred to total organic matter content was calculated from the slope in a linear segment on the chart of O₂ (%) versus time by using Eq. (1).

$$RI = \frac{V \cdot P \cdot 32 \cdot m \cdot 60}{R \cdot T \cdot X \cdot DM \cdot OM} \quad (1)$$

where RI, respiration index (mg O₂ g OM⁻¹ h⁻¹); *V*, volume of air in flask (ml); *P*, atmospheric pressure at elevation of measurement (atm); *m*, slope of change in percent O₂ saturation per minute divided by 100; *R*, ideal gas constant (0.082061 atm mol⁻¹ K⁻¹); *T*, temperature in (K); *X*, wet weight of compost test aliquot (g); *DM*, fraction of total solids of a parallel sample aliquot (g DM g X⁻¹); *OM*, fraction of organic matter of a parallel sample aliquot in dry basis (g OM g DM⁻¹).

3. Results and discussion

3.1. Respirometer validation

Amongst the modifications developed in this work it is worth mentioning that air used for the aeration of the samples before the respirometric assays was saturated with water at the same temperature as the water bath, otherwise aeration resulted in the drying of the sample. Moreover, the use of quick disconnect fittings and individual valves allowed a better control of the aeration rate.

Once the respirometer was built, the next step was to evaluate the error of the respirometric assays. The RI of OFMSW samples obtained from the static composter at different days were determined. Experiments were performed in triplicate. Temperatures assayed were at a fixed value of 37°C (*T*₃₇) and at the in situ temperature of the composter (*T*) at sampling with 18 and 4 h incubation, respectively. Incubation time for the fixed temperature was chosen according to the literature (Iannotti et al., 1993; USDA, 2001). As no information was available regarding incubation for the experiments at the in situ temperature, different incubation times were assayed. Results indicated (data not shown) that RI values remained practically constant for incubation times above 4 h. Fig. 2 illustrates a typical chart of O₂% versus time and RI values for three replicates of

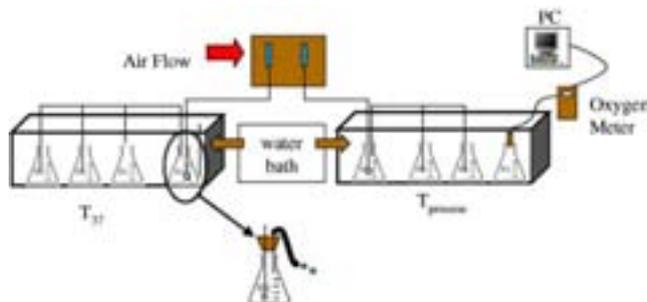


Fig. 1. Respirometer setup.

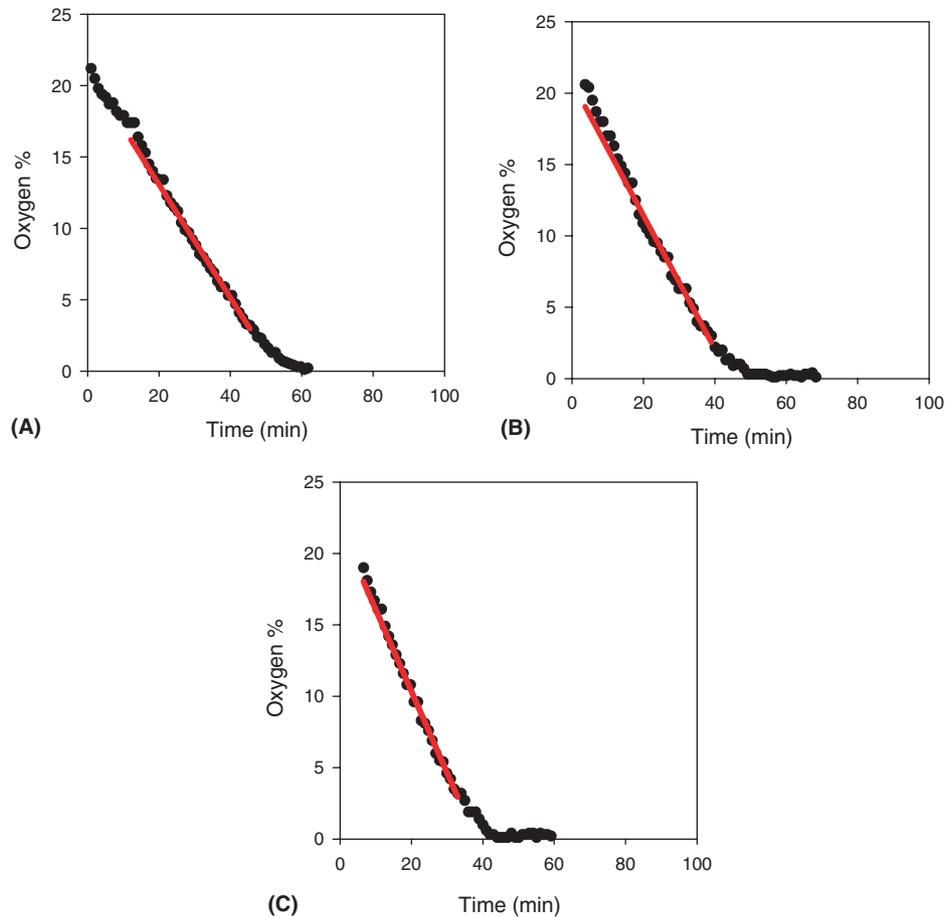


Fig. 2. Oxygen (%) versus time curves of three replicates of a OFMSW sample taken on the 4th day of composting. Respiration Indices RI_{37} obtained at 37°C were (A) $3.90 \text{ mgO}_2 \text{ gO}_2^{-1} \text{ h}^{-1}$; (B) $3.94 \text{ mgO}_2 \text{ gO}_2^{-1} \text{ h}^{-1}$; (C) $3.74 \text{ mgO}_2 \text{ gO}_2^{-1} \text{ h}^{-1}$, respectively.

Table 1

Respiration indices and standard deviations obtained during the composting of OFMSW

Mean process temperature (°C)	Time of composting (day)	Temperature of the respirometric test (°C)	Respiration index RI ($\text{mgO}_2 \text{ gOM}^{-1} \text{ h}^{-1}$)	Standard deviation
55	2	55	8.75	1.17
60	4	37	3.86	0.10
55	8	37	2.46	0.20
		55	3.75	0.59
55	11	37	2.23	0.11
		55	6.95	0.63
55	17	55	3.17	0.21
50	25	37	0.96	0.45
		50	4.31	0.19

Results correspond to three replicates.

a same sample. As expected, oxygen % decreased with time. Table 1 shows RI values and standard deviations obtained for the two temperature conditions assayed. Standard deviations from respirometric tests at the start of the composting process are larger than those obtained at the end probably due to the homogenisation of the material along the process. It is also observed that at high temperatures (55°C) standard deviations for RI

evaluated at sampling temperature were higher than those for RI at 37°C. This could be due to the fact that the former was closer to the upper limit of the temperature compensation of the electrode (60°C). This could mean that minor variations in the temperature of the water bath could lead to small oscillations in the O_2 probe readings, increasing the error associated with the measurement of the slope.

3.2. Units of RI

RI units are generally referred to on the basis of total organic matter content. However, the convenience of using units based on total solids content has also been suggested (California Compost Quality Council web site), since the organic matter content can be very variable depending on the heterogeneity of the material. In consequence, this variability could introduce significant errors in the evaluation of the RI.

Therefore, the significance of the units used for the respiration index was evaluated during the pilot-scale composting of physico-chemical sludge (PCS) resulting from the de-inking process of a recycled paper manufacturing industry. This material has a low organic matter content (approximately 34% dry weight basis) which suggests a low compostability. However, composting at laboratory scale with no bulking and no amendment showed good performance (data not shown). Temperature profile and respiration indices determined at 37°C (RI_{37}) obtained during the composting at pilot-scale are shown in Fig. 3, where it is observed that a thermophilic range was reached within 2 days, and was maintained for more than 2 weeks.

From Fig. 3, it can also be seen that RI values calculated on a dry matter basis were all below $1 \text{ mg O}_2 \text{ g DM}^{-1} \text{ h}^{-1}$ regardless of the composting stage. According to literature (USDA, 2001 California Compost Quality Council web site), these values would correspond to a stable material. However, this is in clear contradiction to the actual activity shown by the material as confirmed by the temperature profile of the process shown in Fig. 3. Initial RI value calculated on an organic matter basis corresponded to an unstable material ($RI = 2.5 \text{ mg O}_2 \text{ g OM}^{-1} \text{ h}^{-1}$), as suggested in the literature (USDA, 2001; California Compost Quality Council web site). RI values calculated on an organic

matter basis correlated well with the temperature profile of the process, with high values corresponding to an unstable material during the thermophilic range and decreasing to $1 \text{ mg O}_2 \text{ g OM}^{-1} \text{ h}^{-1}$ during the mesophilic phase. These results seem to indicate that when dealing with materials with high content of non-degradable material, respiration indexes should be expressed on an organic matter basis since the high content of non-degradable material may lead to misleading results when expressing them on a dry matter basis.

3.3. Monitoring of the composting process by respirometric techniques

Fig. 4 shows that composting of sludge (DS) followed the typical evolution of this type of process. It is observed that during the first two days process temperature quickly rose to 65°C followed the next day by a fast drop to 40°C and a less pronounced fall during the following days to temperatures as low as 20°C. Temperatures then increased slowly up to values around 30°C. They were maintained in the mesophilic range until the process was finished.

Evolution of the composting of anaerobically digested sludge (ADS) is shown in Fig. 5. In this case, it can be seen that temperature rapidly reached a thermophilic range in the first days of the process, with values up to 60°C, followed by a moderate drop to around 38°C and a subsequent quick increase up to 50°C. Afterwards, temperature slowly decreased to the mesophilic range.

There are two possible explanations for the temperature profiles during the first stage of the process. The most generally accepted is that once easily degradable materials are depleted metabolic activity slows down causing a temperature drop. Microorganisms able to degrade more complex materials then develop and their

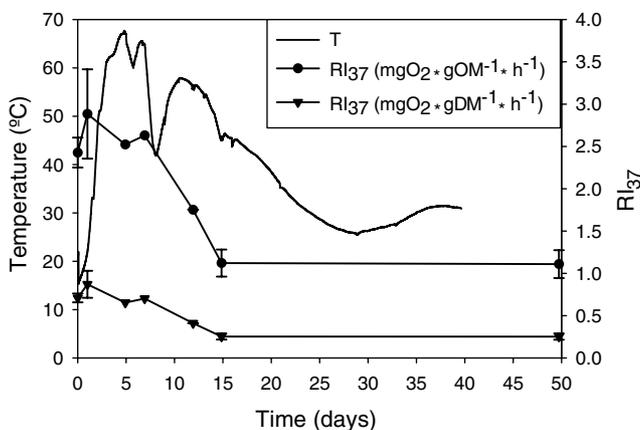


Fig. 3. Respiration index (RI) and temperature profile (T) in the composting of PCS at pilot plant scale. RI values were calculated from three replicates.

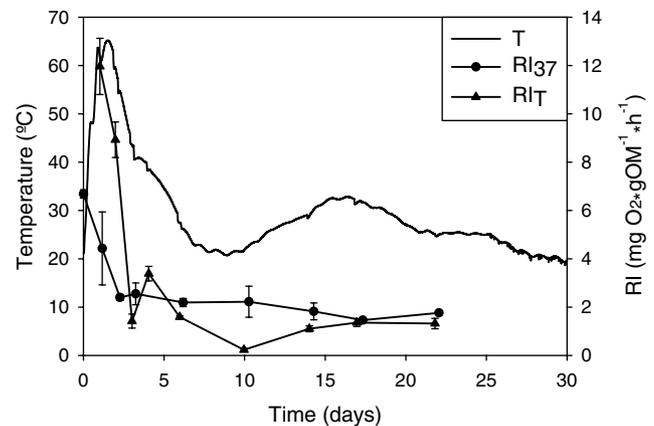


Fig. 4. Average temperature profile (T) and respiration indices obtained at 37°C (RI_{37}) and at the in situ temperature (RI_T) during the composting of sludge (DS). RI values were calculated from three replicates.

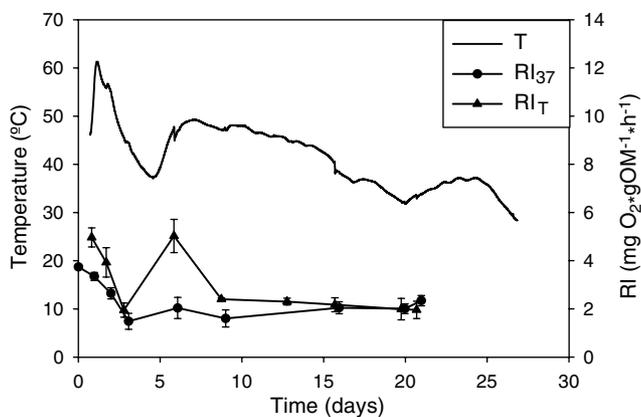


Fig. 5. Average temperature profile (T) and respiration indices obtained at 37°C (RI_{37}) and at the in situ temperature (RI_T) during the composting of anaerobically digested sludge (ADS). RI values were calculated from three replicates.

metabolism results in the generation of heat and a new temperature increase. However, it has also been argued that this behaviour maybe because high temperatures may lead to a sudden decrease in the metabolic activity of the microorganisms and consequently, a reduction in the amount of heat generated. The material then cools down and temperature drops. This cooling down reactivates the metabolic activity, heat is generated again and so temperature rises again. This last argument could explain the behaviour of the DS since the drop in temperature was quicker than for ADS and its organic matter content was higher (80.2% dry basis) than for ADS (61.7% dry basis). However, in practice it is very difficult to determine the actual reason for the temperature profiles.

Figs. 4 and 5 also show the respiration indexes obtained at 37°C (RI_{37}) and at the in situ temperature (RI_T) along the process for sludge (DS) and anaerobically digested sludge (ADS), respectively. From these Figures it can be seen that both indices correlated well with temperature evolution. The values indicate a higher metabolic activity at the beginning of the process, a reduction in activity during the cooling down phase and an increase in activity once the temperature started to increase again. Also, indices were fairly constant when temperature changes were small.

Nevertheless, although RI_{37} and RI_T values followed the same trend, several differences are found between them. In the case of DS (Fig. 4), when temperatures in the composter were high, RI_T were significantly higher than RI_{37} and as temperature dropped quickly so did RI_T . The reason for this could be that at high temperatures prevailing population in the composter was thermophilic. Therefore, this population would show higher activity for assays performed at the actual temperatures of the reactor compared to the activity shown at 37°C despite the incubation prior to the assay. Con-

versely, when composting temperatures fell to around 20°C , RI_T were lower than RI_{37} . This would indicate that RI_T were sensitive enough as to detect the decrease in the metabolic activity within the reactor whereas RI_{37} were less sensitive to these changes. As expected, when process temperatures were closer to 37°C , both indices were similar.

In the case of ADS, Fig. 5 shows that RI_T and RI_{37} followed the same trend as for DS and that RI_{37} values were quite similar for both materials. However when comparing the two indices, it can be seen that RI_T values were considerably lower for the ADS. This lower activity may be related to the differences in the organic matter contents of the sludges, since DS contained 80.2% (dry basis) organic matter while ADS contained 61.7% (dry basis). Besides, ADS not only contained less organic matter but since they were an already digested material, their organic fraction was less biodegradable than that of DS. Therefore, activity is not only related to the organic matter content of the material but to its nature as well.

The differences in RI_T values for DS and ADS are in good agreement with the differences in the composting profiles of the two sludges. Higher activity and sharper increase and higher temperatures are observed at the beginning of the process for DS (Fig. 4) when compared with the composting of ADS (Fig. 5). A faster drop in activity is also observed. The main reason for this difference seemed to be the different organic contents and biodegradabilities of the two materials.

Results then indicate that RI_T are more sensitive to temperature changes and composition variations of the composting material than RI_{37} . Therefore, RI_T would provide more representative information of the actual metabolic activity in the composter. However, when process temperature falls below optimum mesophilic conditions, although RI_T are able to detect the actual metabolic activity in the reactor, they are unable to indicate the potential metabolic activity of the material since their values would correspond to a stable material, which is not the case in practice. Therefore under these conditions RI_T are useful for the monitoring of the composting process but not for determining the actual stability of the material. Moreover, from the operational point of view RI_T assays are faster than RI_{37} since incubation time is only 4h compared to the 18 required for the latter.

While respirometry techniques have been widely used as stability indicators for compost, their use for the monitoring of the process has been limited. Results presented here demonstrate that they are actually an excellent indicator for the monitoring of the process although they are far more complicated than temperature measurement and monitoring. Nevertheless, relationships between temperature and respiration indexes are currently under investigation.

4. Conclusions

A reliable device has been constructed for determining the RI of compost samples. Results have shown that RI measurements at the in situ temperature of the process are more representative of the metabolic state in the composter. Measurements at 37°C could lead to underestimates of the microbial activity. Composting of sludge (DS) is a faster process than the composting of anaerobically digested sludge (ADS) due to its higher biodegradable material content. RI measurements correlate well with these findings.

Acknowledgements

The authors wish to thank the financial support provided by the Spanish Ministerio de Ciencia y Tecnología (Project REN2003-00823).

References

- Adani, F., Lozzi, P., Genevini, P., 2001. Determination of biological stability and oxygen uptake rate on municipal solid waste and derived products. *Compost Sci. Util.* 9, 163–178.
- Atkinson, C.F., Jones, D.D., Gauthier, J.J., 1996. Biodegradabilities and microbial activities during composting of municipal solid waste in bench-scale reactors. *Compost Sci. Util.* 4, 14–23.
- Aziz, S., McConnell, D.B., Smith, W.H., 1992. Uses and benefits of MSW compost: a review and an assessment. *Biomass Bioenergy* 3, 267–279.
- Benítez, E., Nogales, R., Elvira, C., Masciandaro, G., Ceccanti, B., 1999. Enzyme activities as indicators of the stabilization of sewage sludges composting with *Eisenia foetida*. *Bioresour. Technol.* 67, 297–303.
- Brewer, L.J., Sullivan, D.M., 2003. Maturity and stability evaluation of composted yard trimmings. *Compost Sci. Util.* 11, 96–112.
- De Vault, G., 2004. Farm composting in the suburbs. *Biocycle* 45, 30–31.
- García, C., Polo, A., 1999. Estudio de parámetros bioquímicos en procesos de estabilización de residuos orgánicos urbanos. *Residuos* 51, 76–81.
- García, C., Hernández, T., Costa, F., Ayuso, M., 1992. Evaluation of the maturity of municipal waste compost using simple chemical parameters. *Commun. Soil Sci. Plant Anal.* 23, 1501–1512.
- Gea Leiva, T., Artola Casacuberta, A., Sánchez Ferrer, A., 2003. Application of experimental design techniques to the optimization of bench-scale composting conditions of municipal raw sludge. *Compost Sci. Util.* 11, 321–329.
- Grigatti, M., Ciavatta, M., Gessa, C., 2004. Evolution of organic matter from sewage sludge and garden trimming during composting. *Bioresour. Technol.* 91, 163–169.
- Haug, R., 1986. Composting process design criteria. Part 1: feed conditioning. *Biocycle* 27, 36.
- Iannotti, D.A., Pang, T., Toth, B.L., Elwell, D.L., Keener, H.M., Hoitink, H.A.J., 1993. A quantitative respirometric method for monitoring compost stability. *Compost Sci. Util.* 1, 52–65.
- Iannotti, S.A., Grebus, M.E., Toth, B.L., Madden, V., Hoitink, H.A.J., 1994. Oxygen respirometry to assess stability and maturity of composted municipal solid waste. *J. Environ. Qual.* 23, 1177–1183.
- Kuter, G., Hoitink, H., Rossman, L., 1985. Effects of aeration and temperature on composting of municipal sludge in a full-scale vessel system. *J. Water Pollut. Control Fed.* 57, 309–315.
- Larsen, K., McCartney, D., 2000. Effect of C:N ratio on microbial activity and N retention: bench-scale study using pulp and paper biosolids. *Compost Sci. Util.* 8, 147–159.
- Lasaridi, K.E., Stentiford, E.I., 1998. A simple respirometric technique for assessing compost stability. *Water Res.* 32, 3717–3723.
- Lasaridi, K.E., Stentiford, E.I., Evans, T., 2000. Windrow composting of wastewater biosolids: process performance and product stability assessment. *Water Res.* 42, 217–226.
- Pérez, C., Manzano, S., Soliva, M., 1999. Compostaje conjunto de la fracción orgánica de residuos municipales (FORM) y residuos vegetales: influencia sobre los desprendimientos de CO₂ y NH₃. *Residuos* 46, 44–51.
- Tiquia, S., Tam, N., 1997. Effects of bacterial inoculum and moisture adjustment on composting of pig manure. *Environ. Pollut.* 96, 161–171.
- Tiquia, S., Wan, J., Tam, N., 2002. Microbial population dynamics and enzyme activities during composting. *Compost Sci. Util.* 10, 150–161.
- USDA and US Composting Council, 2001. Test Methods for the Examination of Composting and Compost (TMECC). Edaphos International, Houston, TX.

- European Union (2001) *Working Document, Biological Treatment on Biowaste, Second Draft*, February. <http://europa.eu.int/common/environment/waste/facts.en.htm> (07/01/05).
- European Union (1999) EC Directive 1999/31/CE on the Landfill of Waste. europa.eu.int/eur-lex/pri/fr/oj/dat/1999/l_182/l_18219990716fr00010019.pdf (07/01/05).
- European Compost Network (2004) The network for practical operation in organic waste recycling. <http://www.compostnetwork.info/aboutus/index.htm> (07/01/05).
- European Compost Network (2005) Stakeholders disappointed that Commission backs down on strategic biowaste legislation. <http://compost-network.info> (11/03/05).
- Gea, T., Barrena, R., Artola, A. & Sánchez, A. (2004) Monitoring the biological activity of the composting process: oxygen uptake rate (OUR), respirometric index (RI) and respiratory quotient (RQ). *Biotechnology Bioengineering*, **88**, 520–527.
- Haug, R. & Ellsworth, W. (1991) Measuring compost substrate degradability. *Biocycle*, **32**, 56–62.
- Haug, R.T. (1986) Composting process design criteria, part 1: feed conditioning. *Biocycle*, **27**, 36–43.
- Iannotti, D.A., Pang, T., Toth, B.L., Elwell, D.L., Keener, H.M. & Hoitink, H.A.J. (1993) A quantitative respirometric method for monitoring compost stability. *Compost Science & Utilization*, **1**, 52–65.
- Iannotti, D.A., Grebus, M.E., Toth, B.L., Madden, L.V. & Hoitink, H.A.J. (1994) Oxygen respirometry to assess stability and maturity of composted municipal solid-waste. *Journal of Environmental Quality*, **23**, 1177–1183.
- Koenig, A. & Bari, Q.H. (2000) Application of self-heating test for indirect estimation of respirometric activity of compost: theory and practice. *Compost Science & Utilization*, **8**, 99–107.
- Körner, I., Braukmeier, J., Herrenklage, J., Leikam, K., Ritzkowski, M., Schlegelmilch, M. & Stegmann, R. (2003) Investigation and optimization of composting process –test systems and practical examples. *Waste Management*, **23**, 17–26.
- Lasaridi, K.E. & Stentiford, E.I. (1998) A simple respirometric technique for assessing compost stability. *Water Research*, **32**, 3717–3723.
- Lasaridi, K.E., Stentiford, E.I. & Evans, T. (2000) Windrow composting of wastewater biosolids: process performance and product stability assessment. *Water Science and Technology*, **42**, 217–226.
- Liang, C., Das, K.C. & McClendon, R.W. (2003) The influence of temperature and moisture content regimes on the aerobic microbial activity of a biosolids composting blend. *Bioresource Technology*, **86**, 131–137.
- Mari, I., Ehaliotis, C., Kotsou, M., Balis, C. & Georgakakis, D. (2003) Respiration profiles in monitoring the composting of by-products from the olive oil agro-industry. *Bioresource Technology*, **87**, 331–336.
- Oppenheimer, J.R., Martin, A.G. & Walker, L.P. (1997) Measurements of air-filled porosity in unsaturated organic matrices using a pycnometer. *Bioresource Technology*, **59**, 241–247.
- Paletski, W.T. & Young, J.C. (1995) Stability measurement of biosolids compost by aerobic respirometry. *Compost Science & Utilization*, **3**, 16–24.
- Pressel, F. & Bidlingmaier, W. (1981) Analyzing decay rate of compost. *Biocycle*, **22**, 50–51.
- Scaglia, B., Tambone, F., Genevini, P.L. & Adani, F. (2000) Respiration index determination: dynamic and static approaches. *Compost Science & Utilization*, **8**, 90–98.
- Stentiford, E. (2002) The Specific Oxygen Uptake Rate (SOUR) – the English practice. In: *The Biological Treatment of Biodegradable Waste – Technical aspects*. Brussels, 8–10 April. URL http://europa.eu.int/comm/environment/waste/eventspast/bio_programme.htm (07/01/05).
- UNI U53001080 (2005) Determinazione della stabilità biologica di rifiuti e compost mediante l'indice di respirazione dinamico –metodo DiProVe, Milano, Italy.
- US Department of Agriculture & US Composting Council (2001) *Test Methods for the Examination of Composting and Compost*. Edaphos International, Houston, TX.
- US Department of Agriculture & US Composting Council (1997) *Test Methods for the Examination of Composting and Compost*. First compilation.
- Usui, T., Shoji, A. & Yusa, M. (1983) Ripeness index of wastewater sludge compost. *Biocycle*, **24**, 25–27.
- Wilson, G.B. & Dalmat, D. (1986) Measuring compost stability. *Biocycle*, **27**, 34–37.

Effect of inoculation dosing on the composting of source-selected organic fraction of municipal solid wastes

Raquel Barrena, Estela Pagans, Gary Faltys and Antoni Sánchez*

Escola Universitària Politècnica del Medi Ambient, Universitat Autònoma de Barcelona, Rbla Pompeu Fabra 1, 08100-Mollet del Vallès, Barcelona, Spain

Abstract: The effects of a commercial inoculum (MicroGest 10X, Brookside Agra L.C.) on the field-scale composting of the source-selected organic fraction of municipal solid wastes (OFMSW) have been studied by following routine parameters of the composting process (temperature, oxygen content and moisture) and biologically-related tests such as the respirometric index and the maturity grade. The inoculum was added to composting piles of OFMSW at different levels: control (no added inoculum), treatment A (10^5 CFU g^{-1} of OFMSW), treatment B (10^6 CFU g^{-1} of OFMSW) and treatment C (10^7 CFU g^{-1} of OFMSW). The inoculum selected produced a significant acceleration of the composting process with high levels of biological activity in the thermophilic phase. In terms of the acceleration of composting and economy the optimal treatment was B, which produced a reduction of approximately half of the total composting time. Treatment C did not improve significantly the results obtained with treatment B, whereas treatment A has little effect on the composting of OFMSW when compared with the control experiment. Respirometric index (determined at 55 °C) and maturity grade appeared to be the most reliable tests to follow the biological activity of the composting of OFMSW. On the other hand, routine parameters such as temperature, oxygen content and moisture showed no significant differences among the different inoculation levels tested in the composting process.

© 2005 Society of Chemical Industry

Keywords: biological activity; composting; stability; inoculation; maturity; municipal solid wastes

INTRODUCTION

In recent years, the international policy on management of organic wastes has been increasingly directed towards recycling. There are different technologies to recycle organic wastes from municipal solid wastes (mainly composed of kitchen wastes, pruning wastes and green wastes) and composting is often presented as a low-technology and low-investment process to convert organic wastes to an organic fertilizer known as compost.

Composting is a biotechnological process by which different microbial communities decompose organic matter into simpler nutrients. Composting is an aerobic process, which requires oxygen to stabilize the organic wastes, and optimal moisture and porosity.¹ Temperature, oxygen and moisture are often selected as the control variables in the composting process, because they can be simply determined. However, there is scarce information about the monitoring of biological activity of composting processes in comparison with other biotechnology fields. Probably, the parameters most commonly used to describe the

biological activity of a composting process or compost are stability and maturity. Stability is related to the presence of easily biodegradable compounds and is routinely measured by the respirometric index as the Oxygen Uptake Rate (OUR) of a compost sample.^{2,3} Maturity is usually determined with self-heating tests in Dewar vessels⁴ or germination indices,⁵ and it is used in relation to compost application and plant growth.⁶

As a biotechnological process, composting needs to be inoculated. Nevertheless, most of the traditionally composted wastes, such as the source-selected organic fraction of municipal solid wastes (OFMSW), sewage sludge or animal manure, are supposed to contain enough autochthonous microorganisms and thus inoculation is rarely used in composting. In fact, contrasting results on the inoculation of different composting processes can be found in the literature. In general, from previous studies, it seems that when a specialized inoculum is used some positive effects can be observed. For instance, it has been reported that a bacterial inoculum

* Correspondence to: Antoni Sánchez, Universitat Autònoma de Barcelona, 08193-Bellaterra, Barcelona, Spain

E-mail: antoni.sanchez@uab.es

Contract/grant sponsor: Spanish Ministerio de Ciencia y Tecnología; contract/grant number: REN2003-00823

(Received 26 September 2005; revised version received 14 June 2005; accepted 24 August 2005)

Published online 25 November 2005

enriched with feather-degrading bacteria enhances keratin degradation and biofilm formation in poultry compost,⁷ or that the biodegradability of polycaprolactone in a compost environment is significantly altered by the type of inoculum used.⁸ However, other similar works have not found significant improvements when some inoculum was used in the composting of different wastes. The failure of inoculum in these works is attributed to different reasons, such as the presence of sufficient quantities of microorganisms in composted materials for an adequate composting^{9,10} or competition between autochthonous and inoculated strains.¹¹ In other works, although there is no perceptible effect of inoculation, it is pointed that inoculation decreases the variability observed in the composting experiences.¹²

Nevertheless in most of the cited works only routine parameters of the composting process are profiled and compared between inoculated and non-inoculated treatments. Moreover, only an inoculum dosage is usually tested. In the few works where microbiological parameters have been determined, it seems clear that inoculation can have a positive effect on the acceleration of composting and the quality of the compost, especially in the first thermophilic stage of the process.^{13,14}

The objective of this work is to study systematically the effect of different dosages of a commercial inoculum (MicroGest 10X, Brookside Agra, Highland, IL) in the acceleration of the composting process of OFMSW. The study is focused on the biological activity of the composting of OFMSW (measured as respirometric index and maturity grade), since this is the key parameter for the determination of the performance of an inoculum.

MATERIALS AND METHODS

Organic wastes

Source-selected organic fraction of municipal solid wastes was used as the main substrate for composting experiments. OFMSW was obtained and composted at the composting plant of Jorba (Barcelona, Spain). Plastic, metal, glass and other visible contaminants of the organic fraction were manually removed.

Composition and preparation of the inoculum

A commercial inoculum named MicroGest 10X was generously provided by Brookside Agra L.C. MicroGest 10X is a combination of enzymes and microorganisms. Its ingredients are: dried *Bacillus megaterium* fermentation product, dried *Bacillus licheniformis* fermentation product, dried *Bacillus subtilis* fermentation product, dried *Saccharomyces cerevisiae* fermentation product, dried *Trichoderma reesei* fermentation extract, dried *Aspergillus niger* fermentation extract, dried whey and silicon dioxide. The minimum number of total *Bacillus* bacteria is 4×10^9 Colony Forming Units (CFU) g^{-1} of MicroGest 10X.

The treatments applied to the OFMSW piles were: control (no added inoculum), A (10^5 CFU g^{-1} of OFMSW), B (10^6 CFU g^{-1} of OFMSW) and C (10^7 CFU g^{-1} of OFMSW). According to the different treatments applied, different weights of MicroGest 10X powder were suspended in 5 L of distilled water per ton of OFMSW at room temperature to reach the desired concentration of CFU g^{-1} of OFMSW. The amount of water was maintained constant in all the treatments to prevent a change in the moisture content of the OFMSW. This suspension is prepared fresh within 1 h before the application and applied uniformly by spraying on the solid waste. All the composting material was turned after inoculation to spread the bacterial consortium.

Composting experiments

Piles of source-separated OFMSW were investigated. The piles were built according to the normal operation of the plant. Trapezoidal piles (base: 2 m; height: 1.5 m) of approximately 30 tons of OFMSW mixed with pruning wastes in a 2:1 volumetric ratio were used for each treatment of inoculum applied. Piles were turned weekly using a turner (Backhus Model 15.50, Edewecht, Germany). No forced aeration was provided.

Pile temperature was measured at depths of 50 and 100 cm and the oxygen content of the pile was measured at depths of 100 and 150 cm at four points of the pile. Temperature and oxygen values are presented as average values. Variability between temperature and oxygen values measured at different points of the pile was in the range of 10–20% (error bars not included in figures due to space limitations). Temperature was measured with a portable Pt-100 sensor (Delta Ohm HD9214, Barcelona, Spain) and oxygen concentration in interstitial air was measured with a portable O₂ detector (Oxy-ToxiRAE, RAE) connected to a portable aspiration pump. Other parameters of the composting process were analysed in the laboratory after extracting a representative solid sample (approximately 2 L volume) of the pile from four different points. Samples were sieved in order to remove glass, plastics and other inert and oversize materials. For respirometric experiments, the Rottegrade self-heating test and the Solvita[®] test, moisture content was adjusted to a range of 40–50% if required.

Respirometric tests

A static respirometer was built according to an original model previously described² and following the modifications and recommendations given by the US Department of Agriculture and the US Composting Council.¹⁵

Approximately 250 mL of compost samples (representative sample of the pile from four different locations) were placed in 500 mL Erlenmeyer flasks on a nylon mesh screen that allowed air movement under and through the solid samples. The set-up

included a water-bath to maintain the selected temperature during the respirometric test. In the experiments presented, respirometric tests were obtained at two temperatures: 55 °C (related to the actual biological activity of the process) and 37 °C (related to the stability of the material). Prior to the assays, samples were incubated for 18 h at 37 °C or 4 h at 55 °C. During all the incubation period samples were aerated with previously humidified air at the sample temperature. The drop in oxygen content in a flask containing a compost sample was monitored with a dissolved oxygen meter (Lutron 5510, Lutron Co. Ltd, Taiwan) connected to a data logger. The rate of respiration of the compost sample (Oxygen Uptake Rate, OUR, based on total organic matter content, TOM) was then calculated from the slope of oxygen level decrease according to the standard procedures.¹⁵ Results of the static respirometric index referred to total organic matter content are presented as an average of three replicates. The standard deviation between respirometric replications is in the range of 5–10% (error bars not included in figures due to space limitations).

Analytical methods

Moisture, total organic matter (TOM), pH, electrical conductivity (EC), the Solvita test and the Rottegrade self-heating test were determined according to the standard procedures.¹⁵ The Solvita test is based on the qualitative calculation of CO₂ and NH₃ emissions which are correlated to a maturity grade, with a range from 1 (raw material) to 5 or 8 for NH₃ or CO₂ respectively (finished compost). The Rottegrade self-heating test measures a temperature rise due to the exothermic biological and chemical activity with a range from I (fresh material) to V (compost completely mature). Representative samples of the pile from four different locations were used to carry out all the analytical tests.

Data analysis

Variance analysis was done to compare mean values of different parameters studied for each treatment applied using the least-significance difference test at 5% level of probability.

RESULTS AND DISCUSSION

Evolution of composting experiments

Different routine parameters were determined in the composting experiments. Figure 1 presents the temperature profiles obtained for the different experiments (average values). A thermophilic range of temperatures (>50 °C) could be easily reached for all the dosages of inoculum, including the control experiment. According to Fig. 1, temperature–time profiles indicated that the material should be sanitized. However, no significant differences ($P \leq 0.05$) were observed among the treatments used.

Figure 2 shows the evolution of interstitial oxygen content of the material for each treatment. Although

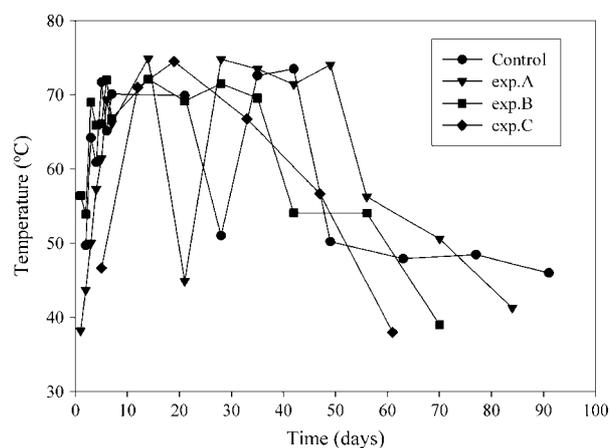


Figure 1. Temperature profiles (average values) for the treatments studied.

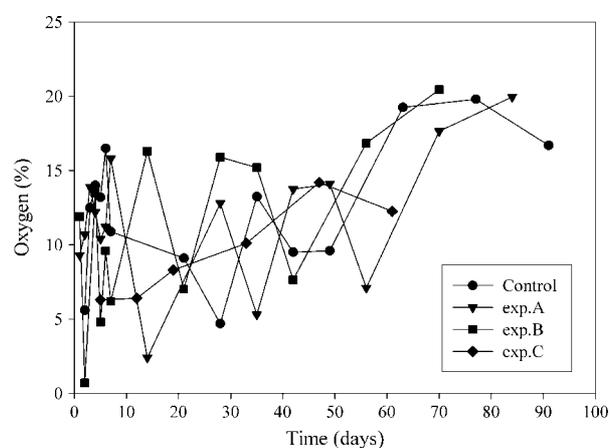


Figure 2. Oxygen content profiles (average values) for the treatments studied.

the oxygen profiles were similar and differences among average oxygen values were not statistically significant ($P \geq 0.05$), it seemed that dose C of inoculum implied lower oxygen concentrations in some samples. Nevertheless, all experiments showed an oxygen profile very similar to those found in typical windrow composting,¹ with oxygen limitation in the first stage (some oxygen values below 5%) and a final stage with high concentrations of oxygen (corresponding to a decrease in biological activity).

On the other hand, moisture quickly decreased for all the dosages (data not shown) according to the high temperatures reached, and water had to be added after 20–30 days of composting to maintain a moisture level over 40%. No significant differences were detected for each treatment ($P \geq 0.05$). In conclusion, it can be stated that there were no significant differences among the treatments using different doses of inoculum in relation to the common composting parameters, such as temperature, oxygen content and moisture. The profiles obtained for these parameters were very similar to those found in typical windrow composting of OFMSW.

Table 1. Initial characteristics of OFMSW composted and final characteristics of the compost obtained for each treatment studied

Parameter	Initial	Control	Treatment A	Treatment B	Treatment C
Moisture (%)	57.98	35.5	35.2	33.1	24.2*
TOM (%)	62.86	45.8	47.7	44.4	46.8
pH	6.90	8.60	8.33	8.48	8.90
EC (mS cm^{-1})	2.97	5.25	4.92	5.57	4.82
Solvita CO_2	3	5	5	5	5
Solvita NH_3	4	5	4	4	4

* Statistically different ($P < 0.05$).

Physico-chemical characteristics

Moisture, TOM, EC and pH were determined for the initial sample of OFMSW and the final compost obtained for each treatment (after 100 days of composting). Results obtained are presented in Table 1. As can be seen in Table 1, only slight differences were observed among the treatments applied. In fact, this variability is usually observed in different batches of standard non-inoculated batches of OFMSW composting^{12,16} and they were not statistically significant. Therefore, it could be concluded that inoculation did not have a significant impact on these parameters.

Biological activity indices

Different measures of biological activity related to maturity and stability were used to follow the material's evolution and include respirometric index (measured at 37 °C and 55 °C), the Rottegrade self-heating test and the Solvita test. These tests have been extensively used in the composting field to characterize the stability and maturity of compost.^{2,4,17} However, the information they provide is qualitatively different. Thus, respirometry refers to the aerobic biological activity of the material, and it is recommended for monitoring the composting process.^{18,19} Also, it can be determined at two different temperatures: 55 °C (which is a measure of the real activity of the process in the thermophilic range) or 37 °C (which is related to the stability of the material). It is generally considered that values of respirometric index (measured at 37 °C) below $1 \text{ mg O}_2 \cdot \text{g TOM}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$ correspond to stable compost.²⁰ On the other hand, the Rottegrade self-heating test and the Solvita tests give information in the form of maturity grade. In Europe, the Rottegrade self-heating test is commonly used to quantify the maturation of compost, with a range from I to V.¹⁵ The results of the respirometric index (at 37 °C and 55 °C) and maturity grade obtained for each treatment are presented in Figs 3, 4 and 5, respectively.

From Figs 3 and 4, it was obvious that doses B and C of inoculum produced a faster decrease in the respirometric index (measured at 37 °C and 55 °C) than those observed for dose A and control, indicating a clear acceleration of the whole process. This fact can be due to a high microbial activity in the composting thermophilic phase, which finally produced a more stable product. As expected, it was also clear that

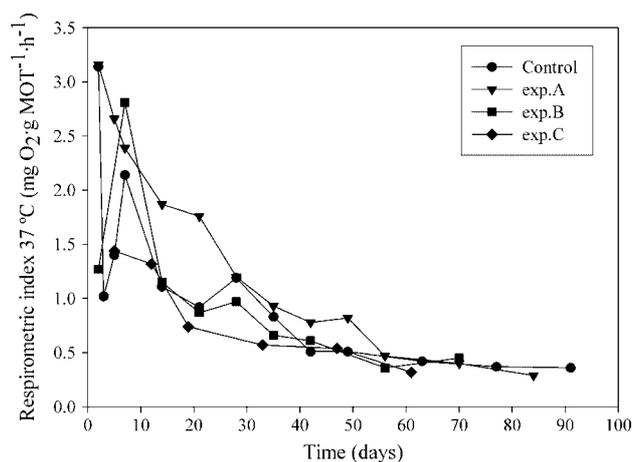


Figure 3. Respirometric index (37 °C) profiles for the treatments studied.

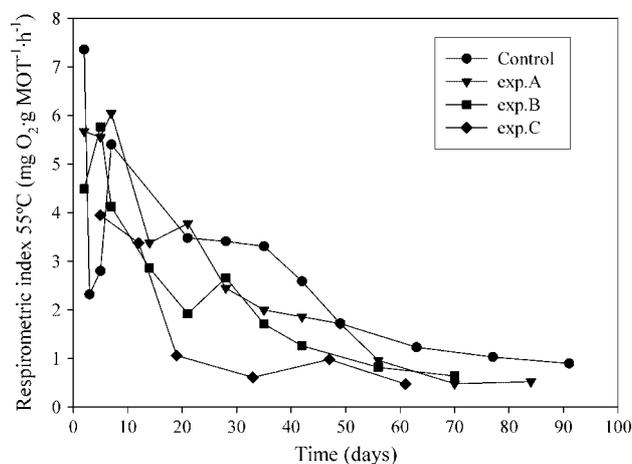


Figure 4. Respirometric index (55 °C) profiles for the treatments studied.

of doses B and C, dose C is more effective. It can be concluded that larger quantities of inoculum accelerate the composting of OFMSW, however, the differences in the respirometric index between doses B and C probably are not high enough from the economic point of view. Finally, dose A does not seem to have a significant effect on the respirometric index. Thus, it seems that the main reason for the positive results obtained with MicroGest 10X is due to the fact that there is an increase in the number of active microorganisms that accelerate the degradation of organic matter. This is clearly observed from the

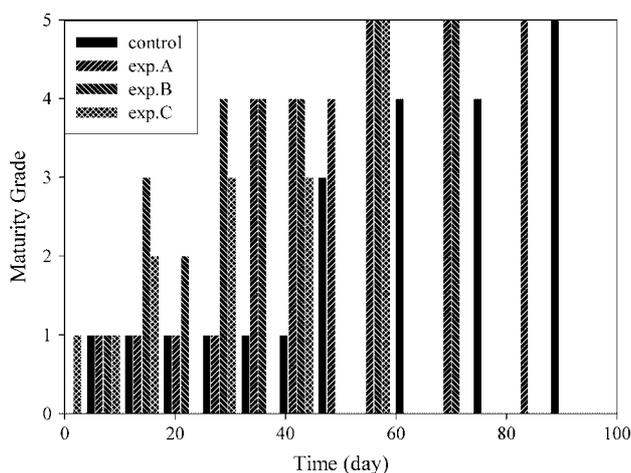


Figure 5. Maturity grade profiles for the treatments studied.

values of respirometric index (Fig. 4), which is directly related to the oxygen consumption of the aerobic microbial populations.²¹

As expected, when respirometric indices were determined at 37 °C and 55 °C, differences between both indices were more important in the first thermophilic phase than in the final maturation phase, when the temperature was close to 37 °C. In fact, respirometric indices determined at 37 °C were not statistically different ($P \geq 0.05$) from those determined at 55 °C from day 50 on (corresponding to mesophilic phase, Fig. 1). From 0 to 50 days (thermophilic phase of composting) the thermophilic microorganisms only exhibited a limited growth at 37 °C, whereas the mesophilic population was scarce. At 55 °C, the respirometric index was determined under thermophilic conditions and the microbial populations present in the material were fully active, resulting in high values of the respirometric index. In conclusion, it can be stated that the respirometric index can be used for monitoring the biological activity of the composting process; however, it should be determined at thermophilic conditions, whereas determinations at mesophilic temperature should be exclusively used for compost material in the maturation stage. The use of respirometric index as a measure of biological activity is of special relevance at full-scale facilities (specially in the maturation stage) where temperature is maintained in the thermophilic range because of the limited heat transfer of the compost material (low thermal conductivity), the oxygen content is very close to that of ambient air and the moisture content is roughly constant. Therefore, in these situations the respirometric index provides a more accurate measure of the biological activity of the compost material.

On the other hand, results shown in Fig. 5 (maturity grade) are very interesting because they confirm the results obtained for the respirometric index. Thus, it took 56 days for the control experiment to reach a maturity grade considered stable (IV), which is a typical time in the windrow composting of OFMSW in Spain.²² In the inoculated experiments,

the acceleration in the process to obtain mature compost was spectacular. With dose B, it only took 28 days to obtain grade IV compost, and 49 days to obtain grade V (the maximum maturity grade). With dose A, the results were less positive, but better than the control experiment. The results for dose C were similar to those obtained in experiment B, which indicated that the optimal dose in terms of acceleration and cost was dose B. The optimal treatment in terms of maturity grade is therefore dose B, which produced a reduction of the 50% of the composting time.

Finally, the Solvita test was studied for initial and final samples of compost (Table 1). From our results, there were no differences among the treatments using the Solvita test, and all the materials appeared to be only partially stabilized. These results were contradictory with respirometric index and maturity grade. It is probable that this test is not suitable to assess the stability of heterogeneous materials such as OFMSW, although it has been successfully used with other wastes in the final maturation stage.¹⁷

CONCLUSIONS

From the results obtained, it can be concluded that:

1. MicroGest 10X is an effective inoculum to accelerate the composting of OFMSW, by enhancing the biological activity in the thermophilic stage of the process.
2. Among the inoculum dosages tested, treatment B (10^6 CFU g^{-1} of OFMSW) is the optimal in terms of reduction of the composting time (approximately 50% reduction) and economics of the treatment. Treatment C (10-fold more inoculum than treatment B) does not improve significantly the composting of OFMSW in comparison to treatment B, whereas treatment A (10-fold less inoculum than treatment B) has little effect when compared with the control experiment. The determination of an optimal dosage of inoculum appears to be as important as the decision to use it.
3. Routine parameters (temperature, oxygen content and moisture) are not statistically different among the treatments studied. However, temperature is a crucial parameter to study some aspects of the composting process such as compost sanitation or moisture control.
4. Parameters related to biological activity of the material such as stability and maturity are specially indicated to study the effects of inoculation of composting materials. Specifically, respirometric index (determined at 55 °C) and maturity grade can be considered as reference parameters in the composting field. Additionally, the use of respiration indices is recommended by the European Commission as the most suitable measure to certificate compost stability prior to its application to soil.²³
5. Future work on the use of inoculating microorganisms in the composting process should be focused

on the study of its effects on other types of organic wastes and composting plants configurations.

ACKNOWLEDGMENTS

The authors wish to thank the financial support provided by the Spanish Ministerio de Ciencia y Tecnología (Project REN2003-00823).

REFERENCES

- Haug RT, *The Practical Handbook of Compost Engineering*. Lewis Publishers, Boca Raton (1993).
- Iannotti DA, Pang T, Toth BL, Elwell DL, Keener HM and Hoitink HAJ, A quantitative respirometric method for monitoring compost stability. *Compost Sci Util* 1:52–65 (1993).
- Chica A, Mohedo JJ, Martín MA and Martín A, Determination of the stability of MSW compost using a respirometric technique. *Compost Sci Util* 11:169–175 (2003).
- Weppen P, Determining compost maturity: evaluation of analytical properties. *Compost Sci Util* 10:6–15 (2002).
- Bernal MP, Paredes C, Sánchez-Monedero MA and Cegarra J, Maturity and stability parameters of composts prepared with a wide range of organic wastes. *Bioresource Technol* 63:91–99 (1998).
- Cooperband LR, Stone AG, Fryda MR and Ravet JL, Relating compost measures of stability and maturity to plant growth. *Compost Sci Util* 11:113–124 (2003).
- Ichida JM, Krizova L, LeFevre CA, Keener HM, Elwell DL and Burt EH, Bacterial inoculum enhances keratin degradation and biofilm formation in poultry compost. *J Microbiol Meth* 47:199–208 (2001).
- Ohtaki A, Akakura N and Nakasaki K, Effects of temperature and inoculum on the degradability of poly-caprolactone during composting. *Polym Degrad Stabil* 62:279–284 (1998).
- Faure D and Deschamps AM, The effect of bacterial inoculation on the initiation of composting of grape pulps. *Bioresource Technol* 37:235–238 (1991).
- Nakasaki K, Watanabe A, Kitano M and Kubota H, Effect of seeding on thermophilic composting of tofu refuse. *J Environ Qual* 21:714–719 (1992).
- Baheri H and Meysami P, Feasibility of fungi bioaugmentation in composting a flare pit soil. *J Hazard Mater* B89:279–286 (2002).
- Schloss PD and Walker LP, Measurement of process performance and variability in inoculated composting reactors using ANOVA and power analysis. *Process Biochem* 35:931–942 (2000).
- Tiquia SM, Tam NFY and Hodgkiss IJ, Effects of bacterial inoculum and moisture adjustment on composting pig manure. *Environ Pollut* 96:161–171 (1997).
- Bolta SV, Mihelic R, Lobnik F and Lestan D, Microbial community structure during composting with and without mass inocula. *Compost Sci Util* 11:6–15 (2003).
- US Department of Agriculture and US Composting Council, *Test Methods for the Examination of Composting and Compost*. Edaphos International, Houston (2001).
- Schloss PD, Chaves B and Walker LP, The use of the analysis of variance to assess the influence of mixing during composting. *Process Biochem* 35:675–684 (2000).
- Changa CM, Wang P, Watson ME, Hoitink HAJ and Michel FC, Assessment of the reliability of a commercial maturity test kit for composted manures. *Compost Sci Util* 11:125–143 (2003).
- Mari I, Ehaliotis C, Kotsou M, Balis C and Georgakakis D, Respiration profiles in monitoring the composting of by-products from the olive oil agro-industry. *Bioresource Technol* 87:331–336 (2003).
- Liang C, Das KC and McClendon RW, The influence of temperature and moisture contents regimes on the aerobic microbial activity of a biosolids composting blend. *Bioresource Technol* 86:131–137 (2003).
- California Compost Quality Council, CCQC-Compost Maturity Index. <http://www.crra.com/ccqc/ccqchome.htm> (2001). Accessed 1 March 2005.
- Gea MT, Barrena R, Artola A and Sánchez A, Monitoring the biological activity of the composting process: Oxygen Uptake Rate (OUR), Respirometric Index (RI) and Respiratory Quotient (RQ). *Biotechnol Bioeng* 88:520–527 (2004).
- Barrios S, Fernández R, Vázquez F and Font X, Composting activity in Catalonia. *Biocycle* 45:64–66 (2004).
- European Commission. Working document. Biological treatment of biowaste. 2nd draft. <http://europa.eu.int/comm/environment/waste/facts.en.htm> (2001). Accessed 1 March 2005.

Co-composting of hair waste from the tanning industry with de-inking and municipal wastewater sludges

Raquel Barrena · Estel·la Pagans ·
Adriana Artola · Felicitas Vázquez ·
Antoni Sánchez

Received: 12 July 2005 / Accepted: 15 May 2006
© Springer Science+Business Media B.V. 2006

Abstract Production of waste hair in the leather manufacturing industry is increasing every year due to the adoption of hair-save unhairing techniques, leaving the tanners with the problem of coping with yet another solid by-product. Numerous potential strategies for hair utilisation have been proposed. However, the use of hair waste as agricultural fertiliser is one of its most promising applications due to the high nitrogen content of hair. Agricultural value of hair can be increased by composting. This paper deals with the composting of hair from the unhairing of bovine hide. Results indicated that hair cannot be either composted on its own or co-composted with de-inking sludge, a chemical complementary co-substrate. However, good results were obtained when co-composted with raw sludge from a municipal wastewater treatment plant at hair:raw sludge weight ratios 1:1, 1:2 and, 1:4 in lab scale and pilot plant scale composters. In all cases, a more stable product was achieved at the end of the process. Composting in the pilot plant

composter was effectively monitored using Static Respiration Indices determined at process temperature at sampling (SRI_T) and at 37°C (SRI_{37}). Notably, SRI_T values were more sensitive to changes in the biological activity. In contrast, Respiratory Quotient (RQ) values were not adequate to follow the development of the process.

Keywords Biological activity indices · C/N ratio · Co-composting · De-inking sludge · Hair waste · Municipal wastewater raw sludge · Unhairing residue

Introduction

Tanning is the process of transforming animal skin to leather. Over the past 30 years global demand for leather and related products has increased by about 55% (Rivela et al. 2004). The leather tanning process is composed of several batch stages associated with the consumption of large amounts of chemicals and fresh water and with the generation of liquid and solid wastes. The unhairing of the hide is one of the most important stages of this process (Vidal et al. 2004). Traditionally, unhairing was done by dissolving the hair, with the consequent high organic pollution of wastewater. With increasingly stringent environmental requirements, it has become

R. Barrena · A. Artola · A. Sánchez
Departament d'Enginyeria Química, Escola Tècnica
Superior d'Enginyeria, Universitat Autònoma de
Barcelona, 08193 Cerdanyola del Vallès, Spain

E.la Pagans · F. Vázquez (✉)
GIRO Centre Tecnològic, Rbla. Pompeu Fabra 1,
08100 Mollet del Vallès, Spain
e-mail: felicitas.vazquez@irta.es

necessary to reduce the pollution load in wastewater as much as possible. This may be done by treating the wastewater biologically, an expensive undertaking. Moreover, wastewater treatment generates a large amount of sludge, posing disposal problems. For this reason, hair-save practices have taken on renewed importance and nowadays they are a well established practice (Rivela et al. 2004). When these methods are applied, hair can be recovered. One of the most promising possibilities for utilising this hair seems to be as a soil additive due to its high organic matter and nitrogen content.

Among the available technologies to treat organic wastes, composting is one of the most promising options to recycle organic materials into a valuable organic fertiliser, the compost. Composting is a biotechnological process by which different microbial communities decompose organic matter into simpler nutrients and, in a second stage, complex organic macromolecules such as humic acids are formed (Hsu and Lo 1999). Composting is an aerobic process which requires oxygen to stabilise organic wastes, optimal moisture and enough free air space (FAS) (Haug 1993). C/N ratio is also important and often used as design criteria (Haug 1993). Temperature plays an important role in the composting process; it is routinely chosen as the control variable because it is an indicator of the biological activity of the material. Composting process is usually carried out within the thermophilic range of temperature permitting the disinfection of the final product (Salter and Cuyler 2003). In addition to temperature, oxygen and moisture content are common control variables in the composting process. Other chemical and biochemical properties are also used but to a lesser extent.

The static respiration index (SRI) has been proposed and studied as an indicator of the biological activity in the composting process (Scaglia et al. 2000; Adani et al. 2003; Gea et al. 2004). SRI is generally determined off-line and without continuous aeration at 37°C (SRI₃₇) using a respirometric technique and is commonly used to assess compost stability (Ianotti et al. 1993). A wide range of temperatures are involved in the composting process from ambient air temperature

at the beginning and the end of the process to temperatures over 65°C during the thermophilic stage. Predominant active microbial populations evolve according to composting process temperature. Thus, if SRI is estimated at process temperature (SRI_T), it can be used as an indicator of the evolution of the biological activity during composting (Barrena et al. 2005).

The respiration quotient (RQ) represents the relationship between CO₂ produced and O₂ consumed. Values of RQ are related to the biochemical composition of the organic material used as substrate and to the active microbial communities. Due to this dependence it has been routinely used in the biotechnological field (Atkinson and Mavituna 1983) although its calculation and use in composting processes has been scarce (Gea et al. 2004). Given a defined waste, the RQ value in a composting process can be considered steady under different conditions of aeration rate and moisture (Klauss and Papadimitriou 2002; Mönning et al. 2002). However, some differences in RQ values have been found when composting the same waste under different temperature regimes or composting different types of waste (Nakasaki et al. 1985; Gea et al. 2004). The determination of the exact biochemical composition of a significant number of wastes treated through composting is not always possible. This fact makes difficult to theoretically estimate RQ values.

Composting has been traditionally used as a treatment technique for the organic fraction of municipal solid waste, green waste, agricultural and farming residues and surplus sludge from municipal wastewater treatment plants (Sharma et al. 1997). However, its application to high organic matter content wastes is not widespread. This is mainly because very often these materials do not meet requirements such as C/N ratio or porosity, to be successfully composted (Jokela et al. 1997; Wakelin and Forster 1997; Charest and Beauchamp 2002). However, this fact could be overcome by the addition of a complementary substrate in a process called co-composting. Waste hair from the leather industry can be considered as an example of this type of residues. Its main characteristics are a high nitrogen content and high pH. Elevated nitrogen content

produces an excessively low value of the C/N ratio to guarantee optimal composting conditions. The optimum C/N ratio should be in the range of 25–30 (Haug 1993). Excessive carbon presence slows the microbial activities (Sharma et al. 1997). Composting at very low C/N ratios that is, under excessive nitrogen, takes place at similar rates compared to optimal C/N ratios; however nitrogen losses through ammonia volatilisation are higher. The high pH value of unhairing residue associated to the rests of chemicals used in the unhairing process should also be taken into account if composting is considered for the treatment of this residue. Composting of residual hair seems to require the presence of a co-substrate for composting and nitrogen conservation. Recent works have been published on the biodegradation of animal wastes using specific microbial populations (Galarza et al. 2004 and Gousterova et al. 2005). Tiquia et al. (2005) obtained a 50% carbon conversion when composting wastes from the poultry industry with high nitrogen content. This indicated the high biodegradability of protein of animal origin under composting conditions. In this work, the authors also proposed the use of specific bacteria for enhancing keratin degradation. However, the addition of bacterial inocula did not improve the rate of composting of the material.

On these bases, the objectives of the present work are: (1) to determine the compostability of hair residues based on previous work on the biodegradability of residues of similar origin; (2) to study the suitability of different residues to be used as co-substrate, (3) to study the differences in the composting process using established control parameters, (4) to follow the evolution of the proposed biological activity parameters, SRI and RQ, during the composting process of this residue and, (5) to determine the extent of nitrogen conservation during the process.

Table 1 Main characteristics of the different materials used for the composting process

Parameter	Hair residue	De-inking sludge	Raw sludge
Dry matter (%)	37.9	63.3	23.5
Organic matter (% dry basis)	88.7	33.7	73.3
pH	8.8	7.5	7.1
Conductivity (mS/cm)	2.9	1.9	1.8
N-Kjeldahl (% dry basis)	12.12	0.43	2.50
C/N ratio	3.3	34.0	12.0

Materials and methods

Composting materials

Hydrolysed hair produced during the hair-save unhairing of bovine hide was obtained from a tannery located in Igualada (Barcelona, Spain). This unhairing process was developed jointly by different European leather industries with the support of the European Union (Project reference ENV 4980764). Briefly, hair wastes are produced when cow hide is treated sequentially for a total period of 24 h with: (1) calcium hydroxide (1.3%) and sodium hydroxide (0.3%), (2) sodium hydrosulfide (0.4%) in alkaline conditions (pH 13) and (3) sodium sulfide (0.7%) in alkaline conditions (pH 13). Afterwards, hair in a prehydrolysed form is separated from the hide and collected by filtration.

De-inking sludge was collected from a recycled paper manufacturing industry in Spain.

Dewatered raw sludge, composed of primary and activated sludge, was obtained from the municipal wastewater treatment plant in La Garriga (Barcelona, Spain).

Wood chips were used as inert bulking agent. A semi-industrial sieve with a 10 mm mesh (Filtración Vibración) was used for the screening of the chips.

Main characteristics of the residues used in this work are shown in Table 1.

Composting mixtures

Composting mixtures were prepared as follows: hair was first mixed either with de-inking sludge or raw sludge according to the hair:sludge weight ratios 1:1, 1:2 and 1:4. These mixtures were then combined with wood chips in a 1:1 volumetric ratio as suggested by Gea et al. (2003). All mixtures were prepared by hand. These mixtures

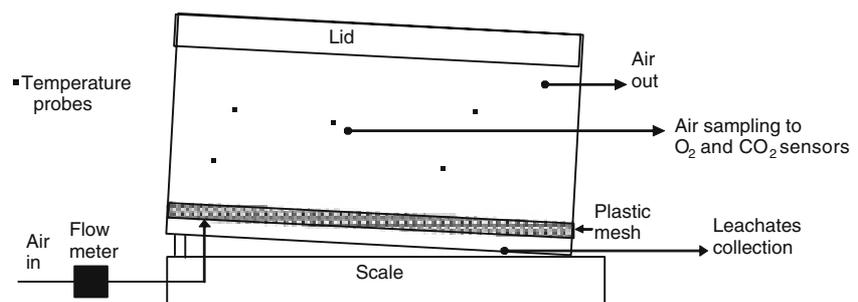
were chosen bearing in mind combinations commonly used in composting plants. 1:1 and 1:4 mixtures can be considered as extreme values for co-composting experiments and 1:2 is an intermediate ratio normally used in this type of plants. Resulting C/N ratios were 5.5, 8.1 and, 11.6 for the 1:1, 1:2 and 1:4 mixtures respectively.

Hair was also composted on its own and mixed only with wood chips in a 1:1 volumetric ratio.

Lab scale experiments

Small scale composting experiments were carried out in a 4.5 l Dewar vessel adapted to be used as composter. Inside vessel dimensions were 28 cm height, 15.5 cm maximum diameter and, superficial area:volume (SA:V) ratio of 60. A plastic mesh was fitted at the bottom of the recipient to support the material and three holes were perforated through the lid to allow air inlet and outlet and, the insertion of a temperature probe. Previous experiments have shown that the most reliable parameter to follow the compostability of a mixture at this scale is temperature (Gea et al. 2003). Air supply was made via a tube passing through one of the holes on the lid right to the bottom of the recipient. A Pt-100 sensor (Desin SR-NOH, Desin Instruments, Barcelona Spain) was used for the monitoring of the temperature throughout the process. O₂ concentration in interstitial air was monitored with a portable O₂ detector (Oxy-ToxiRAE, RAE) connected to a portable aspiration pump. It was manually fitted to the air inlet three times a day. Air supply was adjusted by hand if oxygen concentration was below 10%. Air flow inlet varied from 0.1 to 0.2 l min⁻¹ kg⁻¹ dry matter.

Fig. 1 Schematic diagram of the composter used for the pilot scale experiments



Pilot scale composter

A 100 l static composter was used for pilot scale experiments. Dimensions of the vessel were length 50 cm, width 40 cm and, height 50 cm. SA:V ratio of the reactor was 14. A diagram of the rig is shown in Fig. 1. The reactor had four Pt-100 sensors (Desin mod. SR-NOH) used for the monitoring of the temperature throughout the process. Temperature in the reactor was taken as the average value from the four sensors. O₂ and CO₂ concentration in interstitial air were monitored with an O₂ sensor (Sensox, Sensotran Spain) and an infrared detector (Sensotran I.R., Sensotran Spain), respectively. All sensors were connected to a in-house data acquisition system. Oxygen was controlled by means of a feedback oxygen control system which automatically supplied fresh air to the reactor when oxygen concentration fell below 10%. Composter was placed on a scale (BACSA mod. 1200) for on-line weight monitoring.

Static Respiration Indices (SRI) and Respiration Quotient (RQ) estimation

Static Respiration Indices of composting samples were obtained off-line at process temperature at sampling (SRI_T) and at the fixed value of 37°C (SRI₃₇), using a static respirometer based on that described by Ianotti et al. (1993) according to the method described by Barrena et al. (2005). SRI is expressed as the amount of oxygen consumed per unit organic matter content of the sample per hour (g O₂kg OM⁻¹ h⁻¹).

Respiration Quotient (RQ) was determined on-line from the O₂ and CO₂ concentrations according to the expression:

$$RQ = \frac{\% CO_{2out} - \% CO_{2in}}{\% O_{2in} - \% O_{2out}} \quad (1)$$

where %CO₂ and %O₂ are the respective measured percentage volume concentrations and subscript “in” and “out” correspond to the inlet and outlet concentrations. CO_{2 in} was assumed as negligible and O_{2 in} as 20.9%.

Analytical methods

Moisture, dry matter (DM), organic matter (OM), N-Kjeldahl, pH, conductivity and, Dewar self-heating test were determined according to standard procedures (US Department of Agriculture & US Composting Council 2002).

FAS was estimated using an air picnometer built according to Oppenheimer et al. (1997) and Agnew et al. (2003). Air picnometers provide indirect air space measurements by relating the system's pressure and volume using Boyle's Ideal Gas Law. In these systems, a sample is placed in one chamber of known volume while a second chamber is filled with air to a known pressure. The air is allowed to equilibrate between the two chambers and the resulting pressure is used to calculate the air-space volume in the sample (Agnew et al. 2003).

Carbon content estimation

%C was estimated based on the volatile solid content (VS) of the samples and considering that for most biological materials the carbon content is between 45% and 60% of the volatile solid fraction. Assuming 55% (Adams et al. 1951), then:

$$\% \text{ carbon} = \frac{(\% \text{ VS})}{1.8} \quad (2)$$

where

$$\% \text{ VS} = 100 - \% \text{ ash} \quad (3)$$

Results

Lab scale experiments

First experiments were carried out with the aim of determining the feasibility of composting hair waste on the basis of its high organic matter

content, as seen in Table 1. Results indicated that it cannot be composted either on its own or combined only with bulking agent since temperature in the composter did not reach the thermophilic range. This is probably because the strong alkaline conditions that the material had been subjected to during the unhairing process eliminated all microbial flora that the material might contain, i.e. preventing the development of any biological activity.

Because hair residue could not be composted alone, next step was to combine it with other residues in order to find conditions that favour the composting process. Hair residue was thus mixed with de-inking sludge, an industrial residue that had been successfully composted previously (Gea et al. 2005). De-inking sludge consists basically of cellulose and therefore, has a higher C/N ratio than hair residue, as indicated in Table 1. It was considered that a mixture between hair residue and de-inking sludge may balance the nitrogen excess of the former. However, these mixtures could not be composted at any proportion of the two residues used. A possible explanation for this may be that de-inking sludge had either a low microbial population or/and this population was not diverse enough as to be able to grow in an environment such as that provided by the hair residue (Charest et al. 2004). These results point out that for the co-composting of different residues, nutrient balance is not the only requirement that needs to be fulfilled, but an adequate initial microbial population or inoculum is also essential. This is important since co-composting recipes are usually formulated on chemical basis only and the presence of an adequate seed may not be implicit.

Conversely, hair residue could be co-composted when mixed with raw sludge at the different ratios assayed, as shown in Fig. 2. In all cases, temperature evolution curves show the typical behaviour of this type of process, i.e. a rapid increase to temperatures above 60°C at the beginning of the process, followed by a temperature decrease that was related to the amount of hair in the composting mixture. The fastest decrease was observed for the mixture with the highest proportion of hair (1:1), with mesophilic temperatures reached after 4 days of process. On the contrary, temperature of the mixture with the

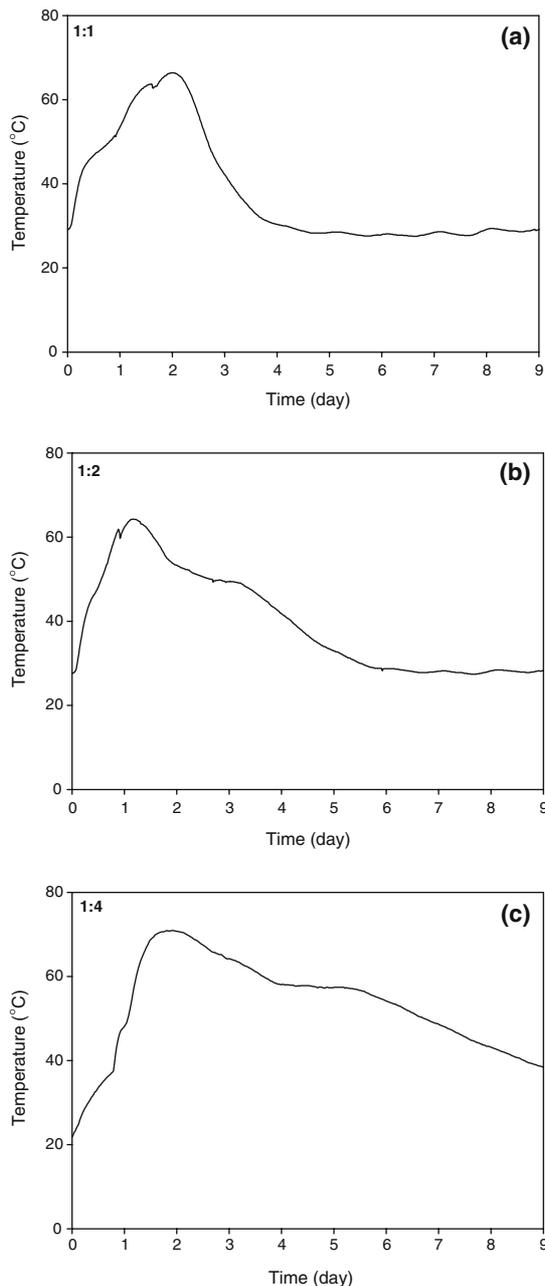


Fig. 2 Temperature profile during the co-composting of hair waste and raw sludge at three different weight ratios: (a) 1:1, (b) 1:2 and, (c) 1:4 for lab scale experiments

smallest proportion of hair (1:4) was still around 40°C after 9 days of process. Table 2 summarises the main parameters obtained during the monitoring of the process. It can be observed that a highly stable material is obtained for all cases, as indicated by the Respiration Indices after 9 days

of process. From these results, it is evident that raw sludge can act as a seed for the composting of hair residues. Other materials such as mature compost or even municipal solid wastes could also be useful for this purpose. The decision of using a specific waste for composting inoculation should be made on the basis of availability and/or operation of the composting plant.

In this study, because of the promising results obtained at this scale for the mixtures with raw sludge, experiments were continued at pilot scale.

Pilot scale composting

Temperature profiles obtained for the different mixtures hair:raw sludge in the 100 l composter are presented in Figs. 3–5. As expected, temperature profiles were similar to those observed at the smaller scale but thermophilic temperatures were kept for 20 days instead of 9, which is a normal behaviour since heat is better conserved at larger scale due to lower SA:V ratio. Besides, a similar pattern can be observed for all composting mixtures: temperature increased rapidly to the thermophilic stage (over 45°C) reaching values over 70°C by day 2. Temperatures were kept around this value for several days and then slowly decreased to reach around 40°C by day 20 for the 1:4 mixture (Fig. 5). A similar behaviour was observed for the 1:2 mixture (Fig. 4) although in this case, a more noticeable decrease in process temperatures was observed. Temperature profile for the 1:1 mixture was also similar to the latter (Fig. 3) however, a slight increase in temperature was observed at the end of the process.

Figures 3–5 also show the different SRI estimated along the process. These indices, indicators of microbial activity, showed that higher activities were developed during the early stages of the process because readily degradable compounds were mainly degraded during this period. As process proceeded, microbial activity declined as indicated by the fall in the respiration indices due to the depletion of readily degradable material. It can be observed that in all cases, SRI followed the same profile as temperature values inside the reactor. However, SRI₇ were more sensitive to temperature changes than SRI₃₇. SRI₃₇ were significantly lower than SRI₇ especially at higher

Table 2 Characteristics of the hair:raw sludge co-composting mixtures at the beginning and at the end of the composting process (9 days) in lab scale composter

Parameter	1:1 Mixture		1:2 Mixture		1:4 Mixture	
	Initial	Final	Initial	Final	Initial	Final
Dry matter (%)	42.4	35.4	44.8	38.7	41.8	34.1
Organic matter (% dry basis)	76.5	74.8	72.9	60.5	70.7	67.6
N-Kjeldahl (% dry basis)	5.7	4.4	5.5	4.9	8.2	6.6
N-Kjeldahl (g)	4.2	2.6	3.6	2.61	3.6	1.2
Respiration Index * (mg O ₂ g OM ⁻¹ h ⁻¹)		1.10		1.15		1.71

* Corresponds to the Static Respiration Index at 37°C

temperatures, indicating that at this stage SRI₃₇ may be underestimating the microbial activity within the reactor. A reason for this could be that at higher temperatures microbial population may be largely thermophilic. If this population is placed at lower temperatures as for the SRI₃₇ assay, its activity would then be considerably reduced. As temperature in the reactor decreased, differences between SRI_T and SRI₃₇ would be reduced, as shown in Figs. 3–5. Therefore, it can be said that, because of their sensitivity, SRI_T is more appropriate for the monitoring of the composting activity. On the contrary, SRI₃₇ should be used only for the estimation of the final compost stability or with mesophilic samples (Gea et al. 2004; Barrena et al. 2006). Figures 3–5 also indicate that SRI_T cannot be directly calculated from SRI₃₇ using an Arrhenius type temperature correlation because other factors such as oxygen transfer limitations and/or microbial community changes (mesophilic/thermophilic) are also influencing this index. These findings are in agreement with those reported by Barrena et al. (2005).

Figures 3–5 also display RQ obtained for the different composting mixtures. From these figures it can be observed that these values did not show a clear tendency throughout the process for any mixture. This is, the stage of the process, either thermophilic or mesophilic, and mixture composition did not seem to have a direct influence on RQ values. These results agree with those obtained when working with different sludge and organic fraction of municipal solid waste (Gea et al. 2004). This may suggest that composting is a process where catabolic and anabolic reactions take place at the same time and not as a series of

sequential reactions. If the latter were the case, higher RQ values should be expected at the beginning of the process, since readily degradable materials such as proteins and glucose and its associated complex compounds have elevated RQ values (Cronjé et al. 2004). As process continued, RQ values would tend to decrease because less oxidised material would be degraded, and also because there would be different microbial communities. However, in our case this behaviour is not observed, probably because the composting process involves the hydrolysis and synthesis of different compounds at the same time. Moreover, RQ values are considerable higher for the mixture with higher hair content. This may be because hair is composed mainly of proteins. Total protein content of the mixture will be then higher and could significantly contribute to the RQ value. However, it should also be borne in mind that many of the estimated RQ values were above 1 thus indicating that in those moments the system could be working under oxygen limitations. Consequently under these conditions RQ estimation would be of no use.

Table 3 shows the main characteristics of the composting mixtures at the beginning and after 20 days of process. As it can be seen, the highest organic matter degradation corresponded to the mixture with the highest initial organic matter content. This degradation agreed with weight reduction that took place during the process. Hair decomposition was also visually observed for all mixtures. Table 3 also shows that pH rose during the process in all cases. This was probably due to ammonia production as a consequence of organic nitrogen ammonification, solubilisation of ammonia led to the formation of ammonium and an increase

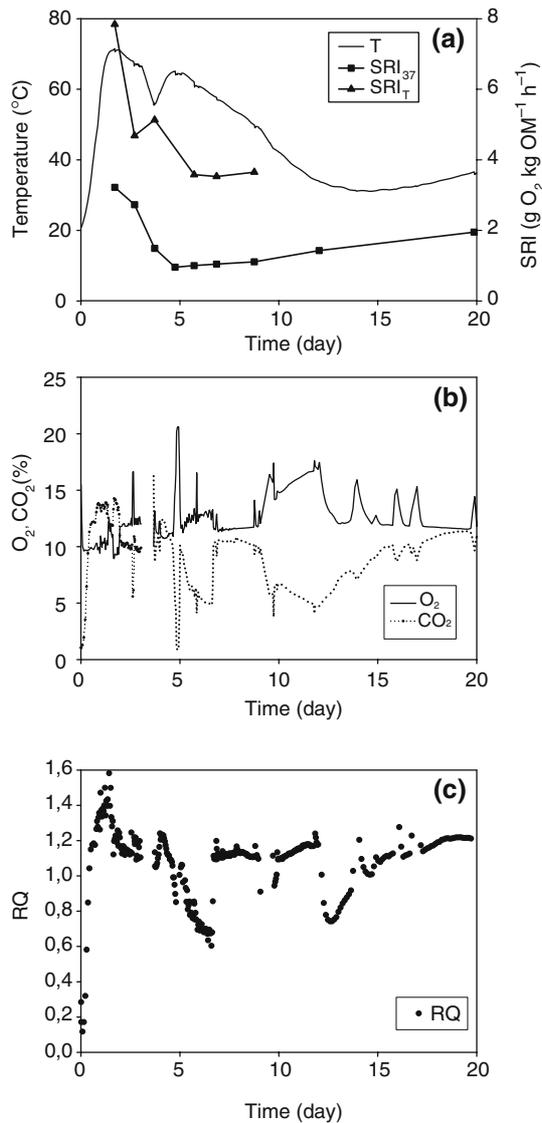


Fig. 3 Co-composting of the mixture hair waste:raw sludge 1:1 weight ratio. (a) Average temperature profile (T), Static Respiration Index at process temperature SRI_T and Static Respiration Index at 37°C (SRI_{37}). (b) O₂ concentration, CO₂ concentration. (c) Respiratory Quotient (RQ)

in the pH values. No significant differences were found amongst the three mixtures. Conductivity also increased during the process. This increase was more noticeable for the 1:1 mixture. It was probably due to the release of mineral salts such phosphates and ammonium ions through decomposition of organic substrates (Sánchez-Monedero et al. 2001; Venglovsky et al. 2005).

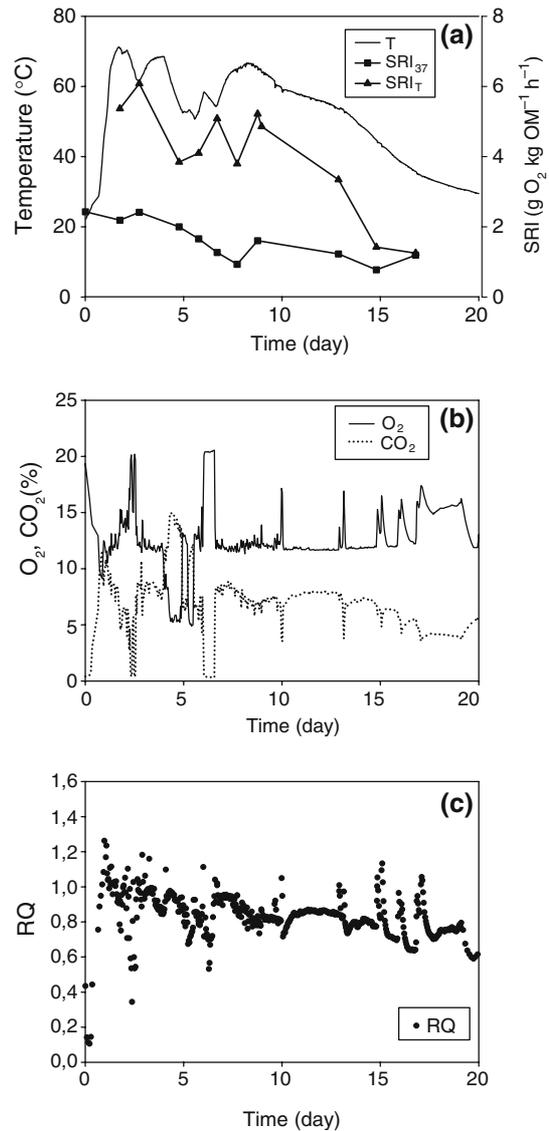


Fig. 4 Co-composting of the mixture hair waste:raw sludge 1:2 weight ratio. (a) Average temperature profile (T), Static Respiration Index at process temperature SRI_T and Static Respiration Index at 37°C (SRI_{37}). (b) O₂ concentration, CO₂ concentration. (c) Respiratory Quotient (RQ)

Regarding total nitrogen content of the mixtures, a comparison between the initial and final values, expressed as N-Kjeldahl is shown in Table 3. The values indicate that for all mixtures total nitrogen increased as the process progressed due to the concentrating effect caused by the weight loss associated with mineralisation of organic matter. However, this increase seemed to

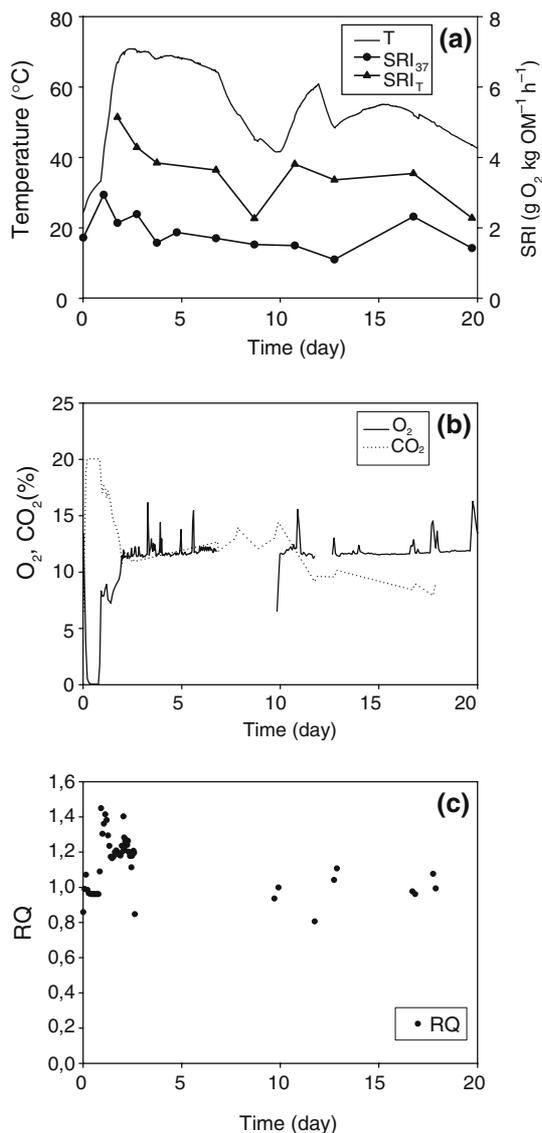


Fig. 5 Co-composting of the mixture hair waste:raw sludge 1:4 weight ratio. (a) Average temperature profile (T), Static Respiration Index at process temperature SRI_T and Static Respiration Index at 37°C (SRI_{37}). (b) O_2 concentration, CO_2 concentration. (c) Respiratory Quotient (RQ)

be smaller for the 1:1 mixture probably because its higher nitrogen concentration led to higher ammonia volatilisation. Ammonia emissions in the pilot scale experiments ranged from 1,000 to 1,500 mg NH_3 m^{-3} for the 1:1 mixture and from 500 to 1,000 mg NH_3 m^{-3} for the 1:4 mixture. The total contribution of these emissions to nitrogen losses was below 10% according to results

recently obtained with wastes with high nitrogen content (Pagans et al. 2006). Moreover, an estimation of nitrogen content indicates that more than 90% of the total nitrogen is conserved for all mixtures. Nitrogen content of the different mixtures was used to estimate their corresponding C/N ratios at the beginning and at the end of the process. As expected, initial C/N ratios can be considered as low, with the smallest value corresponding to the mixture with the highest nitrogen content. However, this ratio did not affect composting kinetics since high temperatures were reached practically at the same time for the three mixtures. After 20 days, C/N ratio was reduced in all cases. Similar results have been reported for the co-composting of other high nitrogen content residues such as fish offal (Laos et al. 2002). Decrease in C/N ratio during composting is considered as optimal (US Department of Agriculture & US Composting Council 2002). In fact, C/N ratio has been proposed as a stability indicator of finished compost (US Department of Agriculture & US Composting Council 2002). However, in order to be a valuable indicator, the initial C/N ratio must be at or near the optimum value of 30, which is not the case of hair:raw sludge mixtures. Nevertheless, C/N ratio results suggest that an important part of the nitrogen contained in the composting material was preserved along the process. These results suggest that final C/N ratio of compost would ultimately depend on the initial C/N ratio of the material. This is particularly important if agricultural use is considered as the final destination of the compost. Nevertheless, it should be kept in mind that there are no data on bioavailability of C and N; although nitrogen availability should be high because of the strong alkaline conditions the hair was subjected to prior to composting.

FAS values estimated for all composting mixtures, were around 60–65%, i.e. remarkably higher than the optimum range (30–35%) reported for the composting process (Haug 1993; Madejón et al. 2002). This did not seem to have a negative impact on the process. Nevertheless, obtained FAS indicated that less bulking agent could have been used. However, if scaling-up of the process was considered, high FAS values would ensure that no compaction of the materials

Table 3 Characteristics of the hair:raw sludge co-composting mixtures at the beginning and at the end of the composting process (20 days) in the pilot scale reactor

Parameter	1:1 Mixture		1:2 Mixture		1:4 Mixture	
	Initial	Final	Initial	Final	Initial	Final
Dry matter (%)	42.6	50.7	43	50.4	44.4	50.7
Organic matter (% dry basis)	60.1	48.7	80.2	77.8	82.7	66.1
pH	8.20	8.53	7.66	8.63	7.58	8.60
Conductivity (mS/cm)	3.42	8.29	3.25	5.54	3.16	5.43
N-Kjeldahl (% dry basis)	6.1	6.7	5.5	8.9	4.0	5.1
N-Kjeldahl (kg)	1.19	1.15	0.90	0.96	0.55	0.51
C/N	5.5	4.0	8.1	4.9	11.6	7.2
FAS (%)	60.4		66.5		61.9	
Weight loss (%)		10.8		12.2		20.4
Dewar self-heating test		IV		IV		IV
Respiration index* (mg O ₂ g OM ⁻¹ h ⁻¹)	3.22	1.95	2.43	1.28	1.72	1.42

* Corresponds to the Static Respiration Index at 37°C

would take place when processing at larger scale. It must be noticed that there are few studies that relate FAS with the composting process and, most of them deal with typical and well characterised residues. Optimal FAS of other type of residues such as hair waste might be different.

Stabilities of the final products estimated by means of the SRI₃₇ obtained at the end of the process are shown in Table 3. According to the literature (California Composting Quality Council 2001), composts with SRI₃₇ values between 0.5 and 1.5 mg O₂ g OM⁻¹ h⁻¹ can be considered as stable, while SRI₃₇ > 1.5 mg O₂ g OM⁻¹ h⁻¹ corresponds to unstable materials. Therefore, 1:2 and 1:4 hair:raw sludge mixtures were stable, with SRI₃₇ values of 1.28 and 1.42 mg O₂ g OM⁻¹ h⁻¹ respectively, while 1:1 hair:raw sludge mixture was moderately unstable (SRI₃₇ 1.95 mg O₂ g OM⁻¹ h⁻¹). This last result seems to agree with the slight increase observed in the reactor temperature at the end of the process (Fig. 3), probably resulting from an increase in microbial activity due to the degradation of more complex organic substrates. Results from Dewar Self-Heating Test are also shown in Table 3. According to this method, all mixtures had a maturity grade of IV (in a scale from I to V, where I corresponds to a fresh material and V to a very mature compost), which indicated that they were effectively cured at the end of the process. Therefore, according to the Respiration Indices and Dewar Self-heating test, composts from

mixtures 1:2 and 1:4 obtained after processing were stable, while compost from the 1:1 mixture can be considered as reasonably stable. This is of special interest if soil application is considered.

Conclusions

Hair resulting from the unhairing of the hide used for leather manufacturing can be successfully composted if the right conditions are found, as in the case of mixtures with wastewater treatment sludge. Failure in composting of the residue alone or mixed with de-inking sludge demonstrated the importance of having an adequate initial microbial population or inoculum.

Composting activity and hence organic matter decomposition can be monitored using Static Respiration Indices, especially those estimated at process temperature at sampling (SRI_T) throughout a composting process, because they provide information on the real situation of the material and the rate limiting step for biodegradation. Conversely, RQ was not sensitive enough as to be used for process monitoring.

Co-composting of hair:raw sludge mixtures produced stable and cured products with high nitrogen content. These characteristics increase the value of hair waste in agriculture.

Although hair:raw sludge mixtures could be composted at all the different proportions

assayed, more work should be done to optimise the composting mixture, especially in terms of the amount of bulking agent used.

Composting may be considered as a sustainable and environmentally friendly technology for the recycling of a solid residue that is produced in large amounts in the tannery industry in Spain.

Acknowledgments The authors thank the interest of Miquel Vila from Igualadina de Depuració i Recuperació S.L. in the development of this work. The financial support from the Spanish Ministerio de Ciencia y Tecnología (Project REN2003-00823) is also acknowledged.

References

- Adani F, Gigliotti G, Valentini F, Laraia R (2003) Respiration index determination: a comparative study of different methods. *Compost Sci Util* 11:144–151
- Agnew JM, Leonard JJ, Feddes J, Feng Y (2003) A modified air picnometer for compost air volume and density determination. *Can Biosyst Eng* 45:6.27–6.35
- Adams, RC, MacLean FS, Dixon JK, Bennett FM, Martin GI, Lough RC (1951) The utilization of organic wastes in N.Z.: second interim report of the inter-departmental committee. *New Zealand Engineering* November 15:396–424
- Atkinson B, Mavituna F (1983) *Biochemical engineering and biotechnology Handbook*. Nature Press, NY
- Barrena Gómez R, Vázquez Lima F, Gordillo Bolasell MA, Gea T, Sánchez Ferrer A (2005) Respirometric assays at fixed and process temperatures to monitor composting process. *Biores Technol* 96:1153–1159
- Barrena Gómez R, Vázquez Lima F, Sánchez Ferrer A (2006) The use of respiration indices in the composting process: a review. *Waste Management Res* 24:37–47
- California Compost Quality Council (2001) Compost maturity index. URL: <http://crra.com/ccqc/ccqchome.htm>
- Charest MH, Beauchamp CJ (2002) Composting of de-inking paper sludge with poultry manure at three nitrogen levels using mechanical turning: behavior of physico-chemical parameters. *Biores Technol* 81:7–17
- Charest MH, Antoun H, Beauchamp CJ (2004) Dynamics of water-soluble carbon substances and microbial populations during the composting of de-inking paper sludge. *Biores Technol* 91:53:67
- Cronje AL, Turner C, Williams AG, Barker AJ, Guy S (2004) The respiration rate of composting pig manure. *Compost Sci Util* 12:119–129
- Galarza BC, Goya LM, Cantera CS, Garros ML, Reinos HE, López LMI (2004) Fungal biotransformation of bovine hair Part 1: isolation of fungus with keratinolytic activity. partial characterization of crude fungal extracts. *J Soc Leather Technologists Chemists* 88:93–98
- Gea T, Barrena R, Artola A, Sanchez A (2004) Monitoring the biological activity of the composting process: Oxygen Uptake Rate (OUR), Respirometric Index (RI), and Respiratory Quotient (RQ). *Biotechnol Bioeng* 88:520–527
- Gea Leiva T, Artola Casacuberta A, Sánchez Ferrer A (2003) Application of experimental design techniques to the optimization of bench-scale composting conditions of municipal raw sludge. *Compost Sci Util* 11:321–329
- Gea T, Artola A, Sánchez A (2005) Composting of de-inking sludge from the recycled paper manufacturing industry. *Biores Technol* 96:1161–1167
- Gousterova A, Braikova D, Goshev I, Christov P, Tishinov K, Vasileva-Tonkova E, Haertle T, Nedkov P (2005) Degradation of keratin and collagen containing wasted by newly isolated thermoactinomycetes by alkaline hydrolysis. *Letters Appl Microbiol* 40:335–340
- Haug RT (1993) *The practical handbook of compost engineering*. Lewis Publishers, Boca Raton, FL
- Hsu J, Lo S (1999) Chemical and spectroscopic analysis of organic matter transformation during composting of pig manure. *Environ Pollut* 104:189–196
- Iannotti DA, Pang T, Toth BL, Elwell DL, Keener HM, Hoitink HAJ (1993) A quantitative respirometric method for monitoring compost stability. *Compost Sci Util* 1:52–65
- Jokela J, Rintala J, Oikari A, Reinikainen O, Mutka K, Nyronen T (1997) Aerobic composting and anaerobic digestion of pulp and paper mill sludges. *Water Sci Technol* 36:181–188
- Klauss M, Papadimitriou EK (2002) Determining the degree of aerobiosis in composting material. *Bioprocessing Solid Waste Sludge* 2:37–47
- Laos F, Mazzarino MJ, Walter I, Roselli L, Satti P, Moyano S (2002) Composting of fish offal and biosolids in northwestern Patagonia. *Biores Technol* 81:179–186
- Madejón E, Díaz MJ, López R, Cabrera F (2002) New approaches to establish optimum moisture content for compostable materials. *Biores Technol* 85:73–78
- Mönning K, Kuhne M, Bidlingmaier W (2002) Composting of municipal bio-waste: the influence of temperature, O₂ and CO₂ content and the respiratory quotient in the thermophilic stage. In: Michel FC, Rynk RF, Hoitink HAJ (Eds) *Proceedings of the 2002 international symposium composting and compost utilization*. JG Press, Emmaus, Pa
- Nakasaki K, Shoda M, Kubota H (1985) Effect of temperature on composting sewage sludge. *Appl Environ Microbiol* 50:1526–1530
- Oppenheimer J, Martin J, Walker L (1997) Measurements of air-filled porosity in unsaturated organic materials using a pycnometer. *Biores Technol* 59:241–247
- Pagans E, Barrena R, Font X, Sánchez A (2006) Ammonia emissions from the composting of different organic wastes. Dependency on process temperature *Chemosphere* 62:1534–1542
- Rivela B, Moreira MT, Bornhardt C, Méndez R, Feijoo G (2004) Life cycle assessment as a tool for the environmental improvement of the tannery industry in

- developing countries. *Environ Sci Technol* 38:1901–1909
- Salter C, Cuyler A (2003) Pathogen reduction in food residuals composting. *Biocycle* 44:42–50
- Scaglia B, Tambone F, Genevini PL, Adani F (2000) Respiration Index determination. Dynamic and static approaches. *Compost Sci Util* 8:90–98
- Sharma VK, Caudatelli M, Fortuna F, Cornacchia G (1997) Processing of urban and agroindustrial residues by aerobic composting: Review. *Energy Conversion Manage* 38:453–478
- Sánchez-Monedero MA, Roig A, Paredes C, Bernal MP (2001) Nitrogen transformation during organic waste composting by the Rutgers system and its effects on pH, EC and maturity of the composting mixtures. *Biores Technol* 78:201–308
- Tiquia SM, Ichida JM, Keener HM, Elwell DL, Burttt EH, Michel FC (2005) Bacterial community profiles on feathers during composting as determined by terminal restriction fragment length polymorphism analysis of 16S rDNA genes. *Appl Microbiol Biotechnol* 67:412–419
- US Department of Agriculture & US Composting Council (2002) Test Methods for the examination of composting and compost (TMECC). Edapho International, Houston, USA
- Venglovsky J, Sasakova N, Vargova M, Pacajova Z, Placha I, Petrovsky M, Harichova D (2005) Evolution of temperature and chemical parameters during composting of the pig slurry solid fraction amended with natural zeolite. *Biores Technol* 96:181–189
- Vidal G, Nieto J, Cooman K, Gajardo M, Bornhardt C (2004) Unhairing effluents treated by an activated sludge system. *J Hazardous Mat* B112:143–149
- Wakelin NG, Forster CF (1997) An investigation into microbial removal of fats, oils and greases. *Biores Technol* 59:37–43

Full-Scale Co-Composting of Hair Wastes from the Leather Manufacturing Industry and Sewage Sludge

Raquel Barrena^a, Estel·la Pagans^{a,b}, Felícitas Vázquez^{a,b}, Adriana Artola^{a,c} and
Antoni Sánchez^{a,c,*}

^aEscola Universitària Politècnica del Medi Ambient

Universitat Autònoma de Barcelona

Rbla Pompeu Fabra 1, 08100-Mollet del Vallès (Barcelona, Spain)

Present address:

^bGIRO Centre Tecnològic

Rbla. Pompeu Fabra 1, 08100-Mollet del Vallès (Barcelona, Spain)

^cDepartament d'Enginyeria Química, Escola Tècnica Superior d'Enginyeria, Universitat
Autònoma de Barcelona,

08193 Cerdanyola del Vallès, Barcelona, Spain.

*Corresponding Author: Dr. Antoni Sánchez

FAX: (34) 93 5812013

E-mail: antoni.sanchez@uab.es

Abstract

A full-scale co-composting experiment using hair wastes from the leather manufacturing industry and sewage sludge as co-substrates was carried out with the aim of producing compost that may be used as an organic amendment in agriculture. A 1:1 weight ratio of hair wastes and sewage sludge was used based on experiments at smaller scale. The resulting mixture was then amended with pruning wastes acting as bulking agent in a 1:1 volumetric ratio (mixture:pruning wastes). The experiment was carried out using the windrow composting technology with a weekly turning frequency. Thermophilic range of temperature was quickly achieved and maintained for more than 8 weeks. This fact ensured the sanitation of the compost according to international requirements. Additionally, the quality of the product obtained expressed in stability terms was very high (Self-heating test grade: V; respiration index: 0.83 mg O₂ per gram of organic matter per hour). The nitrogen content in the final product was also high (5.6%, dry basis). In conclusion, the recycling of hair wastes produced in the leather manufacturing industry using the composting technology is feasible and a valuable organic fertilizer may be obtained.

Introduction

The leather and hide industry in Spain plays an important role in the economy of the country. Spain is the European leader in the tanning sector with a production of 27,473 m² of cattle/calf and 16,742 m² of goat/sheep in 2003, representing more than 15% of the total European Union production (Euroleather 2005). The region with the highest tanning activity is located in Catalonia (northeast of Spain) near the city of Igualada, where an important sector is dedicated to the manufacturing of leather from cow hide (AIICA 2005).

The tannery industry is responsible for the production of high amounts of wastewater with high levels of pollutants such as COD or Cr. There is abundant literature about the treatment of this wastewater using different technologies, such as physico-chemical treatments (Muruganathan *et al.* 2004; Song *et al.* 2004) or biological treatments (Boshoff *et al.* 2004; Farabegoli *et al.* 2004). However, to our knowledge, there are only few studies on the specific treatment of the solid wastes generated in the tannery sector, such as chrome shavings (Cabeza *et al.* 1998) or unhairing wastes. They are usually considered and treated as wastewater (Vidal *et al.* 2004).

Land application for the disposal of tannery and other leather wastes has been widely practiced, but few landfill sites willing to accept them can be found nowadays and the cost of transportation and disposal increases. From a practical, economical and environmental point of view, recycling of solid wastes from the tannery industry seems the most sustainable way to manage these materials. These wastes are

characterized by their high content of organic matter and nitrogen. Therefore, composting may be the technology of choice for the transformation of tannery solid wastes into a compost material with a high agronomical value, specially in the case of unhairing wastes, where the concentration of heavy metals is low (AIICA 2005). Composting is a biotechnological process by which different microbial communities degrade organic matter into simpler nutrients. It is an aerobic process, which requires oxygen for microbial biodegradation, and optimal moisture and porosity. Temperature, oxygen and moisture content are often selected as the control variables in the composting process (Haug 1993). Moreover, the possibility of using a material produced by composting as an organic amendment depends on the quality of the product in relation to its nutrients content (Wong *et al.* 1999) and its maturity and stability (Wang *et al.* 2004).

The aim of this work is then to present the composting process as an alternative management technology for the treatment of hair wastes of the tannery industry generated in the leather production. Sewage sludge is selected as a complementary waste to carry out the co-composting process. Technical aspects related to the sanitation of the compost and the quality and characteristics of the final product are also discussed.

Materials and methods

Composted materials

Pre-hydrolysed hair from the leather manufacturing industry was obtained from the company *Igualadina de Depuració i Recuperació S.L.* (Igalada, Spain), which is in charge of the management of wastewater and solid waste generated in the leather manufacturing industry of the area. Briefly, hair wastes are produced when cow hide is treated sequentially for a total period of 24 hours with: 1) calcium hydroxide (1.3%) and sodium hydroxide (0.3%), 2) sodium hydrosulfide (0.4%) in alkaline conditions (pH 13) and 3) sodium sulfide (0.7%) under alkaline conditions (pH 13). After this treatment, pre-hydrolysed hair is separated from the hide and then collected by filtration. Digested sewage sludge was obtained from the wastewater treatment plant of Cambrils (Spain), which is usually processed at the composting plant of Jorba (Barcelona). Pruning wastes from the vicinity of Igualada (Spain) were used as bulking agent, since this is the typical bulking agent used in the composting plant of Jorba. Table 1 shows the main characteristics of the wastes composted.

Preliminary composting experiments

Laboratory-scale experiments were done using 4.5 L Dewar® vessels conditioned for static composting and in a 100 L static composter. A detailed description of these composters can be found elsewhere (Gea *et al.* 2005). In these reactors hair waste was composted on its own, mixed with pruning wastes in a 1:1 volumetric ratio, and in a tertiary mixture prepared as follows: sewage sludge and hair waste were mixed first

(1:1, 1:2 and 1:4 hair:sludge weight ratios were assayed) and combined then with pruning wastes in a 1:1 volumetric ratio..

Co-composting experiment at field scale

Composting was carried out at the composting plant of Jorba (Spain). A composting pile was built by mixing 10 t of hair wastes and 10 t of sewage sludge. This mixture was then blended with shredded pruning wastes in a 1:1 volumetric ratio. The pile was built on a sloped concrete floor and left in the open. It was covered from rain according to the normal operation of the plant. Approximate dimensions of the pile were: base: 2 m; height: 1.5 m; length: 10 m, in a trapezoidal shape. The composting experiment lasted from the 30th November of 2004 to the 16th February of 2005 (80 days). The pile was turned weekly using a Backhus Model 15.50 turner. Water was added to the pile on days 44 and 58 to ensure moisture content above 40%.

Pile core temperature and oxygen content were measured *in situ* at 100 cm depth in 4 points of the pile. Temperature and oxygen values are presented as average values with the standard deviation value as error bar. Temperature was measured with a portable Pt-100 sensor (Delta Ohm HD9214) and oxygen concentration was measured with a portable O₂ detector (Oxy-ToxiRAE, RAE) connected to a portable aspiration pump.

Respiration tests

Static respiration indices were determined using a previously described respirometer (Barrena *et al.* 2005). This respirometer was built according to a model previously described (Iannotti *et al.* 1993) and following the modifications and recommendations given by the U.S. Department of Agriculture and U.S. Composting Council (U.S. Department of Agriculture and U.S. Composting Council 2001). Results of the static respiration index (RI) measured at 37°C of different integrated samples are presented as an average of three replicates. The standard deviation value is also presented.

FAS measurements

Free Air Space (FAS) was measured on an integrated sample using an air pycnometer based on the works of McCartney and Chen (2001) and Agnew *et al.* (2003).

Analytical Methods

Moisture content, dry matter content, organic matter content, pH, electrical conductivity, Kjeldahl nitrogen, ammonium nitrogen (N-NH_4^+), C/N ratio and Rottegrade self-heating test were determined according to the standard procedures (U.S. Department of Agriculture and U.S. Composting Council 2001). These parameters were analyzed in the laboratory after extracting a representative solid sample of the pile. For this purpose, 4 equidistant points of the pile (two for each side of the pile at a medium height of the pile) were sampled extracting about 5 L of compost at each point. The total volume of sample (about 20 L) was manually mixed

and a final volume of 2 L (1 kg) was used to carry out the analytical procedures. An aliquot of this solid sample (250 mL, 100-150 g) was also used for the determination of the respiration index.

Results and discussion

Waste characteristics, initial mixture and preliminary composting experiments

Characteristics of the hair waste (Table 1) indicate that it may be effectively composted (Haug 1993). Particularly important are the high nitrogen content (12.1%), and the low C/N ratio (approximately 3). High nitrogen content may permit to obtain a valuable organic fertilizer. Based on these characteristics, composting was carried out at laboratory scale. However, results of experiments using hydrolysed hair alone and mixed only with pruning wastes were not satisfactory since the thermophilic range of temperatures was not reached indicating thus very low microbial activity. This was probably because the chemical treatment used for the hydrolysis of hair destroyed most of the microorganisms present in the material. Consequently, it was decided to look for a material that could act both as co-substrate and as inoculum for the degradation of the hair waste. Sewage sludge was thus chosen as complementary substrate on the basis of its characteristics, shown in Table 1, and also because it is a material easily available in most of the composting plants and contains a high amount and diversity of microbial flora. Composting experiments of hair waste mixed with sewage sludge and pruning wastes at the different weight ratios assayed indicated that they can be effectively composted regardless of the weight ratio. Good

and similar compostabilities were found for all mixtures at both scales. Therefore, mixture with higher proportion of hair was chosen for the large scale experiments.

Characteristics of the composting mixture used for large scale experiments are presented in Table 1. As it can be seen, properties of the mixture seem to be optimal for composting, including a higher respiration index ($5.09 \text{ mg O}_2 \text{ g}^{-1} \text{ organic matter h}^{-1}$) than that of hydrolysed hair alone.

Field scale composting

Evolution of temperature and interstitial oxygen

Temperature profile of the composting pile is shown in Figure 1a. From this Figure it can be observed that temperature was high throughout the experiment, even when ambient temperatures were below $0 \text{ }^\circ\text{C}$, and also that temperatures over 55°C were obtained for more than 70 days. As pile turnings were carried out once a week, it may be concluded that the material in its totality was exposed to temperatures in the thermophilic range. According to this, it can be said that this material meets the international requirements on compost sanitation, which are based on time-temperature conditions (U.S. Environmental Protection Agency 1995; European Commission 2001).

Oxygen content in interstitial air was low during the composting period (Figure 1a). Nevertheless, no offensive odours typically associated to the presence of anaerobic conditions were detected. Low oxygen content can be attributed to the high activity of the material which results in a high oxygen consumption (Gea *et al.* 2004). Moreover, it is clear that when temperature decreased at the end of the experiment

(from day 70) oxygen level increased, both factors indicating a low biological activity due to the progressive diminution and exhaustion of biodegradable organic matter. Temperature rise and oxygen content clearly show the suitability of using sewage sludge as inoculum in the process of composting of hydrolysed hair. In fact, a number of studies on co-composting of wastes of complementary characteristics can be found in literature, although they are usually focused on adjusting some chemical properties such as moisture or C/N ratio (Tiquia and Tam 2000; Huang *et al.* 2004; Meunchang *et al.* 2005); however, few studies are found on the use of such wastes as inoculum in the composting process.

Chemical parameters

Monitoring of moisture and total organic matter content along the process are presented in Figure 1b. Moisture followed the typical profile of a composting process, with a sharp decrease in the first weeks and a final stabilization, which coincides with the biological activity profile. Water was added at days 44 and 58 to ensure a moisture level over 40%, which is often referred as a minimum value (Haug 1993). However, it must be pointed out that water shortage did not result in a significant decrease in the biological activity as it is shown by respiration index (Figure 2).

In reference to total organic matter content, the profile can then be considered typical of an effective composting process at full-scale (Mason *et al.* 2004), with a marked decrease in the first weeks followed by a plateau. The high level of organic matter in the final compost (57.8%, Table 1) is also an indicator of the compost quality.

Stability indices

Respiration index and self-heating test were also determined along the process. Both tests have been extensively used in the composting field to characterize the stability of composts (Iannotti *et al.* 1993; Weppen 2002; Changa *et al.* 2003). Respirometry refers to the aerobic biological activity of the material and it is generally considered that values of respiration index below $1 \text{ mg O}_2 \text{ g organic matter}^{-1} \text{ h}^{-1}$ correspond to stable compost (California Compost Quality Council 2001). Self-heating test also gives information on the stability of a compost sample. It ranges from grade I (fresh material) to grade V (compost completely stable) (U.S. Department of Agriculture and U.S. Composting Council 2001).

Results of the respiration index and self-heating test obtained in the composting experiment are presented in Figure 2. Respiration index of the composting mixture shows an important decrease throughout the process. This agrees with the progressive stabilization of organic matter, confirming the fact that important oxygen consumption takes place in the first stage. At the same time, it is evident that respiration index is a valuable indicator of the biological activity at full-scale, which indicates a significant biodegradation of hair wastes given the initial respiration indices of the composted materials (respiration indices of sewage sludge, hair wastes and initial mixture were 6.68, 3.22 and $5.09 \text{ mg O}_2 \text{ g}^{-1} \text{ organic matter h}^{-1}$ respectively, Table 1) and the final value ($0.83 \text{ mg O}_2 \text{ g organic matter}^{-1} \text{ h}^{-1}$). This is of special interest at the end of the composting process (maturation stage). In this period, thermophilic temperatures result from the thermal properties of the compost

(low heat transfer rates due to low thermal conductivity) and from the biological activity of the material. Respiration index is sensitive enough as to detect the decline in the biological activity of the material.

Results of self-heating grade (Figure 2) confirm the results obtained for the respiration index. Thus, it took 11 weeks for the composting material to become very stable (grade V), which is a typical time in the windrow composting process (Haug 1993).

Final compost characteristics

Both self-heating test and respiration index of the final compost (Table 1) confirmed that the final compost can be considered stable (grade V and respiration index of $0.83 \text{ mg O}_2 \text{ g organic matter}^{-1} \text{ h}^{-1}$, respectively). This is of special interest for the application of this compost to soil. However, specific plant growth tests would be required to assess the actual agronomical value of the compost. On the other hand, FAS slightly increases during the process to reach a final value of 63.5% (Table 1), whereas pH is relatively steady and electrical conductivity shows a marked trend to increase, as it is usual in composting processes due to organic matter mineralization (Guerra-Rodríguez *et al.* 2003).

In reference to nitrogen conservation, it must be borne in mind that the open windrow process does not allow to perform a nitrogen balance, since losses due to gas emissions are difficult to account. Nevertheless, contents of Kjeldahl nitrogen and N-NH_4^+ have been determined in some samples (Table 2). Kjeldahl nitrogen showed an important decrease at the beginning of the process (from day 0 to 27) and a

progressive stabilization and conservation in the following weeks. In fact, some authors have proposed the use of the nitrogen losses as an indicator of the biological activity of the material, although it implies a loss of the agronomical value of compost (Liao *et al.* 1995). The final nitrogen content can be considered high when compared with compost produced from other wastes, such as organic fraction of municipal solid wastes or sewage sludge (Barrington *et al.* 2002). This is because hair waste has a higher content of nitrogen. This is one of the main indications that composting of hair residue results in a final product with potential agricultural value.

N-NH_4^+ increased considerably during the active stage of the process (from day 27 to 63) to end up in a progressive decrease at the end of the process. Final N-NH_4^+ value can be considered as high (0.5%, Table 2) when compared with typical values for Spanish organic fraction of municipal solid wastes, around 0.1-0.2% (Grau, 2000). This results from the high nitrogen content of the hair waste. Nevertheless, it is probable that a final curing stage of the compost at mesophilic temperature would produce a transformation of N-NH_4^+ to nitrate form via the nitrification process (Shi *et al.* 1999; Sánchez-Monedero *et al.* 2001).

In any case, the nitrogen and organic matter content confers this compost a high agronomical value, which can be properly used to recycle this material from the tannery industry.

Conclusions

From the results obtained, it can be concluded that:

- 1) Hair wastes from the leather manufacturing industry can be successfully composted using sewage sludge as a co-substrate for inoculation. A 1:1 weight ratio mixture of hair wastes and sewage sludge has proven to be an adequate blend for the process when it is mixed with pruning wastes in a 1:1 volumetric ratio to provide the adequate porosity. A measure of porosity in form of FAS appears necessary to carry out composting experiments at full-scale with new mixtures.
- 2) Composting mixture reaches and maintains the thermophilic range of temperature long enough as to fulfil the international requirements on compost sanitation (U.S. Environmental Protection Agency 1995; European Commission 2001).
- 3) The compost obtained has a high nitrogen content and optimal grade of stability, which are key parameters for its utilization as an organic fertilizer. However, plant growth tests are still required to determine the actual agronomic value of the product.
- 4) The composting technology appears as a sustainable and environmentally friendly method to recycle one of the main solid wastes produced in the Spanish tannery industry.

Acknowledgments

The authors wish to thank the interest of Miquel Vila from *Igualadina de Depuració i Recuperació S.L.* in the development of this work, as well as the help received from the personnel of the composting plant of Jorba. Financial support was provided by *Igualadina de Depuració i Recuperació S.L.* and the Spanish *Ministerio de Ciencia y Tecnología* (Project REN2003-00823).

References

- Agnew, J., J. Leonard, J. Feddes and Y. Feng. 2003. A modified air pycnometer for compost air volume and density determination. *Canadian Biosystems Engineering*, 45:27-35.
- AIICA. 2005. Research Association of the Leather Industries and Annexes. URL: http://www.aiica.com/index_english.htm
- Barrena, R., F. Vázquez, M.A. Gordillo, M.T. Gea and A. Sánchez. 2005. Respirometric Assays at Fixed and Process Temperatures to Monitor Composting Process. *Bioresource Technology*, 96:1153-1159.
- Barrington, S., D. Choiniere, M. Trigui, and W. Knight. 2002. Effect of carbon source on compost nitrogen and carbon losses. *Bioresource Technology*, 83:189-194.
- Boshoff, G., J. Duncan and P.D. Rose. 2004. Tannery effluent as a carbon source for biological sulphate reduction. *Water Research*, 38:2651-2658.
- Cabeza L.F., M.M. Taylor, G.L. DiMaio, E.M. Brown, W.N. Marmer, R. Carrió, P.J. Celma and J. Cot. 1998. Processing of leather waste: pilot scale studies on chrome shavings. Isolation of potentially valuable protein products and chromium. *Waste Management*, 18:211-218.
- California Compost Quality Council. 2001. CCQC-Compost Maturity Index. URL: <http://www.crra.com/ccqc/ccqchome.htm>

- Changa, C.M., P. Wang, M.E. Watson, H.A.J. Hoitink and F.C. Michel. 2003. Assessment of the reliability of a commercial maturity test kit for composted manures. *Compost Science and Utilization*, 11:125-143.
- Gea, M.T., R. Barrena, A. Artola and A. Sánchez. 2004. Monitoring the Biological Activity of the Composting Process: Oxygen Uptake Rate (OUR), Respirometric Index (RI) and Respiratory Quotient (RQ). *Biotechnology and Bioengineering*, 88:520-527.
- Gea, M.T., A. Artola, X. Sort and A. Sánchez. 2005. Composting of Wastes Produced in the Catalan Wine Industry. *Compost Science and Utilization*, in press.
- Grau, J., A. Sánchez, X. Font and F. Aguilera. 2000. Windrow pile composting systems. Study of the composting plant of Jorba (Barcelona) (in Spanish). *Ingeniería Química*, 374:121-126.
- Guerra-Rodríguez, E., M. Vázquez and M. Díaz-Raviña. 2003. Dynamics of the co-composting of barley waste with liquid poultry manure. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 83:166-172.
- Euroleather. 2005. European Leather Industry. Statistics, Sectoral Data 2003. URL: <http://www.euroleather.com/sector.htm>
- European Commission. 2001. Working document. Biological treatment of biowaste. 2nd draft. URL: http://europa.eu.int/comm/environment/waste/facts_en.htm
- Farabegoli, G., A. Carucci, M. Majone and M. Rolle. 2004. Biological treatment of tannery wastewater in the presence of chromium. *Journal of Environmental Management*, 71:345-349.

- Haug, R.T. 1993. *The Practical Handbook of Compost Engineering*. Lewis Publishers, Boca Raton, FL.
- Huang, G.F., J.W.C. Wong, Q.T. Wua and B.B. Nagarb. 2004. Effect of C/N on composting of pig manure with sawdust. *Waste Management*, 24:805-813.
- Iannotti, D.A., T. Pang, B.L. Toth, D.L. Elwell, H.M. Keener and H.A.J. Hoitink. 1993. A quantitative respirometric method for monitoring compost stability. *Compost Science and Utilization*, 1:52-65.
- Liao, P.H., A.C. May and S.T. Chieng. 1995. Monitoring process efficiency of a full-scale invessel system for composting fisheries wastes. *Bioresource Technology*, 54:159-163.
- Mason, I.G., M.S. Mollah, M.F. Zhong and G.J. Manderson. 2004. Composting high moisture content bovine manure using passive aeration. *Compost Science and Utilization*, 12:249-267.
- McCartney, D. and H. Chen. 2001. Using a Biocell to measure effect of compressive settlement on free air space and microbial activity in windrow composting. *Compost Science and Utilization*, 9:285-302.
- Meunchang, S., S. Panichsakpatanaa and R.W. Weaver. 2005. Co-composting of filter cake and bagasse: by-products from a sugar mill. *Bioresource Technology*, 96:437-442.
- Muruganathan, M., G. Bhaskar Raju and S. Prabhakar. 2004. Separation of pollutants from tannery effluents by electro flotation. *Separation and Purification Technology*, 40:69-75.

- Sánchez-Monedero, M.A., A. Roig, C. Paredes and M.P. Bernal. 2001. Nitrogen transformation during organic waste composting by the Rutgers system and its effects on pH, EC and maturity of the composting mixtures. *Bioresource Technology*, 78:301-308.
- Song, Z., C.J. Williams and R.G.J. Edyvean. 2004. Treatment of tannery wastewater by chemical coagulation. *Desalination*, 164:249-259.
- Tiquia, S.M. and N.F.Y. Tam. 2000. Co-composting of spent pig litter and sludge with forced-aeration. *Bioresource Technology*, 72:1-7.
- U.S. Department of Agriculture and U.S. Composting Council. 2001. Test methods for the examination of composting and compost. Edaphos International, Houston, TX.
- U.S. Environmental Protection Agency. 1995. A Guide to the Biosolids Risk Assessments for the EPA Part 503 Rule. URL: <http://www.epa.gov/owm/mtb/biosolids/503rule/>
- Vidal, G., J. Nieto, K. Cooman, M. Fajardo and C. Bornhardt. 2004. Unhairing effluents treated by an activated sludge system. *Journal of Hazardous Materials*, 112:143-149.
- Wang, P., C.M. Changa, M.E. Watson, W.A. Dick, Y. Chen and H.A.J. Hoitink. 2004. Maturity indices for composted dairy and pig manures. *Soil Biology and Biochemistry*, 36:767-776.
- Weppen, P. 2002. Determining compost maturity: evaluation of analytical properties. *Compost Science and Utilization*, 10:6-15.

- Shi, W., Norton, J.M., Miller, B.E. and Pace, M.G. 1999. Effects of aeration and moisture during windrow composting on the nitrogen fertilizer values of dairy waste composts. *Applied Soil Ecology*, 11:17-28.
- Wong, J.W.C., K.K. Ma, K.M. Fang and C. Cheung. 1999. Utilization of a manure compost for organic farming in Hong Kong. *Bioresource Technology*, 67:43-46.

Tables

TABLE 1: Main characteristics of the wastes composted and of the final product.

Parameter	Sewage sludge	Hydrolysed hair	Mixture*	Final product
Moisture (%)	81.8	62.1	67.7	43.2
Dry Matter (%)	18.2	37.9	32.2	56.8
Organic Matter (% dry basis)	57.7	88.7	76.6	57.8
N-Kjeldhal (% dry basis)	2.5	12.1	8.5	5.6
N-NH ₄ ⁺ (% dry basis)	0.47	1.53	0.77	0.55
C/N ratio	13.0	3.3	5.0	6
pH	8.1	8.8	8.1	8.4
Electrical conductivity (mS/cm)	1.8	2.8	2.7	8.17
Respiration index (mg O ₂ g ⁻¹ organic matter h ⁻¹)	6.68	3.22	5.09	0.83
Free Air Space (%)	42.3	45.3	54.4	63.5
Self-heating test				V

* Mixture includes hydrolysed hair and sewage sludge (weight ratio 1:1) and pruning wastes (volume ratio 1:1 with mixture hydrolysed hair-sewage sludge)

TABLE 2: Kjeldahl nitrogen and N-NH_4^+ in some samples during the composting experiment.

Day of process	Kjeldahl nitrogen (%, dry basis)	N-NH_4^+ (%, dry basis)
0	8.5	0.3
27	4.9	1.2
63	5.5	1.4
78	5.6	0.5

Figure Legends

Figure 1: Large scale co-composting of hair waste and sewage sludge with pruning wastes as bulking agent. a) Temperature and interstitial oxygen profiles. b) Moisture and organic matter content during the course of the experiment.

Figure 2: Respiration index and Self-heating test determined during the course of the composting experiment.

Figure 1: Barrena et al.

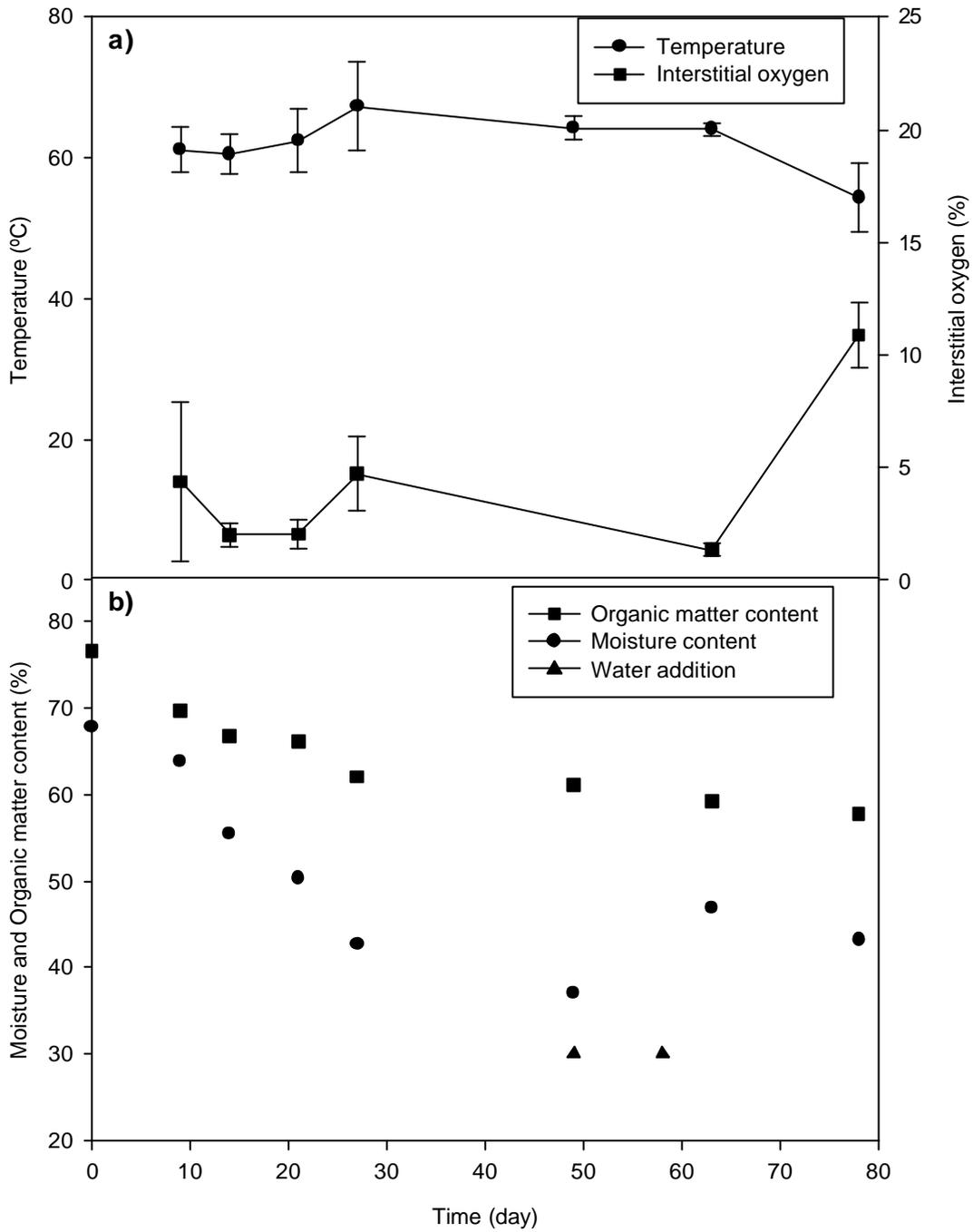


Figure 2: Barrena et al.

