

# Extracción directa de lípidos a partir de fangos de depuradora: un proceso más ventajoso para la producción de biodiesel

M. Olkiewicz<sup>1</sup>, M. Caporgno<sup>1</sup>, A. Fortuny<sup>2</sup>, F. Stüber<sup>1</sup>, A. Fabregat<sup>1</sup>, J. Font<sup>1</sup>, C. Bengoa<sup>1(\*)</sup>

1- Departament d'Enginyeria Química, Universitat Rovira i Virgili, Av. Països Catalans 26, 43007 Tarragona, España (\*)e-mail: christophe.bengoa@urv.cat

2- Departament d'Enginyeria Química, Universitat Politècnica de Catalunya, Av. Víctor Balaguer S/N, 08800 Vilanova i la Geltrú, Barcelona, España

## Resumen

La fracción de lípidos presente en los fangos de EDAR puede resultar una fuente económica y fácilmente disponible para la producción de biodiesel. Sin embargo, el desafío principal para lograrlo es la eliminación del agua. El costo energético de eliminar el agua hace difícil escalar el proceso. El trabajo presenta la extracción líquida directa de lípidos de fango primario realizada en un reactor-sedimentador provisto de agitación mecánica y a temperatura ambiente, con hexano como disolvente. El proceso contó con nueve etapas sucesivas de extracción, donde el fango decantado se sometía a una nueva etapa de extracción con disolvente fresco. La acidificación previa del fango aumenta significativamente el rendimiento de lípidos. Después de tres etapas de extracción es posible recuperar el 91% de los lípidos y tras siete etapas, el 98%. La extracción optimizada ha dado un rendimiento mayor que el del método estándar Soxhlet. La calidad del biodiesel no se ve afectada por el proceso de extracción.

## Abstract

The lipid fraction present in WWTP sludge may be an economical and readily available source of biodiesel production. However, the main challenge is to achieve the elimination of water. The energy cost of removing water makes it difficult to scale-up the process. This work presents the direct liquid extraction of lipid from primary sludge in a reactor-settler provided with mechanical stirring at room temperature with hexane as solvent. The process consisted of nine successive extraction steps where the decanted sludge is subjected to a new stage extraction with fresh solvent. Prior sludge acidification significantly increases lipid yield. After three extraction stages is possible to recover 91% of lipids and after seven steps, 98%. The optimized extraction gave a yield greater than the standard Soxhlet method. Biodiesel quality is not affected by the extraction process.

## 1. Introducción

El continuo crecimiento mundial de la demanda de energía plantea serios problemas al acercarse el agotamiento los combustibles fósiles a precios asequibles. Éstos, representan el 75% de la energía consumida en el mundo (Kwon et al., 2012). Uno de los combustibles renovables más prometedoras propuesto como alternativa es el biodiesel (Revellame et al., 2010; Willson et al., 2010). Sin embargo, el potencial del biodiesel se encuentra limitado por el precio de las materias primas que constituyen entre el 70-85% del coste total de producción de biodiesel (Kwon et al., 2012). Los fangos de depuradora municipal está ganando más atención hoy en día como una materia prima de lípidos para la producción de biodiesel ya que el fango seco puede comprender hasta 30% en peso de lípidos (Dufreche et al., 2007; Pastore et al., 2013). Los fangos son un subproducto del tratamiento de las aguas residuales en las estaciones depuradoras de aguas residuales (EDAR). Las EDARs producen cada año mayores cantidades de fangos debido al aumento de la actividad humana y económica. Los fangos son una materia prima barata,

fácilmente disponible en abundancia y que no corre peligro de agotamiento. Sin embargo, la producción de biodiesel a partir de fangos plantea grandes retos para una rápida comercialización. El principal desafío es una eficiente extracción de los lípidos del agua, que puede alcanzar 95-98% en peso. La deshidratación y el secado constituye más del 50% del coste total de producción de biodiesel (Dufreche et al., 2007). Por ello, es necesario investigar procesos alternativos eficaces de extracción de los lípidos. Para ello, se ha estudiado la extracción líquida directa secuencial de lípidos de fango primario. Se ha estudiado el efecto de una acidificación previa del fango, la relación fango/solvente, el tiempo de extracción y el número de etapas de extracción.

## 2. Materiales y métodos

El fango primario se recogió en la EDAR municipal de Reus (Tarragona), con una capacidad para procesar cerca de 25.000 m<sup>3</sup> de aguas residuales por día. Las muestras fueron recolectadas después del espesamiento por gravedad. Los fangos recogidos se entregan inmediatamente al laboratorio y se almacenan a 4°C antes de su uso. Cada muestra de lodo recibido se analizó por triplicado para determinar los sólidos totales (TS) y volátiles (VS) de acuerdo con el método estándar 2540G, y el contenido de lípidos de acuerdo con el 5520E (Rice et al., 2012).

La extracción líquido-líquido secuencial de los lípidos se llevó a cabo en un reactor-sedimentador con agitación mecánica (330 rpm), a temperatura ambiente, usando hexano como disolvente y, siempre 200 ml de fangos. La acidificación de los fangos a pH = 2 se realiza con HCl concentrado. Se llevaron a cabo nueve etapas de extracción consecutivas, en el que fangos después de sedimentación, se vuelven a extraer con solvente fresco. La sedimentación mecánica se realizó a 60 rpm durante 15 min. Los lípidos separados mediante evaporador, almacenados en un desecador durante toda la noche, se pesan el día siguiente para determinar el rendimiento de la extracción y se analizan mediante GC después de esterificación con catálisis ácida (Dufreche et al., 2007).

## 3. Resultados y discusión

### 3.1. Características del fango

En primer lugar se estudió el efecto de la acidificación del fango primario. La Figura 1 muestra los resultados obtenidos en el efecto de la acidificación.

Las condiciones operativas de la extracción líquido-líquido secuencial fueron: 200 ml de fango, 200 ml de hexano y 20 minutos para cada extracción. La producción acumulada de lípidos fue aumentando continuamente en cada etapa de extracción en ambos casos. La acidificación aumentó

considerablemente lípidos en cada etapa de extracción, en la novena, se obtuvieron 26,6% y 13,0% (base fango seco) para los fangos acidificados y no, respectivamente.

La gran diferencia entre los valores obtenidos, con y sin la acidificación se debe a que las aguas residuales contienen jabones de ácidos grasos comerciales, potasio y sodio de los productos de limpieza del hogar, cosméticos, lubricantes y recubrimientos. Durante el tratamiento primario, el proceso físico-químico conduce a la rápida formación de sales de calcio y de magnesio relativamente insolubles que precipita durante el tratamiento de aguas residuales primario, que quedan en el fango primario (Pastore et al., 2013). Por

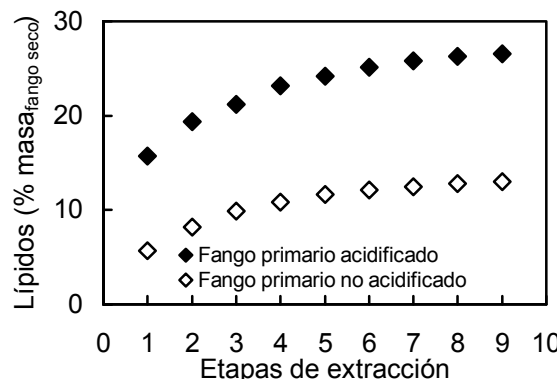


Figura 1. Efecto de la acidificación sobre la producción de lípidos.

esta razón, la acidificación es responsable de la conversión de jabones insolubles en ácidos grasos libres que son solubles en el hexano, provocando el aumento de la producción de lípidos y la materia saponificable. Finalmente, es notable que el valor de lípidos obtenido sea superior al obtenido con el método estándar, justificando ampliamente la tecnología utilizada.

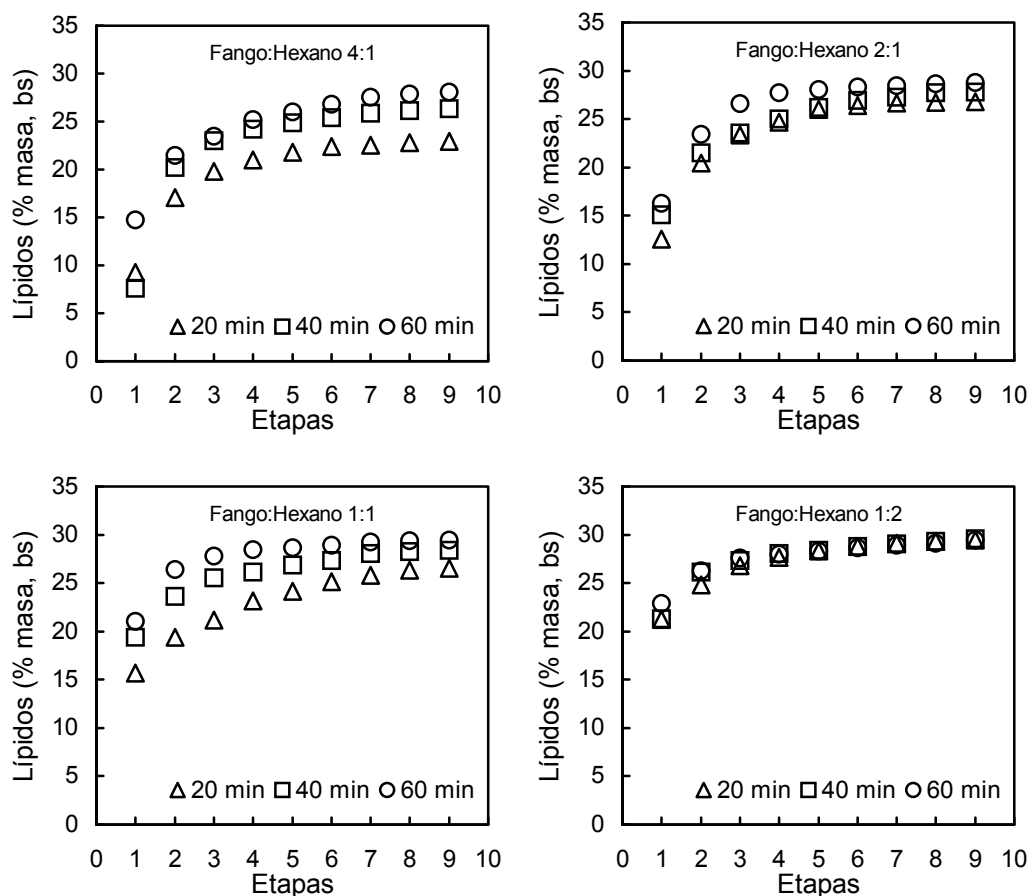


Figura 2. Optimización de la extracción de lípidos.

La optimización de la extracción se llevó a cabo utilizando una combinación de diferente tiempo de extracción (20, 40 y 60 min) y diferentes relaciones en volumen de fango:hexano (4:1 ,2:1 ,1:1 y 1:2). La figura 2 muestra los resultados de la optimización. En todos los casos, el valor acumulado de lípidos aumentó con el número de etapas, alcanzando un valor constante en las últimas. El mejor valor de lípidos en la última etapa fue de 29,6%, obtenido en el experimento 1:2 muy similar al obtenido con 1:1, 29,5%, sin embargo la relación 4:1 fue capaz de extraer 28,1% de lípidos, todos ellos con un tiempo de 60 min. La disminución del tiempo afecta a la cantidad de lípidos. En el caso de 4:1 ,2:1 y 1:1, con 40 minutos, la cantidad de lípidos alcanza 26,3%, 27,8% y 28,4% respectivamente. Con 20 minutos la producción baja a 22,9%, 26,7% y 26,6% respectivamente. En cambio, en los experimentos realizados con un exceso de hexano, 1:2, el tiempo no tiene ninguna influencia. Desde la tercera etapa, los valores acumulados fueron prácticamente los mismos, llegando a 27,0%, representando el 91% de los lípidos alcanzable (29,6%). Independientemente del tiempo de extracción, los lípidos aumentaron en cada etapa de extracción con el aumento de la cantidad de hexano. Sin embargo, con

60 minutos, los resultados obtenidos a partir de la tercera etapa son parejos, 27,0%. En definitiva, varios experimentos con condiciones diferentes presentan valores de lípidos muy parecidos lo que necesitará una evaluación económica, en curso, para poder discernir el mejor de ellos.

Finalmente, la Figura 3 presenta la composición de los FAMES obtenida por los dos métodos. También se presenta para comparación los FAMES obtenidos con aceite de palma. El método de extracción líquido-líquido no conlleva un deterioro de los FAMES obtenidos a partir de los fangos primarios, lo que de nuevo hace pensar que éste método puede resultar atractivo a la hora de producir biodiesel a partir de fangos de EDAR. Por otra parte, la composición de los FAMES difiere respecto a los obtenidos con aceites vegetales, teniendo una mayor cantidad de esteres saturados lo que mejora su calidad. Los problemas de viscosidad a baja temperatura que ello conlleva serán solucionados con aditivos.

#### 4. Conclusiones

La extracción líquido-líquido secuencial es un método prometedor para la producción de biodiesel. La eliminación de la deshidratación permite reducir el coste de producción del biodiesel. La mejora de la eficacia de la extracción y producción de biodiesel no disminuye la calidad de éste.

#### 5. Agradecimientos

Los autores agradecen el Ministerio de Educación y Ciencia y los fondos FEDER, proyecto CTM2011-23069.

#### 6. Bibliografía

Dufreche, S., Hernandez, R., French, T., Sparks, D., Zappi, M., Alley, E. (2007). Extraction of lipid from municipal wastewater plant microorganisms for production of biodiesel. *J. Am. Oil Chem. Soc.* 84, 181-187.

Kwon, E.E., Kim, S., Jeon, Y.J., Yi, H. (2012). Biodiesel production from sewage sludge: new paradigm for mining energy from municipal hazardous material. *Environ. Sci. Technol.* 46, 10222-10228.

Pastore, C., Lopez, A., Lotito, V., Mascolo, G. (2013). Biodiesel from dewatered wastewater sludge: A two-step process for a more advantageous production. *Chemosphere* 92, 667-673.

Revellame, E., Hernandez, R., French, W., Colmes, W., Alley, E. (2010). Biodiesel from activated sludge through in situ transesterification. *J. Chem. Technol. Biotechnol.* 85, 614-620.

Rice, E.W., Baird, R.B., Eaton, A.D., Clesceri, L.S. (2012) Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater 22nd ed. APHA AWWA WEF, Washington.

Willson, R.M., Wiesman, Z., Brenner, A. (2010). Analyzing alternative bio-waste feedstocks for potential biodiesel production using time domain (TD)-NMR. *Waste Manage.* 30, 1881-1888.

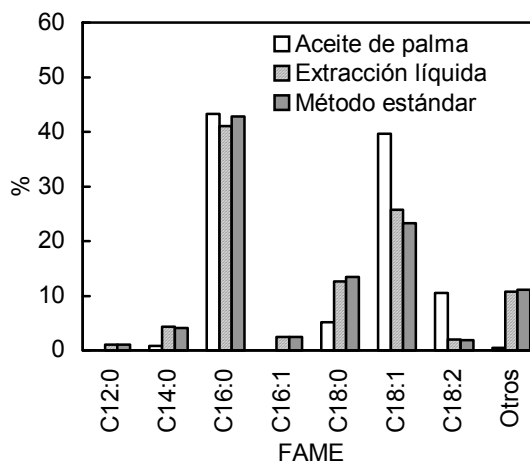


Figura 3. Composición de los FAMES obtenidos por método estándar (fango primario y aceite de palma) y la extracción líquido-líquido (fango primario).