

## Evaluación del pre-tratamiento ácido en la digestión anaerobia de residuos agroindustriales

### Evaluation of acid pre-treatment in the anaerobic digestion of agroindustrial waste

NAVA-VALENTE, Noemi\*†, DEL ÁNGEL-CORONEL, Oscar Andrés y JIMENEZ-HERNÁNDEZ, Magdalena

*Departamento de Ingeniería Ambiental, Tecnológico Nacional de México - Instituto Tecnológico Superior de Huatusco, Avenida 25 Poniente 100, Col. Reserva Territorial, Huatusco, Veracruz, C.P. 94100, México. Teléfono 01 273 734 4000*

ID 1<sup>er</sup> Autor: Noemi, Nava-Valente / **ORC ID:** 0000-0002-1598-5821, **CVU CONACYT ID:** 332980

ID 1<sup>er</sup> Coautor: Oscar Andrés, Del Ángel-Coronel / **ORC ID:** 0000-0002-0848-907X, **CVU CONACYT ID:** 226585

ID 2<sup>do</sup> Coautor: Magdalena, Jimenez-Hernández

Recibido Enero 20, 2018; Aceptado Marzo 31, 2018

#### Resumen

La presente investigación brinda una alternativa de solución a la generación de residuos agroindustriales en los procesos de producción que integran empresas agroindustriales. Sin embargo, la complejidad de estos residuos impone el estudio de métodos alternativos que contribuyan a mejorar la eficiencia del proceso, reconociéndose que el paso limitante es la etapa de hidrólisis del material orgánico complejo. El presente estudio, tiene como objetivo evaluar el efecto del pre-tratamiento ácido con dosis de ácido acético de 4% v/v a 25°C durante un tiempos exposición de 90 min en el proceso de digestión anaerobia de una mezcla de residuos agroindustriales (pollinaza, lodo residual y RAC). La caracterización de la mezcla de residuos agroindustriales muestra que es rica en compuestos orgánicos como carbohidratos (6.3 g/L), lípidos (4.69 g/L) y especialmente proteínas (30.20%). El porcentaje de tasa de hidrólisis obtenido para el pre-tratamiento ácido fue de 12.9%, el cuál contribuyó a la velocidad del proceso de digestión anaerobia, disminuyendo en 7 días el TRH comparado con la prueba control. En la operación semi-continua, la eficiencia de remoción fue de 47.4% y los rendimientos de biogás y de metano fueron de 1.05 L b/g SV rem, y 0.81 L CH<sub>4</sub>/g SV rem respectivamente.

**Biogás, Lodo residual, Pollinaza, Residuo agrícola cañero y Tasa de hidrólisis**

#### Abstract

This research provides an alternative solution to the generation of agroindustrial waste in production processes that integrate agribusinesses. However, the complexity of these waste imposes the study of alternative methods that contribute to improving the efficiency of the process, recognizing that the limiting step is the stage of hydrolysis of complex organic material. The present study aims to assess the effect of the acid pre-treatment with doses of 4% v/v at 25° C for a time exposure 90 min of acetic acid of in the process of anaerobic digestion of a mixture of agro-industrial waste (excreta of broiler chickens, sludge and SCW). The mixture characterization of the agro-industrial waste, shows that it is rich in organic compounds such as carbohydrates (6.3 g/l), lipids (4.69 g/l) and especially proteins (30.20%). Solubilization degree obtained for acid pre-treatment was 12.9%, which contributed to the speed of the process of anaerobic digestion, decreasing in 7 days the HRT compared with the test control. Semi-continuous operation, the removal efficiency was 47.4% and yields of biogas and methane were 1.05 L b/g VSrem, and 0.81 L CH<sub>4</sub>/g VSrem respectively.

**Biogas, Excreta of broiler chickens, Solubilization degree, Sludge, Sugar cane waste**

**Citación:** NAVA-VALENTE, Noemi, DEL ÁNGEL-CORONEL, Oscar Andrés y JIMENEZ-HERNÁNDEZ, Magdalena. Evaluación del pre-tratamiento ácido en la digestión anaerobia de residuos agroindustriales. Revista de Sistemas Experimentales 2018, 5-14: 16-23.

\*Correspondencia al Autor (Correo electrónico: noemi\_nava@itshuatusco.edu.mx)

†Investigador contribuyendo como primer autor.

## Introducción

La pollinaza, es una mezcla del material que se utiliza como cama para los pollos (aserrín de madera, cascarilla de arroz o de soya, olote de maíz molido, etc.) y las heces fecales de las aves, su composición química varía por diversos factores (Sacramento-Rivero *et al.*, 2010). Entre los principales residuos originados en la industria azucarera está el Residuo Agrícola Cañero (RAC), que es el remanente de los tallos de la caña, hojas, punta o flor y cogollo después de ser cosechada la caña para su posterior transporte al ingenio (Aguilar, 2010).

Por otra parte, un sector que sin duda aporta en cantidades importantes en la producción de lodos residuales, es el sector industrial avícola, los lodos residuales provenientes de esta industria contienen altas concentraciones de materia orgánica, sólidos suspendidos, grasas, nitrógeno y fósforo. Su composición y flujo generalmente varía dependiendo del proceso industrial, tamaño de las instalaciones, número de aves sacrificadas, eficiencia de recolección de sangre y subproductos, consumo de agua por pollo procesado y manejo del agua en el proceso industrial (Caldera *et al.*, 2010).

La biomasa es una fuente de energía prometedora, la cual incluye desechos orgánicos, desechos animales, desechos de plantas de tratamiento de aguas, residuos industriales y agrícolas, así como cultivos energéticos los cuales pueden ser usados como para la producción de biocombustibles (Antonopoulou *et al.*, 2008). La digestión anaerobia es un proceso biotecnológico que convierte la materia orgánica en energía en forma de biogás, mediante consorcios microbianos (hidrolíticos, acidogénicos y metanogénicos) que implican una serie de reacciones bioquímicas (Abelleira *et al.*, 2012). La hidrólisis macromolecular es considerada la etapa limitante en el proceso de digestión anaerobia ya que comprende la transformación de compuestos orgánicos insolubles de cadena larga (proteínas, carbohidratos y lípidos) en compuestos de bajo peso molecular (azúcares, aminoácidos, ácidos grasos y alcoholes) (Angelidaki *et al.*, 1999); es por ello que la presencia de macromoléculas asociadas con la actividad de las células microbianas no permite una rápida y completa estabilización de los sustratos (Vergine *et al.*, 2014).

La presente investigación brinda una alternativa de solución a la generación de residuos agroindustriales generados en los procesos de producción que integran empresas agroindustriales del sector avícola y el sector azucarero. Sin embargo, la complejidad de estos residuos impone el estudio de métodos alternativos que contribuyan a mejorar la eficiencia del proceso, reconociéndose que el paso limitante es la etapa de hidrólisis del material orgánico complejo.

Un pre-tratamiento eficiente para la biomasa lignocelulósica debería hacer la holocelulosa más accesible al ataque enzimático o bacteriano con el fin de aumentar la biodegradabilidad global de los materiales lignocelulósicos. Debería romper el vínculo entre polisacáridos y lignina para hacer que la celulosa y las hemicelulosa sean más accesibles para las bacterias (Monlau, 2012; He, 2008; Pavlostathis, 1895).

Varios estudios que utilizan pretratamiento ácido se han llevado a cabo con el objetivo de mejorar la digestión anaeróbica de tales materiales lignocelulósicos como residuos de yuca (Zhang, 2011), maíz de planta entera (Pakarinen *et al.*, 2011), residuos de invernaderos (Us *et al.*, 2012). De igual manera se ha experimentado con un pretratamiento con HCl 1M a 25 °C en bagazo y fibras de coco; durante 30 días mejoró la producción de biogás a partir de estos materiales en un 31% y un 74%, respectivamente (Kivaisi *et al.*, 1994). El presente estudio, tiene como objetivo evaluar el efecto del pre-tratamiento ácido con dosis de ácido acético de 4% v/v a 25°C durante un tiempos exposición de 90 min en el proceso de digestión anaerobia de una mezcla de residuos agroindustriales (pollinaza, lodo residual y RAC).

## Materiales y métodos

### Obtención de la mezcla de pollinaza, lodo residual y RAC

Una vez acondicionados y caracterizados los residuos agro industriales en ST y SV se procedió a elaborar las mezclas de dichos residuos siendo las proporciones de 60% lodo residual, 20% Pollinaza y 20% RAC.

Obtenidos los volúmenes equivalentes al porcentaje de cada residuo se procedió a mezclarlos en un equipo de mezclado mecánico a 115 rpm para asegurar su correcta incorporación y así obtener una mezcla homogénea.

### Pre-tratamiento ácido

Para el estudio de hidrólisis ácida se evaluaron los factores de concentración de ácido y tiempo de exposición; en este trabajo se utilizó ácido acético ( $C_2H_4O_2$ ). Se plateó una concentración de 4 % v/v de ácido acético, durante un tiempo de exposición de 90 minutos. El tratamiento ácido se lleva a cabo en recipientes de 250 mL, con un volumen útil de 200 mL. Se utilizó una incubadora ZHICGENG Incubator Shaker, modelo ZHWY-100B para establecer una agitación continua de 150 rpm y a temperatura de 25°C. Una vez transcurrido el tiempo de exposición, las muestras se neutralizaron con NaOH al 4 % hasta un pH de 7.0 para detener el efecto del ácido acético.

### Métodos analíticos

Los análisis de DQO, DQO soluble, sólidos totales (ST), sólidos volátiles (SV), pH, alcalinidad, fueron realizados de acuerdo al Standard Methods (1998).

El Nitrógeno Total Kjeldhal fue determinado mediante digestión y oxidación para formar el ion amonio y finalmente se cuantifica la cantidad de este ion por titulación. Los carbohidratos fueron analizados de acuerdo al método de Antrona (Gerhardt et al., 1994) y los lípidos mediante extracción Soxhlet.

La composición de biogás se analizó mediante un cromatógrafo de gases Ultra-Trace Thermo Scientific equipado con una columna Heliflex AT-Mol Sieve (longitud 30 m x 0,53 mm de diámetro), un Heliflex AT-Q (longitud 30 m x 0,53 mm de diámetro) y un detector de conductividad térmica. En la primera columna se analizó  $O_2$ ,  $N_2$ ,  $CH_4$  y  $CO_2$  mientras que en la segunda columna  $CH_4$ , y  $CO_2$ , el gas empleado como acarreador fue helio.

Los análisis de la demanda química de oxígeno (DQO) se realizaron sobre las muestras sin tratar, mientras la DQO soluble se analizó en las muestras filtradas crudas y tratadas.

El factor de solubilización representa la relación entre la DQO soluble después del pre-tratamiento y de DQO inicial soluble, las fracciones solubles se obtuvieron después de la centrifugación a 12 000 rpm durante 15 min y posterior filtración con una membrana de 0,2  $\mu m$ . Los datos obtenidos de DQO se emplearon para la obtención de la tasa de hidrólisis de cada una de las mezclas hidrolizadas y fue calculado mediante la ecuación número 1:

$$T.H. = \frac{\text{Concentración SCTA} - \text{Concentración SSTA}}{\text{Concentración TSTA}} \cdot 100 \quad (1)$$

Donde:

TH= Tasa de hidrólisis (%)

Concentración SCTA= Concentración soluble con tratamiento ácido (mg/L)

Concentración SSTA= Concentración soluble sin tratamiento ácido (mg/L)

Concentración TSTA= Concentración total sin tratamiento ácido (mg/L)

### Pruebas de biodegradabilidad en operación batch y semi-continua

En esta etapa se evaluó el efecto del pre-tratamiento ácido en la digestión anaerobia mesofílica mediante un experimento en batch, siendo comparados con un experimento sin pre-tratamiento ácido. Se emplearon reactores a escala laboratorio (matraces Erlenmeyer de 250 ml de volumen total y 200 ml de volumen útil) con dos salidas que se emplearon para el muestreo de biogás y para la alimentación y descarga. Se utilizó inóculo proveniente de un reactor CSTR-1 en operación.

Los reactores se mantuvieron a un mezclador orbital de 110 rpm y una temperatura de  $35 \pm 2$  °C. La cantidad de biogás producido se registró diariamente utilizando el método de desplazamiento de agua. Cada prueba batch se interrumpió después de alcanzar el criterio de eliminación de 38% de SV para cumplimiento de los requisitos de reducción de atracción de vectores indicados por los EE.UU. EPA. 1994. Cada experimento se realizó por triplicado.

Posteriormente, fue llevado a operación semi continua en un agitador orbital, bajo condiciones mesofílicas (35°C) y 115 rpm.

## Resultados

### Caracterización de los sustratos

Las características físico-químicas presentes en cada uno de los residuos orgánicos se presentan en la tabla 1. El lodo crudo se acondicionó previamente para su proceso de estabilización, para obtener una concentración de sólidos totales de 2.5-3.0%, ideales para el proceso de digestión anaerobia. Los lodos presentaron un valor de 84.55 % de sólidos totales volátiles siendo por tanto ricos en materia orgánica.

Esto se debe principalmente a su origen, ya que la industria de donde provienen se dedica a la matanza de aves conocido como rastro avícola, de igual manera se alcanzaron valores promedio de DQO de hasta 17.97 g DQO/L. El pH en el lodo crudo fue de 6.47 los cuales son considerados como adecuados en el proceso de digestión anaerobia (Malina y Pohland, 1992). Se observó que el lodo es rico en compuestos nitrogenados al obtener un alto contenido de nitrógeno total (3.15 %).

Por otro lado la composición química de la pollinaza es muy variable, y su mayor valor reside como fuente de proteínas y minerales (Rude y Rankins, 1993). El tipo de nutrimentos varía de acuerdo al tipo de materiales utilizados como cama, grosor piso, comedero utilizado, la temperatura, el número de camadas, la relación volumen de cama y métodos de limpieza, el envejecimiento de la pollinaza, la humedad, etc. (Egaña *et al.*, 1989; Jacob *et al.*, 1997). Se obtuvieron valores de sólidos totales del 3.81 % y 75.09% de sólidos volátiles. Se observó que el pH de la pollinaza fue ligeramente ácido (6.56).

Por otra parte sobresalen valores promedios de 31.64 g DQO/L, indicando una elevada cantidad de carga orgánica contenida en la pollinaza. En la caracterización química también se cuantificó la presencia de los tres componentes principales de la materia orgánica, presencia de carbohidratos con un valor promedio de 3.58 g/L seguido de las proteínas con un promedio de 25.16% el nitrógeno con un valor de 4.03 %, clasificándose como residuo rico en nitrógeno y por último los lípidos con un promedio de 3.06 g/L.

Residuo	Lodo físico-químico	Pollinaza	RAC	Mezcla 60%-20%-20%
Parámetro				
Sólidos totales (%)	2.95±0.5	3.81±0.6	2.80±0.4	2.66±0.3
Sólidos volátiles (%)	84.55±0.6	75.09±0.5	86.12±0.5	77.70±0.9
pH	6.47±0.3	6.56±0.5	5.96±0.5	6.3±0.6
Carbohidratos (g/L)	2.40±0.5	3.58±0.3	4.75±0.6	5±0.3
DQO total (g/L)	17.9±1.1	31.64±2	39.23±2	29.16±1.5
DQO soluble (g/L)	9.57±0.98	18.61±3	6.93±2.6	5.99±0.8
Lípidos (g/L)	4.46±1.2	3.06±0.9	0.99±0.6	4.69±1
N-Total (%)	3.85±0.4	4.03±0.7	1.22±0.5	4.83±1.4
Proteínas (%)	19.69±2.3	25.16±3	7.61±2	30.20±2.4

**Tabla 1** Caracterización físico-química de los residuos

La composición del RAC en cuanto a carbohidratos, lípidos y proteínas se refiere fue de 4.75 g/L, 0.99 g/L y 7.61 % respectivamente lo cual podrían ser favorables para el proceso de digestión anaerobia ya que la composición orgánica de los residuos agro-industriales es un factor importante para determinar el rendimiento de biogás en el proceso.

La mezcla de residuos agroindustriales presenta un pH ligeramente ácido (6.3) el contenido de material orgánico se ve reflejado en el % de SV (77.7%), de la misma manera, al preparar la mezcla se procuró no exceder el 3% de ST para evitar problemas de mezclado al someter la mezcla a digestión anaerobia. La alta concentración de proteínas se debe a los residuos de los alimentos de aves de corral.

### Porcentaje de tasa de hidrólisis

El porcentaje de tasa de hidrólisis de la mezcla en el tratamiento 4% y 90 minutos fue de 12.9%±0.12 promedio. El pre-tratamiento ácido como tal, hidroliza la pared celular y la membrana celular. En consecuencia, se incrementa la solubilidad de la materia orgánica contenida dentro de las células (Appels *et al.*, 2008). Zhao *et al.*, (2014) sometieron forraje de maíz a un pre-tratamiento con ácido acético diluido (0.25%) a 191°C durante 7.74 minutos que fue la condición óptima para la producción de AGV's y así evitar la inhibición en la fermentación ácida de dicho residuo. De acuerdo a los estudios citados, el pre-tratamiento ácido se aplica ampliamente debido a su bajo costo y alta eficiencia para hidrolizar la hemicelulosa en azúcares monoméricos sin disolver la lignina (Ferreira *et al.*, 2013).

## Pruebas de biodegradabilidad en operación batch y semi-continua

### Operación batch

La mezcla pre-tratada con ácido y dosis de 4% y 90 min alcanzó un TRH de 13 días, la prueba control, alcanzó un TRH de 20 días, 7 días más que la mezcla pre-tratada (Gráfico 1).

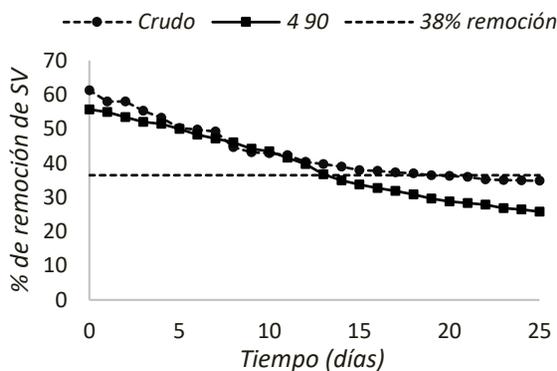


Gráfico 1 Porcentaje de remoción de SV

La producción de biogás acumulada fue de 1.15 L para la prueba control y 2.81 L para el pre-tratamiento ácido. Los rendimientos de biogás obtenidos fueron 0.59 y 1.13 L bio/ SV rem para la mezcla cruda, y el tratamiento 4% 90 min respectivamente. Mientras que el rendimiento de metano para la mezcla cruda fue de 0.49 L CH<sub>4</sub>/ g SVrem el cual fue menor al obtenido por el tratamiento 4% 90 min que presentó un promedio de 0.92 L CH<sub>4</sub>/ g SVrem respectivamente.

Sambusiti *et al.*, (2013) reportó una mayor producción de metano de 341 L CH<sub>4</sub>/ kg SV y el 85% de biodegradabilidad al trabajar con la fracción sólida de residuos sólidos (10 g NaOH /100 g ST, 100°C, 0.5 h). Costa en el 2014 encontró una alta biodegradabilidad anaerobia de la fracción sólida del bagazo de caña de azúcar proveniente de un pre-tratamiento alcalino (184°C, 47 min, NaOH 0.80 M, 3,2% (m/v) calculada), después de la eliminación de la lignina usando una solución de NaOH, en este caso se generaron 313.4 L CH<sub>4</sub>/kg sustrato.

De acuerdo con los dos estudios antes mencionados se puede concluir que digerir anaerómicamente la fracción sólida de diferentes sustratos mejorados con pretratamientos químicos, se aumenta la biodegradabilidad de los sustratos ensayados, así como su aprovechamiento para la producción de metano.

Una vez finalizada la etapa en batch, se decidió llevar a operación semi continua la mezcla pre-tratada con ácido acético basado en los resultados obtenidos.

### Operación semi-continua

El porcentaje de eficiencia de remoción de SV durante la operación semi-continua con una carga orgánica de 1 Kg SV/m<sup>3</sup> d de la mezcla pre-tratada con ácido acético fue de 47.4% (Gráfico 2). Los resultados obtenidos contrastan con los obtenidos por Rabelo *et al.*, (2011) quien alcanzó un 36% de biodegradabilidad al pre-tratar la fracción sólida de bagazo de caña con H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> al 4% m/m a una temperatura de 25°C y una hora de tiempo de exposición.

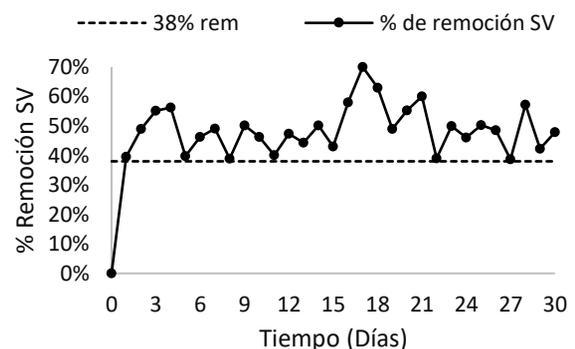


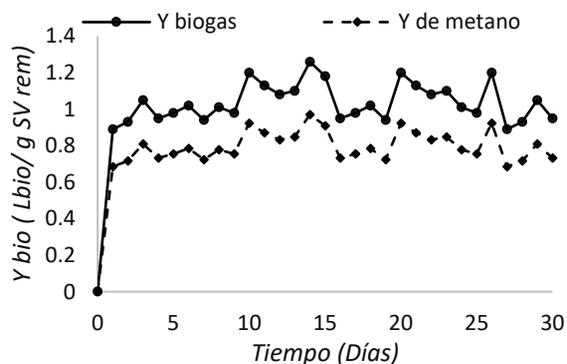
Gráfico 2 % de remoción de SV operación semi-continua

Devlin *et al.*, (2011) obtuvieron un porcentaje de destrucción de sólidos volátiles de 34.4% en la digestión anaerobia de lodos activados pre-tratados con HCl llevando estos lodos a un pH de 2. Choi *et al.*, (1997) reportaron un reducción de SV de 24% en la operación continua de un digestor de lodos activados pre-tratados mediante un pre-tratamiento mecánico.

Diversos autores han empleado diferentes tipos de pre-tratamientos químicos e incluso mecánicos para mejorar el proceso de digestión anaerobia, sin embargo la eficiencia de remoción de SV en los casos antes mencionados no ha resultado muy favorable, inclusive comprando los resultados obtenidos con el presente estudio, este solo logra superar en máximo de 11% de remoción de SV, hecho que puede atribuirse al tipo de sustrato que se emplea ya que el estado físico de las células microbianas presentes en los sustratos hace un sustrato desfavorable para la degradación microbiana, debido a que la mayoría de los compuestos orgánicos están encerrados dentro de membranas celulares microbianas.

Las células están protegidas de la lisis osmótica debido a la estructura semi rígida de la envoltura celular (Muller *et al.*, 1998). El promedio de producción diaria de biogás fue de 0.107 L/d s.

El rendimiento de biogás promedio obtenido fue de 1.05 L b /g SV rem, y el rendimiento de metano promedio fue de 0.81 L CH<sub>4</sub>/g SV rem (Gráfico 3).



**Gráfica 3** Rendimiento de biogás y de metano

Los rendimientos de biogás y de metano son comparables a otros estudios publicados, por ejemplo Taherdanak y Zilouei (2014) reportaron una producción de metano de 276 mL/ g SV en la digestión de residuos sólidos pre-tratados (8% m/v NaOH, 100°C, 60 min).

Nah *et al.*, (2000) alcanzó un rendimiento de biogás de 790-850 mL/g SV destruido con un 30% de remoción de SV en la digestión anaerobia de lodos activados pre-tratados mecánicamente.

La similitud con los estudios antes mencionado puede atribuirse a que el tratamiento previo con ácido pueden descomponer los polímeros en monómeros u oligómeros, que permiten un aumento en la tasa de la digestión desde la etapa de hidrólisis que se ha realizado parcialmente. Algunos de los monómeros u oligómeros producidos pueden haber sido previamente disponibles para las bacterias que descomponen en ácidos grasos de cadena corta, lo que resulta en una producción de biogás superior (Devlin *et al.*, 2011). El valor de pH promedio fue de 7.27. Por otra parte la relación de alcalinidad promedio fue de 0.37.

## Conclusiones

La caracterización de la mezcla de residuos agroindustriales muestra que es rica en compuestos orgánicos como carbohidratos (6.3 g/L), lípidos (4.69 g/L) y especialmente proteínas (30.20%).

El porcentaje de tasa de hidrólisis obtenido para el pre-tratamiento ácido fue de 12.9%, el cual contribuyó a la velocidad del proceso de digestión anaerobia, disminuyendo en 7 días el TRH comparado con la prueba control.

Otro beneficio del pre-tratamiento ácido fue el incremento en la producción de biogás, rendimientos de biogás y de metano.

En la operación semi-continua, la eficiencia de remoción fue de 47.4% y los rendimientos de biogás y de metano fueron de 1.05 L b /g SV rem, y 0.81 L CH<sub>4</sub>/g SV rem respectivamente.

Finalmente, se concluye que digerir anaeróticamente la fracción sólida de diferentes sustratos mejorados con pretratamientos químicos, se aumenta la biodegradabilidad de los sustratos ensayados, así como su aprovechamiento para la producción de metano.

## Referencias

- Abelleira, J., Pérez-Elvira, S. I., Sánchez-Oneto, J., Portela, J. R., & Nebot, E. 2012. Advanced thermal hydrolysis of secondary sewage sludge: a novel process combining thermal hydrolysis and hydrogen peroxide addition. *Resources, Conservation and Recycling*, 59, 52-57
- Angelidaki, I., Ellegaard, L. and Ahring, B.K. 1999. A comprehensive model of anaerobic bioconversion of complex substrates to biogas. *Biotechnology and Bioengineering*. 63(3):363-372.
- Antonopoulou, G., Gavala, H. N., Skiadas, I. V., Angelopoulos, K., & Lyberatos, G. 2008. Biofuels generation from sweet sorghum: fermentative hydrogen production and anaerobic digestion of the remaining biomass. *Bioresource Technology*, 99(1), 110-119.
- Aguilar N. R. 2010. Kinetic model of hydrolysis of sugarcane waste. *Ciencia e Ingeniería Neogranadina*, Vol. 20-2, pp. 5-18. Bogotá, Diciembre de 2010.

APHA. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 20th ed. American Public Health Association. Washington DC. 1998.

Appels, L., Baeyens, J., Degreève, J., Dewil, R., 2008. Principles and potential of the anaerobic digestion of waste-activated sludge. *Prog. Energy Combust. Sci.* 34, 755–781.

Assawamongkholisiri, T., Reungsang, A., & Pattra, S. 2013. Effect of acid, heat and combined acid-heat pretreatments of anaerobic sludge on hydrogen production by anaerobic mixed cultures. *International Journal of Hydrogen Energy*, 38(14), 6146-6153.

Basanta, M. A.; García Delgado, J. E.; Cervantes Martínez, H.; Mata Vázquez, G.; Bustos Vázquez; 2007. Sostenibilidad del reciclaje de residuos de la agroindustria azucarera: una revisión. *Ciencia y Tecnología Alimentaria*. 293-305.

Caldera, Y., Gutiérrez, E., Luengo, M., Chávez, J., & Ruesga, L. 2010. Evaluación del sistema de tratamiento de aguas residuales de industria avícola. *Revista Científica*, 20(4), 409-416.

Devlin, D. C., Esteves, S. R. R., Dinsdale, R. M., & Guwy, A. J. 2011. The effect of acid pretreatment on the anaerobic digestion and dewatering of waste activated sludge. *Bioresource Technology*, 102(5), 4076-4082.

Egaña J.; Haardt E. ; Pizarro F. 1989 . Factores determinantes de la composición y valor nutritivo de las camás de broiler I. Efecto de piso de galpón. *Archivos de Medicina Veterinaria* 21(2):145-149.

Ferreira, L.C., Donoso-Bravo, A., Nilsen, P.J., Fdz-Polanco, F., Pérez-Elvira, S.I., 2013. Influence of thermal pretreatment on the biochemical methane potential of wheat straw. *Bioresour. Technol.* 143, 251–257.

Jacob J.; Kunkle W.; Tervola R.; Miles R.; Mather F. 1997. Broiler litter, part 1: a feed ingredient for ruminant. University of Florida. Institute of Food Animal and Agricultural Science. Florida Cooperative Extension Service, PS-13, 1-5 p.

Kivaisi AK, Eliapenda S. Pretreatment of bagasse and coconut fibers for enhanced anaerobic degradation by rumen microorganisms. *Renewable Energy* 1994;5:791–5.

Kootstra, M., Beftink, H., Scott, E., Sander, J., 2009b. Optimization of the dilute maleic acid pretreatment of wheat straw. *Biotechnol. Biofuels* 2, 31.

Malina, J.F. and Poland, F. G. Water quality management, design of anaerobic processes for the treatment of industrial and municipal wastes. Technome Publishing co inc, U.S.A. 1992. Vol 7.

Monlau F, Barakat A, Trably E, Dumas C, Steyer J-P, Carrere H. 2012. Lignocellulosic materials into biohydrogen and biomethane: impact of structural features and pretreatment. *Crit Rev Environ Sci Technol*.

Müller, J., Lehne, G., Schwedes, J., Battenberg, S., Nèveke, R., Kopp, J., and Hempel, D. C. 1998. Disintegration of sewage sludges and influence on anaerobic digestion. *Water Science and Technology*, 38(8-9), 425-433.

Nah, I. W., Kang, Y. W., Hwang, K. Y., & Song, W. K. 2000. Mechanical pretreatment of Waste activated sludge for anaerobic digestion process. *Water Research*, 34(8), 2362-2368.

Pakarinen OM, Kaparaju PLN, Rintala JA. Hydrogen and methane yields of untreated, water-extracted and acid (HCl) treated maize in one- and two-stage batch assays. *Int J Hydrogen Energy* 2011; 36:14401–7.

Pavlostathis, S.G. y Giraldo-Gómez, E. 1991. Kinetics of anaerobic treatment: a critical review. *Critical reviews in environmental control*. 21(5-6):411-490.

Rabelo SC, Carrere H, Maciel Filho R, Costa AC. 2011. Production of bioethanol, methane and heat from sugarcane bagasse in a biorefinery concept. *Bioresour Technol*;102:7887–95.

Rude B.; Rankins Jr. D. 1993. Evaluation of bermudagrass (*Cynodon dactylon*) and johnsongrass (*Sorghum halapense*) as alternatives to corn forage (*Zea mays*) for ensiling with poultry litter. *Animal Feed Science and Technology* 44:101-111.

Sacramento-Rivero, J.C., Romero G., Cortés-Rodríguez, E., Pech, E. y Blanco-Rosete, S. 2010 Diagnostico del desarrollo de bio-refinerías en México. *Revista Mexicana de Ingeniería Química*. 9(3) 261-283.

Sambusiti, C., Ficara, E., Malpei, F., Steyer, J.P., Carrère, H., 2013. Effect of sodium hydroxide pretreatment on physical, chemical characteristics and methane production of five varieties of sorghum. *Energy* 55, 449–456.

Taherdanak, M., & Zilouei, H. 2014. Improving biogas production from wheat plant using alkaline pretreatment. *Fuel*, 115, 714-719.

Vergine P.; Záborská J.; and Canziani R.; 2014. Low temperature microwave and conventional heating pre-treatments to improve sludge anaerobic biodegradability. *Water Science & Technology*. 69(3), 518-524.

Zhang QH, Tang L, Zhang JH, Mao ZG, Jiang L. Optimization of thermal–dilute sulfuric acid pretreatment for enhancement of methane production from cassava residues. *Bioresour Technol* 2011; 102:3958–65.

Zhao, X., Wang, L., Lu, X., & Zhang, S. 2014. Pretreatment of corn stover with diluted acetic acid for enhancement of acidogenic fermentation. *Bioresource technology*, 158, 12-18.