**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MÉXICO**

**INSTITUTO INTERAMERICANO DE TECNOLOGÍA Y CIENCIAS DEL AGUA**

# "Caracterización de la materia orgánica disuelta de dos tratamientos biológicos (anaerobio y aerobio) con índices espectroscópicos"

Tesis

que para obtener el grado de

**Doctora en Ciencias del Agua**

presenta:

**MIROSLAVA DE LOS ANGELES MIER QUIROGA**

**Director de Tesis:**

**Dr. Mario Esparza Soto**

**Co-Directores de Tesis:**

**Dra. Mercedes Lucero Chávez**

**Dr. Cheikh Fall**

**Toluca, Estado de México, diciembre 2021**

## Índice


I. Índice de Figuras ..... 5

II. Índice de Tablas ..... 7

III. Abreviaturas ..... 9

RESUMEN ..... 10

ABSTRACT ..... 11

1. ANTECEDENTES ..... 14

1.1. Reactor Anaerobio de Flujo Ascendente (UASB) ..... 14

1.2. Reactor batch secuencial de lodos activados (SBR-LA) ..... 15

1.3. Materia orgánica disuelta (MOD) ..... 17

1.4. Fluoróforos ..... 17

1.5. Herramientas espectrométricas: Absorbancia de luz Ultravioleta Visible (AUV-Vis) y Espectrometría de Fluorescencia (EF) ..... 18

1.6. Índices espectrométricos ..... 18

1.7. Descripción de los índices espectrométricos comúnmente utilizados en la espectrometría de fluorescencia y absorbancia de luz ultravioleta visible (AUV-Vis) ..... 19

a. Índices de absorbancia de luz ultravioleta visible (AUV-Vis) ..... 19

b. Índices de Espectrometría de fluorescencia ..... 20

2. JUSTIFICACIÓN ..... 23

3. HIPÓTESIS ..... 24

4. OBJETIVOS ..... 24

5. METODOLOGÍA ..... 25

5.1. Diseño experimental ..... 25

5.2. Agua residual industrial de una chocolatera (ARIC) ..... 26

5.3. Esquema general de los tratamientos biológicos ..... 26

5.4. Influente del sistema dual de tratamiento ..... 27

5.5. SBR-LA ..... 28
Operación y monitoreo ..... 28
5.6. UASB ..... 30
Diseño y construcción ..... 30
Operación y monitoreo ..... 33
5.7. Análisis estadístico ..... 36
6. RESULTADOS ..... 37
6.1. UASB ..... 37
6.1.1. Desempeño del reactor ..... 37
6.1.2. Temperatura y pH ..... 38
6.1.3. DQOs y COVapl ..... 39
6.1.4. SSV y SST ..... 42
6.1.5. Análisis visual espectrométrico (EEMs) ..... 44
6.1.6. $SUVA_{254}$ ..... 50
6.1.7. HIX y BIX ..... 52
6.1.8. FRI ..... 55
6.2. SBR-LA ..... 58
6.2.1. Desempeño del reactor ..... 58
6.2.2. pH ..... 58
6.2.3. DQOs ..... 59
6.2.4. SSV y SST ..... 60
6.2.5. Análisis visual espectrométrico (EEMs) ..... 62
6.2.6. $SUVA_{254}$ ..... 65
6.2.7. HIX y BIX ..... 67
6.2.8. FRI ..... 69
6.3. Comparación entre reactores UASB y SBR-LA ..... 70
7. Conclusiones ..... 76
8. Referencias ..... 77
9. Producción Académica ..... 87

## I. Índice de Figuras

Figura 1. Esquema de un reactor UASB. (elaboración propia). ....15
Figura 2. Esquema del proceso de LA convencional. (elaboración propia). ....16
Figura 3. Esquema de un SBR-LA (elaboración propia). ....16
Figura 4. Ejemplo de matriz de excitación/emisión con las 5 zonas propuestas por Chen et al. (2003) ....21
Figura 5. Diagrama del diseño experimental. ....25
Figura 6. Sistema dual de tratamiento:1. Contenedores de ARIC. 2. Contenedor para mezcla del ARIC/agua de la llave del laboratorio de modelos hidráulicos del IITCA. 3. Reactor UASB. 4. Sedimentador de alta tasa de lamelas. 5. Efluente del UASB. 6. SBR-LA. 7. Contenedor de purga de LM del SBR-LA. 8. Contenedor para el efluente del SBR-LA (elaboración propia)....27
Figura 7. Ciclo del SBR-LA (Mier-Quiroga 2016). ....29
Figura 8. Diagrama del Reactor UASB construido para este experimento: 1. Bomba peristáltica del influente. 2. Efluente. 3. Salida del biogás. 4. Medidor de biogás por método de desplazamiento ....31
Figura 9. Fotografías tomadas en el proceso de construcción del reactor UASB. ....32
Figura 10. Demanda química de oxígeno soluble del influente y efluente del reactor UASB y porcentaje de remoción de DQOs. ....39
Figura 11. Correlación entre la concentración de DQOs del efluente y el TRH: (1) correlación de cuatro puntos con TRHs de 8, 10, 13 y 15 h, y (2) correlación de cinco puntos con TRHs de 8, 10, 13, 15 y 19 h....42
Figura 12. SST y SSV del efluente del reactor UASB y % SSV/SST durante cada periodo experimental ....43
Figura 13. Correlación entre TRC y TRH obtenidos durante los 5 periodos experimentales. Los puntos negros se incluyeron en la correlación. El punto gris se excluyó como un outlier. ....44
Figura 14. Matrices de excitación/emisión representativas del influente y cinco efluentes de cada periodo experimental. PE 1 (TRH = 19 h), PE 2 (TRH = 15 h), PE 3 (TRH = 13 h), PE 4 (TRH = 10 h) y PE 5 (TRH = 8 h) del reactor UASB. Cada línea de contorno representa 20 unidades de fluorescencia arbitrarias (AUF, por sus siglas en inglés). Eje x – Longitud de onda de emisión, Eje y – longitud de onda de excitación. ....46

Figura 15. a) Correlación entre $SUVA_{254}$ y TRH del reactor UASB operado a 5 diferentes TRH; b) Correlación entre $SUVA_{254}$ y SSV de la cama de lodos del reactor UASB operado a 5 diferentes TRH. ....52
Figura 16. a) Correlación entre HIX y TRH obtenidos en el reactor UASB operado a cinco TRH; b) Correlación entre HIX y los SSV de la cama de lodos del reactor UASB operado a cinco diferentes TRH ....54
Figura 17. Distribución de FRI en el influente y efluentes del reactor UASB para cada periodo experimental. ....57
Figura 18. pH en el SBR-LA durante todos los periodos experimentales. ....59
Figura 19. Demanda química de oxígeno soluble del influente y efluente del SBR-LA y porcentaje de remoción de DQOs. ....60
Figura 20. SST y SSV de licor mixto en el SBR-LA durante todos los PE. ....61
Figura 21. SST y SSV en el efluente en el SBR-LA durante todos los PE ....62
Figura 22. Matrices de excitación/emisión representativas del influente y efluentes de cada periodo experimental. PE 1 (TRC = 10 d), PE 2 (TRC = 14 h), PE 3 (TRC = 22 d) y PE 4 (TRC = 5 d) del SBR-LA. Cada línea de contorno representa 20 unidades de fluorescencia arbitrarias (AUF, por sus siglas en inglés) Eje x – Longitud de onda de emisión, Eje y – longitud de onda de excitación. ....63
Figura 23. Correlación entre a) $SUVA_{254}$ y TRC y b) $SUVA_{254}$ y SSVLM en el SBR-LA. ....67
Figura 24. Correlación entre HIX y TRC en el SBR-LA ....68
Figura 25. Distribución de FRI en el influente y efluentes del reactor UASB para cada periodo experimental. PE 1 (TRC = 10 d), PE 2 (TRC = 14 h), PE 3 (TRC = 22 d) y PE 4 (TRC = 5 d). ....70
Figura 26. Comparativa entre las correlaciones entre el $SUVA_{254}$ del efluente y el TRC para ambos reactores. ....72
Figura 27. Comparativa entre las correlaciones de HIX del efluente y el TRC para ambos reactores. ....73
Figura 28. Comparativa entre las correlaciones entre la DQOs del efluente y la zona de sustancias húmicas de FRI (%) para ambos reactores. ....75
Figura 29. Comparativa entre las correlaciones entre la DQOs del efluente y HIX para ambos reactores. ....75

## II. Índice de Tablas

Tabla 1. Caracterizaciones del agua residual industrial de una chocolatera. .....26

Tabla 2. Condiciones operacionales del SBR-LA para cada periodo experimental. .....28

Tabla 3. Etapas del ciclo del SBR-LA y los tiempos de operación.....29

Tabla 4. Condiciones operacionales del UASB para cada periodo experimental. .....33

Tabla 5. Parámetros fisicoquímicos para la caracterización del agua, referencia, equipo y días de muestreo. .....34

Tabla 6. COVapl, TRH y TRC del reactor UASB durante todos los periodos experimentales. 37

Tabla 7. pH y temperatura del reactor UASB durante cada periodo experimental. .....38

Tabla 8. DQOs inf, DQOs efl, % rem DQOs, COVapl y COVrem del reactor UASB durante cada periodo experimental. .....40

Tabla 9. Concentración de SST y SSV en el efluente, cama de lodos y % SSV/SST del reactor UASB durante cada periodo experimental. .....43

Tabla 10. Propiedades de fluorescencia del influente en estado estacionario para cada periodo experimental del reactor UASB .....48

Tabla 11. Propiedades de fluorescencia del efluente en estado estacionario para cada periodo experimental del reactor UASB. .....49

Tabla 12. $SUVA_{254}$ (influente y efluente) en estado estacionario a cada periodo experimental. 50

Tabla 13. HIX y BIX (influente y efluente) en estado estacionario a cada periodo experimental. .....53

Tabla 14. TRC, pH y DQOs del SBR-LA para cada periodo experimental .....58

Tabla 15. SSTLM, SSVLM, SST efl, SSV efl y %SSV/SST del SBR-LA para cada periodo experimental. .....60

Tabla 16. Propiedades de fluorescencia del influente en estado estacionario para cada periodo experimental del SBR-LA. .....64

Tabla 17. Propiedades de fluorescencia del efluente en estado estacionario para cada periodo experimental del SBR-LA. .....65

Tabla 18. TRC, SSVLM y $SUVA_{254}$ del influente y efluente del SBR-LA en cada periodo experimental. .....66

Tabla 19. TRC, HIX y BIX del influente y efluente del SBR-LA en cada periodo experimental. .68

Tabla 20. Comparativa entre ambos reactores: DQOs y $SUVA_{254}$. .....71

Tabla 21. Comparativa entre el análisis visual de ambos reactores (intensidad de fluorescencia).....74

## III. Abreviaturas

| | |
|---|---|
| ARIC | Agua residual industrial de una chocolatera |
| AUV-Vis | Absorbancia de luz ultravioleta visible |
| BIX | Índice biológico |
| COD | Carbón orgánico disuelto |
| COVapl | Carga orgánica volumétrica aplicada |
| COVrem | Carga orgánica volumétrica removida |
| DQOs | Demanda química de oxígeno soluble |
| EEM | Matriz Excitación / Emisión |
| EF | Espectrometría de fluorescencia |
| F/M | Relación comida / microorganismos |
| FRI | Integración regional fluorescente |
| HIX | Índice de humificación |
| LM | Licor mixto |
| MO | Materia orgánica |
| MOD | Materia orgánica disuelta |
| NaOH | Hidróxido de sodio |
| PE | Periodo experimental |
| PMS | Productos microbianos solubles |
| SBR-LA | Reactor batch secuencial de lodos activados |
| SST | Sólidos suspendidos totales |
| SSTLM | Sólidos suspendidos totales del licor mixto |
| SSV | Sólidos suspendidos volátiles |
| SSVLM | Sólidos suspendidos volátiles del licor mixto |
| $SUVA_{254}$ | Absorbancia específica de UV a 254 nm |
| THM | Trihalometanos |
| TRC | Tiempo de retención celular |
| TRH | Tiempo de retención hidráulico |
| UASB | Reactor anaerobio de flujo ascendente (por su designación en inglés) |
| UV | Ultravioleta |

**RESUMEN**

La materia orgánica disuelta (MOD) ha sido ampliamente estudiada en el suelo, las aguas naturales y los sistemas de potabilización; sin embargo, debido a la complejidad de su composición ha sido un reto estudiar la MOD en los efluentes de los sistemas de tratamiento biológico. Teniendo en cuenta el impacto que los parámetros operativos pueden tener en las características de la MOD, el objetivo de este estudio fue a) evaluar la influencia de cinco tiempos de retención hidráulica (TRH) (19, 15, 13, 10 y 8 h) en la cantidad y calidad de la MOD, y en el rendimiento de un reactor de flujo ascendente (UASB, por sus siglas en inglés) a escala piloto, b) evaluar la influencia de cuatro tiempos de retención celular (TRC) (5, 10, 14 y 22 d) en la cantidad y calidad de la MOD y en el rendimiento de un reactor batch secuencial de lodos activados (SBR-LA) y, c) comparar las características y diferencias de la MOD del efluente de ambos reactores. El efecto del TRH y el TRC (sobre el reactor UASB y el reactor SBR-LA, respectivamente) sobre la cantidad y la calidad de la MOD se evaluó con la demanda química de oxígeno soluble (DQOs) y con análisis espectrométricos, respectivamente. La calidad de la MOD se analizó mediante espectroscopia de fluorescencia (matriz de excitación-emisión (EEM)) y cuatro índices espectrométricos de materia orgánica: Absorbancia ultravioleta específica ($SUVA_{254}$), índice de humificación (HIX), índice biológico (BIX) e integración regional de fluorescencia (FRI). Tanto el TRH y el TRC afectaron tanto a la cantidad como a la calidad de la MOD. La eficiencia de remoción de DQOs fue superior al 90 % independientemente de los TRH y el TRC (para el reactor UASB y el SBR-LA, respectivamente) al que se operó en cada periodo experimental. El análisis visual de las EEMs de los efluentes de ambos reactores mostró tres picos de tipo proteico: los picos A y B, atribuido al triptófano, y el pico F, atribuido a la tirosina. Sin embargo el pico F se mostró en forma de hombro en los efluentes del SBR-LA, mientras que en el reactor UASB se presentó como pico. Los picos A y B se han atribuido en la literatura a la presencia o producción de productos microbianos solubles aeróbicos (SMP), mientras que el pico F no se ha reportado en los sistemas de tratamiento de aguas residuales aeróbicas, sin embargo, estuvo presente en todos los EEMs de este estudio. Dos picos de tipo húmico (C y D) también se presentaron en las EEMs de los efluentes, que se atribuyeron a los SMP generados dentro de los reactores. Un tercer pico de sustancia húmica (pico E) se presentó en todos los efluentes del SBR-LA, mientras que en el reactor UASB se presentó solo en los periodos experimentales de mayor TRH (15 y 19 h). $SUVA_{254}$ y HIX mostraron ser índices adecuados para determinar la humificación de la MOD en los efluentes de ambos reactores. Por medio estos índices, se encontró que en ambos reactores se incrementó la humificación de la MOD al incrementar el TRC y el TRH (en el SBR-LA y en el reactor UASB, respectivamente).

**ABSTRACT**

Dissolved organic matter (DOM) has been extensively studied in soil, natural waters and potabilization systems; however, due to the complexity of its composition it has been a challenge to study DOM in effluents from biological treatment systems. Considering the impact that operational parameters can have on DOM characteristics, the objective of this study was to a) evaluate the influence of five hydraulic retention times (HRT) (19, 15, 13, 13, 10 and 8 h) on the quantity and quality of DOM and on the performance of an upflow anaerobic sludge blanket reactor (UASB) at pilot scale, b) to evaluate the influence of four sludge retention times (SRT) (5, 10, 14 and 22 d) on the quantity and quality of DOM and on the performance of a sequential activated sludge batch reactor (SBR-AS) and, c) to compare the DOM characteristics of both reactors. The effect of HRT and SRT (over the UASB reactor and SBR-LA reactor, respectively) on the quantity and quality of DOM was evaluated with soluble chemical oxygen demand (CODs) and spectrometric analyses, respectively. DOM quality was analyzed by fluorescence spectroscopy (excitation-emission matrix (EEM)) and four spectrometric indices of organic matter: specific ultraviolet absorbance ($SUVA_{254}$), humification index (HIX), biological index (BIX) and fluorescence regional integration (FRI). Both HRT and SRT affected both the quantity and quality of DOM. CODs removal efficiency was greater than 90% regardless of the HRT and SRT at which it was operated in each experimental period. Visual analysis of the EEMs of the effluents from both reactors showed three protein-type peaks: peaks A and B, attributed to tryptophan, and peak F, attributed to tyrosine. However peak F was shown as a shoulder in the SBR-LA effluents, whereas in the UASB reactor it was presented as a peak. Peaks A and B have been attributed in the literature to the presence or production of aerobic soluble microbial products (SMP), while peak F has not been reported in aerobic wastewater treatment systems, however, it was present in all EEMs in this study. Two humic-type peaks (C and D) were also present in the effluent EEMs, which were attributed to SMPs generated within the reactors. A third humic-like peak (peak E) was present in all SBR-LA effluents, while in the UASB reactor it was present only in the experimental periods of higher HRT (15 and 19 h). $SUVA_{254}$ and HIX were shown to be suitable indices to determine DOM humification in the effluents of both reactors. By means of these indices, it was found that in both reactors MOD humification increased with increasing SRT and HRT (in the SBR-LA and UASB reactor, respectively).

## INTRODUCCIÓN

Los sistemas de tratamiento biológico de aguas residuales ya sean aerobios o anaerobios son los más empleados a nivel mundial. A pesar de ser ampliamente utilizados, la comprensión y el dominio de los tratamientos biológicos siguen siendo un reto para la comunidad científica debido a la materia orgánica disuelta (MOD) presente en los efluentes. La MOD que se presenta en el efluente de los tratamientos biológicos contiene una mezcla heterogénea de compuestos como polisacáridos, proteínas, ácidos orgánicos, etc. La presencia de dichos compuestos en los efluentes de sistemas de tratamiento biológicos ha causado interés en su estudio debido al impacto sobre la calidad de dichos efluentes y procesos de tratamiento terciarios (Maqbool et al., 2017; Hur et al ., 2011).

La elevada concentración de MOD ya sea como productos microbianos solubles (PMS) o sustancias poliméricas extracelulares puede causar un rendimiento deficiente en sistemas de tratamiento biológicos convencionales y/o pueden afectar tratamientos terciarios tales como filtración por arena o membranas, cloración, ozonación, etc. Por ejemplo, los PMS podrían taponear rápidamente con impurezas membranas de filtración (Jarusutthirak & Amy, 2006; Kunacheva & Stuckey, 2014; Hur et al., 2011). Los PMS también podrían producir subproductos de desinfección altamente tóxicos que dificulten la reutilización de agua residual tratada (Zhang et al., 2017; Imai et al., 2002). Las características y propiedades de la MOD se ven afectadas por la adaptación de los microorganismos, la composición del agua residual cruda y parámetros operacionales tales como: tiempo de retención celular (TRC), tiempo de retención hidráulico (TRH), carga orgánica volumétrica aplicada (COVapl), relación comida / microorganismos (F/M), etc. (Maqbool et al., 2017; Hur et al., 2011).

La materia orgánica (MO) absorbe y emite luz en un amplio rango de longitudes de onda, por lo que se han empleado análisis espectrométricos para comprender su compleja estructura. La absorbancia de luz ultravioleta visible ($UVA_{254}$) y la espectrometría de fluorescencia han sido los análisis más empelados para este fin (Korshin et al., 1997; Wu et al., 2011).

La matriz de excitación-emisión de fluorescencia (EEM, por sus siglas en inglés) ha emergido como una herramienta eficaz para rastrear los diferentes componentes de la MOD (Maqbool et al., 2017). Esta herramienta ha sido ampliamente aplicada en el rastreo y caracterización de la MO natural en mares, ríos y lagunas, así como su efecto en los ecosistemas y sistemas de potabilización (Zhang et al., 2011; Meng et al., 2013; He et al., 2015; Song et al., 2019). La espectrometría de fluorescencia ha sido también aplicada en sistemas de tratamiento biológicos aerobios para la caracterización de la MOD (Maqbool et al., 2017; Esparza-Soto et al., 2011),

pero, en menor medida ha sido utilizada con estos fines en sistemas de tratamiento de agua residual anaerobios.

Las EEMs suelen ser utilizadas como una herramienta visual para la detección de ciertos fluoróforos, sin embargo, al utilizar solo este método de análisis suele desaprovecharse la gran cantidad de datos obtenidos. Por lo que, algunos investigadores han propuesto análisis de dichos datos para evaluar el origen y el grado de transformación de la MOD mediante el cálculo de índices de MOD como el índice biológico (BIX), el índice de humificación (HIX) y el índice de integración regional de fluorescencia (FRI) (Chen et al., 2003; Baghoth et al., 2011; Korak et al., 2014; Maqbool et al., 2017).

En esta investigación se operaron dos reactores; un reactor anaerobio de flujo ascendente (UASB, por sus siglas en inglés) y un reactor batch secuencial aerobio de lodos activados (SBR-LA) alimentados por el mismo influente (agua proveniente de una industria chocolatera (ARIC)).

Los objetivos de este trabajo fueron: a) evaluar la influencia de cinco TRH (19, 15, 13, 10 y 8 h) en la cantidad y calidad de la MOD y en el rendimiento de un reactor UASB a escala piloto, b) evaluar la influencia de cuatro TRC (5, 10, 14 y 22 d) en la cantidad y calidad de la MOD en el rendimiento de un SBR-LA y, c) comparar las características de la MOD en los efluentes de ambos reactores para establecer sus diferencias y/o similitudes. Se evaluó el efecto de los TRH y TRC sobre la cantidad de la MOD en términos de concentración de demanda química de oxígeno soluble (DQOs) en el efluente y se analizó la calidad de la MOD mediante espectrometría de absorbancia y fluorescencia por medio de las EEMs y cuatro índices espectrométricos de materia orgánica: Absorbancia ultravioleta específica ($SUVA_{254}$), índice de humificación (HIX), índice biológico (BIX) e integración regional de fluorescencia (FRI).

# 1. ANTECEDENTES

El tratamiento biológico de las aguas residuales se basa en la capacidad que tienen los microorganismos para metabolizar y convertir la materia orgánica disuelta en suspensión en tejido celular nuevo, así como diferentes gases (Metcalf & Eddy, 2013). El oxígeno juega un papel importante en los tratamientos biológicos debido a que la ausencia o presencia del oxígeno condiciona el tipo de microorganismos que se encargaran de degradar y eliminar la materia orgánica presente en el agua residual. Consecuentemente, los procesos de tratamiento biológico se dividen en: procesos aerobios que se desarrollan en presencia de oxígeno, procesos anóxicos y procesos anaerobios, que se desarrollan en ausencia de oxigeno (Ramalho, 2012).

## 1.1. Reactor Anaerobio de Flujo Ascendente (UASB)

Un sistema de tratamiento de aguas residuales anaerobio es aquel que degrada la MO por medio de bacterias anaerobias y la convierten en dióxido de carbono ($CO_2$), metano ($CH_4$) y más bacterias. En estos sistemas, la degradación de materia orgánica se lleva a cabo en ausencia de oxígeno y la energía total disponible se distribuye en un 10% de la energía liberada para la generación de biomasa y un 90% de la energía para el mantenimiento celular y generación de metano (Rittmann & McCarty, 2018).

La remoción de MO por medio de tratamientos biológicos anaerobios representa una opción eficaz para el tratamiento de una gran variedad de aguas residuales tales como: aguas residuales domésticas, aguas residuales provenientes de la destilación de alcohol, de la producción de cerveza, de la fabricación de químicos, de la industria farmacéutica, del procesamiento de alimentos, por mencionar solo algunos ejemplos (Rico, et al., 2017).

Entre las diferentes variantes que existen de sistemas de tratamiento anaerobio, uno de los de mayor interés y más utilizado es el sistema de tratamiento anaerobio de lecho de lodos, siendo el más utilizado el UASB (Figura 1). Se ha demostrado ampliamente la viabilidad del uso de los UASB para tratar agua residual con alto contenido orgánico soluble (Farajzadehha et al. 2012). La principal cualidad que se le atribuye al éxito de los UASB es la formación de una cama de lodo granular (Jijai et al., 2015), la cual se desarrolla con un lodo anaerobio altamente sedimentable y una gran actividad metanogénica (Rico et al., 2017). Algunos factores que afectan el funcionamiento del reactor de UASB incluyen temperatura, COVapl, pH, alcalinidad, etc. (Jijaia et al., 2015).

Otra cualidad importante de los reactores UASB es la generación de energía en forma de biogás (Uddin et al., 2019). El biogás es una fuente de energía renovable versátil, que puede reemplazar los combustibles fósiles en la producción de energía y calor (Cruz-Salomón et al., 2017).

En el sistema UASB se conservan todos los beneficios de los sistemas anaerobios sobre sistemas aeróbicos, como la producción de energía, baja producción de lodos, menor volumen requerido, capacidad de tratar alta carga orgánica, menos requerimiento de nutrientes, etc. (Rittmann & McCarty, 2018).

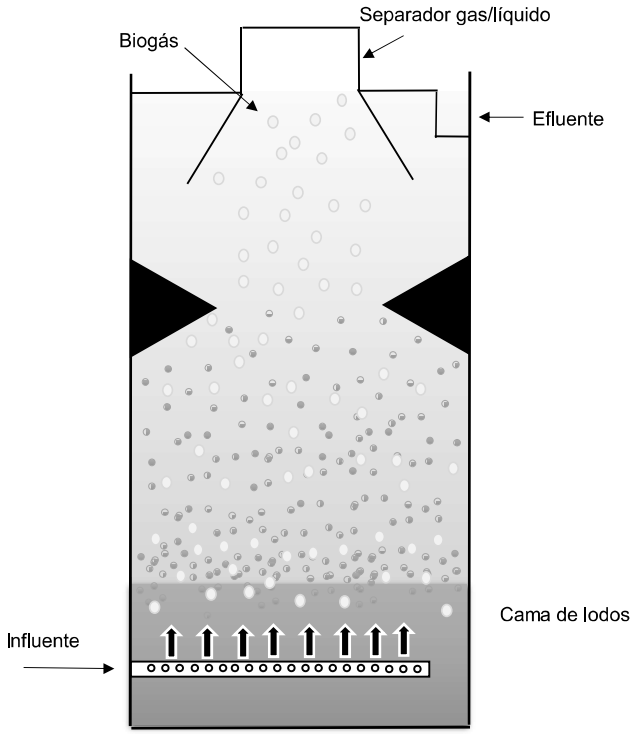


***Figura 1. Esquema de un reactor UASB (elaboración propia).***

### 1.2. Reactor batch secuencial de lodos activados (SBR-LA)

El tratamiento biológico de LA de agua residual (Figura 2) consiste en tres etapas básicas: a) un reactor en donde los microorganismos responsables del tratamiento son mantenidos en suspensión y aireado, b) separación líquido-sólido, usualmente en un tanque de sedimentación y, c) un sistema para regresar parte de los sólidos removidos de la unidad de separación al reactor (Metcalf & Eddy, 2013).

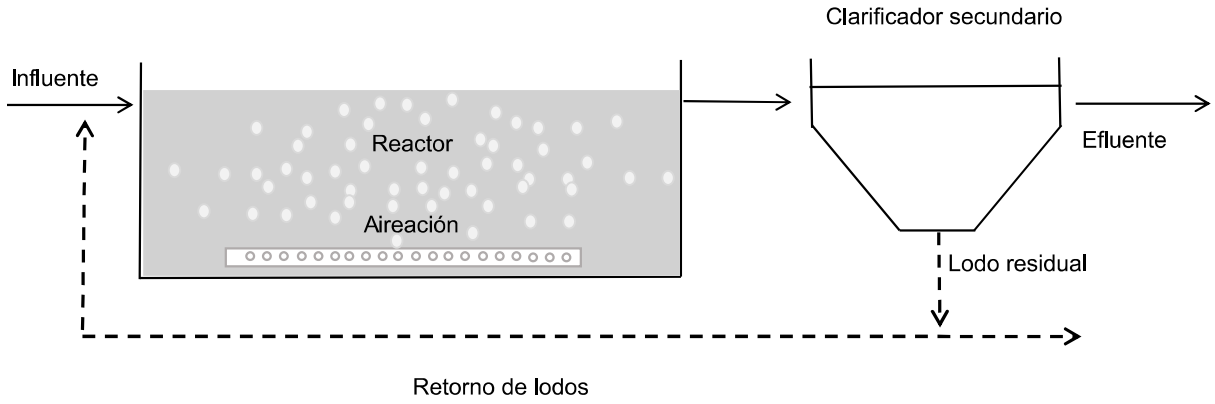


***Figura 2. Esquema del proceso de LA convencional (elaboración propia).***

Existe una variante de los sistemas de LA llamado SBR-LA en donde el proceso de tratamiento (alimentación, mezcla, aireación, sedimentación y separación líquido-sólido) se llevan a cabo en el mismo tanque. Un reactor SBR-LA opera bajo una serie de etapas que constituyen un ciclo. El uso de estas etapas permite que un solo reactor actúe como un tren de reactores y un clarificador. Mediante la manipulación de estos períodos en un solo ciclo un SBR-LA puede lograr la mayor parte de lo que una planta de tratamiento biológico de LA de flujo continuo puede lograr con varios contenedores (Arora et al.,1985).

El SBR-LA es un reactor que puede nitrificar, desnitrificar, oxidar sustrato y clarificar, además de ahorrar espacio y costo, puede hacer el tratamiento de aguas residuales factible cuando existe variación de carga del influente y limitación en el espacio (Moawad et al., 2009).

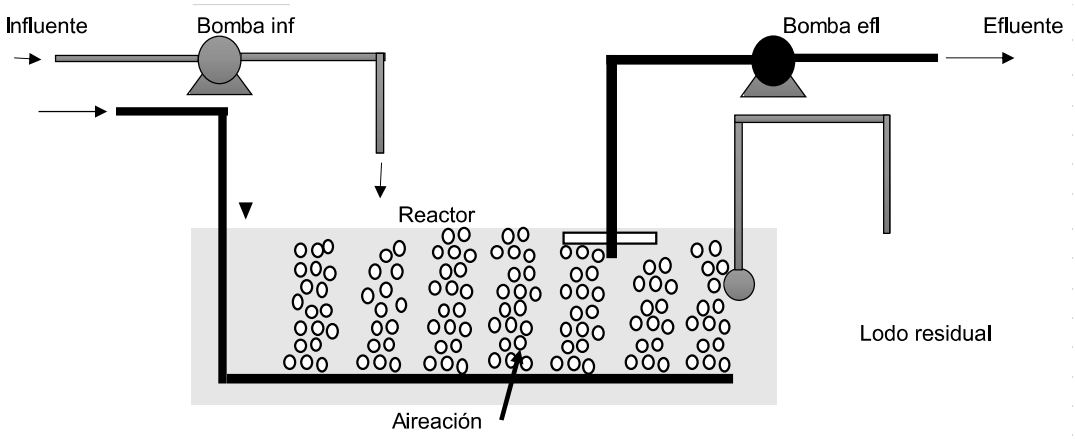


***Figura 3. Esquema de un SBR-LA (elaboración propia).***

## 1.3. Materia orgánica disuelta (MOD)

En aguas naturales, la MO se presenta en forma coloidal, particulada y disuelta, siendo esta última la fracción más estudiada. La MOD en sistemas acuáticos naturales tiene diferentes orígenes tales como los suelos naturales de los cuerpos de agua, así como la generada *in situ* a través de la actividad microbiana presente y, cada vez en mayor medida, a través de actividad humana que resulta en agua residual (Hudson et al., 2007; Komatsu et al., 2018).

La MOD presente en agua residual consiste en diversos componentes (proteínas, polisacáridos, sustancias húmicas, entre otros) con un amplio rango de pesos moleculares (Maqbool, et al., 2017). La abundancia de diferente MOD y sus propiedades químicas afectan la estabilidad, acomplejamiento y la producción de bioproductos de desinfección durante el tratamiento de agua residual (Chen et al., 2003; Imai et al., 2002; Hur et al., 2011). Consecuentemente, la MOD influye en el cambio del rendimiento general de los tratamientos, así como la calidad de los cuerpos de agua receptores.

Los PMS son parte esencial de la MOD total de los sistemas de tratamiento biológico, ya que representan el 60% de la DQOs del efluente de un proceso de tratamiento biológico, la cual es resultado del metabolismo del sustrato, decaimiento de la biomasa, así como los productos degradados de las sustancias poliméricas extracelulares unidas (Jarusutthirak & Amy 2006).

## 1.4. Fluoróforos

La MOD absorbe luz en un amplio rango de longitudes de onda del espectro electromagnético, mientras que los compuestos químicos inorgánicos típicamente presentes en agua natural no absorben luz significativamente a longitudes mayores a 230 nm (Korshin et al., 1997). Por lo que, la luz puede ser absorbida y emitida por algunos compuestos químicos, a este proceso se lo denomina luminiscencia. Existen dos tipos: fluorescencia y fosforescencia. La primera es un fenómeno físico mediante el cual ciertas sustancias absorben energía en forma de radiación electromagnética la cual es emitida en una longitud de onda (λ) mayor en un periodo de tiempo muy corto. La fluorescencia es el resultado de una serie de procesos que ocurren en ciertas moléculas llamadas fluoróforos. Dichas moléculas son generalmente orgánicas poliaromáticas.

Cuando un fluoróforo absorbe luz, uno de sus electrones pasa a un estado de excitación inestable, es decir, de mayor energía y, al retornar a su estado basal, el exceso de energía se libera en forma de luz a una λ mayor (menor energía) a la de excitación.

## 1.5. Herramientas espectrométricas: Absorbancia de luz Ultravioleta Visible (AUV-Vis) y Espectrometría de Fluorescencia (EF)

La MOD absorbe luz en un amplio rango de longitudes de onda del espectro electromagnético y, aunado con los avances en las técnicas espectroscópicas se ha incrementado el uso de propiedades ópticas, tales como absorbancia y fluorescencia, para evaluar la composición de la MOD y deducir las fuentes de procedencia y su transformación (Hansen et al., 2016).

La distribución del peso molecular y el espectro de AUV-Vis han sido utilizados para caracterizar MOD no fraccionada; muchos investigadores han limitado sus datos a monitorear la absorbancia a una sola λ (254 nm) para proveer un indicador de la concentración de la MO en general (Korshin et al., 1997).

La espectroscopia de fluorescencia ha recibido mucha atención en recientes años debido su potencial como técnica de monitoreo, ya que es una herramienta de caracterización simple, relativamente barata, muy sensible a bajas concentraciones, así como a cambios significativos en fluoróforos y las muestras que requieren un mínimo o ningún pretratamiento (Baghoth et al., 2011; Wang et al., 2017: Guo et al., 2012; Hur et al., 2011). Esta técnica mide la fracción de MOD que absorbe y emite luz, y la fracción de MOD fluorescente es a menudo asociada a la aromaticidad (Korak et al., 2014).

## 1.6. Índices espectrométricos

Los índices espectrométricos de AUV-Vis y fluorescencia han sido propuestos por diversos investigadores para identificar, monitorear y rastrear la MOD en diferentes ambientes acuáticos, sin embargo, el reciente incremento en la generación de agua residual ha generado interés en el estudio de su composición antes, durante y después de tratamientos biológicos (Ventura-Cruz et al., 2014; Huguet et al., 2009). Como tal, mediante la capacidad de la espectrometría de caracterizar, evaluar el origen y grado de transformación de la MOD de los sistemas de tratamiento es evidente y, por lo tanto, este tipo de análisis se ha convertido en un área de investigación creciente (Hambly et al., 2015).

La distinción de la composición de la MOD y el rastreo individual de la transformación de sus componentes es crítica para entender su papel en un ambiente acuático natural o un tratamiento biológico. Sin embargo, es difícil probar esta dinámica a través de herramientas de caracterización comunes como la medición de demanda bioquímica de oxígeno (DBO), DQO y carbón orgánico total (COT) (Maqbool et al., 2017). El empleo de índices de espectrometría se

ha propuesto como una herramienta necesaria para adentrarse en la comprensión de la MOD en sistemas de tratamiento biológico.

## 1.7. Descripción de los índices espectrométricos comúnmente utilizados en la espectrometría de fluorescencia y absorbancia de luz ultravioleta visible (AUV-Vis)

Los índices espectrométricos han sido propuestos en diversas investigaciones para rastrear rasgos característicos de MO del espectro AUV-Vis y fluorescente. Cada índice busca analizar los datos obtenidos en longitudes de onda específicas para así, poder indicar composición, proporción, origen y/o transformación de compuestos determinados (Maqbool et al., 2017; Hur et al., 2011; Hansen et al., 2016).

### a. Índices de absorbancia de luz ultravioleta visible (AUV-Vis)

Los espectros de absorción de luz ultravioleta visible se han ligado a varias propiedades de la MOD como la aromaticidad, pesos moleculares aparentes, potencial de formación de bioproductos de desinfección y afinidad para la unión de metales (Helms et al., 2008; Korshin et al., 1997; Imai et al., 2002; Hur et al., 2011).

El índice espectrométrico de AUV-Vis utilizado en esta investigación se describe a continuación:

- Absorbancia específica ultravioleta a λ 254 nm ($SUVA_{254}$): Estudios han demostrado que la relación entre el contenido de carbono aromático y la absorbancia de la luz UV son indicadores importantes de la reactividad del carbón orgánico disuelto (COD) en varios procesos ambientales. Las variaciones en la cantidad y la naturaleza de la MO, especialmente con respecto a los cambios en el contenido de carbono aromático, también se han convertido en factores importantes para diseñar estrategias para el tratamiento del agua. En general, se cree que las sustancias húmicas acuáticas dentro del COD son las precursoras primarias de los trihalometanos (THM) y muchos otros bioproductos de desinfección (Weishaar et al., 2003; Imai et al., 2002; Hur et al., 2011). Dado que $SUVA_{254}$ es una absorción promedio de las moléculas que comprenden el COD en una muestra de agua, se propuso utilizarla como una medida sustituta de la aromaticidad del COD (Traina et al., 1990).

  A la fecha, $SUVA_{254}$ se ha empleado como indicador de la eficiencia y estabilidad de tratamientos biológicos (Maqbool et al., 2017) ya que indirectamente refleja el grado de

humificación, la degradabilidad biológica en un sistema acuático y/o en un sistema de tratamiento biológico de agua residual (Zheng et al., 2014).

### b. Índices de Espectrometría de fluorescencia

La MOD contiene numerosos fluoróforos cuyas características proporcionan información de su estructura, grupos funcionales, dinámica molecular, etc., por lo cual fue necesario un método que permitiera presentar los datos de manera clara y ordenada. Las EEMs se propusieron con esta finalidad. Los datos son ordenados en matrices tridimensionales en donde los ejes x, y, y z representan la longitud de onda de excitación (λexc), la longitud de onda de emisión (λem) y la intensidad de fluorescencia, respectivamente. Al ordenarse los datos matricialmente, permite su estudio más detallado y facilita la obtención de índices espectrométricos de fluorescencia (Wang et al., 2009).

Las relaciones entre intensidades de fluorescencia se pueden usar como indicadores de la contribución de sustancias orgánicas procedentes de suelos, plantas o sustancias microbianas. Los índices de espectrometría de fluorescencia utilizados en esta investigación se presentan a continuación.

- Índice de humificación (HIX, por sus siglas en inglés): HIX se propuso como complemento a las EEMs para rastrear las posibles fuentes y grados de maduración de la MOD (sustancias húmicas) en sedimentos y suelos (Zsolnay et al., 1999). HIX es la relación altura / longitud (H/L) de dos áreas del espectro de emisión escaneado para la excitación a 254 nm. Estas dos áreas se calculan entre las λem de 300 nm y 345 nm para L y entre las λem de 435 nm y 480 nm para H. En diversos estudios se plantea que valores altos de HIX corresponden a la presencia de moléculas complejas como compuestos aromáticos de alto peso molecular (Zsolnay et al., 1999; Huguet et al., 2009; Song et al., 2019).
- Índice biológico (BIX, por sus siglas en inglés): Se propuso el índice BIX como herramienta para rastrear la contribución y/o generación de MOD proveniente de actividad biológica en muestras de aguas naturales (Huguet et al., 2009). Debido a que el espectro de fluorescencia es amplio, BIX se enfoca en las longitudes de onda que se relacionan a actividad biológica. Dicho índice se calcula como el radio de las intensidades de emisión a λem 380 nm y 430 nm a una λexc de 310 nm.
- Integración regional fluorescente (FRI): Este índice se propuso para aprovechar toda la información obtenida en las EEMs al determinar el volumen de la intensidad de

fluorescencia de fluoróforos específicos, tales como, tirosina, triptófano, etc. Con FRI se integra el área de 5 regiones debajo del espectro de la EEM (Figura 3).

En general, los picos a λexc menor a 250 nm y a λem menores a 350 nm se han relacionado a sustancias proteicas aromáticas simples como la tirosina (regiones I y II). Los picos a λexc intermedias comprendidas entre 250 y 280 nm y λem menores a 380 nm están relacionados a PMS (región IV). Los picos a λexc mayores a 280 nm y λem mayores a 380 nm están relacionados a sustancias húmicas orgánicas (región V). Los picos a λexc menores a 250 nm y λem mayores a 350 nm están relacionados con ácidos fúlvicos (región III).

Mediante el índice FRI se buscan rastrear las fuentes del origen de la MOD, pero, a diferencia de los índices previamente descritos, FRI incluye en su análisis todas las longitudes de onda de las matrices.

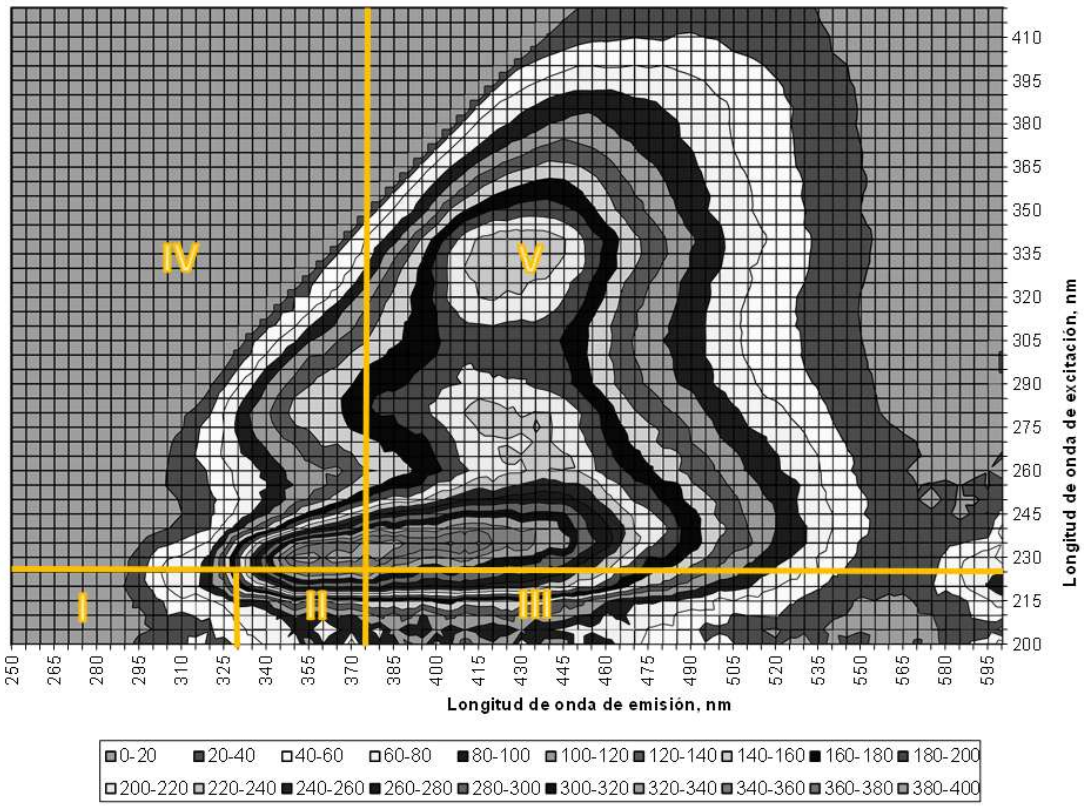


***Figura 4. Ejemplo de matriz de excitación/emisión con las 5 zonas propuestas por Chen et al. (2003).***

- Análisis visual de EEMs: Determinación de la intensidad y localización del pico máximo: Con este indicador se reporta la máxima intensidad de fluorescencia en una región de

interés de la EEM. Es un método cuantitativo en donde se compara la intensidad de fluorescencia y la posición de los picos en la EEM con picos predefinidos (sustancias húmicas, fúlvicas o proteínas) para inferir las fuentes y los cambios en la composición de la MOD (Korak et al., 2014; Burdige et al., 2004).

Si bien estos índices espectrométricos no se desarrollaron necesariamente como guía de fuentes específicas, a menudo se emplean en combinación para identificar rastros únicos, así como las propiedades de la MOD y de los procesos de tratamiento (Hansen et al., 2016).

## 2. JUSTIFICACIÓN

En los últimos años se han desarrollado equipos que proporcionan información antes desconocida y actualmente necesaria para la comprensión de los procesos de tratamiento biológico de agua residual. En términos de análisis de agua residual la espectrometría de fluorescencia es innovadora ya que muestra las diferencias de composición en la MOD (Korshin, 2009).

A pesar del gran potencial en la aplicación de herramientas espectrométricas tanto de absorbancia UV-visible, así como de fluorescencia en tratamientos biológicos de aguas residuales, éstas no han sido ampliamente utilizada en conjunto para diferenciar las características de la MOD producida en reactores anaerobios y aerobios. De igual forma, no ha sido reportado el estudio de los cambios de dicha MOD cuando los parámetros operacionales son modificados en los sistemas de tratamiento, lo cual puede proveer información crítica respecto al estatus microbiano durante la optimización del tratamiento (Korak et al., 2014; Maqbool et al., 2017; Wang et al., 2014).

A pesar de los descubrimientos prometedores, los índices espectrométricos necesitan ser aplicados en diferentes tipos de tratamientos biológicos (aerobios, anaerobios y anóxicos) bajo varias condiciones operacionales, lo cual puede ayudar a asegurar su aplicación práctica en sistemas reales de tratamiento donde el monitoreo de calidad es requerido para el control del proceso y el cumplimiento de las normativas de descarga (Carstea et al., 2016; Hur et al., 2011).

Es necesario entender la dinámica de la comunidad bacteriana para resolver los problemas que se presentan en los tratamientos biológicos de agua residual aerobios y anaerobios, y así desarrollar estrategias para el mejoramiento del rendimiento de los sistemas. Se han realizado varios intentos de evaluar la dinámica en la comunidad bacteriana con espectrometría de fluorescencia durante tratamientos biológicos, sin embargo, la mayoría de estos estudios se han realizado en sistemas a escala laboratorio y/o con agua sintética (Komatsu et al., 2020).

La justificación científica de este proyecto contempló la operación de dos reactores (UASB y SBR-LA a escala piloto). Ambos reactores operaron al mismo tiempo, trataron agua residual proveniente de una industria chocolatera y fueron operados a diferentes condiciones operacionales (UASB: TRH 19, 15, 13, 10 y 8 h, y SBR-LA: 5, 10, 14 y 19 d). Esta investigación se adentró en el estudio de la calidad y cantidad de la MOD. La cantidad se evaluó por medio de la DQOs y la calidad por medio de análisis espectrométrico (Análisis visual de las EEMs y 4 índices espectrométricos).

## 3. HIPÓTESIS

La MOD del efluente de un reactor aerobio es significativamente diferente a la MOD del efluente de un reactor anaerobio en términos de los índices espectrométricos aun cuando ambos traten la misma ARIC.

## 4. OBJETIVOS

Objetivo General

Determinar los rasgos característicos mediante diferentes índices espectrométricos de la MOD del efluente de un reactor biológico aerobio respecto a la MOD del efluente de un reactor biológico anaerobio cuando tratan la misma ARIC.

Objetivos específicos

- Obtener los índices espectrométricos de AUV-Vis y de fluorescencia del efluente de un SBR-LA bajo diferentes condiciones operacionales.
- Obtener los índices espectrométricos de AUV-Vis y de fluorescencia del efluente de un reactor UASB bajo diferentes condiciones operacionales.
- Comparar los índices espectrométricos del efluente del SBR-LA respecto al efluente del reactor UASB.
- Comparar los índices espectrométricos de los efluentes de los dos reactores respecto a los índices espectrométricos del influente.
- Evaluar el efecto del TRC del SBR-LA en los índices espectrométricos.
- Evaluar el efecto de la COVapl en el reactor UASB en los índices espectrométricos.

# 5. METODOLOGÍA

## 5.1. Diseño experimental

En la Figura 5 se muestra el diseño experimental que se llevó a cabo en este proyecto de investigación. Se indican algunas características operacionales del experimento como son el TRH, TRC y COVapl para el UASB y TRH, TRC y DQOs inf para el SBR-LA.

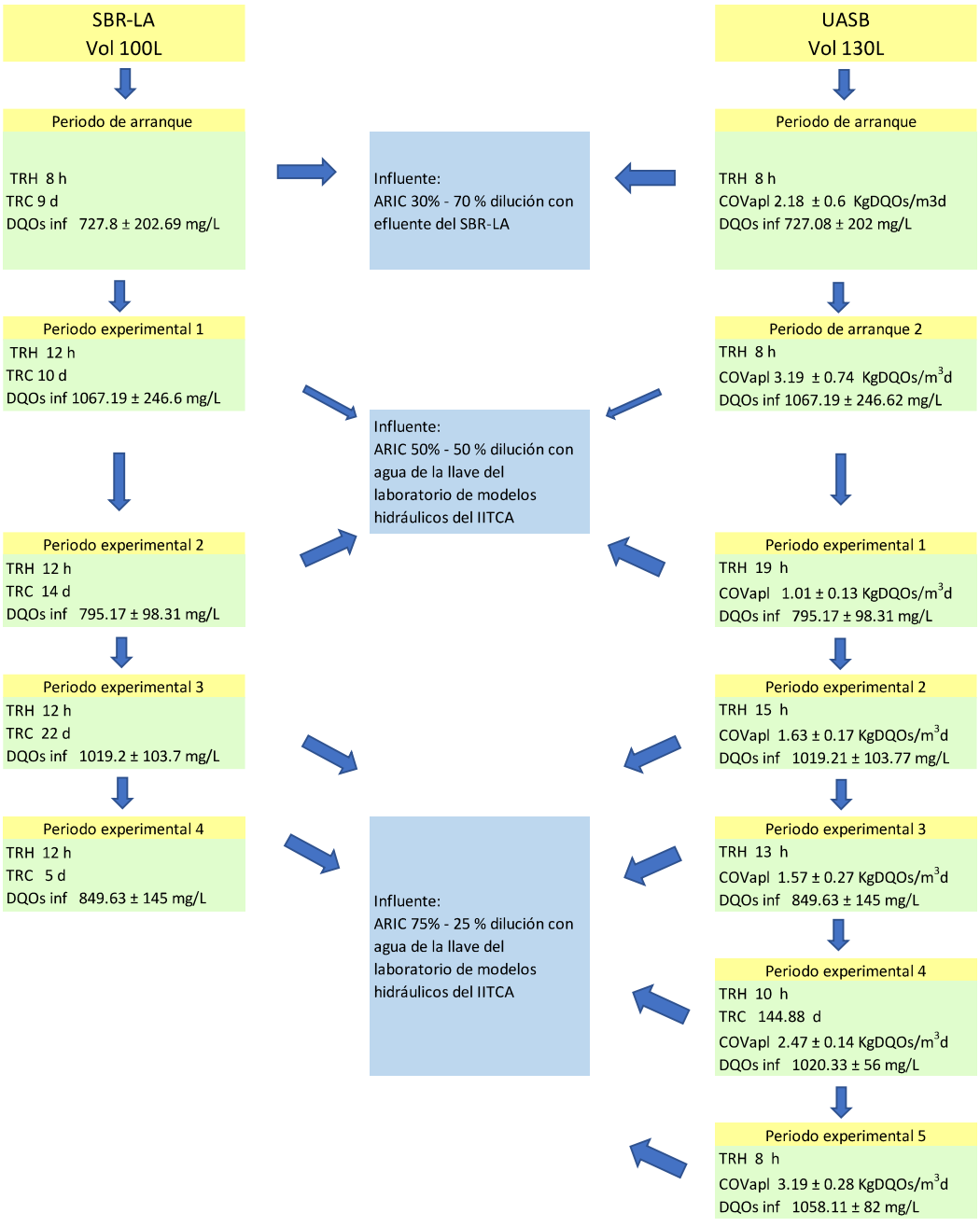


***Figura 5. Diagrama del diseño experimental.***

### 5.2. Agua residual industrial de una chocolatera (ARIC)

El ARIC se ha utilizado para previas investigaciones en el IITCA, debido a esto, se consideró que tener un conocimiento general de sus características fisicoquímicas, no obstante, dichas características suelen ser diferentes en cada lote de agua (Tabla 1).

***Tabla 1. Caracterizaciones del agua residual industrial de una chocolatera.***

| PARAMETRO | PROMEDIO | D.E. | n | 06/02/20 | 13/02/20 | 20/02/20 |
|---|---|---|---|---|---|---|
| **pH** | 6.0 | 0.4 | 3 | 6.46 | 5.95 | 5.65 |
| **Temperatura (°C)** | 22.0 | 0.9 | 3 | 22.5 | 21 | 22.5 |
| **$DQO_T$ (mg/L)** | 4261.3 | 1258.0 | 3 | 3080 | 5584 | 4120 |
| **$DQO_s$ (mg/L)** | 2393.3 | 575.8 | 3 | 1936 | 2204 | 3040 |
| **Sólidos suspendidos totales (SST) (mg/L)** | 767.3 | 506.4 | 3 | 482 | 1352 | 468 |
| **Sólidos suspendidos volátiles (SSV)(mg/L)** | 712.0 | 474.6 | 3 | 440 | 1260 | 436 |
| **Ácidos grasos volátiles (mg ácido acético/L)** | 152.7 | 66.4 | 3 | 76.17 | 194.3 | 187.7 |
| **Alcalinidad (mg $CaCO_3$/L)** | 413.4 | 104.4 | 3 | 302.4 | 509.5 | 428.5 |
| **N-$NH_3$ (mg/L)** | 12.0 | 2.7 | 3 | 9.1 | 14.4 | 12.5 |
| **$P_{TOT}$ (mg/L)** | 8.7 | 1.9 | 3 | 7.8 | 10.9 | 7.4 |
| **$DBO_5$ (mg $O_2$/L)** | 1475.9 | 313.9 | 3 | 1245.2 | 1833.5 | 1349.2 |

D.E.: Desviación estándar. n: número de muestra.

### 5.3. Esquema general de los tratamientos biológicos

El sistema de tratamiento (Figura 6) que se operó cuenta con un reactor UASB de 130 L y un SBR-LA de 100 L, los cuales trataron de forma paralela un mismo influente (ARIC). El esquema del sistema dual de tratamiento cuenta con lo siguiente: dos contenedores para almacenaje del ARIC (1), un contenedor para mezcla del ARIC/agua de la llave del laboratorio de modelos hidráulicos del IITCA para elevar pH (2), un reactor UASB (3), un sedimentador de alta tasa de lamelas (4), un SBR-LA (6), un contenedor para el efluente del SBR-LA (8) y un contenedor para la purga de licor mixto (LM) del SBR-LA (7).

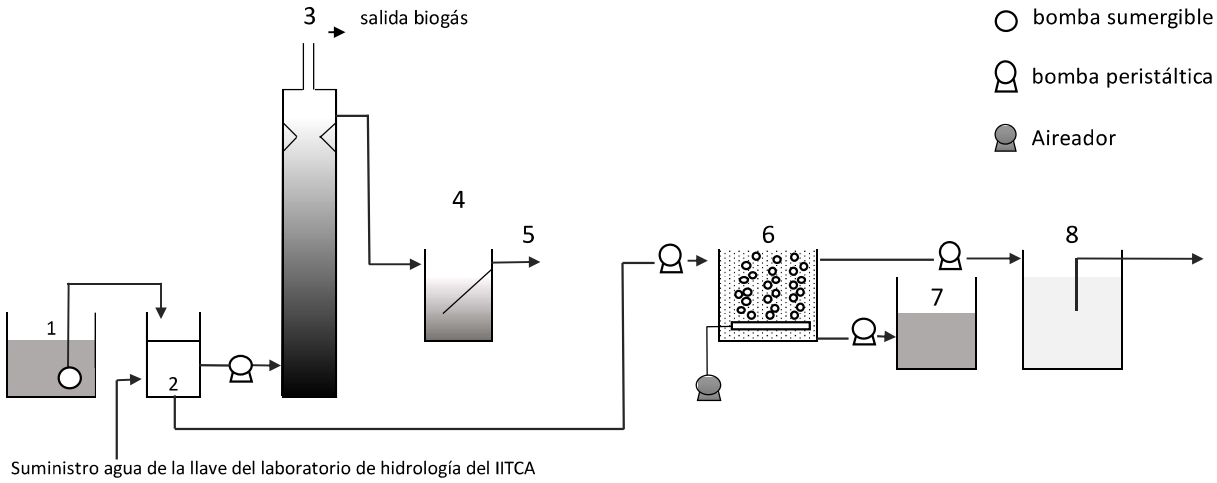


***Figura 6. Sistema dual de tratamiento:1. Contenedores de ARIC. 2. Contenedor para mezcla del ARIC/agua de la llave del laboratorio de modelos hidráulicos del IITCA. 3. Reactor UASB. 4. Sedimentador de alta tasa de lamelas. 5. Efluente del UASB. 6. SBR-LA. 7. Contenedor de purga de LM del SBR-LA. 8. Contenedor para el efluente del SBR-LA (elaboración propia).***

### 5.4. Influente del sistema dual de tratamiento

Durante los periodos de arranque de ambos reactores el ARIC se diluyó con agua del efluente de dos SBR-LA escala piloto. Dicha dilución se realizó para elevar el pH del ARIC sin necesidad de agregar NaOH y/o $NaHCO_3$.

Al comienzo del experimento se propuso, que los reactores del sistema se operarían a una concentración de 1000 mg DQOs/L durante todos los periodos experimentales. Lo anterior se propuso con el fin de sólo modificar el TRH y el TRC para el reactor UASB y el SBR-LA, respectivamente. Debido a que cada lote de ARIC contó con diferentes concentraciones de DQOs (Tabla 1), no fue posible mantener los 1000 mg DQOs/L, sin embargo, se mantuvo cerca de dicha concentración. Como se muestra en la Figura 5, durante el periodo experimental (PE) 1 del SBR-LA y el periodo de arranque 2 del UASB, la dilución del ARIC se realizó con agua de la llave. La dilución durante los PE se realizó para elevar el pH y para obtener una concentración de DQOs lo más cercano a 1000 mg/L como se mencionó previamente.

Durante los demás PE, la dilución fue 75 % ARIC y 25 % agua de la llave del laboratorio de modelos hidráulicos. En estos periodos fue necesaria la adición de NaOH para elevar el pH a aproximadamente 7 (aproximadamente 300 ml de 8.5 N NaOH por cada metro cúbico que entró al sistema).

### 5.5. SBR-LA

**Operación y monitoreo**

Se operó el SBR-LA con volumen de 100 L durante 316 días. Los días de muestreo, TRC y TRH de cada periodo se presentan en la Tabla 2. En el PE 5 se decidió reducir el TRC porque se consideró que faltaba analizar el efluente del SBR-LA bajo esas condiciones operacionales.

***Tabla 2. Condiciones operacionales del SBR-LA para cada periodo experimental.***

| | n | TRC (d) | Duración del ciclo (h) |
|---|---|---|---|
| **P. arranque** | 33 | 9 | 8 |
| **PE 1** | 34 | 10 | 12 |
| **PE 2** | 34 | 14 | 12 |
| **PE 3** | 33 | 22 | 12 |
| **PE 4** | 31 | 5 | 12 |

PE: periodo experimental. n: número de muestras.

La automatización para el control de los ciclos del SBR-LA se diseñó, construyó y programó en una investigación previa del equipo de trabajo (Mier-Quiroga, 2016).

El SBR-LA operó de la siguiente manera (Figura 7):

- Llenado y aireación: Un sensor de nivel de agua detecta el nivel dentro del reactor para saber si el reactor está lleno o vacío. En caso de estar vacío el reactor, se inicia el conteo del tiempo de aireación a la vez que se enciende el aireador y la bomba de llenado. Cuando el sensor de nivel de agua detecta que el reactor se ha llenado, la bomba peristáltica de llenado se detiene y el aireador permanece encendido por el tiempo de aireación prestablecido. En caso de estar lleno comienza la aireación.

- Purga de licor mixto (LM): Después de transcurrido el tiempo de aireado previamente establecido, se activa la bomba sumergible para purga del LM. La cantidad de LM a purgar se estableció con un tiempo de purga dentro del programa. Conociendo el caudal de la bomba y el volumen de purga requerido se calculó el tiempo que estará encendida la bomba de purga.

- Sedimentación: Al término del tiempo de purga del LM se apaga el aireador y la bomba de purga del LM, mientras que inicia a contar el tiempo de sedimentación.

- Purga del efluente: Una vez terminado el tiempo de sedimentación, se enciende la bomba peristáltica de purga del efluente del SBR-LA. El tiempo de purga del efluente también fue calculado en función del flujo de la bomba correspondiente. Terminada la purga comienza un ciclo nuevo.

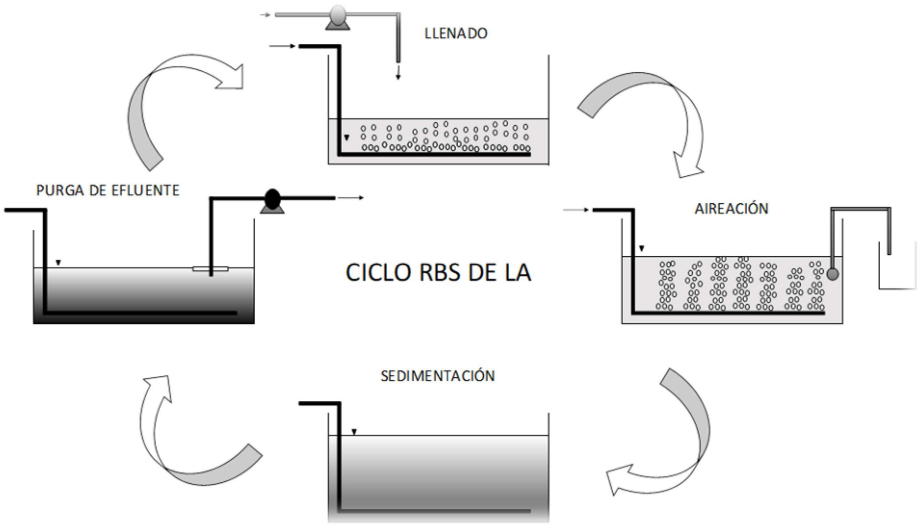


***Figura 7. Ciclo del SBR-LA (Mier-Quiroga, 2016).***

a Tabla 3 se muestran las etapas del ciclo del SBR-LA con los respectivos tiempos de operación de cada etapa. Se modificó el tiempo de purga de LM en cada etapa para controlar la concentración y ajustar el TRC.

***Tabla 3. Etapas del ciclo del SBR-LA y los tiempos de operación.***

| CICLO SBR-LA | Tiempo (P arranque) | Tiempo (PE 1 a 4) |
|---|---|---|
| **Llenado** | 30 min | 30 min |
| **Tiempo de aireado** | 6.5 horas | 10.5 horas |
| **Sedimentación** | 1 hora | 1 hora |
| **Purga del efluente** | 30 min | 30 min |
| **TRH** | 8 horas | 12 horas |

## 5.6. UASB

### Diseño y construcción

Se diseñó y construyó un reactor UASB escala piloto debido a que el reactor previamente operado por el equipo de trabajo experimentaba fallas (fuga de biogás) debido a su forma de prisma cuadrangular, por lo que para el nuevo diseño se propuso forma cilíndrica. El diseño partió de los reactores tamaño laboratorio (3.25 L) previamente construidos y operados por Lara-Domínguez (2018). Las dimensiones y volumen se definieron a partir del tubo de PVC de 30 cm de diámetro interno que se consiguió como cuerpo del reactor.

El reactor UASB se compone de dos partes, la primera está integrada por un tubo de PVC de 30 cm de diámetro, con una altura de 2.2 m (Figura 8), con esto, el volumen efectivo del reactor se calculó de la siguiente forma:

$$V = A\frac{\pi}{4}D^2 = 2.2m\frac{\pi}{4}0.3^2 = 130L$$

Donde:

V: volumen
A: altura
D: diámet0072o

Se propuso un TRH de diseño de 8 h (ya que en el equipo de trabajo se operó el reactor UASB anterior a TRH bajos), por lo tanto:

$$Q = \frac{V}{TRH} = \frac{130m}{8\ h} = 16.25\ L/h$$

Donde:

Q: caudal
V: volumen
TRH: tiempo de retención hidráulico

Posteriormente se calculó la velocidad ascensional (Vel):

$$Vel = \frac{Q}{A} = \frac{Q}{\frac{\pi D^2}{4}} = \frac{0.1625}{0.07} = 0.23m/h$$

Donde:

Q: caudal
D: diámetro
A: área

La segunda parte es la del separador sólido-gas-liquido, la cual está constituida con una “Y a 45° de tubería de PVC de 30 cm de diámetro interno y donde el brazo de la “Y” mide 71 cm de largo y es donde se lleva a cabo la separación sólido-líquido (Figura 8). El brazo de la “Y” se rellenó con popotes para que funcionen como sedimentador de lamelas y así evitar la fuga de lodos. La parte vertical de la Y unida al cuerpo del reactor es en donde se lleva a cabo la separación líquido-gas y por la parte de arriba se colecta el biogás. Se muestran algunas fotografías del montaje del UASB en su lugar de operación (Figura 9).

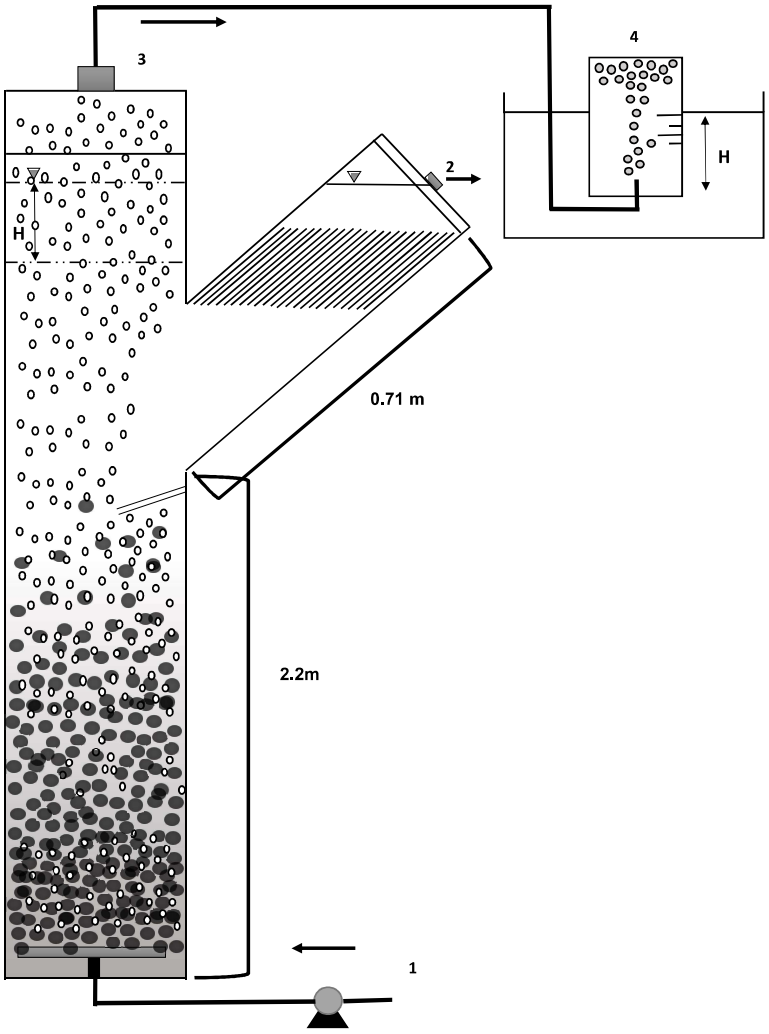


***Figura 8. Diagrama del Reactor UASB construido para este experimento: 1. Bomba peristáltica del influente. 2. Efluente. 3. Salida del biogás. 4. Medidor de biogás por método de desplazamiento.***

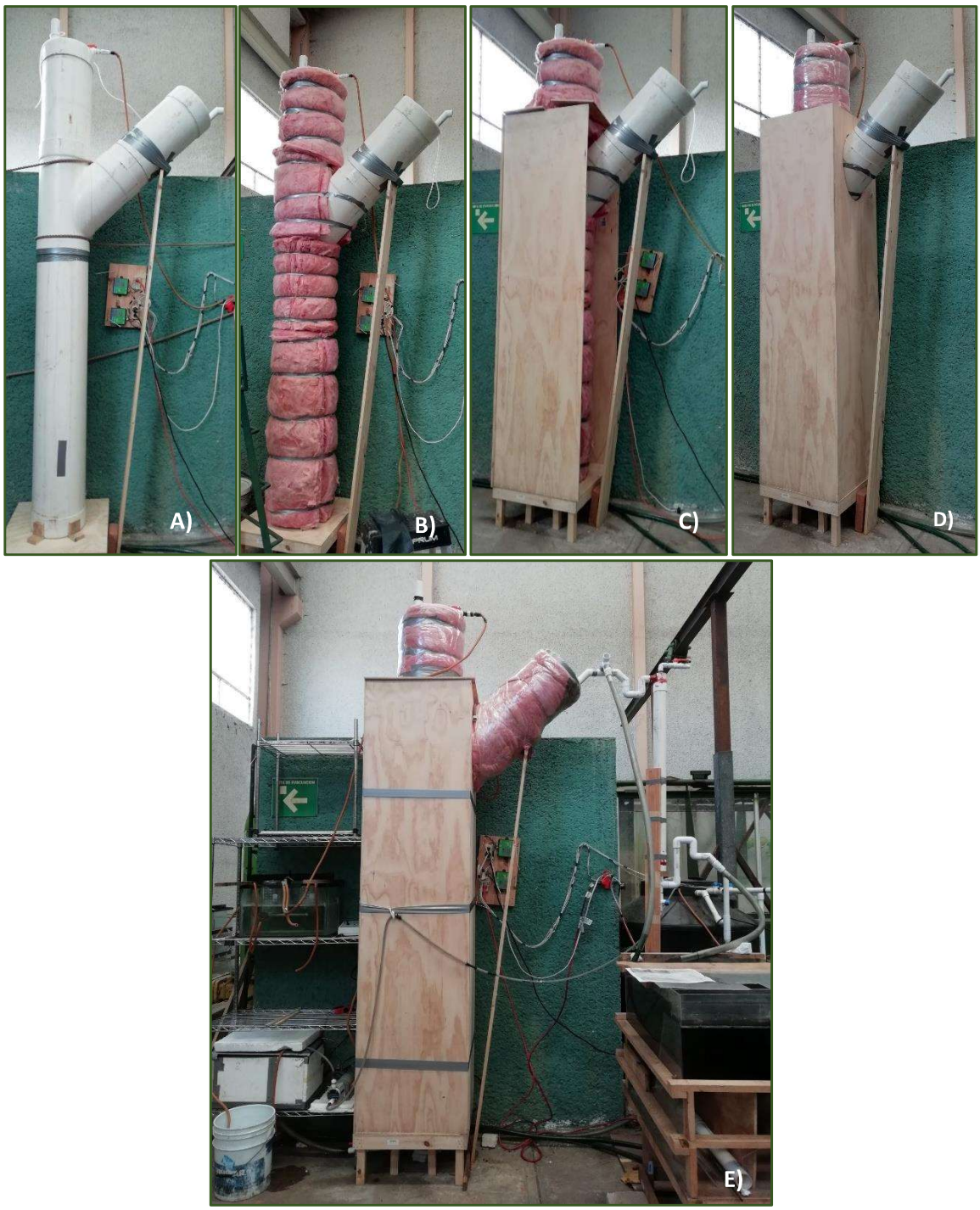


*Figura 9. Fotografías tomadas en el proceso de construcción del reactor UASB A) Reactor de PVC ensamblado y fijado a la base de madera. B) Reactor parcialmente forrado con fibra de vidrio. C) Reactor parcialmente cubierto con triplay. D) Reactor cubierto con triplay. E) Reactor totalmente forrado con fibra de vidrio.*

Como se puede observar en la Figura 9, el reactor UASB fue forrado con fibra de vidrio para aislarlo y posteriormente se armó una "caja protectora" para reforzar el aislamiento y poder guardar el calor dentro del reactor ya que el laboratorio de modelos hidráulicos suele ser frío durante todo el año.

### Operación y monitoreo

El reactor UASB se operó 420 días desde su arranque. En la Tabla 4 se indican los TRH y COVapl en cada PE.

***Tabla 4. Condiciones operacionales del UASB para cada periodo experimental.***

| | n | COVapl (kg DQOs/$m^3$d) | TRH (h) |
|---|---|---|---|
| **P. arranque** | * | 2.18 | 8 |
| **P. arranque 2** | 34 | 3.19 | 8 |
| **PE 1** | 34 | 1.01 | 19 |
| **PE 2** | 32 | 1.63 | 15 |
| **PE 3** | 30 | 1.57 | 13 |
| **PE 4** | 18 | 2.47 | 10 |
| **PE 5** | 9 | 3.19 | 8 |

* Periodo de estabilización, n: número de muestras, PE: periodo experimental.

En la Tabla 5 se muestran los parámetros fisicoquímicos que se analizaron en todos los PE. La DQOs se determinó 6 días para obtener los índices espectrométricos de todas las muestras.

***Tabla 5. Parámetros fisicoquímicos para la caracterización del agua, referencia, equipo y días de muestreo.***

| Parámetros | Referencia | Equipo | Días de muestreo |
|---|---|---|---|
| **pH** | NMX-AA-008-SCFI-2011 (DOF, 2011). | Medidor multiparamétrico. | 5 o 6 días a la semana |
| **Temperatura** | NMX-AA-007-SCFI-2000 (DOF, 2000). | Termómetro de mercurio | 5 o 6 días a la semana |
| **$DQO_T$ y $DQO_s$** | Método 8000, Método de digestión de reactor (Hach Company). | Digestor (marca: HACH, modelo: DRB 200), Espectrofotómetro (marca: Hach, modelo: DR 5000). | DQOs: 5 o 6 días a la semana<br>$DQO_T$: 3 días a la semana durante PE 4 y 5 |
| **SST y SSV** | NMX-AA-034-SCFI-2001 (DOF, 2001b). | Estufa (marca: Lab-Line, modelo: Imperial V) y mufla (marca: Barnstead, modelo: F6010). | 3 días a la semana |

La AUV-Vis y espectrometría de fluorescencia para los dos reactores se monitorearon cinco o seis días a la semana. La espectrometría de fluorescencia se analizó con un espectrofluorómetro Perkin Elmer, modelo LS-55 equipado con una lámpara de xenón de 150 Watts como fuente de excitación. El espectrofluorómetro fue controlado con el software WINLAB en una computadora de escritorio. Se obtuvieron las EEMs que consistieron en 45 escaneos de emisión (250-600 nm) colectadas a λexc en el rango de 200-420 nm en incrementos de 5 nm. La velocidad de escaneó se fijó en 1200 nm/min. Se utilizó un filtro a 290 nm de excitación para eliminar la dispersión de Rayleigh. Para estandarizar las muestras en esta investigación y poder comparar las EEMs con otras de la literatura, todas las muestras se diluyeron a una concentración de 5 mg DQOs/L. La absorbancia se determinó en un rango de λ de 200 a 600 nm usando un espectrómetro de UV-Vis Varian, modelo Cary 1E de acuerdo con el método standard 5910B (APHA, 2012).

Con los datos obtenidos se analizaron el índice de absorbancia de AUV-Vis y los índices de fluorescencia en el influente y el efluente de los dos reactores:

- Absorbancia específica ultravioleta a λ 254 nm ($SUVA_{254}$):

$$SUVA_{254} = \frac{(UV_{254} * 100)}{DQO_S}$$

Donde:

$UV_{254}$: Absorbancia de luz ultravioleta a λ 254 nm ($cm^{-1}$)
DQO: Demanda química de oxígeno (mg/L)

- Índice de humificación (HIX):

$$HIX = \frac{\sum I_{435-480}}{\sum I_{300-345} + \sum I_{435-480}}$$

Donde:

*I* es la intensidad de fluorescencia a cada λ em y una λ exc de 255 nm.

- Índice biológico (BIX):

$$BIX = \left(\frac{I_{380}}{I_{430}}\right)$$

Donde:

$I_{380}$: Intensidad de fluorescencia a λ exc 310 nm / λ em 380 nm
$I_{430}$: Intensidad de fluorescencia a λ exc 310 nm / λ em 430 nm

- Integración regional fluorescente (FRI)

El método utilizado para el cálculo de la FRI fue el propuesto por Chen et al. (2003) en donde se divide el espectro de la EEM en 5 regiones definidas como: Regiones I y II - Proteínas aromáticas simples; región IV – PMS; región V – sustancias húmicas orgánicas y región III – ácidos fúlvicos. Sin embargo, se han aplicado modificaciones a esta técnica cuando se han realizado investigaciones en efluentes de diferentes procesos de tratamiento aeróbico (Sgroi et al., 2017). En esta investigación se realizó una modificación al método de Chen et al. (2003) ya que la fuente de la MOD fue la misma para todos los PE, por lo que no era necesario mantener la división en 5 zonas. Las zonas I, II y IV se combinaron para formar la zona proteica y las zonas III y V se combinaron para formar la zona de sustancias húmicas.

El análisis visual de EEMs para la obtención de picos de fluorescencia se realizó localizando los principales picos en la EEM y reportando su intensidad de fluorescencia máxima y su localización en términos de λexc / λem dentro de las EEMs.

### 5.7. Análisis estadístico

Los datos obtenidos se analizarán por medio de diagramas de cajas y bigotes (Boxplot), el cual es un método gráfico estadístico que permite realizar un análisis más detallado y conciso respecto a la distribución de los datos. El diagrama de cajas y bigotes provee además un criterio para clasificar dentro de las observaciones a aquellas que sean potenciales datos *atípicos.*

Los datos atípicos obtenidos mediante el diagrama de cajas y bigotes serán descartados y, posteriormente se determinarán promedios y desviaciones estándar para cada periodo de operación.

# 6. RESULTADOS

## 6.1. UASB

En este apartado se muestran los resultados correspondientes a la operación y el desempeño del reactor UASB.

### 6.1.1. Desempeño del reactor

El UASB fue operado por 420 d durante los que se realizaron 5 PE a diferentes condiciones operacionales (Tabla 6). El inicio de cada PE se indica en las gráficas de esta sección con líneas verticales. Se propuso que la DQOs del influente se mantuviera lo más cercana a 1000 mg/L durante los cinco PE, modificando el TRH para que la COVapl aumentara en un rango de 1 a 3.2 kg DQOs/$m^3$d (Tabla 6).

***Tabla 6. COVapl, TRH y TRC del reactor UASB durante todos los periodos experimentales.***

| Periodo | días | COVapl (kg DQOs/$m^3$d) | | TRH (h) | TRC (d) | n |
|---|---|---|---|---|---|---|
| | | Prom | D.E. | Prom | Prom | |
| P. arranque | 29-67 | 2.2 | 0.6 | 8 | 41.9 | * |
| P. arranque 2 | 76-127 | 3.2 | 0.7 | 8 | * | * |
| PE 1 | 144 - 207 | 1.0 | 0.1 | 19 | 189.7 | 34 |
| PE 2 | 223 - 265 | 1.6 | 0.2 | 15 | 177 | 32 |
| PE 3 | 293 - 331 | 1.6 | 0.3 | 13 | 144 | 30 |
| PE 4 | 384 - 407 | 2.5 | 0.1 | 10 | 144.9 | 18 |
| PE 5 | 411 - 420 | 3.2 | 0.3 | 8 | 177 | 9 |

Prom: promedio, D.E: desviación estándar, n: número de muestras, *: sin datos

El periodo de días indicado en cada periodo que se muestra en la Tabla 6, corresponde a los días de muestreo y análisis de los datos obtenidos. Los días que no se muestreó entre cada PE corresponde a la etapa de cambio de TRH y acondicionamiento para el siguiente periodo.

### 6.1.2. Temperatura y pH

Debido a las condiciones ambientales del Valle de Toluca, la temperatura promedio dentro del reactor se mantuvo en 19.91 ± 1.08 °C. Se propuso esta temperatura debido a que así se operó previamente un reactor UASB en el equipo de trabajo y la biomasa anaerobia ya estaba aclimatada (Alcaraz-Ibarra et al., 2020). La temperatura del reactor se mantuvo haciendo pasar el influente a través de un serpentín de cobre que se sumergió en un depósito de vidrio de 20 L lleno de agua de la llave que se calentó con una resistencia eléctrica de 100 W (Tabla 7). La temperatura se controló durante cada PE para garantizar que no influyera en el rendimiento del reactor UASB. Por lo tanto, los únicos parámetros operativos variables que podían afectar al rendimiento del reactor eran el TRH y la DQOs del influente y, por lo tanto, la COVapl. El TRH recomendado para el funcionamiento de los reactores UASB a bajas temperaturas es de entre 10 y 14 h (Metcalf & Eddy, 2013). Por lo tanto, el TRH del PE 5 (8 h) fue un 20 % inferior al recomendado en la literatura sin afectar al rendimiento del reactor UASB en términos de eficiencia de remoción de DQOs, tal y como se discutirá en la sección de índices espectrométricos de MOD.

El pH es un parámetro esencial utilizado para controlar la estabilidad de un proceso de digestión anaerobia (Bakraoui et al., 2020). Los valores de pH tanto del influente como del efluente durante los cinco PE estuvieron dentro del rango óptimo recomendado por la literatura para el desarrollo de microorganismos metanogénicos (6.5 – 7.6) (Rittmann & McCarty, 2020; Bakraoui et al., 2020). Por tanto, los valores de pH obtenidos confirmaron el correcto funcionamiento del proceso anaerobio y la estabilidad del reactor UASB (Tabla 7).

***Tabla 7. pH y temperatura del reactor UASB durante cada periodo experimental.***

| | días | pH inf | | pH efl | | Temp (°C) |
|---|---|---|---|---|---|---|
| | | Prom | D.E. | Prom | D.E. | Prom |
| **P. arranque** | **29-67** | 6.9 | 0.2 | 7.0 | 0.3 | 20.2 |
| **P. arranque 2** | **76-127** | 6.9 | 0.4 | 6.9 | 0.3 | 21.0 |
| **PE 1** | **144 - 207** | 7.4 | 0.4 | 7.4 | 0.3 | 20.0 |
| **PE 2** | **223 - 265** | 7.3 | 0.2 | 7.5 | 0.2 | 20.3 |
| **PE 3** | **293 - 331** | 7.4 | 0.1 | 7.4 | 0.2 | 20.7 |
| **PE 4** | **384 - 407** | 7.2 | 0.2 | 7.3 | 0.1 | 19.3 |
| **PE 5** | **411 - 420** | 7.3 | 0.1 | 7.2 | 0.04 | 18.6 |

Prom: promedio, D.E: desviación estándar

### 6.1.3. DQOs y COVapl

Durante el periodo de arranque, se monitoreó la DQOs semanalmente. En la Figura 10 se puede observar el incremento en la eficiencia de remoción de DQOs. Para poder iniciar el PE siguiente, se incrementó la COVapl de 2.2 kg DQOs/$m^3$d a 3.2 kg DQOs/$m^3$d aumentando la DQOs del influente de 728 a 1067 mg/L y manteniendo el TRH constante en 8 h. Se comenzaron a monitorear 4 veces por semana los parámetros fisicoquímicos descritos en la metodología. El periodo de arranque 2 presentó gran variación en la eficiencia de remoción de DQOs, con un promedio de 28.9 ± 15.1 %. Al término del periodo se midieron los SS de la cama de lodos y se comprobó que la fuga de SSefl fue lo suficientemente alta para vaciar poco a poco el reactor y, por lo tanto, ocasionar la baja eficiencia de remoción de la DQOs. El bajo rendimiento de este periodo causó que se descartaran sus resultados.

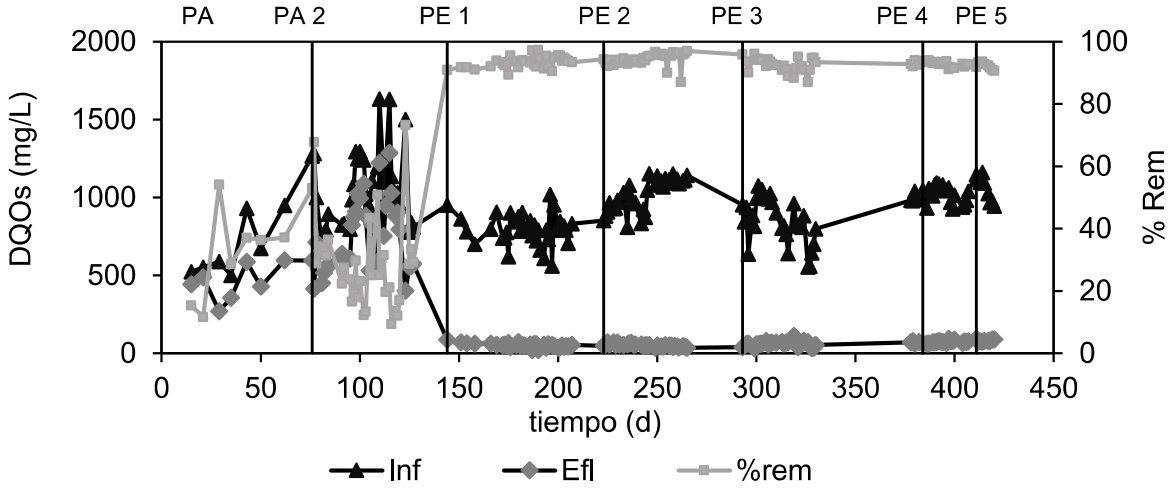


***Figura 10. Demanda química de oxígeno soluble del influente y efluente del reactor UASB y porcentaje de remoción de DQOs.***

Previo al comienzo del PE 1, se inoculó de nuevo el UASB para recuperar la concentración de SS dentro del reactor, se incrementó el TRH de 8 a 19 h para dar más tiempo a la formación de la cama de lodos y así evitar la fuga de lodo nuevamente. Se ha reportado que cuanto mayor es el TRH, mayor es la eficiencia de remoción de DQOs (Mannucci et al., 2010; Rizvi et al., 2015), sin embargo, esto no se observó en el experimento. La Figura 10 y la Tabla 8 muestran que la eficiencia de remoción de la DQOs fue superior al 90 % durante los cinco PE (93 ± 2, 94 ± 2, 93 ± 2, 93 ± 1 y 92 ± 1 % para los PE 1, 2, 3, 4 y 5, respectivamente), lo que indica que la mayor parte de la DQOs del influente se consumió independientemente de que el TRH disminuyera en

cada periodo. Esta alta eficiencia de remoción de DQOs permitió modificar el TRH entre cada PE sin necesidad de esperar más de 10 días para la estabilización.

Se ha reportado que los reactores UASB mesofílicos suelen tener una alta eficiencia de remoción (más del 90 % de eliminación) (Khemkhao et al., 2012; Rizvi et al., 2015). Sin embargo, teniendo en cuenta que la temperatura promedio de funcionamiento fue de 19.9 ± 1.1 °C (Tabla 7), el rendimiento del reactor UASB fue mejor de lo esperado. Esto puede atribuirse al bajo rango de COVapl durante todo el experimento (1 – 3.2 kg de DQO/$m^3$d) en comparación con las aplicadas normalmente a los reactores UASB psicrofílicos y mesofílicos (5 y 18 kg de DQOs/$m^3$d, respectivamente) (Lettinga & Hulshoff, 1986; Metcalf & Eddy, 2013). Las altas eficiencias de remoción de DQOs obtenidas (Tabla 8), también podría atribuirse a los largos TRC que se obtuvieron en los cinco PE (189, 177, 144, 144 y 177 días para los PE 1, 2, 3, 4 y 5, respectivamente), que aumentarían efectivamente la eficiencia de la digestión anaerobia de la MO (Tawfik et al., 2008).

***Tabla 8. DQOs inf, DQOs efl, % rem DQOs, COVapl y COVrem del reactor UASB durante cada periodo experimental.***

| | TRH (h) | DQOs inf (mg/L) | | DQOs efl (mg/L) | | DQOs rem (%) | | COVapl (kg DQOs/$m^3$d) | | COVrem (kg DQOs/$m^3$d) | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | Prom | Prom | D.E. | Prom | D.E. | Prom | D.E. | Prom | D.E. | Prom | D.E. |
| **PE 1** | 19 | 795.2 | 98.3 | 51.7 | 13.6 | 93 | 1.9 | 1.0 | 0.1 | 0.9 | 0.1 |
| **PE 2** | 15 | 1,019.2 | 103.8 | 52.2 | 9.5 | 94 | 2.0 | 1.6 | 0.2 | 1.5 | 0.2 |
| **PE 3** | 13 | 849.7 | 145.0 | 61.7 | 16.4 | 93 | 2.3 | 1.6 | 0.3 | 1.5 | 0.3 |
| **PE 4** | 10 | 1,020.3 | 56.4 | 73.4 | 8.1 | 93 | 1.0 | 2.5 | 0.1 | 2.3 | 0.1 |
| **PE 5** | 8 | 1,058.1 | 82.3 | 81.3 | 7.0 | 92 | 1.1 | 3.2 | 0.3 | 2.9 | 0.3 |

Prom: promedio, D.E: desviación estándar, PE: Periodo experimental

Se aplicó la prueba estadística T a la concentración de DQOs en efluentes para determinar si los conjuntos de datos de cada PE eran diferentes entre sí. La prueba estadística determinó que las DQOs de los efluentes eran significativamente diferentes al comparar todos los PE entre sí, excepto dos (el PE 1 y el PE 2 con 19 y 15 h de TRH, respectivamente. Esto significa que, estadísticamente, las DQOs del efluente del PE 1 y del PE 2 fueron similares (51.65 ± 14 y 52.15 ± 10 mg de DQOs/L, respectivamente). Esto se observa en la Figura 11 con línea semicontinua una meseta inversa al unir los 5 puntos (incluyendo TRH = 19 h). Debido a que los

microorganismos en un tratamiento biológico siempre van a generar PMS como parte de su metabolismo, la meseta que se observa en la Figura 11 representa que, bajo las condiciones en que se operó el reactor, no es posible obtener una menor concentración de DQOs en el efluente. Además, la meseta podría representar que la DQOs del efluente es diferente a la del efluente (PMS). Esto se pudo observar al analizar los índices de fluorescencia en las siguientes secciones.

La Figura 11 muestra la correlación entre la concentración de DQOs en el efluente y el TRH: la correlación sólo considera los TRH de 8, 10, 13 y 15 h (PE 5 a PE 2). Como se ha mencionado anteriormente, las eficiencias de remoción fueron similares durante los 5 PE e independientes del TRH, sin embargo, la concentración de DQOs en el efluente mostró una correlación inversa con el TRH. Si sólo se considera el rango entre 8 a 15 h, la disminución de la concentración de DQOs en el efluente fue significativa estadísticamente (pendiente = - 4.085 y $R^2$ = 0.9989).

La diferencia entre eficiencia de remoción de DQOs y la concentración de DQOs en el efluente es de gran relevancia, ya que la primera es la que se suele discutir en la literatura (Rizvi et al., 2015). Por ejemplo, dado que las eficiencias de remoción con TRHs de 10 y 15 h (93 ± 2 y 94 ± 2 %, respectivamente) fueron similares, se esperaría que la concentración de DQOs en el efluente fuera también similar. Sin embargo, la concentración de DQOs fue de 73.44 ± 8 y 52.15 ± 10 mg/L, respectivamente, y la prueba estadística T determinó que eran significativamente diferentes. Así, el efecto del TRH sobre la cantidad de MOD del efluente puede verse en la Figura 11.

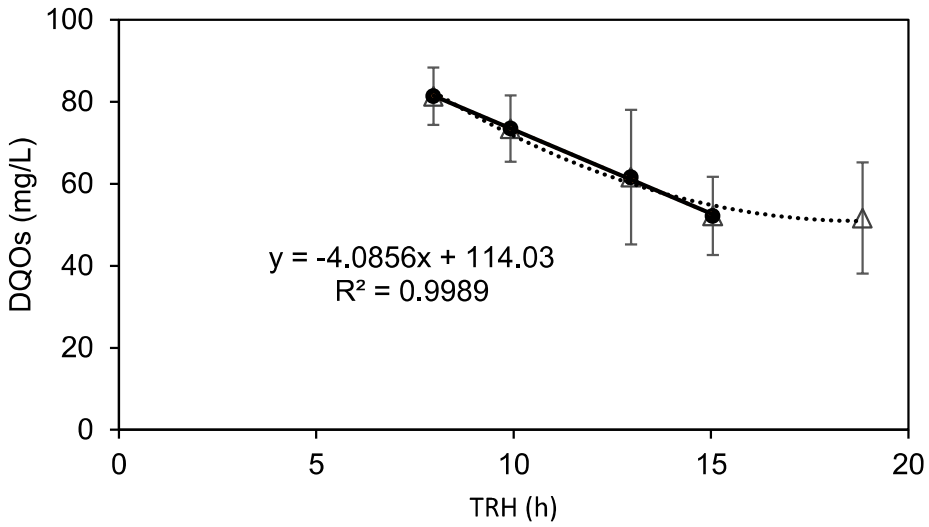


***Figura 11.*** ***Correlación entre la concentración de DQOs del efluente y el TRH: (1) correlación de cuatro puntos con TRHs de 8, 10, 13 y 15 h, y (2) correlación de cinco puntos con TRHs de 8, 10, 13, 15 y 19 h.***

### 6.1.4. SSV y SST

Los SST y SSV de la cama de lodos aumentaron a medida que pasaban los PE (9,403, 14,000, 14,698, 16,787 y 18,847 mg SSV/L para los PE 1, 2, 3, 4 y 5 respectivamente) (Tabla 9). Esta acumulación está asociada tanto a la baja concentración de SS en el efluente, como al hecho de que la COVapl aumentó al finalizar cada PE. Originalmente, no se consideró la purga de lodos durante cada PE porque en investigaciones anteriores del grupo de investigación, los SS del efluente eran lo suficientemente altos tanto (en un rango entre 200 a 400 mg SSV/L) para evitar la purga como para mantener una cama de lodos constante durante los experimentos (Esparza-Soto et al., 2013; Alcaraz-Ibarra et al., 2020). Sin embargo, debido a la acumulación que se produjo en esta investigación, la posibilidad de purga de lodos debe ser considerada si se realizan experimentos más largos en el futuro.

La relación SSV/SST de la cama de lodos fue de aproximadamente el 80 % durante todos los PE (Tabla 9). Una relación SSV/SST del 70 al 80 % se ha utilizado como indicador de que la concentración de SS tiene un alto porcentaje de biomasa activa (Mahmoud et al., 2004; Tawfik et al 2008; Metcalf & Eddy, 2013). Esta calidad de los lodos dentro del reactor UASB se mantuvo casi constante a lo largo de los PE, a pesar de la variación del TRH, la baja temperatura y el aumento de la COVapl. Esto es consistente con la alta eficiencia de remoción de DQOs del reactor UASB.

*Tabla 9. Concentración de SST y SSV en el efluente, cama de lodos y % SSV/SST del reactor UASB durante cada periodo experimental.*

| | SST efl (mg/L) | | SSV efl (mg/L) | | % SSV/SST efl | | SST CL (mg/L) | | % SSV/SST CL | TRC (d) |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | Prom | D.E. | Prom | D.E. | Prom | D.E. | Prom | D.E. | Prom | Prom |
| **PE 1** | 79.4 | 14.6 | 58.6 | 11.8 | 73.9 | 8.0 | 12,199 | 9,403 | 77 | 189.7 |
| **PE 2** | 114.0 | 49.6 | 90.0 | 34.3 | 80.2 | 4.2 | 17,748 | 14,000 | 79 | 177.0 |
| **PE 3** | 70.6 | 13.6 | 54.5 | 7.2 | 78.1 | 7.4 | 18,499 | 14,698 | 80 | 144.0 |
| **PE 4** | 97.3 | 27.0 | 71.2 | 18.8 | 73.6 | 7.0 | 20,592 | 16,787 | 82 | 144.8 |
| **PE 5** | 60.8 | 20.5 | 51.6 | 18.5 | 84.6 | 2.9 | 22,121 | 18,487 | 84 | 176.9 |

CL: cama de lodos, Prom: promedio, D.E: desviación estándar, PE: periodo experimental.

Los SSV del efluente se mantuvieron en un rango entre 50 y 90 mg/L (Figura 12 y Tabla 9), dicha concentración del efluente era baja incluso en comparación con los reactores UASB mesofílicos (Khemkhao et al., 2012). Esta baja concentración de SSV del efluente comprueba que el nuevo diseño del reactor funcionó adecuadamente para evitar la fuga de lodos. La relación SSV/SST del efluente también estaba en torno al 80%, lo que podría indicar que el origen del lodo perdido en el efluente procedía de los microorganismos anaerobios de la cama de lodos y no de SSV del influente.

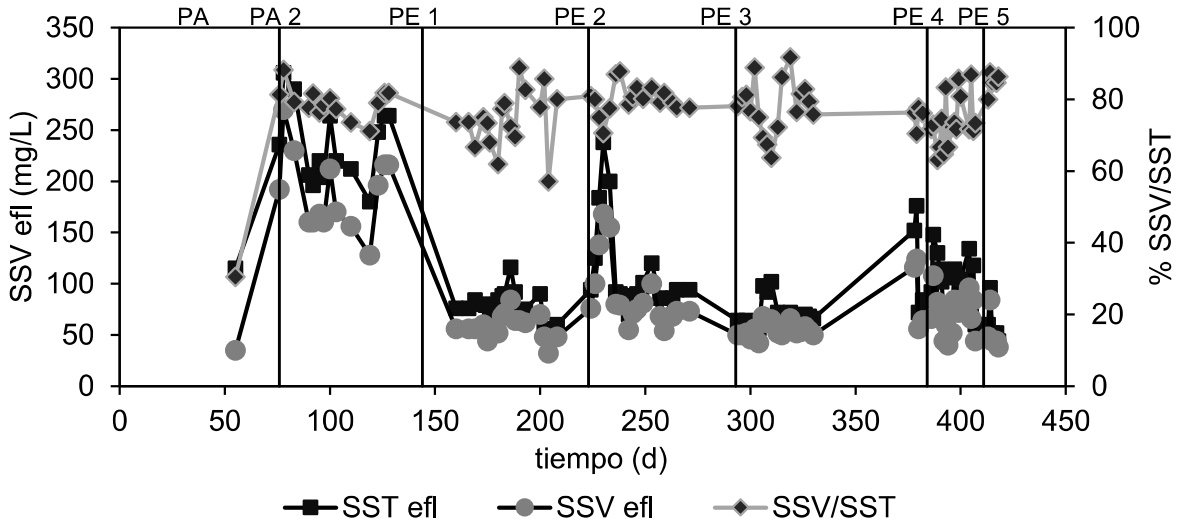


*Figura 12. SST y SSV del efluente del reactor UASB y % SSV/SST durante cada periodo experimental.*

Se obtuvieron TRC largos durante los PE (189.7, 177.0, 144.0, 144.8 y 176.9 días para los PE 1, 2, 3, 4 y 5 respectivamente) (Tabla 9). Estos TRC largos coinciden con los reportados por van Lier et al. (2001), en donde afirma que los reactores UASB con temperaturas inferiores a 20 °C deben ser operados a TRC mayores a 100 d para evitar la disminución de la capacidad hidrolítica y metanogénica de los lodos anaerobios. Por lo tanto, es importante prestar atención al TRC para no afectar la calidad del efluente (discutido en la sección EEMs) debido a que no suele reportarse en la literatura.

Se obtuvo una correlación lineal estadísticamente significativa entre el TRC y el TRH ($R^2$ = 0.8345) (Figura 13). Esto significa que el incremento del TRH permitió que el TRC aumentara debido a la acumulación de SS en la cama de lodos durante cada PE. Dado que el PE 5 tenía menos días de muestreo (9 d), su TRC era demasiado corto y se excluyó de la correlación (punto gris en la Figura 13). Sin embargo, como se mencionó anteriormente, la purga de lodos sería necesaria si se hicieran más PE para mantener el TRC dentro del rango recomendado por la literatura para los reactores UASB operados a baja temperatura (100 - 140 d) (van Lier et al., 2001; Chernicharo et al., 2015).

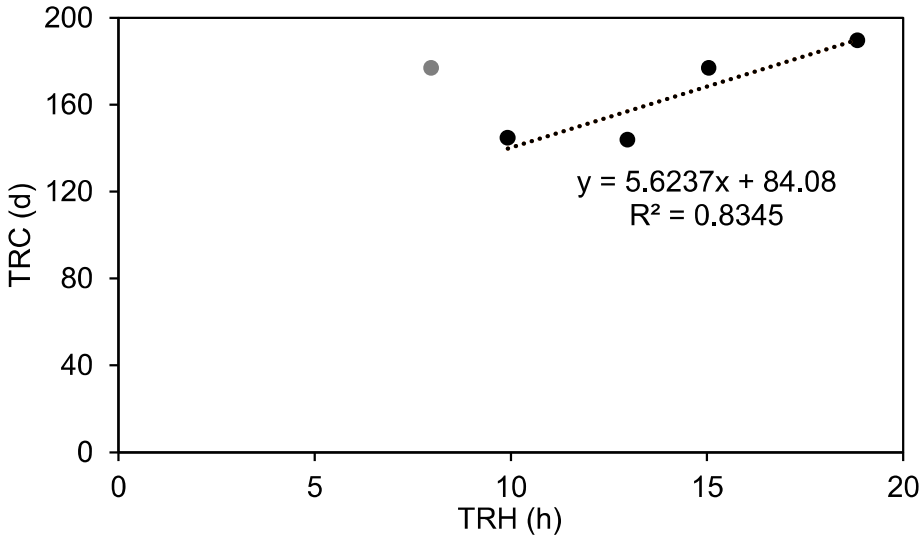


***Figura 13. Correlación entre TRC y TRH obtenidos durante los 5 periodos experimentales. Los puntos negros se incluyeron en la correlación. El punto gris se excluyó como un outlier.***

### 6.1.5. Análisis visual espectrométrico (EEMs)

La alta eficiencia de remoción de DQOs y la baja concentración de SS en el efluente a lo largo de los cinco PE dieron como resultado una DQOs en el efluente inferior a 100 mg/L (Tabla 8). Por lo que los cambios obtenidos en la absorbancia y la espectroscopia de fluorescencia pueden

atribuirse a los diferentes TRH de cada PE. Teniendo en cuenta que las aguas residuales utilizadas en este estudio provienen de una industria chocolatera, fue necesario analizar las propiedades de fluorescencia de las aguas residuales crudas para poder comparar los cambios y transformaciones de la MOD a través del reactor UASB. La Figura 14 muestra una EEM representativa del influente y una EEM del efluente del reactor UASB para cada PE. La Figura 14 muestra las propiedades de fluorescencia de los picos de la EEM del influente y del efluente del reactor UASB para cada PE. Las tablas 10 y 11 muestran los promedios en estado estacionario de las propiedades de fluorescencia de los picos identificados en las EEMs del influente y efluente.

Las EEMs del influente mostraron cuatro picos (Picos A, B, C y hombro D) (Figura 14). Los picos observados se identificaron comparando su ubicación (λem / λexc) con la de los compuestos puros reportados en la literatura. La espectroscopía de fluorescencia de los compuestos puros siempre muestra un par de picos simétricos bien redondeados en la mismo λem, pero dos λexc diferentes (Sheng et al., 2006; Carstea et al., 2016; Yang et al., 2017). Los picos A y B se identificaron como proteínas (triptófano), mientras que los picos C y D se identificaron como sustancias húmicas (He et al., 2011; Carstea et al., 2016).

Los picos A y B se observaron en las EEMs del influente durante todo el experimento en el mismo rango de λem, pero a dos diferentes λexc (Tabla 10). La intensidad de fluorescencia de los picos A y B fue inferior a 150 y 74 unidades arbitrarias de fluorescencia (AUF), respectivamente, durante todo el tiempo de funcionamiento. El pico C en el influente se identificó como pico de tipo húmico basándose en su ubicación dentro de la EEM, sin embargo, no fue posible conocer su ubicación exacta y su intensidad de fluorescencia por el método de selección de picos debido a que aparecía como hombro del pico A, por lo tanto, se propuso la ubicación de acuerdo con la literatura para obtener su intensidad. Según la bibliografía, el pico C aparece a λem / λexc de 415 / 230 nm (Esparza-Soto et al., 2011). Se obtuvo la intensidad de fluorescencia correspondiente del pico C (38 – 53.9 AUF). Finalmente, el pico D se localizó en λem / λexc de 411.8 – 435.5 / 334.5 – 337.5 nm y tuvo una intensidad máxima de 38.7 AUF. Por lo tanto, los compuestos fluorescentes predominantes del influente fueron de tipo proteico atribuidos al triptófano (Tabla 10).

Los picos que presentó el ARIC coinciden con lo reportado por Rodríguez-Vidal et al. (2020), en donde se menciona que el triptófano y sustancias húmicas se presenta en aguas residuales urbanas y de industria alimenticia (tales como procesamiento de galletas, industria de lácteos y pescado en conserva). Una de las principales diferencias del ARIC y las industrias previamente

mencionadas, es la intensidad de fluorescencia ya que, por ejemplo, en el procesamiento de galletas tiene la misma intensidad de fluorescencia el triptófano y las sustancias húmicas, mientras que como se mencionó previamente, el ARIC mostró las sustancias húmicas (pico D) como hombro y no un pico definido.

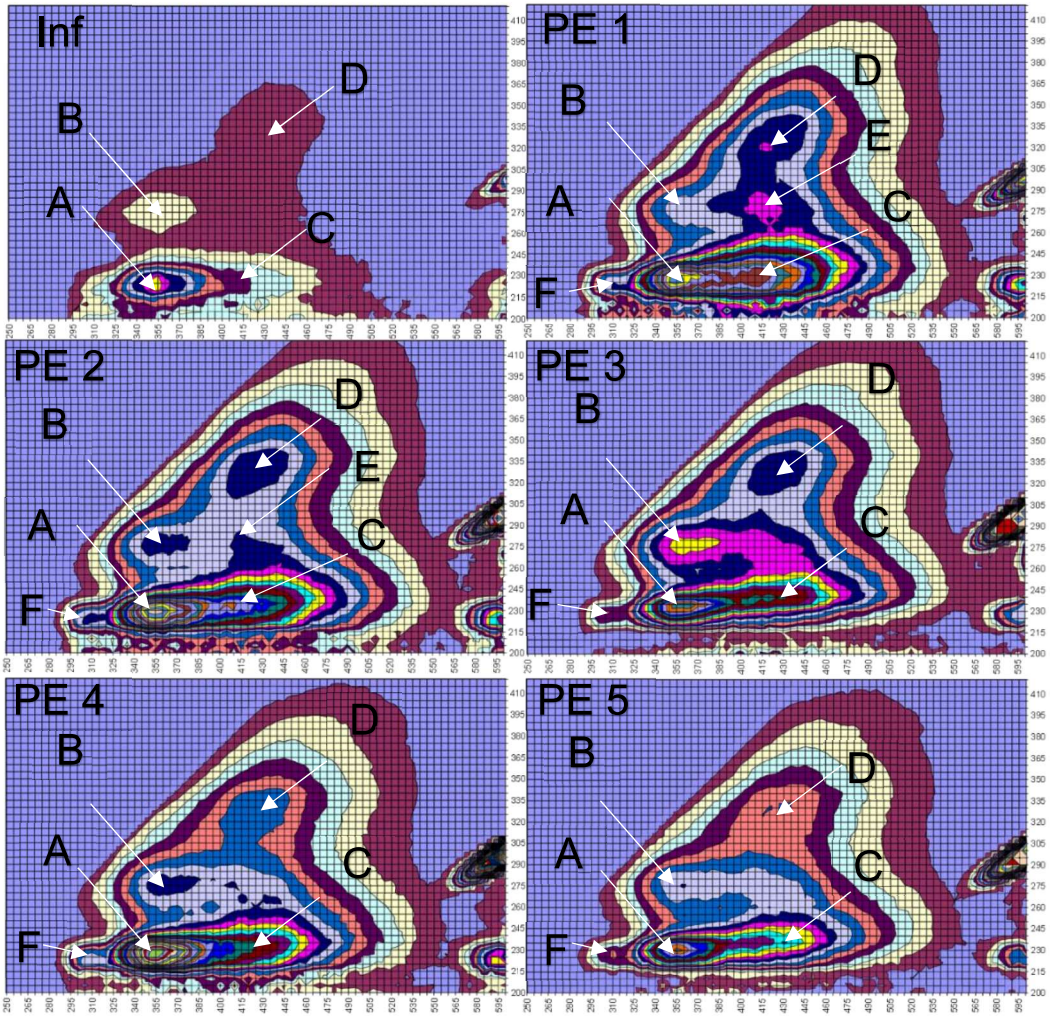


***Figura 14.*** ***Matrices de excitación/emisión representativas del influente y cinco efluentes de cada periodo experimental. PE 1 (TRH = 19 h), PE 2 (TRH = 15 h), PE 3 (TRH = 13 h), PE 4 (TRH = 10 h) y PE 5 (TRH = 8 h) del reactor UASB. Cada línea de contorno representa 20 unidades de fluorescencia arbitrarias (AUF, por sus siglas en inglés). Eje x – Longitud de onda de emisión, Eje y – longitud de onda de excitación.***

Todas las EEMs del efluente mostraron cinco picos de fluorescencia (A, B, C, D y F) (Figura 14). En las EEMs del efluente aparecieron dos nuevos picos (pico E y pico F). El pico F se identificó comparando su localización (λem / λexc) con la de la proteína tirosina pura reportada en la literatura (Chen et al., 2003; Sgroi et al., 2016). El pico F apareció en el efluente de todos los PE

a λem / λexc de 310 / 225 nm y tuvo una intensidad de fluorescencia máxima de 168.9 AUF. El pico F es de particular importancia porque su presencia en el efluente tratado no se ha reportado en los sistemas de tratamiento de aguas residuales aerobias (Li et al., 2008; Wang et al., 2009) y, tampoco se ha reportado información sobre la generación de la proteína tirosina en los sistemas de tratamiento de aguas residuales anaerobias (Dong et al., 2010; Luo et al., 2013). Aunque la intensidad de fluorescencia del pico F fue estadísticamente similar en todos los PE (Tabla 11), disminuyó cuando el TRH fue menor. Por otro lado, las EEMs de los PE 1 y PE 2 (correspondientes a los TRHs más largos de 19 y 15 h, respectivamente) mostraron un nuevo pico (pico E), que apareció dentro de la zona de sustancias húmicas (λem / λexc de 411 / 278 nm, intensidad de fluorescencia máxima de 228.2 y 181.5 AUF). El pico E no ha sido reportado previamente en influentes y efluentes de los sistemas de tratamiento de aguas residuales aerobias o anaerobias (He et al., 2011; Carstea et al., 2016). Debido a que el pico E apareció a TRH mayores de 15 h en el efluente del reactor, podría ser un PMS producido a TRH largos.

El pico A de los efluentes apareció en λem / λexc de 352.4 - 371 / 228.8 - 232 nm y tuvo la intensidad de fluorescencia más alta de todos los picos observados (mayor que 383 AUF). Esto indica que el contenido de la proteína triptófano fue mayor que el de la proteína tirosina (pico F) y las sustancias húmicas (picos C y D) (Tabla 11). La intensidad de fluorescencia del pico A fue estadísticamente similar en todos los PE; por lo tanto, el contenido de la proteína triptófano no se vio afectado por el TRH. Por otro lado, el pico B apareció en λem / λexc de 357.8 – 370.7 / 275 – 279.6 nm. La intensidad de fluorescencia del pico B fue menor que la del pico A, sin embargo, como se mencionó al comienzo de esta sección, el pico B es el compañero del pico A (Figura 14, Tabla 11). Se ha mencionado en estudios anteriores que la presencia de picos similares al triptófano (picos A y B) en muestras de agua de efluentes de tratamientos biológicos aerobios son indicadores de biomasa biológica en aguas residuales (Elliott et al., 2006; Wu et al., 2011). Por lo tanto, se esperaba la presencia de ambos picos en el efluente del reactor.

Los picos C y D tuvieron un mayor FI durante los tres primeros PE correspondientes a los TRH más largos (Tabla 6). Por lo tanto, esto indica que cuando el reactor fue operado a los TRH más largos la producción de sustancias de tipo húmico fue mayor. Por otro lado, la localización del pico D durante los tres TRH más largos (19, 15 y 13 h) fue aproximadamente la misma, sin embargo, durante los dos últimos EP (TRH más cortos), el λexc cambió a longitudes de onda más cortas. Este cambio a λexc más cortas se denomina blue-shifting, esto significa que el grado de humificación disminuyó a medida que el TRH disminuyó (Coble et al., 1996). El blue-shifting a longitudes de onda más cortas y la reducción de su FI del pico D a medida que el TRH disminuía

indicaba que las sustancias similares a los húmicos eran menos refractarias. Una tendencia de FI similar puede observarse en los picos C y E (también correspondientes a las sustancias de tipo húmico).

***Tabla 10. Propiedades de fluorescencia del influente en estado estacionario para cada periodo experimental del reactor UASB.***

| | PE 1 | | PE 2 | | PE 3 | | PE 4 | | PE 5 | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| **INFLUENTE** | **Prom** | **D.E.** | **Prom** | **D.E.** | **Prom** | **D.E.** | **Prom** | **D.E.** | **Prom** | **D.E.** |
| **Pico A** | | | | | | | | | | |
| λexc, nm | 227 | 5 | 225 | 5 | 224 | 5 | 224 | 4 | 227 | 5 |
| λem, nm | 357 | 13 | 357 | 6 | 358 | 5 | 354 | 6 | 360 | 14 |
| IF, AUF | 150 | 111 | 132 | 73 | 128 | 48 | 95 | 37 | 90 | 43 |
| **Pico B** | | | | | | | | | | |
| λexc, nm | 276 | 4 | 275 | 3 | 276 | 3 | 273 | 3 | 274 | 2 |
| λem, nm | 355 | 15 | 355 | 10 | 358 | 10 | 355 | 4 | 354 | 1 |
| IF, AUF | 74 | 42 | 49 | 28 | 47 | 17 | 51 | 8 | 57 | 10 |
| **Pico C** | | | | | | | | | | |
| λexc, nm | 230 | | 230 | | 230 | | 230 | | 230 | |
| λem, nm | 415 | | 415 | | 415 | | 415 | | 415 | |
| IF, AUF | 54 | 18 | 52 | 16 | 50 | 14 | 39 | 13 | 38 | 12 |
| **Pico D** | | | | | | | | | | |
| λexc, nm | 337 | 2 | 336 | 4 | 335 | 5 | 338 | 7 | 335 | 4 |
| λem, nm | 435 | 6 | 434 | 8 | 435 | 6 | 436 | 6 | 412 | 26 |
| IF, AUF | 39 | 11 | 31 | 5 | 29 | 7 | 28 | 3 | 18 | 3 |
| relación A/D | 3.7 | | 4.5 | | 4.7 | | 3.3 | | 5.2 | |

Prom: Promedio, D.E.: Desviación estándar, IF: Instensidad de fluorescencia, AUF: Unidades arbitrarias de fluorescencia.

***Tabla 11. Propiedades de fluorescencia del efluente en estado estacionario para cada periodo experimental del reactor UASB.***

| | PE 1 | | PE 2 | | PE 3 | | PE 4 | | PE 5 | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| **EFLUENTE** | **Prom** | **D.E.** | **Prom** | **D.E.** | **Prom** | **D.E.** | **Prom** | **D.E.** | **Prom** | **D.E.** |
| **Pico A** | | | | | | | | | | |
| λexc, nm | 231 | 7 | 229 | 3 | 232 | 3 | 229 | 2 | 231 | 2 |
| λem, nm | 371 | 25 | 352 | 19 | 357 | 4 | 355 | 3 | 356 | 3 |
| IF, AUF | 435 | 176 | 503 | 140 | 530 | 104 | 520 | 93 | 383 | 95 |
| **Pico B** | | | | | | | | | | |
| λexc, nm | 275 | 0 | 280 | 3 | 277 | 3 | 275 | 0 | 275 | 0 |
| λem, nm | 362 | 30 | 371 | 16 | 360 | 7 | 358 | 5 | 358 | 5 |
| IF, AUF | 188 | 42 | 185 | 28 | 223 | 32 | 168 | 20 | 161 | 10 |
| **Pico C** | | | | | | | | | | |
| λexc, nm | 230 | - | 230 | - | 230 | - | 230 | - | 230 | - |
| λem, nm | 415 | - | 415 | - | 415 | - | 415 | - | 415 | - |
| IF, AUF | 365 | 141 | 290 | 88 | 279 | 126 | 267 | 42 | 219 | 47 |
| **Pico D** | | | | | | | | | | |
| λexc, nm | 331 | 4 | 330 | 4 | 329 | 5 | 325 | 6 | 324 | 6 |
| λem, nm | 428 | 8 | 427 | 8 | 424 | 7 | 422 | 7 | 421 | 7 |
| IF, AUF | 178 | 61 | 182 | 31 | 183 | 39 | 125 | 17 | 117 | 11 |
| **Pico E** | | | | | | | | | | |
| λexc, nm | 279 | 2 | 278 | 5 | - | - | - | - | - | - |
| λem, nm | 411 | 8 | 415 | 7 | - | - | - | - | - | - |
| IF, AUF | 228 | 88 | 182 | 26 | - | - | - | - | - | - |
| **Pico F** | | | | | | | | | | |
| λexc, nm | 225 | | 225 | | 225 | | 225 | | 225 | - |
| λem, nm | 310 | | 310 | | 310 | | 310 | | 310 | |
| IF, AUF | 153 | 71 | 169 | 59 | 136 | 50 | 143 | 32 | 105 | 37 |
| n | 34 | | 32 | | 30 | | 18 | | 9 | |

Prom: Promedio, D.E.: Desviación estándar, IF: Intensidad de fluorescencia, AUF: Unidades arbitrarias de fluorescencia, n: número de muestras, -: no se obtuvo valor

Una de las principales diferencias entre las EEM del influente y del efluente fueron las intensidades de fluorescencia (Tabla 10 y Tabla 11) y la forma de los picos. La intensidad de fluorescencia de todas las EEMs del efluente fueron siempre mayor que el de las intensidades de fluorescencia de las EEMs del influente, independientemente del TRH aplicado. Los picos C y D en las EEM del influente pueden verse como hombros y no como picos, mientras que en todas las EEM del efluente se ven como picos mejor formados. Dado que la intensidad de fluorescencia del efluente fue mayor que la del influente, y es similar a la reportada por Luo et al. (2013) en un digestor anaerobio, esto indica que la fluorescencia puede atribuirse a los PMS anaerobios generadas dentro del reactor UASB.

Las sustancias de tipo proteico (triptófano y tirosina) y las sustancias húmicas fueron los fluoróforos presentes en la MOD de los efluentes. De estas dos, las de tipo proteico se generaron a mayor velocidad que las sustancias húmicas (ya que la intensidad de fluorescencia fue similar durante todos los PE). Por lo tanto, según el análisis visual de las EEM, la fracción húmica de la MOD generada en el reactor UASB, es la que se vio afectada por los diferentes TRH.

### 6.1.6. $SUVA_{254}$

La absorbancia UV de la MOD se atribuye a cromóforos aromáticos, por lo que el $SUVA_{254}$ se considera una medida del contenido aromático relativo de la MOD en los sistemas de tratamiento biológico (Weishaar et al., 2003). Como se puede ver en la Tabla 12, ocurrió un incremento estadísticamente significativo de $SUVA_{254}$ en el efluente del reactor UASB en todos los PE en comparación con el influente, lo que refleja la producción y/o acumulación de compuestos húmicos refractarios de alto peso molecular después del tratamiento anaerobio (Jarusutthirak & Amy, 2006; Korshin et al., 2009).

***Tabla 12. $SUVA_{254}$ (influente y efluente) en estado estacionario a cada periodo experimental.***

| | TRH (h) | $COVapl_I$ (kg DQOs/$m^3$d) | | SSV CL (mg/L) | $SUVA_{254}$ inf (L/mg-DQOs*m) | | $SUVA_{254}$ efl (L/mg-DQOs*m) | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | Prom | Prom | D.E. | | Avg | S.D. | Avg | S.D. |
| **PE 1** | 19 | 1.01 | 0.13 | 9,403 | 0.059 | 0.013 | 0.584 | 0.184 |
| **PE 2** | 15 | 1.63 | 0.17 | 14,000 | 0.059 | 0.013 | 0.589 | 0.081 |
| **PE 3** | 13 | 1.57 | 0.27 | 14,698 | 0.082 | 0.012 | 0.560 | 0.127 |
| **PE 4** | 10 | 2.47 | 0.14 | 16,787 | 0.064 | 0.005 | 0.486 | 0.051 |
| **PE 5** | 8 | 3.19 | 0.28 | 18,487 | 0.068 | 0.005 | 0.454 | 0.015 |

Prom: Promedio, D.E.: Desviación estándar, PE: periodo experimental.

El aumento del $SUVA_{254}$ después del tratamiento anaerobio podría estar relacionado con el incremento de los PMS como ácidos húmicos y fúlvicos (Musikavong & Wattanachira, 2007) y como se mencionó anteriormente, los picos C, D y E que aparecieron en las EEMs del efluente corresponden a sustancias de tipo húmico. Por lo tanto, el aumento de las intensidades de fluorescencia en la MOD del efluente indica la acumulación o producción de PMS anaerobios causadas por los diferentes TRH a los que se operó el reactor UASB.

La figura 15a muestra la correlación lineal entre el $SUVA_{254}$ y el TRH, indicando un aumento de la MOD aromática a medida que aumenta el TRH ($R^2$ = 0.8365). Esto pudo deberse a que el agua residual pasa más tiempo dentro del reactor UASB permitiendo una mayor humificación de la MOD. Al comparar la información obtenida con el análisis visual de las EEMs (intensidad de fluorescencia y localización de picos) y el $SUVA_{254}$, se observó la misma tendencia. Durante los tres primeros PE, los valores de $SUVA_{254}$ fueron mayores (0.58, 0.59 y 0.56 L/mg-DQOs*m, respectivamente) que los dos últimos PE. Las intensidades de fluorescencia también fueron mayores en estos PE y surgió el pico E (Tabla 11). Podemos inferir de esta información que si el TRH disminuye también disminuye la aromaticidad de la MOD presente en el efluente de un reactor UASB. Esto es similar a lo reportado por Esparza-Soto et al. (2011) en un tratamiento aerobio, en el cual el aumento del TRC mostró un incremento en la humificación de la MOD del efluente, sin embargo, la influencia del TRH (e indirectamente del TRC) en el tratamiento anaerobio de aguas residuales no ha sido reportada previamente.

Como se puede observar en la Tabla 12, el aumento de los SSV en la cama de lodos se produjo a medida que disminuía el TRH, o a medida que aumentaba la COVapl. La figura 15b muestra la correlación inversa entre el $SUVA_{254}$ y los SSV de la cama de lodos ($R^2$ = 0.7103). Esta correlación indica que cuanto más largo es el TRH (y más corta la COVapl) menos SS se concentró dentro del reactor UASB, y la MOD fue más aromática. Así, el $SUVA_{254}$ se vio más influenciado por el TRH que por la cantidad de biomasa dentro del reactor UASB. En otras palabras, la producción de PMS fue principalmente controlada por el TRH, y no por la cantidad de biomasa dentro del reactor.

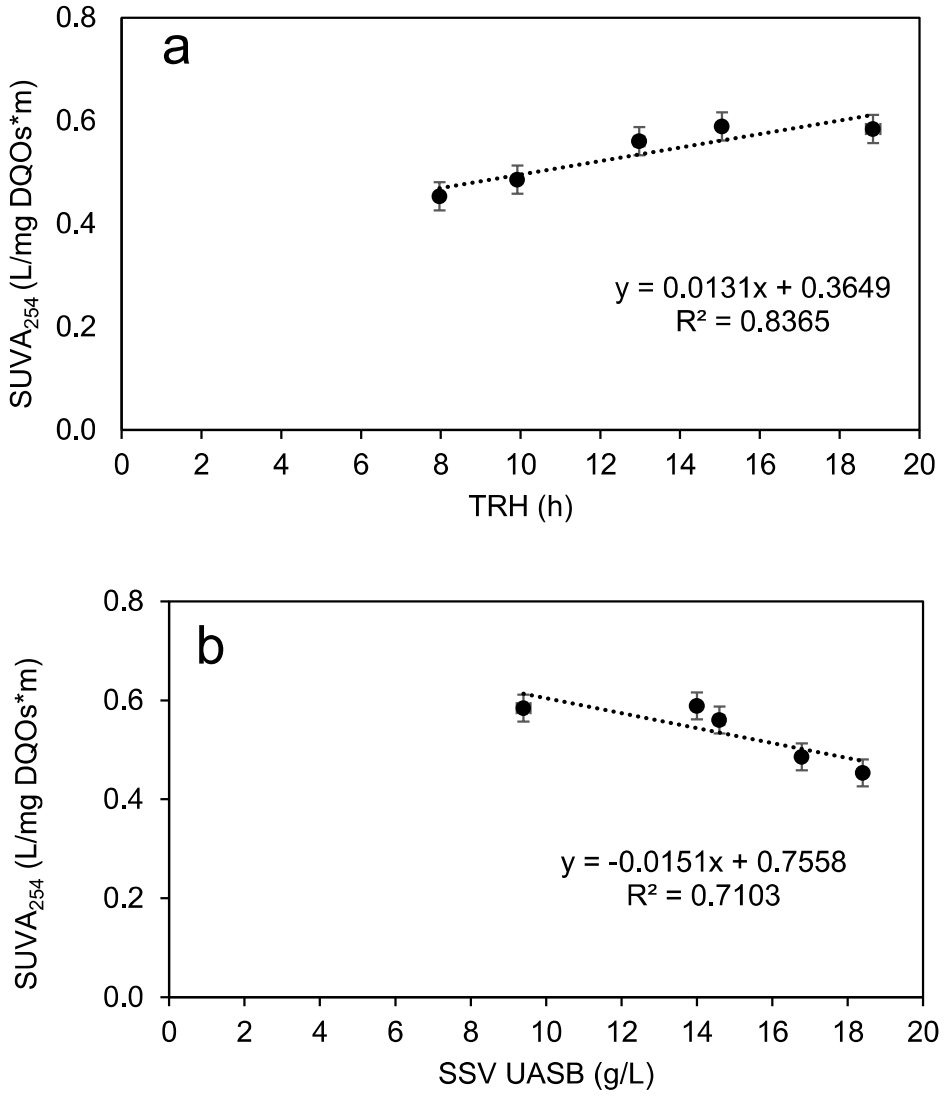


***Figura 15. a) Correlación entre $SUVA_{254}$ y TRH del reactor UASB operado a 5 diferentes TRH; b) Correlación entre $SUVA_{254}$ y SSV de la cama de lodos del reactor UASB operado a 5 diferentes TRH.***

### 6.1.7. HIX y BIX

El índice HIX se propuso para rastrear las posibles fuentes y grados de humificación de la MOD (sustancias húmicas) en sedimentos y suelos (Zsolnay et al., 1999). Recientemente se ha utilizado con el propósito de estudiar la dinámica de la MOD principalmente en aguas naturales y/o agua potable (Huguet et al., 2009; Du et al., 2016; Song et al., 2019). Sin embargo, en esta investigación no era necesario rastrear la fuente, sino solo el grado de humificación. Dado que el HIX es la relación entre dos zonas del espectro de emisión explorado a una λexc de 254 nm, se ha establecido que cuando la aromaticidad de la MOD aumenta, el espectro de emisión sufre

un blue-shifting, lo que implica que la relación entre estas zonas (y, por tanto, el HIX) aumenta (Huguet et al., 2009).

Como se muestra en la Tabla 13, el efluente del reactor UASB tuvo un HIX mayor que el influente durante todos los PE, lo que indica un aumento de la humificación y, por tanto, de la generación de MOD refractaria después del tratamiento anaerobio. De forma similar a lo que ocurrió con el $SUVA_{254}$, el HIX mostró una correlación lineal con el TRH ($R^2$ = 0.8526) (Figura 16a) y una correlación lineal inversa con los SSV de la cama de lodos ($R^2$ = 0.7113) (Figura 16b). Du et al. (2016) estableció que HIX y $SUVA_{254}$ son directamente proporcionales al contenido húmico de la MOD.

De igual forma que en el análisis visual de EEMs y $SUVA_{254}$ se estableció que la disminución de HIX implica una disminución de las sustancias húmicas y una reducción del contenido aromático de la MOD. Por lo tanto, se confirmó con los resultados obtenidos la correlación directa entre el TRH y la humificación de la MOD del efluente del reactor UASB. En la sección de comparación entre el reactor UASB y el SBR-LA se discute la diferencia del HIX obtenido en ambos reactores con lo reportado en la literatura para aguas naturales.

***Tabla 13. HIX y BIX (influente y efluentes) en estado estacionario a cada periodo experimental.***

| | TRH (h) | HIX inf | | HIX efl | | BIX inf | | BIX efl | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | Prom | Prom | D.E. | Prom | D.E. | Prom | D.E. | Prom | D.E. |
| **PE 1** | 19 | 1.13 | 0.51 | 3.18 | 0.54 | 0.75 | 0.13 | 0.83 | 0.03 |
| **PE 2** | 15 | 1.25 | 0.37 | 3.24 | 0.28 | 0.82 | 0.17 | 0.84 | 0.04 |
| **PE 3** | 13 | 1.30 | 0.20 | 2.91 | 0.28 | 0.78 | 0.08 | 0.87 | 0.02 |
| **PE 4** | 10 | 1.14 | 0.120 | 2.50 | 0.11 | 0.72 | 0.121 | 0.87 | 0.03 |
| **PE 5** | 8 | 0.92 | 0.141 | 2.44 | 0.23 | 0.90 | 0.065 | 0.86 | 0.03 |

Prom: Promedio, D.E.: Desviación estándar, PE: periodo experimental

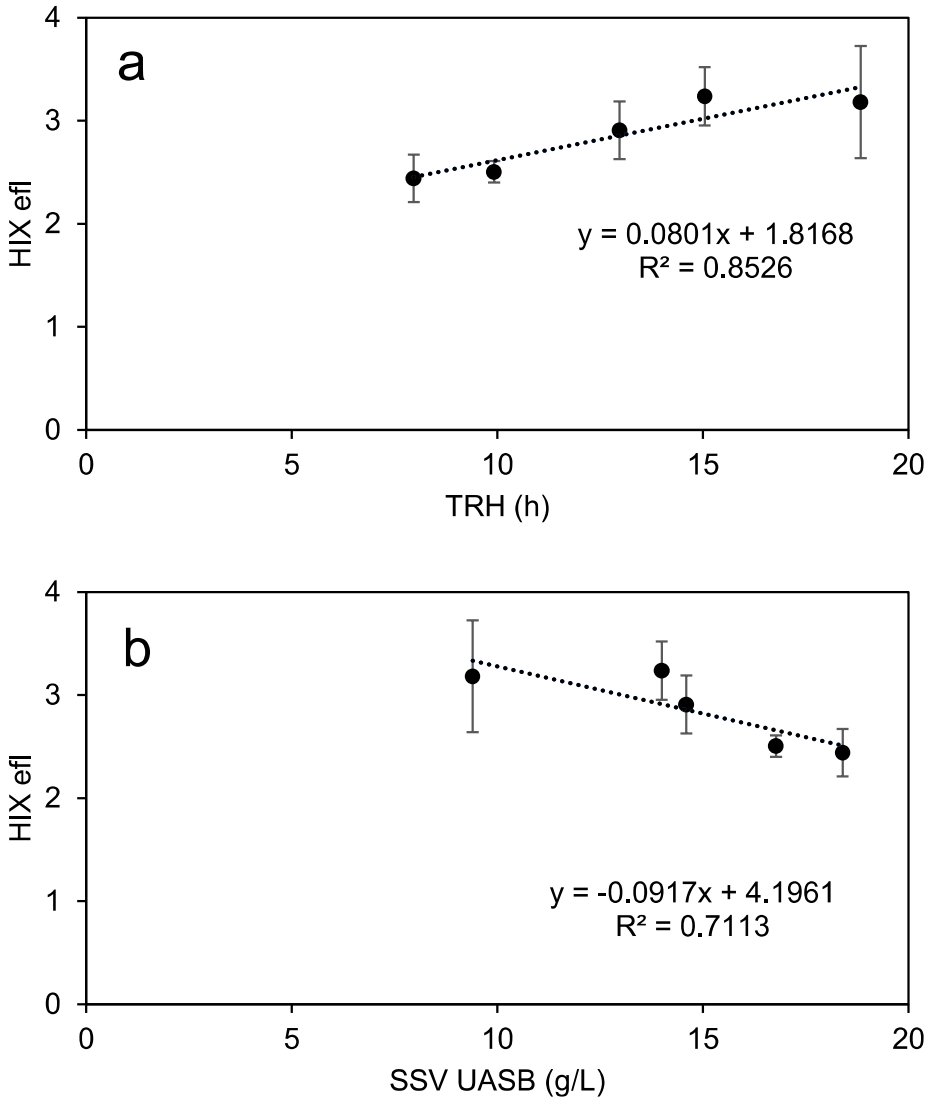


***Figura 16.*** ***a) Correlación entre HIX y TRH obtenidos en el reactor UASB operado a cinco TRH; b) Correlación entre HIX y los SSV de la cama de lodos del reactor UASB operado a cinco diferentes TRH.***

El índice de contribución autóctona BIX fue propuesto para determinar la presencia de un fluoróforo específico relacionado con la actividad microbiana en diferentes muestras de agua natural y, así, comparar el origen del MOD (Huguet et al., 2009). En una EEM, el fluoróforo puede localizarse en un λexc / λem de 310 - 320 / 380 - 420 nm; en la presente investigación, estas longitudes de onda correspondieron al pico D (Tabla 10 y 11). Y, como se puede ver en la Tabla 13, no hubo diferencia entre el BIX del influente y del efluente, y estos valores se mantuvieron relativamente constantes durante todos los PE, lo que indica que la actividad microbiana fue

similar y la MOD tuvo el mismo origen, por lo que el índice BIX no se vio afectado por la modificación del TRH. De forma similar a HIX, el uso del BIX en los sistemas de tratamiento biológico modificando los parámetros operacionales no ha sido previamente reportado, por lo que no había expectativas de ciertos resultados. Sin embargo, BIX sí puede ser comparado con lo reportado para aguas naturales y así, establecer una referencia de BIX en tratamientos biológicos de agua residual. Esto se discute en la sección de comparación del reactor UASB y el SBR-LA.

### 6.1.8. FRI

Las EEMs suelen examinarse mediante un análisis visual (selección de picos e intensidad de fluorescencia) (Coble et al., 2014; Carstea et al., 2016). Sin embargo, en lugar de la identificación de determinados picos, se propuso el FRI como una técnica para analizar el volumen de toda la EEM para identificar grupos de sustancias en diferentes zonas. Chen et al. (2003) realizó el análisis de la MOD por medio de espectroscopía de fluorescencia en procesos de tratamiento de aguas residuales, pluviales y potables cuando propusieron las zonas en las que, basándose en la literatura, podían aparecer diferentes sustancias (los picos a λexc por debajo de 250 nm y a λem por debajo de 350 nm estaban relacionados con sustancias aromáticas simples similares a las proteínas, como la tirosina (zonas I y II). Los picos a λexc entre 250 y 280 nm y a λem inferior a 380 nm estaban relacionados con PMS (zona IV). Los picos a λexc mayores de 280 nm y λem mayores de 380 nm estaban relacionados con sustancias orgánicas de tipo húmico (zona V). Los picos a λexc inferior a 250 nm y λem superior a 350 nm estaban relacionados con ácidos de tipo fúlvico (zona III)). Sin embargo, se han aplicado modificaciones a esta técnica cuando se han realizado investigaciones sobre efluentes de diferentes procesos de tratamiento aeróbico (Sgroi et al., 2016). En esta investigación se realizó una modificación al método de Chen et al. (2003) ya que mediante el método de FRI, se analizó la transformación de MOD de influente a efluente en cada PE mediante la identificación de proteínas y de sustancias húmicas. Debido a lo anterior, no fue necesario mantener la división en 5 zonas. Las zonas I, II y IV se combinaron para formar la zona proteica y las zonas III y V se combinaron para formar la zona de sustancias húmicas (Figura 17).

La distribución del FRI de las sustancias proteicas y húmicas cambió tras el tratamiento anaerobio (Figura 17). Según FRI, la proporción de sustancias proteicas disminuyó en un rango entre 76 a 62 %, mientras que el FRI de las sustancias húmicas aumentó en un rango entre 24

a 38 %. Dado que el origen de la MOD es el mismo, los cambios se atribuyeron a la producción de PMS y a la humificación de la MOD tras el tratamiento (Wang et al., 2009).

Aunque no se obtuvo una correlación lineal con el TRH, durante los PE 1, PE 2 y PE 3 correspondientes a los TRH más largos (19, 15 y 13 h, respectivamente), el FRI de las sustancias húmicas fue mayor (38, 37 y 36 %, respectivamente). Esto es consistente con lo obtenido con el análisis visual de EEMs, $SUVA_{254}$ y HIX. En el cual, a medida que la TRH disminuyó, las sustancias húmicas también disminuyeron.

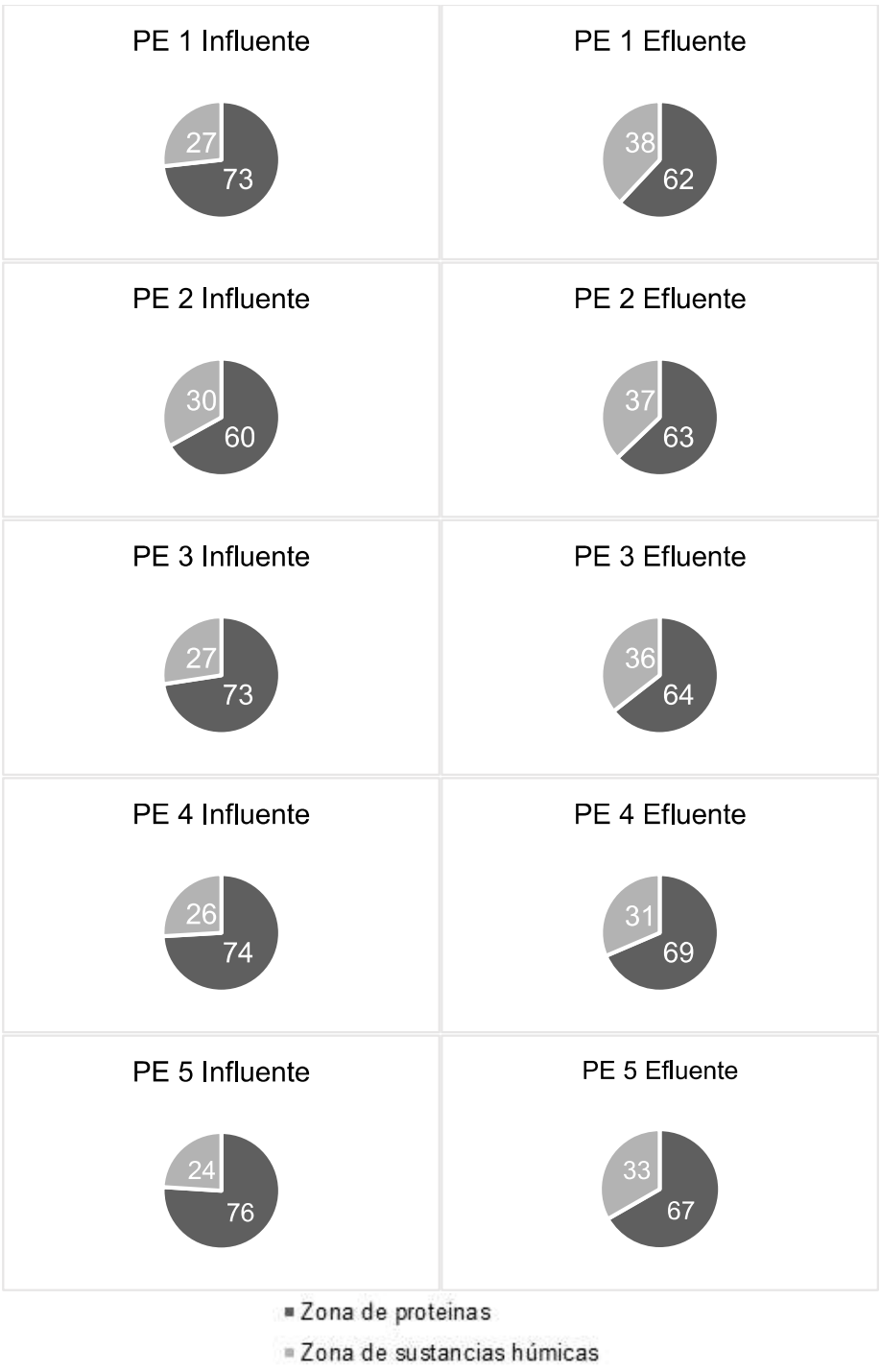


***Figura 17. Distribución de FRI en el influente y efluentes del reactor UASB para cada periodo experimental.***

### 6.2. SBR-LA

#### 6.2.1. Desempeño del reactor

El SBR-LA fue operado por 316 d (periodo de arranque y 4 PE) a diferentes condiciones operacionales. El inicio de cada PE se indica en las gráficas de esta sección con líneas verticales. El periodo de arranque fue operado con un TRH de 8 h, mientras que para los demás PE se fijó en 12 h. Ambos reactores se alimentaron con la misma ARIC, por lo que la DQOs se fijó en 1000 mg/L (ver sección 5.4 en la metodología) y se modificó el TRC para cada PE (Tabla 14).

***Tabla 14. TRC, pH y DQOs del SBR-LA para cada periodo experimental.***

| | días | TRC (d) | pH Inf | | pH Efl | | DQOs inf (mg/L) | | DQOs efl (mg/L) | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | Prom | D.E. | Prom | D.E. | Prom | D.E. | Prom | D.E. |
| P. Arranque | 15 - 53 | 9 | 6.9 | 0.2 | 7.9 | 0.4 | 727.8 | 202.7 | 58.9 | 34.7 |
| PE 1 | 62 - 113 | 10 | 6.9 | 0.4 | 8.0 | 0.4 | 1067.2 | 246.6 | 76.8 | 40.4 |
| PE 2 | 130 - 193 | 14 | 7.4 | 0.4 | 8.6 | 0.4 | 795.2 | 98.3 | 39.7 | 12.5 |
| PE 3 | 209 - 251 | 22 | 7.3 | 0.2 | 8.6 | 0.2 | 1019.2 | 103.8 | 52.6 | 14.2 |
| PE 4 | 279 - 316 | 5 | 7.4 | 0.1 | 7.8 | 0.7 | 849.6 | 145.0 | 60.7 | 32.2 |

Prom: Promedio, D.E.: Desviación estándar, PE: periodo experimental

El periodo de días indicado en cada PE que se muestra en la Tabla 14, corresponde a los días de muestreo y análisis de los datos obtenidos. Los días que no se muestreó corresponde a una etapa de acondicionamiento a los cambios de TRC para la etapa siguiente. Es decir, en el día 54 se modificó el TRH y el TRC para el PE 1 y se comenzó a muestrear en el día 62 y así sucesivamente para cada periodo.

#### 6.2.2. pH

Durante el periodo de arranque, como se mencionó en la sección del reactor UASB, se diluyó el ARIC con efluente del SBR-LA para elevar el pH sin la adición de compuestos químicos como NaOH, ya que el sodio puede afectar la floculación de los lodos activados y granulación de sistemas anaerobios (Murthy & Novak, 2001). Los valores de pH del influente durante los 5 PE se mantuvieron cercanos al valor neutro (Figura 18) lo cual, es lo recomendado por la literatura para sistemas de tratamiento biológico aerobios (Rittman & McCarty, 2000).

Durante el periodo de arranque y el PE 4 se obtuvieron los valores más bajos de pH en el efluente de 7.91 ± 0.39 y 7.82 ± 0.69, respectivamente, dichas etapas se llevaron a cabo en invierno por lo que la temperatura pudo afectar el metabolismo bacteriano y, por lo tanto, ralentizar la elevación de pH comúnmente reportada en sistemas de lodos activados (Morales Benavides, 2014). Evaluación de la Estabilidad de un sistema de Lodos
Activados mediante Indicadores Fisicoquímicos y
Biológicos

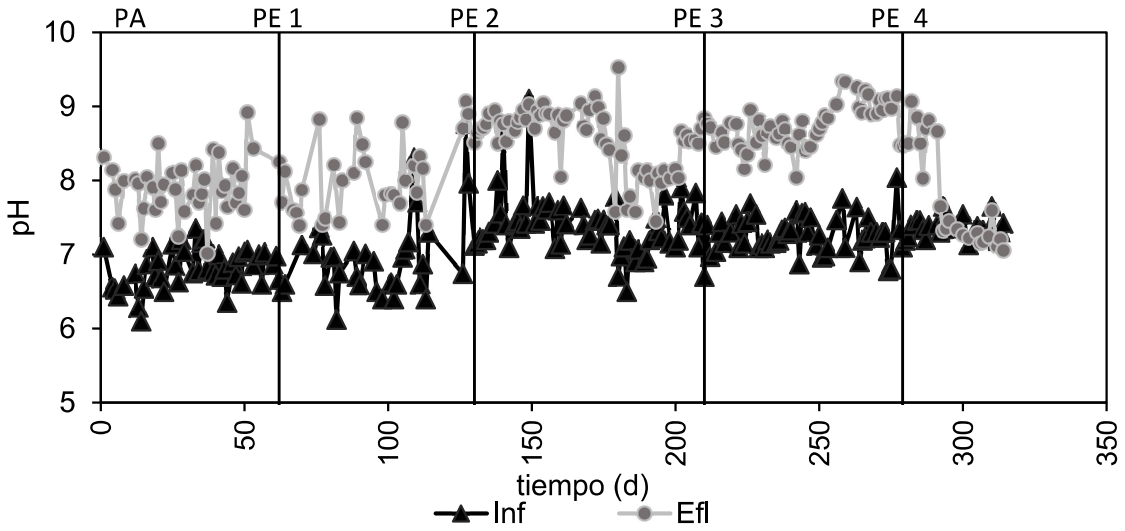


***Figura 18. pH en el SBR-LA durante todos los periodos experimentales.***

### 6.2.3. DQOs

Durante el periodo de arranque (hasta el día 53), la DQOs del influente tuvo valores por debajo de los 1000 mg/L (Figura 19) debido a que la dilución se realizó para elevar el pH independientemente de la DQOs, y fue el PE en que presentó mayor variación en la eficiencia de remoción. En los PE 1 al 4 la dilución se realizó con agua de la llave del laboratorio de modelos hidráulicos del IITCA para evitar interferencia del efluente del SBR-LA en los índices espectrométricos.

La DQOs promedio en el efluente durante los PE fue menor a 70 mg/L, y la eficiencia de remoción promedio se mantuvo superior a 90% independientemente del TRC de cada etapa y las variaciones de DQOs en el influente (Tabla 14 y Figura 19). La capacidad del SBR-LA de mantener una eficiencia de remoción de DQOs elevada demuestra su estabilidad y adaptación al ARIC (Mier-Quiroga, 2016).

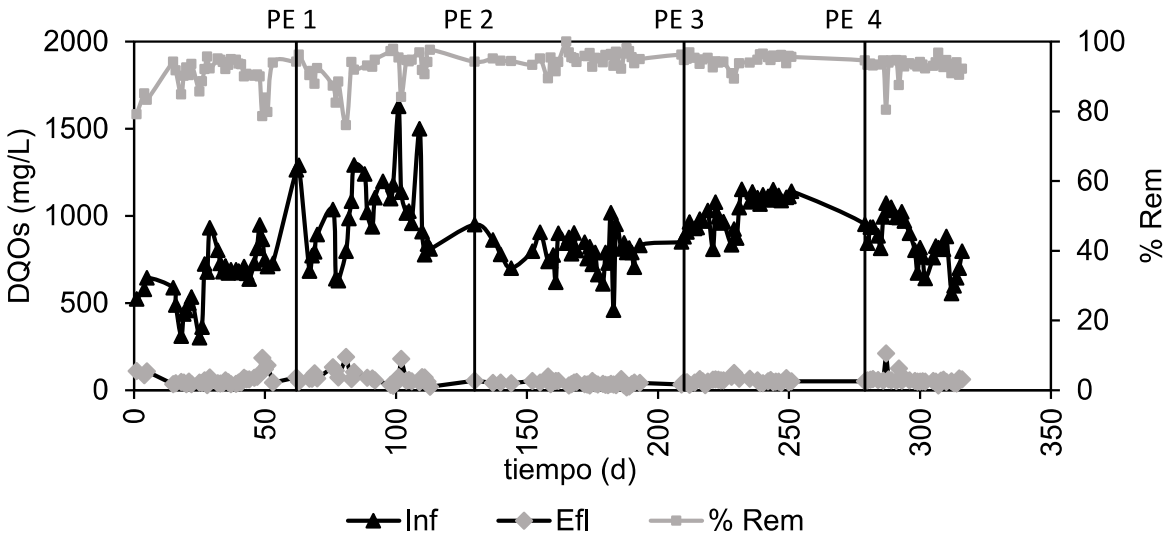


***Figura 19. Demanda química de oxígeno soluble del influente y efluente del SBR-LA y porcentaje de remoción de DQOs.***

### 6.2.4. SSV y SST

La concentración de SSLM fue distinta en las 5 etapas experimentales debido a las variaciones de DQOs del influente y al TRC establecido para cada etapa (Tabla 15 y Figura 20).

En la Figura 20 se observa el aumento gradual de la concentración de SSLM a partir de la mitad del PE 1 al PE 4 conforme sus TRC incrementaron. Por otro lado, la disminución de concentración de SSLM al final del PE 3 e inicio del PE 4 indica el cambio de 20 a 5 d del TRC, respectivamente (Figura 20).

***Tabla 15. SSTLM, SSVLM, SST efl, SSV efl y %SSV/SST del SBR-LA para cada periodo experimental.***

| | SSTLM (mg/L) | | SSVLM | | % SSV/SST | | SST efluente | | SSV efluente | | % SSV/SST | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | Prom | D.E. | Prom | D.E. | Prom | D.E. | Prom | D.E. | Prom | D.E. | Prom | D.E. |
| P. Arranque | 3256.4 | 496.3 | 2607.9 | 432.7 | 80.0 | 2.3 | 46.7 | 34.9 | 34.3 | 22.8 | 75.6 | 7.9 |
| PE 1 | 2716.4 | 615.2 | 2225.9 | 410.0 | 82.6 | 4.2 | 86.2 | 12.7 | 66.5 | 9.5 | 77.8 | 9.8 |
| PE 2 | 3063.1 | 487.7 | 2645.1 | 449.7 | 86.2 | 1.7 | 99.5 | 22.8 | 71.4 | 15.8 | 72.6 | 8.7 |
| PE 3 | 3397.7 | 589.1 | 3009.9 | 569.8 | 88.3 | 2.5 | 89.4 | 12.1 | 74.0 | 11.0 | 82.8 | 3.6 |
| PE 4 | 1871.8 | 304.2 | 1679.9 | 270.2 | 89.8 | 1.1 | 99.5 | 68.2 | 80.9 | 61.9 | 78.1 | 9.1 |

Prom: Promedio, D.E.: Desviación estándar, PE:periodo experimental

El % SSV/SST durante todos los PE fue mayor a 80 % a pesar de las variaciones en concentración y los cambios de condiciones de operación indicando buena calidad en el lodo activado (Tawfik et al., 2008).

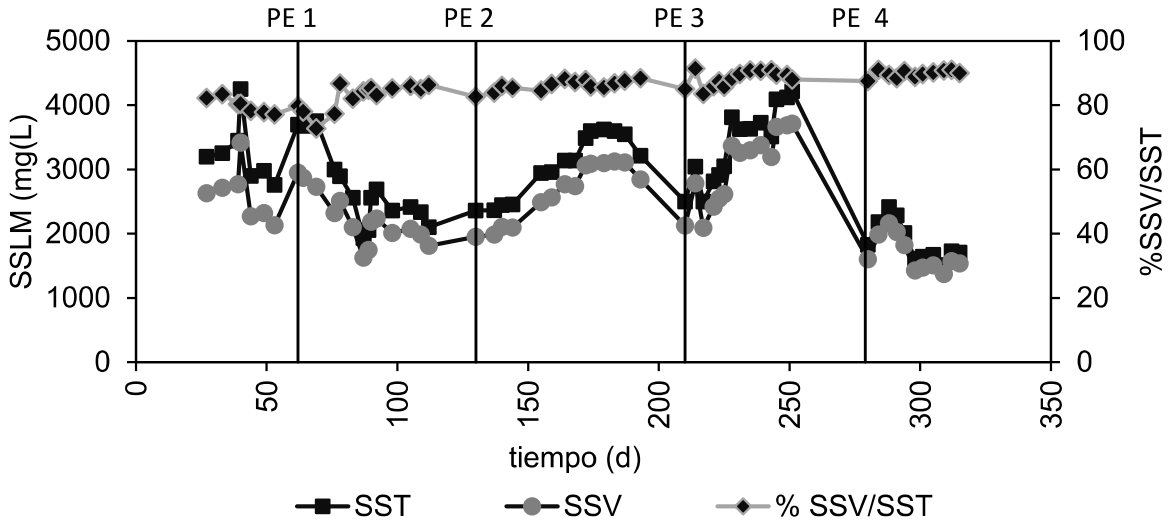


***Figura 20. SST y SSV de licor mixto en el SBR-LA durante todos los periodos experimentales.***

Por otro lado, los SS en el efluente también presentaron variabilidad en su concentración debido a los cambios en la concentración de DQOs en el influente, sin embargo, se mantuvieron en el mismo rango durante los PE (entre 86.2 y 99.5 mg SST/L y entre 66.5 y 80.9 mg SSV/L) (Tabla 15 y Figura 21). La fuga de lodos en el efluente durante los PE fue menor a los 100 mg/L y el %SSV/SST se mantuvo cercana al 80 %. Esto pudo deberse a que la F/M se mantuvo en promedio en 0.58 ± 0.12 durante los PE, lo cual entra en el rango de un lodo aceptable y con buena sedimentación (Li, et al. 2008).

Durante los primeros 10 días del PE 4 los SSefl se elevaron aproximadamente a 180 mg/L obteniendo un valor de F/M de 0.74 (superior al límite establecido por la literatura de 0.7) debido a que la sedimentación se vio afectada por el cambio de TRC de 20 a 5 d. A partir del día 291 la sedimentación mejoró significativamente y la concentración de SSefl disminuyó aproximadamente a 50 mg/L, incluso por debajo del promedio de los PE 1, 2 y 3.

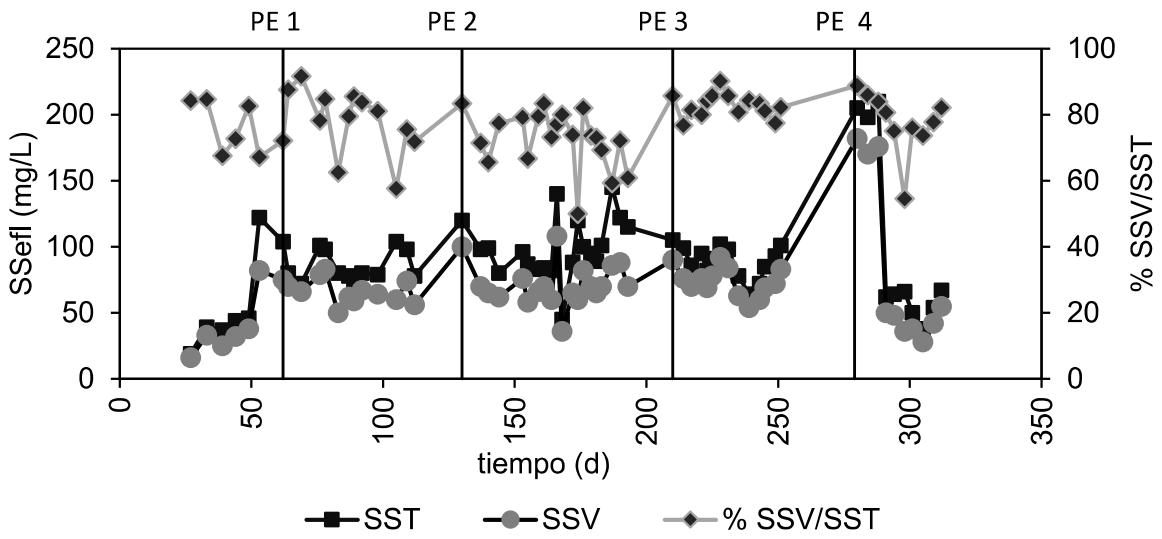


***Figura 21. SST y SSV en el efluente en el SBR-LA durante todos los periodos experimentales.***

### 6.2.5. Análisis visual espectrométrico (EEMs)

La Figura 22 muestra una EEM representativa del influente y una EEM representativa de los efluentes de cada PE. Las propiedades de fluorescencia (intensidad de fluorescencia y localización de los picos) se muestran en la Tabla 16 y Tabla 17.

Todos las EEMs de los influentes y los efluentes del reactor muestran tres picos fluorescentes (pico A (aproximadamente a una λexc 225 y λem 350), pico B (aproximadamente a una λexc 270 y λem 355), pico D (aproximadamente a una λexc 330 y λem 430) y un hombro C), los efluentes del SBR-LA en todos los PE presentaron un pico E (aproximadamente a una λexc 280 y λem 410) (Tabla 16). El pico F (identificado también en el reactor UASB) se presentó en los efluentes del SBR-LA como un hombro y debido a su ubicación no es posible obtener las intensidades de fluorescencia.

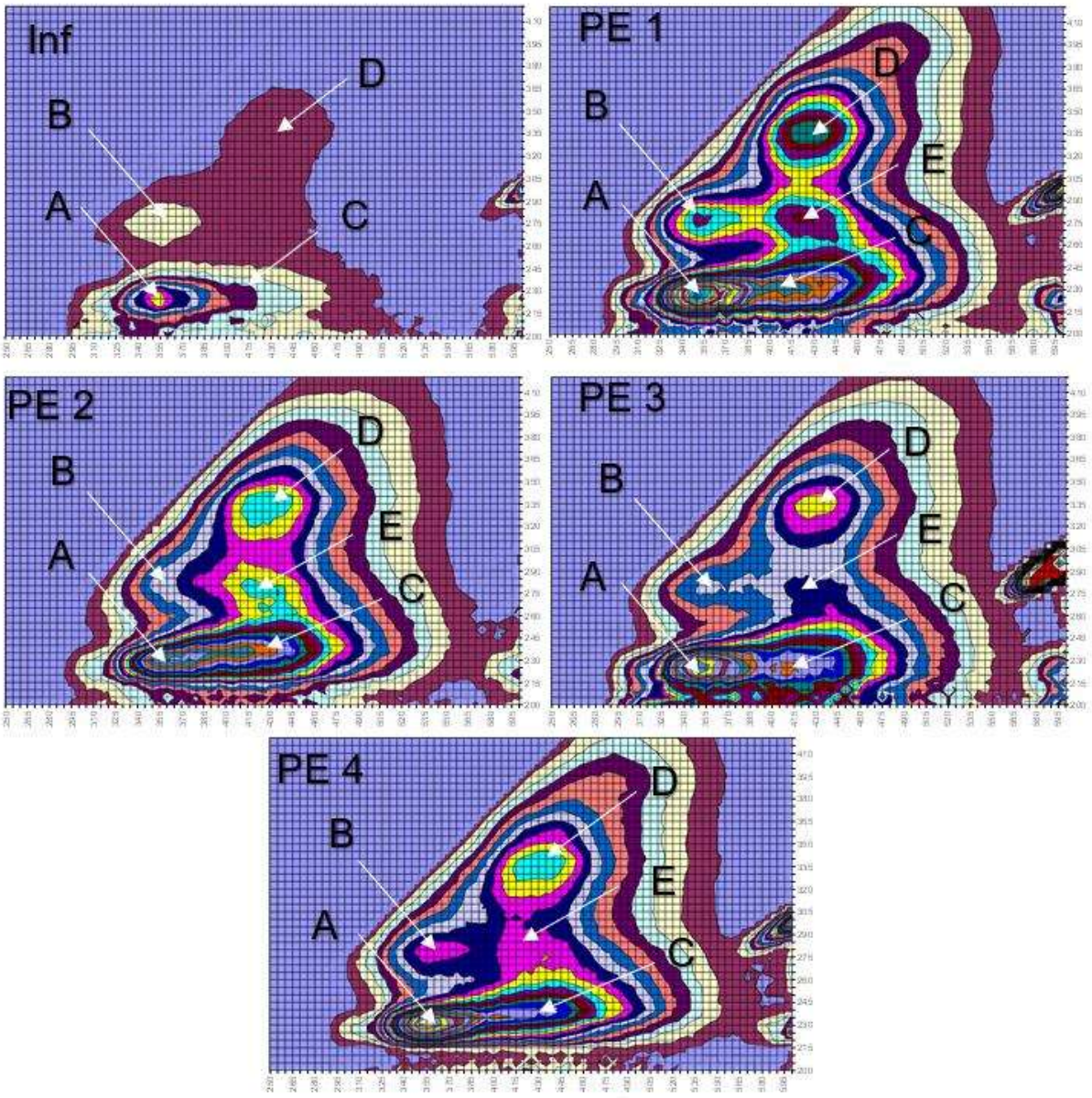


***Figura 22. Matrices de excitación/emisión representativas del influente y efluentes de cada periodo experimental. PE 1 (TRC = 10 d), PE 2 (TRC = 14 h), PE 3 (TRC = 22 d) y PE 4 (TRC = 5 d) del SBR-LA. Cada línea de contorno representa 20 unidades de fluorescencia arbitrarias (AUF, por sus siglas en inglés) Eje x – Longitud de onda de emisión, Eje y – longitud de onda de excitación.***

La intensidad de fluorescencia de las EEMs de los efluentes se incrementó con respecto a la del influente. La intensidad de fluorescencia de las EEMs del efluente se puede atribuir a PMS generados durante los dos tratamientos. Los picos observados se identificaron al ser comparadas sus propiedades de fluorescencia (λexc y λem) con aquellos reportados por la literatura (Chen et al., 2003). Los picos A y B de cada periodo se localizaron a la misma λem (355 nm

aproximadamente) y a diferente λexc (225 nm y 275 nm aproximadamente) (Tabla 17). Basados en la localización de los picos A y B, se identificaron como proteína (triptófano). Como se mencionó en la sección de análisis visual del reactor UASB, se presentó el pico F (tirosina) en los efluentes de todos los PE y, fue posible obtener sus propiedades de fluorescencia (localización e intensidad de fluorescencia). Por otro lado, no fue posible en el SBR-LA obtener las propiedades de la tirosina ya que se presentó como hombro y no como pico. Esto podría indicar una mayor producción de proteína en el reactor UASB respecto al SBR-LA. Yu et al. (2015) indican que la presencia de tirosina en los efluentes de tratamientos biológicos aerobios es un indicador de producción de PMS.

***Tabla 16. Propiedades de fluorescencia del influente en estado estacionario para cada periodo experimental del SBR-LA.***

| | PE 1 | | PE 2 | | PE 3 | | PE 4 | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| **INFLUENTE** | **Prom** | **D.E.** | **Prom** | **D.E.** | **Prom** | **D.E.** | **Prom** | **D.E.** |
| **Pico A** | | | | | | | | |
| λexc, nm | 227 | 5 | 225 | 5 | 224 | 5 | 224 | 4 |
| λem, nm | 357 | 13 | 357 | 6 | 358 | 5 | 354 | 6 |
| IF, AUF | 149 | 111 | 132 | 73 | 128 | 48 | 95 | 37 |
| **Pico B** | | | | | | | | |
| λexc, nm | 276 | 4 | 275 | 3 | 276 | 3 | 273 | 3 |
| λem, nm | 355 | 15 | 355 | 10 | 358 | 10 | 355 | 4 |
| IF, AUF | 74 | 42 | 49 | 28 | 47 | 17 | 51 | 8 |
| **Pico C** | | | | | | | | |
| λexc, nm | 230.0 | - | 230.0 | - | 230.0 | - | 230.0 | - |
| λem, nm | 415.0 | - | 415.0 | - | 415.0 | - | 415.0 | - |
| IF, AUF | 53.9 | 18 | 51.8 | 16 | 50.3 | 14 | 39.0 | 13 |
| **Pico D** | | | | | | | | |
| λexc, nm | 337 | 2 | 336 | 4 | 335 | 5 | 338 | 7 |
| λem, nm | 435 | 6 | 434 | 8 | 435 | 6 | 436 | 6 |
| IF, AUF | 39 | 11 | 30 | 5 | 29 | 7 | 28 | 3 |
| **relación A/B** | 2.0 | | 2.5 | | 2.7 | | 1.9 | |
| **relación A/D** | 3.7 | | 4.5 | | 4.7 | | 3.3 | |
| **relación B/D** | 1.6 | | 1.9 | | 1.7 | | 1.8 | |
| **n** | 34 | | 32 | | 30 | | 18 | |

Prom: Promedio, D.E.: Desviación estándar, PE: periodo experimental

*Tabla 17. Propiedades de fluorescencia del efluente en estado estacionario para cada periodo experimental del SBR-LA.*

| | PE 1 | | PE 2 | | PE 3 | | PE 4 | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| **EFLUENTE** | **Prom.** | **D.E.** | **Prom.** | **D.E.** | **Prom.** | **D.E.** | **Prom.** | **D.E.** |
| **Pico A** | | | | | | | | |
| λexc, nm | 229 | 4 | 234 | 7 | 229 | 5 | 230 | 3 |
| λem, nm | 354 | 13 | 386 | 32 | 359 | 17 | 355 | 3 |
| IF, AUF | 593 | 230 | 435 | 155 | 475 | 142 | 548 | 200 |
| **Pico B** | | | | | | | | |
| λexc, nm | - | - | 278 | 4 | 276 | 3 | 275 | 5 |
| λem, nm | - | - | 355 | 4 | 357 | 5 | 356 | 4 |
| IF, AUF | - | - | 260 | 92 | 187 | 46 | 173 | 73 |
| **Pico C** | | | | | | | | |
| λexc, nm | 230 | | 230 | | 230 | | 230 | |
| λem, nm | 415 | | 415 | | 415 | | 415 | |
| IF, AUF | 54 | 18 | 51 | 16 | 50 | 14 | 39 | 13 |
| **Pico D** | | | | | | | | |
| λexc, nm | 334 | 4 | 332 | 3 | 332 | 4 | 333 | 4 |
| λem, nm | 426 | 5 | 428 | 6 | 430 | 7 | 434 | 5 |
| IF, AUF | 273 | 104 | 249 | 77 | 200 | 42 | 214 | 66 |
| **Pico E** | | | | | | | | |
| λexc, nm | 279 | 3 | 278 | 3 | 267 | 7 | 268 | 6 |
| λem, nm | 413 | 22 | 424 | 10 | 438 | 8 | 435 | 19 |
| IF, AUF | 242 | 86 | 242 | 70 | 190 | 50 | 202 | 51 |
| **n** | 34 | | 34 | | 33 | | 31 | |

Prom: Promedio, D.E.: Desviación estándar, PE: periodo experimental. -: no se obtuvo valor.

### 6.2.6. $SUVA_{254}$

En la literatura se ha reportado que al existir un incremento en $SUVA_{254}$, el contenido húmico también incrementa (aromaticidad), lo que refleja la acumulación de compuestos húmicos de alto peso molecular refractarios después del tratamiento (Imai et al., 2002; Saadi et al., 2006; Jarusutthirak & Amy, 2006; Korshin et al., 2009). En el presente trabajo de investigación, el índice $SUVA_{254}$ incrementó en el efluente del reactor SBR-LA en todos sus PE (Tabla 18). Dicho

incremento coincide con lo reportado con Hur et al. (2011), en donde los efluentes de cuatro plantas de tratamiento biológico de agua residual doméstica (una planta de lodos activados, dos plantas de lodos activados con aeración extendida y una planta SBR-LA respectivamente) presentaron incremento en $SUVA_{254}$ respecto a los influentes.

***Tabla 18. TRC, SSVLM y $SUVA_{254}$ del influente y efluente del SBR-LA en cada periodo experimental.***

| | TRC (d) | | SSVLM (mg/L) | | $SUVA_{254}$ inf (L/mg*m) | | $SUVA_{254}$ efl (L/mg*m) | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | **Prom** | **D.E.** | **Prom** | **D.E.** | **Prom** | **D.E.** | **Prom** | **D.E.** | **n** |
| **PE 1** | 10 | 1.02 | 2226 | 410.04 | 0.06 | 0.020 | 0.56 | 0.15 | 34 |
| **PE 2** | 14 | 1.89 | 2645 | 449.74 | 0.06 | 0.013 | 0.53 | 0.17 | 34 |
| **PE 3** | 22 | 4.27 | 3010 | 569.82 | 0.06 | 0.013 | 0.66 | 0.07 | 33 |
| **PE 4** | 5 | 0.72 | 1680 | 270.21 | 0.08 | 0.012 | 0.49 | 0.06 | 31 |

Prom: Promedio, D.E.: Desviación estándar, PE: periodo experimental

Como se muestra en la Figura 23a, existe una relación directamente proporcional entre $SUVA_{254}$ del efluente y el TRC ($R^2$=0.8341), indicando que a mayores TRC la MOD es más refractaria. Por ejemplo, el PE 3 correspondiente al mayor TRC de 22 d, el $SUVA_{254}$ presenta el máximo valor de 0.66 ± 0.07 L/mg*m. Por otro lado, la concentración de SSVLM también es directamente proporcional al TRC (Tabla 18) y, por ende, el $SUVA_{254}$ del efluente (Figura 23b). Tomando en cuenta lo anterior, sería necesario información adicional para conocer si el $SUVA_{254}$ incrementa debido al aumento del TRC, al incremento de los SSLM en el reactor o es resultado de ambos.

Por otro lado, se reportó previamente que la DQOs en el efluente del SBR-LA disminuía cuando el TRC aumentaba (Tabla 14). Sin embargo, esta menor cantidad de MOD en el efluente es más refractaria, tendiendo mayor probabilidad de formar bioproductos de desinfección si el agua tratada es clorada (Weishaar et al., 2003; Imai et al., 2002; Hur et al., 2011).

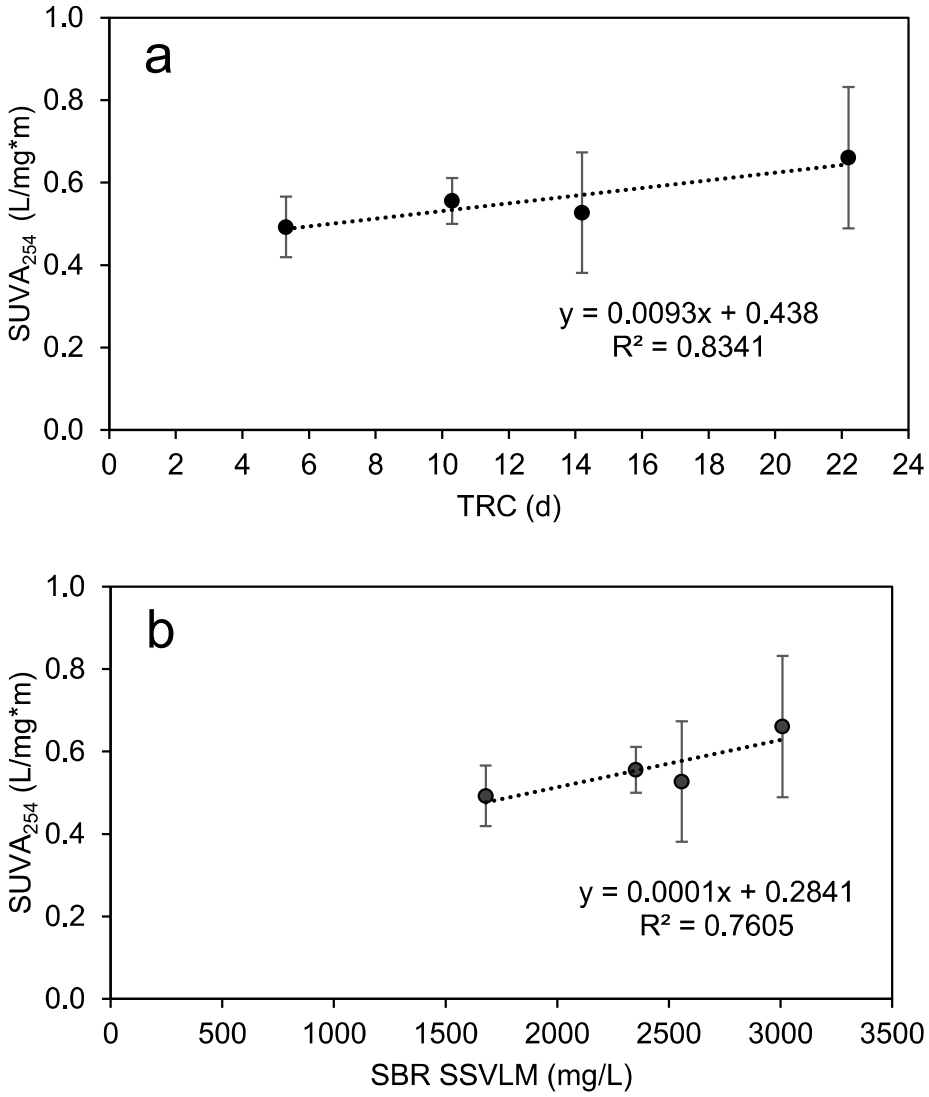


***Figura 23. Correlación entre a) $SUVA_{254}$ y TRC y b) $SUVA_{254}$ y SSVLM en el SBR-LA.***

### 6.2.7. HIX y BIX

Los valores obtenidos del índice HIX en los efluentes del SBR-LA muestran un incremento respecto al influente y, dado que se ha señalado que el aumento de HIX indica mayor aromaticidad, en todos los PE se observa la generación de MOD refractaria (Tabla 19).

*Tabla 19. TRC, HIX y BIX del influente y efluente del SBR-LA en cada periodo experimental.*

| | TRC (d) | HIX inf | | HIX efl | | BIX inf | | BIX efl | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | Prom | Prom | D.E. | Prom | D.E. | Prom | D.E. | Prom | D.E. |
| **PE 1** | 10 | 1.07 | 0.308 | 3.06 | 0.53 | 0.87 | 0.104 | 0.71 | 0.07 |
| **PE 2** | 14 | 1.13 | 0.505 | 4.01 | 0.90 | 0.75 | 0.132 | 0.74 | 0.06 |
| **PE 3** | 22 | 1.25 | 0.372 | 3.83 | 0.62 | 0.82 | 0.173 | 0.77 | 0.05 |
| **PE 4** | 5 | 1.30 | 0.199 | 3.22 | 0.26 | 0.78 | 0.078 | 0.77 | 0.03 |

Prom: Promedio, D.E.: Desviación estándar, PE: periodo experimental

Se obtuvo una correlación débil entre índice HIX y el TRC ($R^2$ = 0.5061) (Figura 24). También se observa que en los PE 2 y 3 correspondientes a los TRC más largos (14 y 22 d, respectivamente) se obtuvieron los valores más altos de HIX, consecuentemente, es posible por medio del índice HIX establecer que a mayores TRC se incrementa la aromaticidad en la MOD.

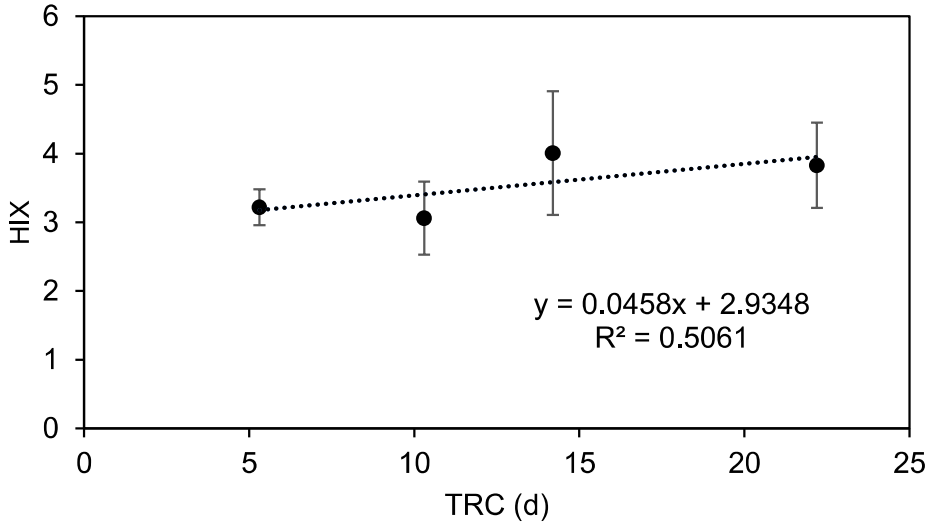


***Figura 24. Correlación entre HIX y TRC en el SBR-LA***

Los valores obtenidos del índice BIX en los efluentes del SBR-LA (entre 0.71 a 0.92) no muestran una tendencia clara ni diferencia con los valores obtenidos en el influente (entre 0.72 a 0.9) independientemente de los parámetros operacionales (Tabla 18). Este índice fue propuesto para el estudio de la MOD en aguas naturales (agua marina, agua dulce y agua costera) en donde se observa un desplazamiento significativo del pico D (Huguet et al., 2009), mientras que en esta

investigación el desplazamiento no fue lo suficientemente significativo. En la sección de comparación entre el reactor UASB y el SBR-LA, se discute BIX en forma más detallada.

### 6.2.8. FRI

La Figura 25 muestra que hubo un incremento de la zona de las sustancias húmicas después del tratamiento en todos los PE. Y, al igual que se mencionó en la sección de FRI del reactor UASB, los cambios en la MOD después del tratamiento aerobio se atribuyen a la producción de PMS y a la humificación de esta (Wang et al., 2009).

La zona de sustancias húmicas tuvo un porcentaje mayor al 40 % del total del volumen en los PE 2 y 3, correspondientes a los de mayor TRC (14 y 22 d, respectivamente). Este resultado coindice con observado en las EEMs (Figura 22 y Tabla 17), con lo obtenido en $SUVA_{254}$ y HIX. Debido a lo anterior, la modificación de FRI propuesta para esta investigación, cumplió con su objetivo al mostrar el cambio en la humificación de la MOD después del tratamiento aerobio.

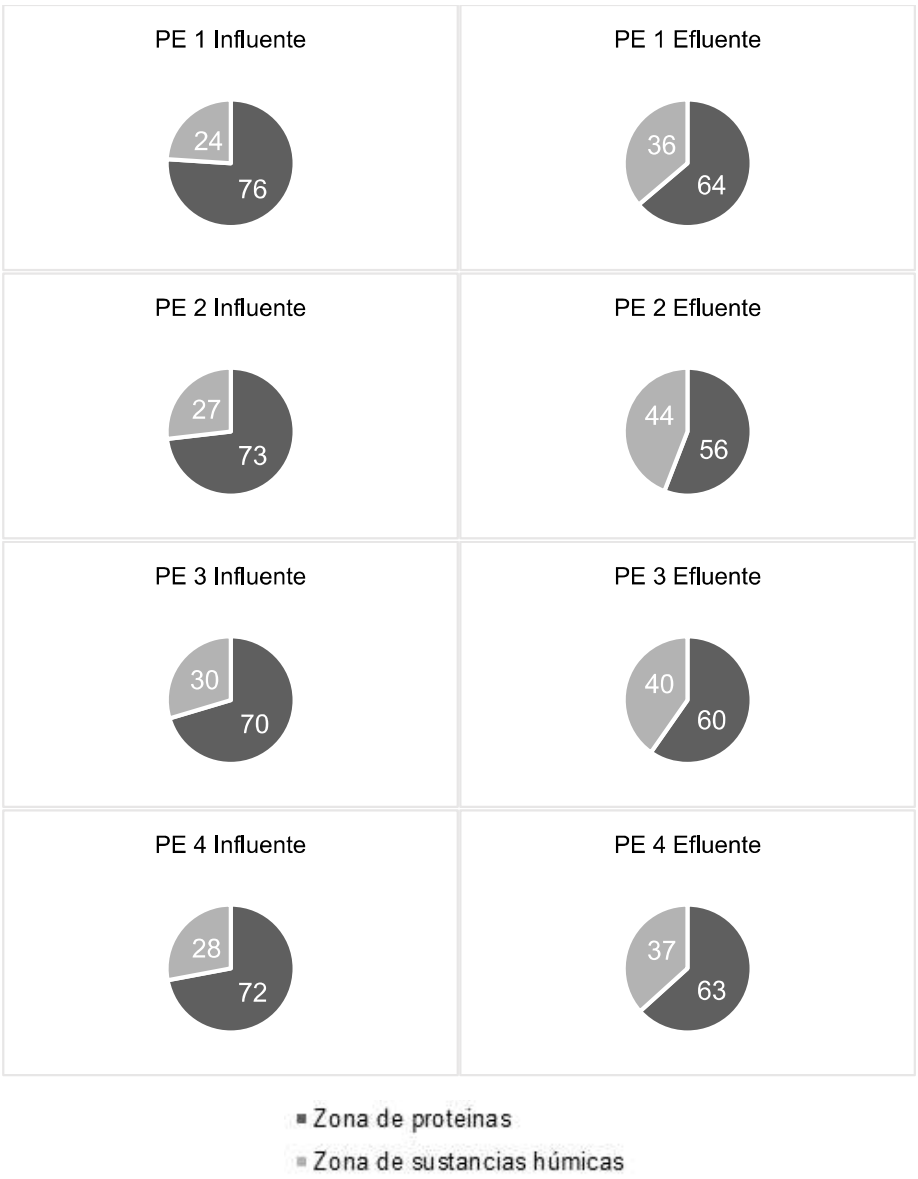


***Figura 25. Distribución de FRI en el influente y efluentes del reactor UASB para cada periodo experimental. PE 1 (TRC = 10 d), PE 2 (TRC = 14 h), PE 3 (TRC = 22 d) y PE 4 (TRC = 5 d).***

### 6.3. Comparación entre reactores UASB y SBR-LA

En las Tablas 20 y 21 se muestran los valores obtenidos durante todos los PE de ambos reactores. Tanto el reactor UASB como el SBR-LA tuvieron eficiencias de remoción de DQOs superiores al 90 %, comprobando que ambos sistemas biológicos pudieron tratar la misma agua residual a niveles similares de tratamiento. Sin embargo, el reactor UASB requirió menos energía, pues no necesitó de aireación. Por lo que los cambios en propiedades de fluorescencia y los

índices espectrométricos aplicados, se atribuyeron a los cambios en los parámetros operacionales durante sus respectivos PE.

Los valores de $SUVA_{254}$ fueron similares en los efluentes de los dos reactores (Tabla 20), indicando incremento en la humificación de la MOD después de ambos tratamientos. La similitud entre los valores obtenidos del $SUVA_{254}$ en el SBR-LA y el UASB no permiten identificar diferencia entre tipo de tratamiento (aerobio y anaerobio) ya que ambos se encuentran en el mismo rango.

***Tabla 20. Comparativa entre ambos reactores: DQOs y $SUVA_{254}$.***

| | | | INF | EFL | Rem DQOs | INF | EFL |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | DQOs | | | $SUVA_{254}$ | |
| | | | mg/L | mg/L | % | L/mg*m | |
| **SBR-LA** | **TRH (h)** | **TRC (d)** | | | | | |
| **PE 1** | 12 | 5 | 850 | 61 | 93 | 0.08 | 0.49 |
| **PE 2** | 12 | 10 | 1067 | 77 | 92 | 0.06 | 0.56 |
| **PE 3** | 12 | 14 | 795 | 40 | 95 | 0.06 | 0.53 |
| **PE 4** | 12 | 22 | 1019 | 53 | 95 | 0.06 | 0.66 |
| **UASB** | | | | | | | |
| **PE 1** | 19 | 190 | 795 | 52 | 93 | 0.06 | 0.58 |
| **PE 2** | 15 | 177 | 1019 | 52 | 94 | 0.06 | 0.59 |
| **PE 3** | 13 | 145 | 850 | 62 | 93 | 0.08 | 0.56 |
| **PE 4** | 10 | 144 | 1020 | 73 | 93 | 0.06 | 0.49 |
| **PE 5** | 8 | 177 | 1058 | 81 | 92 | 0.07 | 0.45 |

En la Figura 26 se muestran las correlaciones de ambos reactores de $SUVA_{254}$ y el TRC. La principal diferencia observada entre los reactores es que en el SBR-LA, $SUVA_{254}$ mostró una pendiente más pronunciada, esto significa que se necesitaron menos días para que el incremento en $SUVA_{254}$ fuera más significativo de 0.49 a 0. 66 L/mg*m (TRC 5 y TRC 22 d, respectivamente). Por otro lado, el incremento del reactor UASB fue menor (0.49 a 0.58 66 L/mg*m) entre su TRC menor y su TRC mayor (144 y 190 d, respectivamente, Tabla 20). Como se ha reportado en la literatura, los sistemas de lodos activados ya sea en su forma convencional o en SBR-LA, se han operado a mayores TRC (Metcalf, 2013), por lo que es posible que $SUVA_{254}$ pudiera ser más grande y, por lo tanto, la MOD sería más refractaria. Por otro lado, El reactor UASB fue operado

con los TRC indicados para la temperatura de operación, por lo que $SUVA_{254}$ ya no podría incrementar significativamente en términos de TRC.

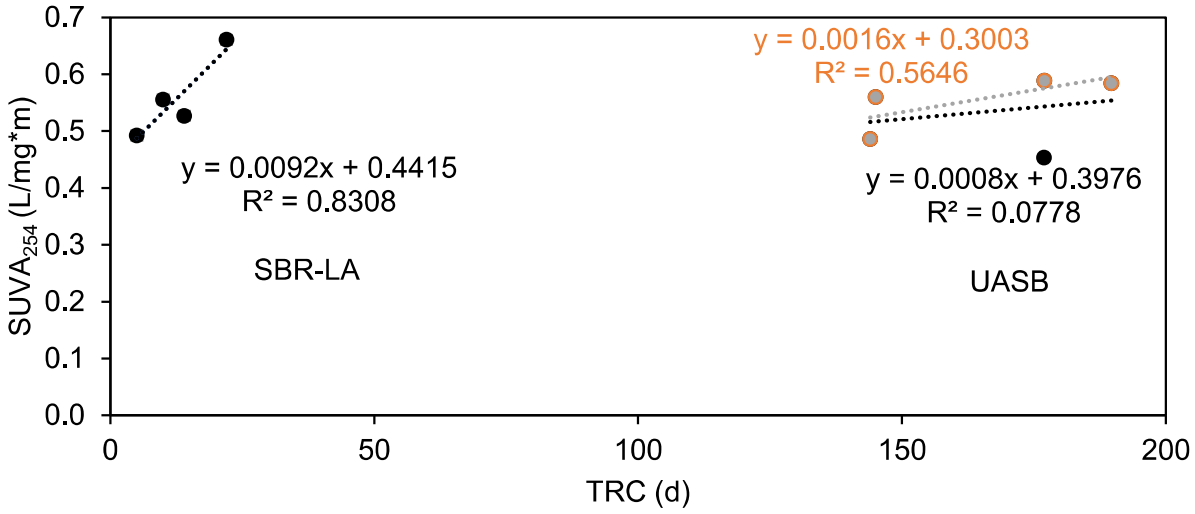


***Figura 26. Comparativa entre las correlaciones entre el $SUVA_{254}$ del efluente y el TRC para ambos reactores.***

Como se mencionó en las secciones de ambos reactores, en el reactor UASB el índice HIX es directamente proporcional al TRH (Figura 16a) e inversamente proporcional a los SSV de la cama de lodos (Figura 16b). En la Figura 27, se muestran dos correlaciones del UASB, debido a que en los EPs 2 y 5 se obtuvieron los mismos valores de TRC. En naranja se muestra la correlación eliminando el el EP 5, y en negro las 5 EPs. Por otro lado, el SBR-LA mostró una $R^2 = 0.5068$, por lo cual, si se complementa con los datos obtenidos de $SUVA_{254}$, indica humificación de la MOD conformé aumentó el TRC. Sin embargo, si se comparan las $R^2$ obtenidas tanto en $SUVA_{254}$, como en HIX, fueron más significativas estadísticamente (mayores a 0.7) en $SUVA_{254}$.

Dado que el HIX fue propuesto para aguas naturales, en la literatura se han propuesto rangos de valores del índice para indicar el grado de humificación entre diferente MOD presente. Por ejemplo, se establece que un HIX > 16 representa un alto grado de humificación, equivalente a lo que se puede obtener en estudios de suelo, e incluso puede llegar a valores de 28 en lixiviados (Huguet et al., 2009). Por otro lado, en la literatura se han reportado valores de HIX en efluentes de tratamiento biológico de industria alimentaria como industria de lácteos, procesamiento de galletas, cervecera, etc., y los valores de HIX se reportaron en un rango entre 1.7 y 2.04 (Rodríguez-Vidal et al., 2020). Mientras que el rango de valores de HIX obtenidos en este estudio en el efluente de ambos reactores fue entre 2.4 y 4.1, siendo superior al rango reportado por la

literatura. Sin embargo, de acuerdo con Huguet et al. (2009) cuando HIX < 4 representa origen bacteriano biológico o acuático.

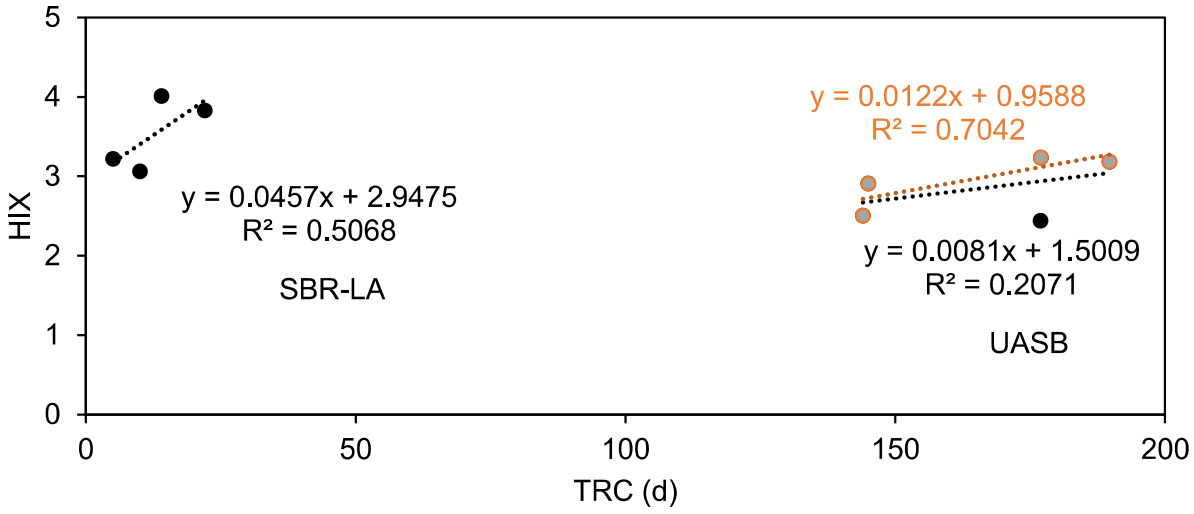


***Figura 27. Comparativa entre las correlaciones de HIX del efluente y el TRC para ambos reactores.***

Como se indicó en las secciones de BIX en el reactor UASB y en el SBR-LA, BIX no mostró una tendencia clara para ninguno de los reactores. Sin embargo, es posible comparar el rango obtenido de BIX con los reportados por la literatura para efluentes de tratamientos biológicos de aguas residuales de la industria alimentaria. Los efluentes de tratamiento de la industria de lácteos, procesamiento de galletas y cervecera reportaron valores de BIX de 1.04, 0.87 y 0.75, respectivamente (Rodríguez-Vidal et al., 2020). Mientras que el rango de BIX obtenido en este estudio fue similar ya que se obtuvo entre 0.77 y 0.86. Rodríguez-Vidal et al. (2020) establece que los valores de BIX mayores a 0.7 indican presencia de materia orgánica recién liberada en el agua y, Huguet et al. (2009) determina que un BIX entre 0.7 y 0.8 establece origen bacteriológico de la MOD (PMS).

Como se puede observar en la Tabla 21, el pico A (triptófano) fue el que presentó mayor intensidad de fluorescencia en todos los PE de ambos reactores con lo cual mostró ser independiente a los cambios en los parámetros operacionales. Por otro lado, de los dos reactores, el pico A tuvo mayor intensidad de fluorescencia en el SBR-LA; dicha diferencia fue debido al tipo de microorganismo presente en cada reactor. Como se indicó en la sección de EEMs, el pico A se atribuye a la presencia de la proteína triptófano. El pico D, atribuido a las sustancias húmicas, sí mostró ser dependiente de las condiciones operacionales en ambos

reactores. Esto indica que la humificación de la MOD del SBR-LA sí se vio afectada por el TRC y, en el caso del reactor UASB se vio afectada por el TRH. Esto complementa lo obtenido en $SUVA_{254}$. El pico E, también se atribuye a sustancias húmicas, sin embargo, no se presentó durante todos los PE, sino sólo en aquellos en que $SUVA_{254}$ y HIX fueron mayores (indicando más humificación de la MOD). El pico E se presentó en todos los PE del SBR-LA y sólo en dos PE del reactor UASB. De acuerdo con lo anterior, se podría inferir que el proceso del SBR-LA tuvo mayor humificación en la MOD que el reactor UASB bajo las condiciones en que ambos fueron operados. Por otro lado, la proteína tirosina se presentó como pico (pico F) en los efluentes del reactor UASB, mientras que en el SBR-LA se observó como hombro. Esto indica que se generaron más sustancias proteicas (tipo tirosina) en el reactor UASB.

***Tabla 21. Comparativa entre el análisis visual de ambos reactores (intensidad de fluorescencia).***

| | Intensidad de Fluorescencia | | |
|---|---|---|---|
| | **Pico A** | **Pico D** | **Pico E** |
| | **AUF** | **AUF** | **AUF** |
| **SBR-LA** | | | |
| | 548 | 214 | 202 |
| | 593 | 273 | 242 |
| | 435 | 249 | 242 |
| | 475 | 200 | 190 |
| **Promedio** | 513 | 234 | 219 |
| **UASB** | | | |
| | 435 | 178 | 228 |
| | 503 | 181 | 181 |
| | 530 | 183 | - |
| | 520 | 125 | - |
| | 383 | 117 | - |
| **Promedio** | 474 | 157 | - |

FRI obtuvo correlación débil tanto con el TRC en el caso del SBR-LA, como con el TRH en el caso del reactor UASB. Sin embargo, como se muestra en la Figura 28, sí se obtuvo una correlación inversa estadísticamente significativa entre DQOs y la zona de las sustancias húmicas en FRI para ambos reactores. Esto indica que la calidad (sustancias húmicas presentes) y la cantidad (concentración de DQOs) de los efluentes fueron inversamente proporcionales. Es decir que en el caso del SBR-LA se puede obtener una mayor remoción de DQOs a mayor TRC,

sin embargo, la humificación de la MOD también es mayor. Algo similar se puede observar en el reactor UASB, se puede obtener una mayor remoción de DQOs a mayor TRH, pero, la humificación en el efluente es mayor.

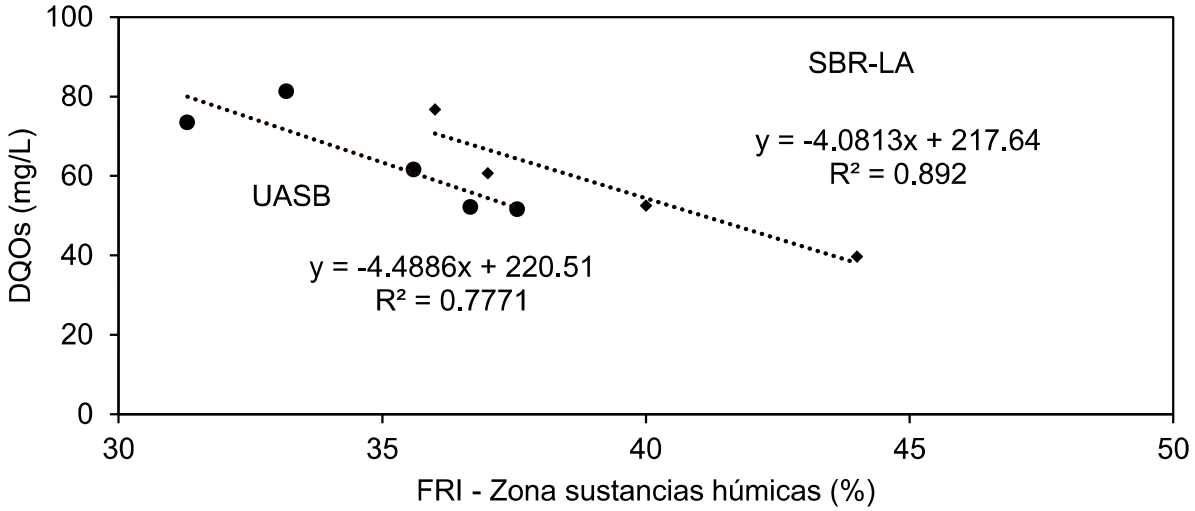


***Figura 28. Comparativa entre las correlaciones entre la DQOs del efluente y la zona de sustancias húmicas de FRI (%) para ambos reactores.***

De manera similar, la Figura 29 muestra las dos correlaciones entre DQOs y HIX de ambos reactores, en donde, como se puede ver, a menor concentración de DQOs, mayor humificación de la MOD. Sin embargo, se puede observar que, por ejemplo, cuando ambos reactores obtuvieron 60 mg DQOs/L, la MOD del reactor SBR-LA fue más refractaria.

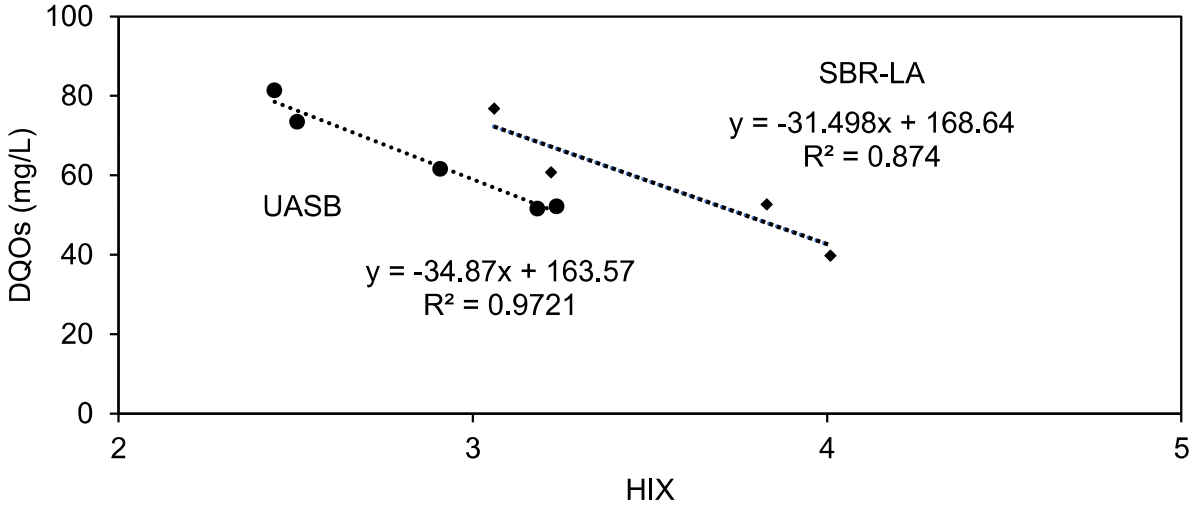


***Figura 29. Comparativa entre las correlaciones entre la DQOs del efluente y HIX para ambos reactores.***

## 7. Conclusiones

En el presente trabajo de investigación se ha llevado a cabo la operación de dos reactores biológicos (aerobio y anaerobio) a diferentes condiciones operacionales. Se obtuvieron los valores de diferentes índices espectrométricos para evaluar la calidad y cantidad de MOD de los efluentes.

- La MOD del efluente del SBR-LA mostró características diferentes a las del reactor UASB al tratar la misma ARIC.
- El SBR-LA necesitó cambios mínimos en el TRC para producir MOD más refractaria que el reactor UASB.
- Mediante el uso de los índices espectrométricos $SUVA_{254}$, HIX y análisis visual se comprobó el efecto de los parámetros operacionales (TRC y TRH) sobre la MOD. Es decir, se comprobó que el incremento en el TRC y TRH (en el SBR-LA y en el reactor UASB, respectivamente) produjo mayor humificación de la MOD.
- Mediante el uso de los índices espectrométricos $SUVA_{254}$, HIX y análisis visual se observó que la principal transformación de la MOD del influente a los efluentes de ambos sistemas biológicos fue la generación de proteínas y sustancias húmicas.

## 8. Referencias


Alcaraz-Ibarra, S., Mier-Quiroga, M. A., Esparza-Soto, M., Lucero-Chávez, M., & Fall, C. (2020). Treatment of chocolate-processing industry wastewater in a low-temperature pilot-scale UASB: Reactor performance and in-situ biogas use for bioenergy recovery. Biomass and Bioenergy, 142, 105786. https://doi.org/10.1016/j.biombioe.2020.105786

APHA (2012). Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 22nd Edition, American Public Health Association, American Water Works Association, Water Environment Federation, Washington, D.C., USA.

Arora, M. L., Barth, E. F., & Umphres, M. B. (1985). Technology Evaluation of Sequencing Batch Reactors. Water Pollution Control Federation, 57(8), 867–875. https://www.jstor.org/stable/25042721

Baghoth, S. A., Sharma, S. K., & Amy, G. L. (2011). Tracking natural organic matter (NOM) in a drinking water treatment plant using fluorescence excitation–emission matrices and PARAFAC. Water Research, 45(2), 797–809. https://doi.org/10.1016/j.watres.2010.09.005

Bakraoui, M., Karouach, F., Ouhammou, B., Aggour, M., Essamri, A., & el Bari, H. (2020). Biogas production from recycled paper mill wastewater by UASB digester: Optimal and mesophilic conditions. Biotechnology Reports, 25, e00402. https://doi.org/10.1016/j.btre.2019.e00402

Burdige, D. J., Kline, S. W., & Chen, W. (2004). Fluorescent dissolved organic matter in marine sediment pore waters. Marine Chemistry, 89(1–4), 289–311. https://doi.org/10.1016/j.marchem.2004.02.015

Carstea, E. M., Bridgeman, J., Baker, A., & Reynolds, D. M. (2016). Fluorescence spectroscopy for wastewater monitoring: A review. Water Research, 95, 205–219. https://doi.org/10.1016/j.watres.2016.03.021

Chen, W., Westerhoff, P., Leenheer, J. A., & Booksh, K. (2003). Fluorescence Excitation−Emission Matrix Regional Integration to Quantify Spectra for Dissolved Organic

Matter. Environmental Science & Technology, 37(24), 5701–5710. https://doi.org/10.1021/es034354c

Chernicharo, C. A. L., van Lier, J. B., Noyola, A., & Bressani Ribeiro, T. (2015). Anaerobic sewage treatment: state of the art, constraints and challenges. Reviews in Environmental Science and Bio/Technology, 14(4), 649–679. https://doi.org/10.1007/s11157-015-9377-3

Coble, P. G. (1996). Characterization of marine and terrestrial DOM in seawater using excitation-emission matrix spectroscopy. Marine Chemistry, 51(4), 325–346. https://doi.org/10.1016/0304-4203(95)00062-3

Coble, P. G., Lead, J., Baker, A., Reynolds, D. M., & Spencer, R. G. M. (2014). Aquatic Organic Matter Fluorescence (Cambridge Environmental Chemistry Series) (1st ed.). Cambridge University Press.

Cruz-Salomón, A., Meza-Gordillo, R., Rosales-Quintero, A., Ventura-Canseco, C., Lagunas-Rivera, S., & Carrasco-Cervantes, J. (2017). Biogas production from a native beverage vinasse using a modified UASB bioreactor. Fuel, 198, 170–174. https://doi.org/10.1016/j.fuel.2016.11.046

Dong, F., Zhao, Q. B., Zhao, J. B., Sheng, G. P., Tang, Y., Tong, Z. H., Yu, H. Q., Li, Y. Y., & Harada, H. (2010). Monitoring the restart-up of an upflow anaerobic sludge blanket (UASB) reactor for the treatment of a soybean processing wastewater. Bioresource Technology, 101(6), 1722–1726. https://doi.org/10.1016/j.biortech.2009.10.011

Du, Y., Zhang, Y., Chen, F., Chang, Y., & Liu, Z. (2016). Photochemical reactivities of dissolved organic matter (DOM) in a sub-alpine lake revealed by EEM-PARAFAC: An insight into the fate of allochthonous DOM in alpine lakes affected by climate change. Science of The Total Environment, 568, 216–225. https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2016.06.036

Elliott, S., Lead, J. R., & Baker, A. (2006). Characterisation of the fluorescence from freshwater, planktonic bacteria. Water Research, 40(10), 2075–2083. https://doi.org/10.1016/j.watres.2006.03.017

Esparza-Soto, M., Arzate-Archundia, O., Solís-Morelos, C., & Fall, C. (2013). Treatment of a chocolate industry wastewater in a pilot-scale low-temperature UASB reactor operated at short hydraulic and sludge retention time. Water Science and Technology, 67(6), 1353–1361. https://doi.org/10.2166/wst.2013.010

Esparza-Soto, M., Núñez-Hernández, S., & Fall, C. (2011). Spectrometric characterization of effluent organic matter of a sequencing batch reactor operated at three sludge retention times. Water Research, 45(19), 6555–6563. https://doi.org/10.1016/j.watres.2011.09.057

Farajzadehha, S., Mirbagheri, S., Farajzadehha, S., & Shayegan, J. (2012). Lab Scale Study of HRT and OLR Optimization in UASB Reactor for Pretreating Fortified Wastewater in Various Operational Temperatures. APCBEE Procedia, 1, 90–95. https://doi.org/10.1016/j.apcbee.2012.03.016

Guo, X., He, X., Zhang, H., Deng, Y., Chen, L., & Jiang, J. (2012). Characterization of dissolved organic matter extracted from fermentation effluent of swine manure slurry using spectroscopic techniques and parallel factor analysis (PARAFAC). Microchemical Journal, 102, 115–122. https://doi.org/10.1016/j.microc.2011.12.006

Hambly, A., Arvin, E., Pedersen, L. F., Pedersen, P., Seredyńska-Sobecka, B., & Stedmon, C. (2015). Characterising organic matter in recirculating aquaculture systems with fluorescence EEM spectroscopy. Water Research, 83, 112–120. https://doi.org/10.1016/j.watres.2015.06.037

Hansen, A. M., Kraus, T. E. C., Pellerin, B. A., Fleck, J. A., Downing, B. D., & Bergamaschi, B. A. (2016). Optical properties of dissolved organic matter (DOM): Effects of biological and photolytic degradation. Limnology and Oceanography, 61(3), 1015–1032. https://doi.org/10.1002/lno.10270

He, W., & Hur, J. (2015). Conservative behavior of fluorescence EEM-PARAFAC components in resin fractionation processes and its applicability for characterizing dissolved organic matter. Water Research, 83, 217–226. https://doi.org/10.1016/j.watres.2015.06.044

He, X.-S., Xi, B.-D., Wei, Z.-M., Jiang, Y.-H., Yang, Y., An, D., Cao, J.-L., & Liu, H.-L. (2011). Fluorescence excitation–emission matrix spectroscopy with regional integration analysis for characterizing composition and transformation of dissolved organic matter in landfill leachates.

Journal of Hazardous Materials, 190(1–3), 293–299. https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2011.03.047

Helms, J. R., Stubbins, A., Ritchie, J. D., Minor, E. C., Kieber, D. J., & Mopper, K. (2008). Absorption spectral slopes and slope ratios as indicators of molecular weight, source, and photobleaching of chromophoric dissolved organic matter. Limnology and Oceanography, 53(3), 955–969. https://doi.org/10.4319/lo.2008.53.3.0955

Hudson, N., Baker, A., & Reynolds, D. (2007). Fluorescence analysis of dissolved organic matter in natural, waste and polluted waters—a review. River Research and Applications, 23(6), 631–649. https://doi.org/10.1002/rra.1005

Huguet, A., Vacher, L., Relexans, S., Saubusse, S., Froidefond, J. M., & Parlanti, E. (2009). Properties of fluorescent dissolved organic matter in the Gironde Estuary. Organic Geochemistry, 40(6), 706–719. https://doi.org/10.1016/j.orggeochem.2009.03.002

Hur, J., Lee, T.-H., & Lee, B.-M. (2011). Estimating the removal efficiency of refractory dissolved organic matter in wastewater treatment plants using a fluorescence technique. Environmental Technology, 32(16), 1843–1850. https://doi.org/10.1080/09593330.2011.565078

Imai, A., Fukushima, T., Matsushige, K., Kim, Y. H., & Choi, K. (2002). Characterization of dissolved organic matter in effluents from wastewater treatment plants. Water Research, 36(4), 859–870. https://doi.org/10.1016/s0043-1354(01)00283-4

Jarusutthirak, C., & Amy, G. (2006). Role of Soluble Microbial Products (SMP) in Membrane Fouling and Flux Decline. Environmental Science & Technology, 40(3), 969–974. https://doi.org/10.1021/es050987a

Jijai, S., Srisuwan, G., O-thong, S., Ismail, N., & Siripatana, C. (2015). Effect of Granule Sizes on the Performance of Upflow Anaerobic Sludge Blanket (UASB) Reactors for Cassava Wastewater Treatment. Energy Procedia, 79, 90–97. https://doi.org/10.1016/j.egypro.2015.11.482

Khemkhao, M., Nuntakumjorn, B., Techkarnjanaruk, S., & Phalakornkule, C. (2012). Comparative Mesophilic and Thermophilic Anaerobic Digestion of Palm Oil Mill Effluent Using Upflow

Anaerobic Sludge Blanket. Water Environment Research, 84(7), 577–587. https://doi.org/10.2175/106143012x13378023685637

Komatsu, K., Imai, A., & Kawasaki, N. (2018). Comparison between humic-like peaks in excitation-emission matrix spectra and resin-fractionated humic substances in aquatic environments. Limnology, 20(1), 109–120. https://doi.org/10.1007/s10201-018-0555-1

Komatsu, K., Onodera, T., Kohzu, A., Syutsubo, K., & Imai, A. (2020). Characterization of dissolved organic matter in wastewater during aerobic, anaerobic, and anoxic treatment processes by molecular size and fluorescence analyses. Water Research, 171, 115459. https://doi.org/10.1016/j.watres.2019.115459

Korak, J. A., Dotson, A. D., Summers, R. S., & Rosario-Ortiz, F. L. (2014). Critical analysis of commonly used fluorescence metrics to characterize dissolved organic matter. Water Research, 49, 327–338. https://doi.org/10.1016/j.watres.2013.11.025

Korshin, G., Chow, C. W. K., Fabris, R., & Drikas, M. (2009). Absorbance spectroscopy-based examination of effects of coagulation on the reactivity of fractions of natural organic matter with varying apparent molecular weights. Water Research, 43(6), 1541–1548. https://doi.org/10.1016/j.watres.2008.12.041

Korshin, G. V., Li, C. W., & Benjamin, M. M. (1997). Monitoring the properties of natural organic matter through UV spectroscopy: A consistent theory. Water Research, 31(7), 1787–1795. https://doi.org/10.1016/s0043-1354(97)00006-7

Kunacheva, C., & Stuckey, D. C. (2014). Analytical methods for soluble microbial products (SMP) and extracellular polymers (ECP) in wastewater treatment systems: A review. Water Research, 61, 1–18. https://doi.org/10.1016/j.watres.2014.04.044

Lara-Domínguez, F. J. (2018). Calentamiento de un reactor UASB con energía solar para tratar agua contaminada del río Lerma. Doctorado. Universidad Autónoma del Estado de México.

Lettinga, G., & Pol, L. H. (1986). Advanced Reactor Design, Operation and Economy. Water Science and Technology, 18(12), 99–108. https://doi.org/10.2166/wst.1986.0166

Li, W.-H., Sheng, G.-P., Liu, X.-W., & Yu, H.-Q. (2008). Characterizing the extracellular and intracellular fluorescent products of activated sludge in a sequencing batch reactor. Water Research, 42(12), 3173–3181. https://doi.org/10.1016/j.watres.2008.03.010

Luo, K., Yang, Q., Li, X. M., Chen, H. B., Liu, X., Yang, G. J., & Zeng, G. M. (2013). Novel insights into enzymatic-enhanced anaerobic digestion of waste activated sludge by three-dimensional excitation and emission matrix fluorescence spectroscopy. Chemosphere, 91(5), 579–585. https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2012.12.002

Mahmoud, N., Zeeman, G., Gijzen, H., & Lettinga, G. (2004). Anaerobic stabilisation and conversion of biopolymers in primary sludge—effect of temperature and sludge retention time. Water Research, 38(4), 983–991. https://doi.org/10.1016/j.watres.2003.10.016

Mannucci, A., Munz, G., Mori, G., & Lubello, C. (2010). Anaerobic treatment of vegetable tannery wastewaters: A review. Desalination, 264(1–2), 1–8. https://doi.org/10.1016/j.desal.2010.07.021

Maqbool, T., Cho, J., & Hur, J. (2017). Spectroscopic descriptors for dynamic changes of soluble microbial products from activated sludge at different biomass growth phases under prolonged starvation. Water Research, 123, 751–760. https://doi.org/10.1016/j.watres.2017.07.033

Meng, F., Huang, G., Yang, X., Li, Z., Li, J., Cao, J., Wang, Z., & Sun, L. (2013). Identifying the sources and fate of anthropogenically impacted dissolved organic matter (DOM) in urbanized rivers. Water Research, 47(14), 5027–5039. https://doi.org/10.1016/j.watres.2013.05.043

Metcalf & Eddy, Inc., Tchobanoglous, G., Stensel, H., Tsuchihashi, R., & Burton, F. (2013). Wastewater Engineering: Treatment and Resource Recovery (5th ed.). McGraw-Hill Education.

Mier-Quiroga, M. (2016). Mejoramiento de la sedimentación de un lodo activado mediante la adición de magnesio. Toluca, CIRA: Universidad Autónoma del Estado de México

Moawad, A., Mahmoud, U., El-Khateeb, M., & El-Molla, E. (2009). Coupling of sequencing batch reactor and UASB reactor for domestic wastewater treatment. Desalination, 242(1–3), 325–335. https://doi.org/10.1016/j.desal.2008.05.011

Morales Benavides, G.R. (2014). *Evaluación de la Estabilidad de un sistema de Lodos Activados mediante Indicadores Fisicoquímicos y Biológicos* [Tesis de licenciatura, Centro de Ciencias ambientales], Universidad de Concepción.

Murthy, S. N., & Novak, J. T. (2001). Influence of Cations on Activated-Sludge Effluent Quality. Water Environment Research, 73(1), 30–36. https://doi.org/10.2175/106143001x138651

Musikavong, C., & Wattanachira, S. (2007). Reduction of dissolved organic matter in terms of DOC, UV-254, SUVA and THMFP in industrial estate wastewater treated by stabilization ponds. Environmental Monitoring and Assessment, 134(1–3), 489–497. https://doi.org/10.1007/s10661-007-9639-9

Ramalho, R. S. (2012). Introduction to Wastewater Treatment Processes. Academic Press.

Rico, C., Montes, J. A., & Rico, J. L. (2017). Evaluation of different types of anaerobic seed sludge for the high rate anaerobic digestion of pig slurry in UASB reactors. Bioresource Technology, 238, 147–156. https://doi.org/10.1016/j.biortech.2017.04.014

Rittmann, B., & McCarty, P. (2000). Environmental Biotechnology: Principles and Applications (1st ed.). McGraw-Hill Science/Engineering/Math.

Rizvi, H., Ahmad, N., Abbas, F., Bukhari, I. H., Yasar, A., Ali, S., Yasmeen, T., & Riaz, M. (2015). Start-up of UASB reactors treating municipal wastewater and effect of temperature/sludge age and hydraulic retention time (HRT) on its performance. Arabian Journal of Chemistry, 8(6), 780–786. https://doi.org/10.1016/j.arabjc.2013.12.016

Rodríguez-Vidal, F. J., García-Valverde, M., Ortega-Azabache, B., González-Martínez, N., & Bellido-Fernández, A. (2020). Characterization of urban and industrial wastewaters using excitation-emission matrix (EEM) fluorescence: Searching for specific fingerprints. Journal of Environmental Management, 263, 110396. https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2020.110396

Rodríguez-Vidal, F. J., García-Valverde, M., Ortega-Azabache, B., González-Martínez, N., & Bellido-Fernández, A. (2021). Using excitation-emission matrix fluorescence to evaluate the

performance of water treatment plants for dissolved organic matter removal. Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy, 249, 119298. https://doi.org/10.1016/j.saa.2020.119298

Sgroi, M., Roccaro, P., Korshin, G. V., Greco, V., Sciuto, S., Anumol, T., Snyder, S. A., & Vagliasindi, F. G. (2017). Use of fluorescence EEM to monitor the removal of emerging contaminants in full scale wastewater treatment plants. Journal of Hazardous Materials, 323, 367–376. https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2016.05.035

Sheng, G. P., & Yu, H. Q. (2006). Characterization of extracellular polymeric substances of aerobic and anaerobic sludge using three-dimensional excitation and emission matrix fluorescence spectroscopy. Water Research, 40(6), 1233–1239. https://doi.org/10.1016/j.watres.2006.01.023

Song, F., Wu, F., Feng, W., Liu, S., He, J., Li, T., Zhang, J., Wu, A., Amarasiriwardena, D., Xing, B., & Bai, Y. (2019). Depth-dependent variations of dissolved organic matter composition and humification in a plateau lake using fluorescence spectroscopy. Chemosphere, 225, 507–516. https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2019.03.089

Tawfik, A., Sobhey, M., & Badawy, M. (2008). Treatment of a combined dairy and domestic wastewater in an up-flow anaerobic sludge blanket (UASB) reactor followed by activated sludge (AS system). Desalination, 227(1–3), 167–177. https://doi.org/10.1016/j.desal.2007.06.023

Traina, S. J., Novak, J., & Smeck, N. E. (1990). An Ultraviolet Absorbance Method of Estimating the Percent Aromatic Carbon Content of Humic Acids. Journal of Environmental Quality, 19(1), 151–153. https://doi.org/10.2134/jeq1990.00472425001900010023x

Uddin, M., Rahman, M., Taweekun, J., Techato, K., Mofijur, M., & Rasul, M. (2019). Enhancement of biogas generation in up-flow sludge blanket (UASB) bioreactor from palm oil mill effluent (POME). Energy Procedia, 160, 670–676. https://doi.org/10.1016/j.egypro.2019.02.220

van Lier, J., van der Zee, F., Tan, N., Rebac, S., & Kleerebezem, R. (2001). Advances in high rate anaerobic treatment: staging of reactor systems. Water Science and Technology, 44(8), 15–25. https://doi.org/10.2166/wst.2001.0454

Ventura-Cruz, S., Fall, C., & Esparza-Soto, M. (2014). Caracterización de la materia orgánica en el efluente de un reactor nitrificante utilizando espectroscopia de fluorescencia. Revista Mexicana de Ingeniería Química, 13(1), 279–289.

Wang, L. F., He, D. Q., Tong, Z. H., Li, W. W., & Yu, H. Q. (2014). Characterization of dewatering process of activated sludge assisted by cationic surfactants. Biochemical Engineering Journal, 91, 174–178. https://doi.org/10.1016/j.bej.2014.08.008

Wang, X., Zhang, F., Kung, H. T., Ghulam, A., Trumbo, A. L., Yang, J., Ren, Y., & Jing, Y. (2017). Evaluation and estimation of surface water quality in an arid region based on EEM-PARAFAC and 3D fluorescence spectral index: A case study of the Ebinur Lake Watershed, China. CATENA, 155, 62–74. https://doi.org/10.1016/j.catena.2017.03.006

Wang, Z., Wu, Z., & Tang, S. (2009). Characterization of dissolved organic matter in a submerged membrane bioreactor by using three-dimensional excitation and emission matrix fluorescence spectroscopy. Water Research, 43(6), 1533–1540. https://doi.org/10.1016/j.watres.2008.12.033

Weishaar, J. L., Aiken, G. R., Bergamaschi, B. A., Fram, M. S., Fujii, R., & Mopper, K. (2003). Evaluation of Specific Ultraviolet Absorbance as an Indicator of the Chemical Composition and Reactivity of Dissolved Organic Carbon. Environmental Science & Technology, 37(20), 4702–4708. https://doi.org/10.1021/es030360x

Wu, J., Zhang, H., He, P.-J., & Shao, L.-M. (2011). Insight into the heavy metal binding potential of dissolved organic matter in MSW leachate using EEM quenching combined with PARAFAC analysis. Water Research, 45(4), 1711–1719. https://doi.org/10.1016/j.watres.2010.11.022

Yang, L., Zhuang, W.-E., Chen, C.-T. A., Wang, B.-J., & Kuo, F.-W. (2017). Unveiling the transformation and bioavailability of dissolved organic matter in contrasting hydrothermal vents using fluorescence EEM-PARAFAC. Water Research, 111, 195–203. https://doi.org/10.1016/j.watres.2017.01.001

Yu, H., Qu, F., Sun, L., Liang, H., Han, Z., Chang, H., Shao, S., & Li, G. (2015). Relationship between soluble microbial products (SMP) and effluent organic matter (EfOM): Characterized by

fluorescence excitation emission matrix coupled with parallel factor analysis. Chemosphere, 121, 101–109. https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2014.11.037

Zhang, Y., Yin, Y., Feng, L., Zhu, G., Shi, Z., Liu, X., & Zhang, Y. (2011). Characterizing chromophoric dissolved organic matter in Lake Tianmuhu and its catchment basin using excitation-emission matrix fluorescence and parallel factor analysis. Water Research, 45(16), 5110–5122. https://doi.org/10.1016/j.watres.2011.07.014

Zhang, Z., Guo, L., Wang, Y., Li, F., Zhao, Y., Gao, M., & She, Z. (2017). Degradation and transformation of extracellular polymeric substances (EPS) and dissolved organic matters (DOM) during two-stage anaerobic digestion with waste sludge. International Journal of Hydrogen Energy, 42(15), 9619–9629. https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2017.02.201

Zheng, W., Lü, F., Phoungthong, K., & He, P. (2014). Relationship between anaerobic digestion of biodegradable solid waste and spectral characteristics of the derived liquid digestate. Bioresource Technology, 161, 69–77. https://doi.org/10.1016/j.biortech.2014.03.016

Zsolnay, A., Baigar, E., Jimenez, M., Steinweg, B., & Saccomandi, F. (1999). Differentiating with fluorescence spectroscopy the sources of dissolved organic matter in soils subjected to drying. Chemosphere, 38(1), 45–50. https://doi.org/10.1016/s0045-6535(98)00166-0

## 9. Producción Académica

### Artículo de divulgación científica

Título: *Monitoreo de la materia orgánica disuelta de un reactor biológico secuencial de lodo activado a través de espectroscopía de fluorescencia*

Revista del Centro de Investigación de la Universidad La Salle

Vol. 13, No. 49, enero-junio 2018: 91-103

DOI : https://doi.org/10.26457/recein.v13i49.1740

### Colaboración en artículos científicos

**Un agradecimiento a: Sergio Alcaraz Ibarra, Mario Esparza Soto y Mercedes Lucero Chávez por permitirme colaborar con un trabajo de investigación para la publicación del artículo científico:**

Título: Treatment of chocolate-processing industry wastewater in a low-temperature pilot-scale UASB: Reactor performance and in-situ biogas use for bioenergy recovery.

Revista: Biomass and Bioenergy, 142, 105786.

DOI: https://doi.org/10.1016/j.biombioe.2020.105786

**Un agradecimiento a: Luis Antonio Castillo-Suárez, Ivonne Linares-Hernández, Verónica Martínez-Miranda, y Mario Esparza-Soto por permitirme colaborar con un trabajo de investigación para la publicación del artículo científico:**

Título: Biodegradability index enhancement of landfill leachates using a Solar Galvanic-Fenton and Galvanic-Fenton system coupled to an anaerobic–aerobic bioreactor

Revista: *Solar Energy*, *188*, 989–1001.

DOI: https://doi.org/10.1016/j.solener.2019.07.010

**Un agradecimiento a: Perla Carmona Carmona, Ivonne Linares Hernández, Alejandra Teutli Sequeira, Boris López Rebollar, Carolina Álvarez-Bastida, Guadalupe Vázquez Mejía y Verónica Martínez Miranda por permitirme colaborar con un trabajo de investigación para la publicación del artículo científico:**

Título: Industrial wastewater treatment using magnesium electrocoagulation in batch and continuous mode

Revista: Journal of Environmental Science and Health, Part A, 56(3), 269–288.

https://doi.org/10.1080/10934529.2020.1868823

**Un agradecimiento a: Cristina Morales Figueroa, Alejandra Teutli Sequeira, Ivonne Linares Hernández, Verónica Martínez Miranda, Laura Garduño Pineda, Carlos Barrera Díaz y Marco A. García Morales por permitirme colaborar con un trabajo de investigación para la publicación del artículo científico:**

Título: Phosphate removal from food industry wastewater by chemical precipitation treatment with biocalcium eggshell

Revista: Journal of Environmental Science and Health, Part A, 1–17.

https://doi.org/10.1080/10934529.2021.1895591

**Congresos y Talleres**

**1er Coloquio de investigación en ingeniería y 10° Curso-Taller Temas actuales en Ciencias del Agua. Octubre 2018**

Tema: Digestión Anaerobia de residuos sólidos orgánicos de cocina: cuantificación del valor calorífico del biogás y metano producido

**1er Coloquio de investigación en ingeniería y 10° Curso-Taller Temas actuales en Ciencias del Agua. Octubre 2018**

Tema: Monitoreo de la MOD de un Reactor Secuencial Batch de lodos activados a través de espectroscopía de fluorescencia

**Bienal estudiantil de ciencias y tecnología 2018**

Tema: Digestión anaerobia de residuos sólidos orgánicos de cocina para la producción de energía sustentable

**XL encuentro nacional de la AMIDIQ – Mayo 2019**

Tema: Cuantificación del valor calorífico del biogás producido durante la digestión anaerobia de residuos sólidos orgánicos de cocina

**IWC 16th World Conference on Anaerobic Digestion 23-27 June 2019, The Netherlands**

Tema: Developing low-cost psychrophilic anaerobic digesters of food waste and sewage sludge at ahousehold scale

**IWC 16th World Conference on Anaerobic Digestion 23-27 June 2019, The Netherlands**

Tema: Codigestion of solid organic kitchen waste and waste activated sludge at low temperature: calorific value of biogas and methane

**IWA 9th International Young Water Professionals Conference Toronto, Canada – June 2019**

Tema: What happens to organic matter within a biological wastewater treatment reactor?

**2° Coloquio de investigación en ingeniería y 11° Curso-Taller Temas actuales en Ciencias del Agua. Noviembre 2019**

Tema: Identificación de productos microbianos solubles en un reactor biológico secuencial de lodo activado a través de espectroscopía de fluorescencia

**VI Encuentro de Estudiantes de Posgrado de Agua en México - Julio 2020**

Tema: Productos microbianos solubles en un reactor SBR-LA y un reactor UASB

**Latin American Meeting on Anaerobic Digestion - November 2020**

Tema: Influence of the performance of a UASB reactor on the spectrometric properties of dissolved organic matter

**Concurso póster y video en conmemoración del día mundial del agua 2021: La valoración del agua. IITCA - UANL**

Tema: Relación de iones monovalentes y divalentes para la optimización de la sedimentación de lodos activados

Universidad Autónoma del Estado de México

FACULTAD DE INGENIERÍA

CIRA

COMECYT

# La Universidad Autónoma del Estado de México

a través de la

## Facultad de Ingeniería

otorga la presente

## Constancia a:

## Mario Esparza Soto, Jessica Nataly Resendiz Hernández, Sergio Alcaraz Ibarra, Miroslava De Los Ángeles Mier Quiroga y Cheikh Fall

por su participación como ponente con el trabajo:

## *Digestión anaerobia de residuos sólidos orgánicos de cocina: cuantificación del valor calorífico del biogás y metano producido*

en el Primera Edición del Coloquio de investigación en Ingeniería y el 10° Curso-Taller "*Temas actuales en ciencia del agua*", con la temática "Aplicaciones de la Ingeniería a problemas actuales"

Realizado del 24 al 26 de octubre de 2018, en la ciudad de Toluca, Estado de México,

Dra. María Dolores Durán García
Directora de la Facultad de Ingeniería

FACULTAD DE INGENIERÍA

Dr. en I. Daury García Pulido
Coordinador del Centro Interamericano de Recursos del Agua

*"2018, Año del 190 Aniversario de la Universidad Autónoma del Estado de México"*

Universidad Autónoma del Estado de México

FACULTAD DE INGENIERÍA

CIRA

COMECYT

a través de la

**Facultad de Ingeniería**

otorga la presente

**Constancia a:**

**Miroslava De Los Angeles Mier Quiroga, Mario Esparza Soto y Mercedes Lucero Chávez**

por su participación como ponente con el trabajo:

***Monitoreo de la materia orgánica disuelta de un reactor secuencial bach de lodos activados a través de espectroscopía de fluorescencia***

en el Primera Edición del Coloquio de investigación en Ingeniería y el 10° Curso-Taller "*Temas actuales en ciencia del agua*", con la temática "Aplicaciones de la Ingeniería a problemas actuales"

Realizado del 24 al 26 de octubre de 2018, en la ciudad de Toluca, Estado de México, México.

**Dra. María Dolores Durán García**
**Directora de la Facultad de Ingeniería**

FACULTAD DE INGENIERÍA
U. A. E. M.

**Dr. en I. Daury García Pulido**
**Coordinador del Centro Interamericano de Recursos del Agua**

*"2018, Año del 190 Aniversario de la Universidad Autónoma del Estado de México"*

Universidad Autónoma
del Estado de México

**La Secretaría de Investigación y Estudios Avanzados**

Otorga la presente

# Constancia

a

## Miroslava De Los Ángeles Mier Quiroga

Por su participación en la Bienal Estudiantil de Ciencias y Tecnología, 2018.

Toluca, Estado de México, 23 de noviembre de 2018.

PATRIA, CIENCIA Y TRABAJO
*"2018, Año del 190 Aniversario de la Universidad Autónoma del Estado de México"*

Dr. en C. I. Amb. Carlos Eduardo Barrera Díaz
**Secretario de Investigación y Estudios Avanzados**

SIEA

AMIDIQ
Academia Mexicana de Investigación y Docencia en Ingeniería Química A.C.
La Academia Mexicana de Investigación y Docencia en Ingeniería Química (AMIDIQ)
XL ENCUENTRO NACIONAL DE LA AMIDIQ
40
Retos de la ingeniería química para el desarrollo nacional
Otorga el presente
RECONOCIMIENTO
a:
Mario Esparza Soto, Sergio Alcaraz Ibarra, Miroslava de los Ángeles Mier Quiroga, Mercedes Lucero Chávez, Cheikh Fall
Por la presentación del trabajo:
CUANTIFICACIÓN DEL VALOR CALORÍFICO DEL BIOGÁS PRODUCIDO DURANTE LA DIGESTIÓN ANAEROBIA DE RESIDUOS SÓLIDOS ORGÁNICOS DE COCINA
ID: 1018
Dr. Miguel Ángel Morales Cabrera
PRESIDENTE DEL AMIDIQ Y DEL COMITÉ ORGANIZADOR
Dr. Tomás Viveros García
PRESIDENTE DEL COMITÉ TÉCNICO
Huatulco, Oaxaca, México 7 al 10 de Mayo de 2019

16TH IWA World Conference on Anaerobic Digestion

Accelerating natural cycles with anaerobic digestion

From: **IWC International Water Conferences**
Koningskade 40
2596 AA The Hague
The Netherlands

Mario Esparza Soto
Sergio Alcaraz Ibarra
María de los Ángeles Mier Quiroga
Mercedes Lucero Chávez
Cheikh Fall
Instituto Interamericano de Tecnología y Ciencias del Agua, Universidad Autónoma del Estado de México
Carretera Toluca-Atlacomulco km 14.5, Unidad San Cayetano
Toluca, Estado de México. C.P. 50200. México

Subject: **Certificate of poster presentation**

*IWC - 16th World Conference on Anaerobic Digestion 23-27 June 2019, The Netherlands, Sunday June 23, 2019 - Thursday June 27, 2019*

The Hague, 2019 July 2th

To whom it may concern:

On behalf of the Royal Netherlands Water Network (KNW) / IWC International Water Conferences, Delft University of Technology and the Ghent University, we hereby confirm you attend the 16th World Conference on Anaerobic Digestion in Delft, The Netherlands, 23 – 27 June 2019. The poster prsentation was a highly successful and exciting event and we werehonored with your presence at this event.

Title of your poster presentation during the conference:

Codigestion of solid organic kitchen waste and waste activated sludge at low temperature: calorific value of biogas and methane.

With kind regards,

Drs M.M. Bekkenutte
Royal Netherlands Water Network

16TH IWA World Conference on Anaerobic Digestion

Accelerating natural cycles with anaerobic digestion

From: **IWC International Water Conferences**
Koningskade 40
2596 AA The Hague
The Netherlands

SERGIO ALCARAZ IBARRA
MARIO ESPARZA SOTO
MERCEDES LUCERO CHAVEZ
MIROSLAVA DE LOS ANGELES MIER QUIROGA
MARIA DEL CARMEN JIMENEZ MOLEON
INSTITUTO INTERAMERICANO DE TECNOLOGIA Y CIENCIAS DEL AGUA, UNIVERSIDAD AUTONOMA DEL ESTADO DE MEXICO
CARRETERA TOLUCA – ATLACOMULCO KM. 14.5, UNIDAD SAN CAYETANO
TOLUCA, ESTADO DE MEXICO. C.P. 50200. MEXICO

Subject: **Certificate of poster presentation**

*IWC - 16th World Conference on Anaerobic Digestion 23-27 June 2019, The Netherlands, Sunday June 23, 2019 - Thursday June 27, 2019*

The Hague, 2019 July 2th

To whom it may concern:

On behalf of the Royal Netherlands Water Network (KNW) / IWC International Water Conferences, Delft University of Technology and the Ghent University, we hereby confirm you attend the 16th World Conference on Anaerobic Digestion in Delft, The Netherlands, 23 – 27 June 2019. The conference was a highly successful and exciting event and we werehonored with your presence at this event.

Title of your poster presentation during the conference:

Developing low-cost psychrophilic anaerobic digesters of food waste and sewage sludge at a household scale

With kind regards,

Drs M.M. Bekkenutte
Royal Netherlands Water Network

# IWA Young Water Professionals International Conference

23 - 27 June 2019 - Toronto, Canada

the international water association

**Miroslava Mier Quiroga**

Universidad Autónoma del Estado de México

Attended and participated in the 9th International Young Water Professionals Conference
Toronto, Canada, 23 – 27 June 2019

| Diane d'Arras | Kala Vairavamoorthy | Chris DeGroot |
|---|---|---|
| IWA President | IWA Executive Director | Chair Programme Committee |

inspiring change

La Facultad de Ingeniería y el Instituto
Interamericano de Tecnología y Ciencias del Agua
otorgan la presente

# CONSTANCIA

a:

**Miroslava de Los Angeles Mier Quiroga, Mario Esparza Soto y Mercedes Lucero Chávez**

Por su participación como ponente(s) de la presentación titulada "Identificación de productos microbianos solubles en un reactor biológico secuencial de lodo activado a través de espectroscopía de fluorescencia", en el marco del 2º Coloquio de Investigación en Ingeniería y 11º Curso-Taller "Temas actuales en Ciencias del Agua", el cual tuvo lugar dentro de las instalaciones de este Organismo Académico, del 27 al 29 de noviembre [illegible]

"PATRIA, CIENCIA Y TRABAJO"

FACULTAD DE INGENIERÍA

Ma. Dolores Durán Cerón
**DIRECTORA DE LA FACULTAD DE INGENIERIA**

INSTITUTO INTERAMERICANO DE TECNOLOGÍA Y CIENCIAS DEL AGUA IITCA

Dr. Daury García Pulido
**ENCARGADO DEL DESPACHO DE LA DIRECCIÓN DE IITCA**

AUTÓNOMA UAEM 75° ANIVERSARIO

Universidad Autónoma del Estado de México
El Instituto Interamericano de Tecnología y Ciencias del Agua

Otorga la presente

# Constancia

a

## *Míroslava Míer Quíroga*

Por su participación como ponente en el VI Encuentro de Estudiantes de Posgrado de Agua en México, celebrado los días 8, 9 y 10 de julio del presente año.

Toluca, Estado de México; Julio 2020
Patria, Ciencia y Trabajo
"2020, Año del 25 Aniversario de los Estudios de Doctorado de la UAEM"

INSTITUTO INTERAMERICANO DE TECNOLOGÍA Y CIENCIAS DEL AGUA IITCA

**DR. DAURY GARCÍA PULIDO**
**ENCARGADO DEL DESPACHO DE LA DIRECCIÓN**

**DR. MIGUEL ÁNGEL GÓMEZ ALBORES**
**COORDINADOR DE ESTUDIOS AVANZADOS**

IITCA Instituto Interamericano de Tecnología y Ciencias del Agua
El Colegio de la Frontera Norte
El Colegio de San Luis
REMERH
Cap-Net UNDP

# Certificate of Attendance

Hereby we state that

## Miroslava de los Angeles Mier

Attended to the

**Latin American Meetings on Anaerobic Digestion (Four Sessions)**

Adalberto Noyola
Chair Organizing Committee

Uruguay, Brazil, Chile & Mexico, 22, 29 October & 5, 12 November 2020

El Instituto Interamericano de Tecnología y Ciencias del Agua de la UAEMex y
El Instituto de Ingeniería Civil de la Facultad de Ingeniería Civil de la UANL

Otorgan el presente

# RECONOCIMIENTO

a

## MIROSLAVA DE LOS ANGELES MIER QUIROGA

Por su participación en el concurso de poster y video corto organizado por los Cuerpos Académicos de ambas instituciones en conmemoración del **Día Mundial del Agua 2021: La Valoración del Agua.**
Efectuado a través de la plataforma Microsoft TEAMS el día 19 de marzo del 2021.

**Dr. Daury García Pulido**
*Encargado del Despacho de la Dirección del IITCA-UAEMex*

Cuerpos académicos IITCA-UAEMex
UAEM-CA-19 Hidrología
UAEM-CA-21 Gestión Integrada del Agua
UAEM-CA-20 Tratamiento de Aguas y Control de la Contaminación
UAEM-CA-253 Tecnodesarrollo en Ciencias del Agua

**Dr. Ricardo González Alcorta**
*Director de la Facultad de Ingeniería Civil de la UANL*

Cuerpos académicosFIC-UANL
UANL-CA-080 Ciencias del Agua
UANL-CA-224 Desarrollo de Materiales Ambientales
UANL-CA-335 Geoingeniería Ambiental