



UNIVERSIDAD NACIONAL
AUTÓNOMA DE
MÉXICO

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

**PROGRAMA DE MAESTRIA Y DOCTORADO EN
INGENIERIA**

INSTITUTO DE INGENIERIA

**INFLUENCIA DEL TIEMPO DE RETENCION
HIDRAULICA EN EL DESEMPEÑO Y
TAPONAMIENTO DE UN REACTOR UASB
ACOPLADO A UNA MEMBRANA EXTERNA DE
ULTRAFILTRACION**

T E S I S

QUE PARA OPTAR POR EL GRADO DE:

DOCTOR EN INGENIERIA

AMBIENTAL - AGUA

P R E S E N T A :

MONICA LILIANA SALAZAR PELAEZ

TUTOR:

DR. ADALBERTO NOYOLA ROBLES

2011



JURADO ASIGNADO:

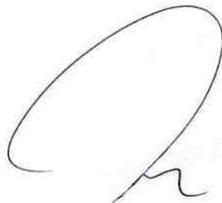
Presidente: DR.GERMÁN BUITRÓN MENDEZ
Secretario: DR. GERMÁN CUEVAS RODRÍGUEZ
Vocal: DR. ADALBERTO NOYOLA ROBLES
1^{er}. Suplente: DR. ALFONSO DURÁN MORENO
2^{do}. Suplente: DRA. PETIA MIJAYLOVA NACHEVA

Lugar donde se realizó la tesis:

INSTITUTO DE INGENIERÍA DE LA
UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA
DE MÉXICO. MÉXICO D.F.

TUTOR DE TESIS:

DR. ADALBERTO NOYOLA ROBLES



FIRMA

A mi flaco...

*“El camino no ha sido fácil,
sin embargo la esperanza,
los sueños e ilusiones nunca
han dejado de estar presentes”*

*“Sólo cuando escuchas el latido
de tu corazón, encontrarás entre
su ritmo y el silencio la razón”*

Soraya

AGRADECIMIENTOS

A la Coordinación de Estudios de Posgrado de la Universidad Nacional Autónoma de México por concederme una beca de estudios para cursar este doctorado.

Al Instituto de Ingeniería de la Universidad Nacional Autónoma de México (Proyecto 8334) y al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (proyecto 083679) por prestar apoyo económico para el desarrollo de esta tesis

A la Dra. Ángela María Segura de la Universidad CES (Colombia) por su ayuda con el análisis estadístico de esta tesis.

Al Dr. Eduardo Vivaldo Lima de la Facultad de Química (UNAM) por su colaboración con las mediciones de distribución de tamaño de partícula.

A la Dra. Concepción Arenas del Centro de Física Aplicada y Tecnología Avanzada (CFATA. UNAM) por su colaboración con la microscopía electrónica y análisis de EDX.

A todos aquellos que de una u otra forma contribuyeron al desarrollo de esta tesis.

RESUMEN

El objetivo de esta tesis doctoral fue evaluar la influencia del tiempo de retención hidráulica (TRH) de un reactor UASB acoplado a una membrana externa de ultrafiltración en su desempeño y en el taponamiento observado en la membrana; y, además, se investigaron algunos factores (tiempo de operación, tiempo de limpieza y la sustancia química) que influyen en la eficiencia de la limpieza de las membranas, basada en el análisis del taponamiento.

Inicialmente se llevaron a cabo experimentos a escala laboratorio, en los cuales el reactor UASB (12.5 L) fue alimentado con agua residual sintética y operado bajo tres diferentes TRH: 4, 8 y 12 horas; esta fase experimental fue dividida en dos bloques: en el primero no se agregó fósforo al agua residual sintética; mientras que en el segundo se añadió este nutriente en una concentración de 12 mg/L. Posteriormente, se trabajó a escala piloto y el reactor UASB (700 L) fue alimentado con agua residual cruda de la Planta de Tratamiento de Aguas Residuales de Ciudad Universitaria y operado bajo los mismos TRH estudiados a escala laboratorio. Por último, se analizaron algunos parámetros de importancia (tiempo de operación y tiempo de limpieza de las membranas así como la sustancia química empleada) en la eficiencia de las operaciones de limpieza de las membranas, en experimentos a escala laboratorio y piloto. Tanto a escala laboratorio como a escala piloto el desempeño del reactor UASB acoplado a la membrana externa fue evaluado mediante análisis físico-químicos de rutina, mientras que el taponamiento fue analizado teniendo en cuenta la concentración y composición de sustancias orgánicas (tales como los productos microbianos solubles -PMS- y las sustancias poliméricas extracelulares -SPE- y sus respectivos componentes); así como algunas sustancias inorgánicas (tales como estruvita y calcio). También se evaluó la distribución de tamaño de las partículas del rechazo y la propensión al taponamiento del efluente del reactor UASB a través de parámetros tales como la tasa de taponamiento, el volumen de permeado producido, el índice de taponamiento y la resistencia de la capa taponante obtenidos para cada TRH estudiado. Por último, se efectuaron autopsias a las membranas empleadas.

Los resultados obtenidos evidenciaron que la reducción del TRH tiene un efecto adverso sobre el desempeño del reactor UASB y la membrana acoplada, al encontrarse una mayor concentración de PMS y SPE, así como una mayor cantidad de material particulado en el efluente del reactor UASB cuando éste fue operado bajo el TRH más corto estudiado (4 horas); lo que finalmente aumentó la

concentración de sólidos y DQO tanto en el efluente del reactor UASB como en el permeado, debido probablemente al aumento de las fuerzas cortantes al interior del reactor con el acortamiento del TRH. El análisis de las sustancias de origen inorgánico permitió concluir que aunque los componentes de la estruvita (Mg, N y P) estuvieron presentes en el efluente del reactor UASB, ésta no se precipitó sobre la membrana dadas las bajas concentraciones de sus componentes tanto en el agua residual doméstica como en el efluente del reactor UASB. La influencia del TRH sobre la distribución de tamaño de partícula no pudo ser totalmente esclarecida, aunque se encontró que la disminución del tamaño medio de las partículas con el transcurso del tiempo pudo ser producto tanto del efecto abrasivo de la bomba de recirculación del rechazo así como de la disminución en el TRH. La evaluación a la propensión del taponamiento permitió establecer que bajo el TRH de 4 horas ésta fue fuertemente incrementada, debido probablemente a la mayor concentración de sustancias orgánicas solubles a este TRH. Es así como se sugiere operar el reactor UASB bajo el TRH de 8 horas con el fin de controlar el potencial taponante de las sustancias orgánicas solubles.

Las autopsias de las membranas revelaron que la capa taponante estaba constituida en su mayoría por material orgánico y, además, se observó que el TRH no influenció la densidad, estructura o composición de la misma, puesto que estos parámetros son gobernados primordialmente por la presión transmembrana, el flux y la velocidad tangencial, los cuales fueron mantenidos constantes durante todo el experimento.

El estudio de los parámetros de importancia en la eficiencia de las operaciones de limpieza demostró que el parámetro más importante en la eficiencia del proceso de limpieza (y por ende, en la recuperación del flux) fue la sustancia limpiadora escogida, aunque se observó que, inclusive con la sustancia limpiadora que arrojó los mejores resultados (NaOCl), con el transcurso del tiempo se desarrolló una capa taponante irremovible compuesta principalmente por material de origen orgánico.

ABSTRACT

The purpose of this doctoral thesis was to evaluate the influence of hydraulic retention time (HRT) of a UASB reactor coupled with an external ultrafiltration membrane on its performance and fouling; and, also, there were investigated some operational parameters (operation time, cleaning time and chemical substance) which influence membrane cleaning efficiency, based on fouling analysis.

Initially, there were carried out experiments at lab scale, in which the UASB reactor (12 L) was fed with synthetic wastewater and operated under three different HRTs: 4, 8 and 12 hours; this experimental phase was divided into two blocks: in the first one no phosphorus was added to the synthetic wastewater, whereas in the second block this nutrient was added (12 mg/L). Subsequently, experiments were carried out at pilot scale and the UASB reactor (700 L) was fed with raw wastewater from Ciudad Universitaria Wastewater Treatment Plant and operated under the same three HRTs studied at lab scale. Finally, there were studied some operational parameters (operation time, cleaning time and chemical substance) which influence membrane cleaning efficiency. At lab scale as well as at pilot scale, there were analyzed some physicochemical parameters in addition to SMP, EPS and inorganic substances analysis in order to evaluate system performance and fouling. Also, it was evaluated fouling propensity in UASB effluent by analyzing the fouling rate, the volume of permeate, the specific cake resistance for each HRT studied and membrane autopsies were carried out and particle size distribution was analyzed in retentate.

Results showed that HRT reduction had an adverse effect in UASB reactor coupled with an external ultrafiltration membrane performance, since at the lowest HRT it was found the highest concentration of SMP and EPS, as well as a higher quantity of particulate material in UASB effluent which, consequently, raised solids and COD concentrations in both UASB effluent and permeate, due to the increase in OLR and in shear forces inside the reactor which promoted higher substrate utilization rates, higher UAP production, particle disaggregation and EPS release. Inorganic substances analysis revealed that, although struvite components (Mg, N and P) were present in UASB effluent, it did not precipitate on membrane surface as a consequence of the low concentrations of its components in wastewater. HRT influence on distribution particle size was not clarified, though it was found that the particle size diminution with the course of time could be

consequence of both abrasive effect of pumping and HRT diminution. Evaluation of fouling propensity allowed establishing that under HRT of 4 hours, membrane fouling was sharply increased due to the higher soluble organic substances concentration that was found under this HRT. Based on these results, it is suggested to operate UASB reactor under HRT of 8 hours in order to control membrane fouling and the adverse effects of a higher production of soluble organics at shorter HRTs.

Membrane autopsies revealed that fouling cake was constituted mainly by organic material, and, besides, HRT did not affect its density, structure or composition since its formation is governed by PTM, flux and cross-flow velocity.

Study of membrane operation time, membrane cleaning time and chemical substance demonstrated that the later is the most important parameter in membrane cleaning efficiency, and subsequently, in flux recovery; though it was observed that, even with the optimal parameters, with the course of time it was developed an irremovable fouling cake, which was mainly composed by organic material.

ÍNDICE

| | Pág. |
|---|-------------|
| 1. Introducción | 1 |
| 2. Antecedentes | 3 |
| 2.1. Proceso de digestión anaerobia | 3 |
| 2.1.1. Hidrólisis | 3 |
| 2.1.2. Acidogénesis | 3 |
| 2.1.3. Acetogénesis | 3 |
| 2.1.4. Metanogénesis | 4 |
| 2.2. El Reactor UASB | 4 |
| 2.3. Filtración a través de membranas | 7 |
| 2.3.1. Características principales | 7 |
| 2.3.2. Tipos de módulos de membranas operadas a presión | 8 |
| 2.4. Ecuaciones fundamentales de la filtración | 11 |
| 2.5. Definición de Bio-reactores anaerobios de membrana (BRAM) | 13 |
| 2.6. Taponamiento | 17 |
| 2.6.1. Definición | 17 |
| 2.6.2. Caracterización del taponamiento | 18 |
| 2.6.3. Factores que influyen en el taponamiento | 25 |
| 2.6.4. Concentración-polarización | 43 |
| 2.6.5. Flux crítico y flux sustentable | 44 |
| 2.6.6. Modelos de taponamiento definidos para comportamiento sub-crítico | 45 |
| 2.6.7. Control del taponamiento | 48 |
| 2.7. Perspectivas de la investigación en sistemas BRAM | 52 |
| 3. Justificación, pregunta de investigación, hipótesis y objetivos | 54 |
| 3.1. Justificación | 54 |
| 3.2. Antecedentes en el tema dentro del Grupo de Investigación en Procesos Anaerobios (GIPA) | 55 |
| 3.3. Definición del problema de investigación | 56 |
| 3.4. Hipótesis | 56 |
| 3.5. Objetivos | 57 |
| 3.5.1. Objetivo general | 57 |
| 3.5.2. Objetivos específicos | 57 |
| 4. Metodología Experimental | 58 |
| 4.1. Fase I. Experimentos a escala laboratorio | 59 |
| 4.1.1. Montaje experimental | 59 |
| 4.1.2. Obtención del tamaño de muestra | 61 |
| 4.1.3. Experimento para analizar la influencia del TRH en los parámetros de interés y la precipitación de estruvita | 62 |
| 4.2. Fase II. Experimentos a escala piloto | 66 |
| 4.2.1. Montaje experimental | 66 |
| 4.2.2. Métodos analíticos | 67 |
| 4.2.3. Autopsias a las membranas | 70 |

| | | |
|-----------|---|------------|
| 4.2.4. | Análisis estadístico | 71 |
| 4.3. | Fase III. Fase de experimentos de limpieza de la membrana | 72 |
| 4.3.1. | Selección de las sustancias limpiadoras | 72 |
| 4.3.2. | Selección de la concentración de cada una de las sustancias limpiadoras | 72 |
| 4.3.3. | Estudio de lavados con agua y de adición de EDTA como coadyuvantes de la limpieza | 73 |
| 4.3.4. | Estudio de algunos parámetros de importancia en la eficiencia de la limpieza química de las membranas | 73 |
| 4.3.5. | Estudio de los cambios en la superficie de la membrana después de una operación de limpieza química | 73 |
| 5. | Resultados y discusión | 74 |
| 5.1. | Experimentos a escala laboratorio | 74 |
| 5.1.1. | Obtención del tamaño de muestra | 74 |
| 5.1.2. | Desempeño del sistema BRAM a escala laboratorio | 75 |
| 5.1.3. | Análisis de sustancias de origen orgánico que causan taponamiento | 80 |
| 5.1.4. | Análisis de sustancias de origen inorgánico que causan taponamiento | 86 |
| 5.1.5. | Distribución de tamaño de partícula en el rechazo | 88 |
| 5.1.6. | Comportamiento de la filtración en el sistema BRAM | 90 |
| 5.2. | Experimentos a escala piloto | 93 |
| 5.2.1. | Desempeño del sistema a escala piloto | 93 |
| 5.2.2. | Análisis de sustancias de origen orgánico que causan taponamiento | 96 |
| 5.2.3. | Análisis de sustancias de origen inorgánico que causan taponamiento | 101 |
| 5.2.4. | Distribución de tamaño de partícula en el rechazo | 104 |
| 5.2.5. | Propensión al taponamiento del efluente del reactor UASB a diferentes TRH | 105 |
| 5.2.6. | Autopsias de las membranas usadas en el BRAM a escala piloto | 111 |
| 5.3. | Experimentos de limpieza de la membrana | 115 |
| 5.3.1. | Selección de la concentración de cada una de las sustancias limpiadoras | 115 |
| 5.3.2. | Estudios de lavados con agua y de adición de EDTA como coadyuvante de limpieza | 116 |
| 5.3.3. | Experimentos a escala laboratorio (optimización del tiempo de operación y limpieza) | 117 |
| 5.3.4. | Análisis de la capa taponante antes y después de una operación de Limpieza | 119 |
| 5.3.5. | Mecanismos de taponamiento durante la filtración del efluente UASB | 120 |
| 6. | Conclusiones | 123 |
| | Referencias | 126 |
| | Anexos | |

LISTA DE ANEXOS

Anexo 1. Datos obtenidos en los experimentos a escala laboratorio cuando se añadió fósforo al influente del sistema

Anexo 2. Datos obtenidos en los experimentos a escala laboratorio cuando no se añadió fósforo al influente del sistema

Anexo 3. Análisis estadístico de los datos obtenidos a escala laboratorio

Anexo 4. Datos obtenidos en los experimentos a escala piloto

Anexo 5. Análisis estadístico de los datos obtenidos en los experimentos a escala piloto

ÍNDICE DE TABLAS

| | Pág. |
|--|-------------|
| Tabla 2.1. Ventajas y desventajas de los sistemas BRM | 14 |
| Tabla 2.2. Comparación entre las configuraciones externa y sumergida | 16 |
| Tabla 2.3. Categorías básicas de limpiadores y algunos ejemplos | 50 |
| Tabla 2.4. Posibles interacciones entre las sustancias taponantes y agentes químicos | 51 |
| Tabla 4.1. Parámetros medidos, la frecuencia de análisis y el método analítico empleado en los experimentos a escala laboratorio. | 63 |
| Tabla 4.2. Parámetros medidos, frecuencia de medición y método analítico empleado en los experimentos a escala piloto. | 68 |
| Tabla 4.3. Indicaciones sobre el SDI para ósmosis inversa | 69 |
| Tabla 4.4. Sustancias limpiadoras utilizadas en el experimento | 72 |
| Tabla 5.1. Resultados de tamaño de muestra para los parámetros pH, alcalinidad, alfa, DQO total y soluble, sólidos totales, volátiles y fijos, carbohidratos totales y disueltos, PMS, ortofosfatos y nitrógeno amoniacal. | 74 |
| Tabla 5.2. Valores de pH, alcalinidad, alfa, DQO total y soluble, ST, SVT, SFT, SS y SDV en los experimentos con fósforo en el influente. | 75 |
| Tabla 5.3. Valores de pH, alcalinidad, alfa, DQO total y soluble, ST, SVT, SFT, SS y SDV en los experimentos sin fósforo en el influente. | 76 |
| Tabla 5.4. Coeficiente de solubilidad de la estruvita (Q_s) para el efluente del reactor UASB y el permeado para todas las corridas de filtración | 87 |
| Tabla 5.5. Resultados obtenidos para los parámetros analizados en el influente, efluente del reactor UASB y permeado en los experimentos a escala piloto | 93 |
| Tabla 5.6. Valores de diámetro medio (d_{50}) y d_{90} obtenidos para los tres TRH estudiados durante las corridas a escala piloto. | 105 |
| Tabla 5.7. Volumen total de permeado obtenido con cada uno de los TRH estudiados | 107 |
| Tabla 5.8. Valores de índice de taponamiento obtenidos en los experimentos a escala piloto para el efluente del reactor UASB para todos los TRH aplicados | 109 |
| Tabla 5.9. Comparación del $V_{m\acute{a}x}$ y k_f a diferentes TRH | 110 |
| Tabla 5.10. Resultados obtenidos para el pH inicial y final y el porcentaje de recuperación del flux para la sustancias limpiadoras analizadas a escala laboratorio y | 116 |

con agua residual real

Tabla 5.11. Porcentaje de recuperación del flux inicial para las combinaciones de procedimientos de lavado estudiados a escala laboratorio y con agua residual real 117

Tabla 5.12. Porcentaje de recuperación del flux en el experimento factorial 2^3 realizado en el BRAM piloto 118

Tabla 5.13. Resultados del análisis estadístico ANOVA del experimento factorial 2^3 119

Tabla 5.14. Coeficiente de linealidad (R^2) para bloqueo completo (BC), bloqueo intermedio (BI), capa taponante (CT) y bloqueo estándar (BE) para las corridas 1, 8 y 16 121

ÍNDICE DE FIGURAS

| | Pág. |
|--|-------------|
| Figura 2.1. Diagrama esquemático de un reactor UASB | 5 |
| Figura 2.2. Clasificación de las membranas y el material presente en el agua según su tamaño | 8 |
| Figura 2.3. Membranas de fibra hueca | 9 |
| Figura 2.4. Membrana tubular | 9 |
| Figura 2.5. Membranas planas | 10 |
| Figura 2.6. Membranas en espiral | 10 |
| Figura 2.7. Esquema de las configuraciones de sistemas BRM (a) Membrana externa. (b) Membrana sumergida directamente en el reactor. (c) Membrana sumergida en una cámara | 16 |
| Figura 2.8. Etapas de formación del biofilm | 18 |
| Figura 2.9. Representación esquemática de las diferentes definiciones prácticas de taponamiento | 20 |
| Figura 2.10. Ilustración esquemática de los cuatro mecanismos: (a) Bloque completo, (b) Bloqueo estándar, (c) Bloqueo intermedio y (d) Filtración de la capa taponante | 20 |
| Figura 2.11. Representación simplificada de SPE y PMS | 36 |
| Figura 2.12. Concentración polarización: a. vista esquemática, b. Perfil de concentración en la capa límite de concentración polarización | 44 |
| Figura 2.13. Ilustración esquemática de las fases del taponamiento de la membrana operada a PTM constante | 46 |
| Figura 2.14. Fases del taponamiento en operación a PTM constante | 46 |
| Figura 2.15. Representación esquemática de la limpieza química de membranas taponadas | 51 |
| Figura 4.1. Esquema general de la metodología experimental | 59 |
| Figura 4.2. Esquema del sistema a escala laboratorio | 60 |
| Figura 4.3. Montaje experimental a escala laboratorio | 60 |
| Figura 4.4. Sistema a escala piloto | 67 |
| Figura 5.1. Concentración de PMS en el efluente del reactor UASB y en el permeado en ausencia y presencia de fósforo en el influente | 80 |
| Figura 5.2. Concentración de SPE en el efluente del reactor UASB y en el permeado en | 81 |

ausencia y presencia de fósforo en el influente

Figura 5.3. a) Carbohidratos y b) proteínas en los PMS y c) carbohidratos y d) proteínas en las SPE 84

Figura 5.4. Concentración de a) nitrógeno amoniacal, b) ortofosfatos y c) magnesio en el efluente del reactor UASB y el permeado. 86

Figura 5.5. Producto de solubilidad condicional (Ps) calculado para $I=0$ y $I=0.1$ y los coeficientes de solubilidad (Qs) en el efluente del reactor UASB y el permeado calculados para todas las corridas 87

Figura 5.6. Variación en el tamaño medio de las partículas del efluente UASB con el transcurso del tiempo, a) con adición de fósforo en el influente y b) sin adición de fósforo en el influente 88

Figura 5.7. Variación del flux con el TRH, a) presencia y b) ausencia de fósforo durante el primer día de filtración de cada corrida 90

Figura 5.8. Valores de resistencia específica de la capa taponante con el TRH y la ausencia o presencia de fósforo 91

Figura 5.9. Concentración de a) PMS y b) SPE en el efluente del reactor UASB y en el permeado a diferentes TRH. 96

Figura 5.10. Carbohidratos en a) PMS y b) SPE, Proteínas en c) PMS y d) SPE y ácidos húmicos en e) PMS y f) SPE 98

Figura 5.11. Distribuciones de tamaño molecular de los carbohidratos en a) efluente del reactor UASB y b) Permeado y de Proteínas en c) efluente del reactor UASB y d) permeado a diferentes TRH. 100

Figura 5.12. a) Nitrógeno amoniacal, b) Fosfatos y c) Magnesio en el efluente del reactor UASB y el permeado. 102

Figura 5.13. Producto de solubilidad condicional (Ps) calculado para $I=0$ y $I=0.1$ y los coeficientes de solubilidad (Qs) en el efluente del reactor UASB y el permeado calculados para todos los TRH estudiados. 102

Figura 5.14. Concentración de a) calcio y b) SFT a diferentes TRH 103

Figura 5.15. Distribución de tamaño de partícula para las corridas a TRH 4 en el rechazo 104

Figura 5.16. Distribución de tamaño de partícula para las corridas a TRH 8 en el rechazo 104

Figura 5.17. Distribución de tamaño de partícula para las corridas a TRH 12 en el rechazo 104

Figura 5.18. Comportamiento del flux para los diferentes TRH estudiados a escala piloto 106

| | |
|---|-----|
| Figura 5.19. Tasa de taponamiento y resistencia de la capa taponante (α) en el efluente del reactor UASB piloto a diferentes TRH | 107 |
| Figura 5.20. Densidad de la capa taponante a lo largo de la membrana con a) TRH: 4 horas, b) TRH: 8 horas y c) TRH: 12 horas | 111 |
| Figura 5.21. Micrografías electrónicas de la capa taponante obtenida a escala piloto | 113 |
| Figura 5.22. Espectro de EDX obtenidos a la salida del módulo de membrana operado a TRH:12 horas, la micrografía muestra la sección de la capa taponante a la cual el espectro está asociado. | 114 |
| Figura 5.23. Espectro de EDX obtenidos a la entrada del módulo de membrana operado a TRH:4 horas, la micrografía muestra la sección de la capa taponante a la cual el espectro está asociado. | 114 |
| Figura 5.24. Espectro de EDX obtenidos a la salida del módulo de membrana operado a TRH:8 horas, la micrografía muestra la sección de la capa taponante a la cual el espectro está asociado. | 114 |
| Figura 5.25. Micrografías electrónicas de barrido de a) y b) membrana sin lavar y c) y d) la membrana lavada con hipoclorito de sodio | 120 |
| Figura 5.26. Distribuciones y contribuciones de cada mecanismo de taponamiento en función del volumen de permeado obtenido. | 122 |

LISTA DE ABREVIATURAS

AFM: Microscopía de Fuerza Atómica
AGV: Ácidos grasos volátiles
ANOVA: Análisis de varianza
BAP: Productos solubles asociados a la biomasa
BRAM: Bio-reactor anaerobio de membrana
BRM: Bio-reactor de membrana
CBP: Clúster bio-polimérico
COT: Carbono orgánico total
DBO: Demanda biológica de oxígeno
DQO: Demanda química de oxígeno
EDX: Espectro de rayos X
FTIR: Transformada infrarroja de Fourier
Ksp: Constante de solubilidad
MF: Microfiltración
NF: Nanofiltración
OI: Ósmosis inversa
PAN: Poliacrilonitrilo
PES: Polietersulfona
PET: Partículas exo-poliméricas transparentes
PMS: Productos microbianos solubles
PMSc: Carbohidratos en los productos microbianos solubles
PMSp: Proteínas en los productos microbianos solubles
PP: Polipropileno
Ps: Producto de solubilidad condicional
PTAR-CU: Planta de tratamiento de aguas residuales de Ciudad Universitaria
PTM: Presión transmembrana
PVDF: Fluoruro de polivinildieno
Qs: Coeficiente de solubilidad
SDF: Sólidos disueltos fijos
SDI: Índice de taponamiento
SDT: Sólidos disueltos totales
SDV: Sólidos disueltos volátiles
SFT: Sólidos fijos totales
SPE: Sustancias poliméricas extracelulares
SPEc: Carbohidratos en las sustancias poliméricas extracelulares
SPEp: Proteínas en las sustancias poliméricas extracelulares
SSF: Sólidos suspendidos fijos
SST: Sólidos suspendidos
SSV: Sólidos suspendidos volátiles
ST: Sólidos totales,
SVT: Sólidos volátiles totales,
TRC: Tiempo de residencia celular
TRH: Tiempo de retención hidráulica
UAP: Productos solubles asociados a la utilización del sustrato
UASB: Up-flow anaerobic sludge blanket
UF: Ultrafiltración
UV: Ultra-violeta

1. INTRODUCCIÓN

El tratamiento anaerobio de aguas residuales ofrece diversas ventajas sobre su contraparte aerobia: sus costos de operación y mantenimiento son menores, presenta baja producción de biomasa y, cuando se aplica en efluentes con alta concentración en materia orgánica, tiene un balance de energía positivo puesto que se produce energía en forma de biogás (An *et al.*, 2009).

Entre los diferentes tipos de tratamientos anaerobios que existen, el reactor tipo UASB ha sido extensamente estudiado y ha demostrado ser viable para el tratamiento de aguas residuales de tipo doméstico en países de clima cálido como Colombia, México y Brasil. Sin embargo, el efluente de este tipo de reactores no cumple con las normas de descarga para efluentes tratados para reúso municipal y se hace necesario aplicar algún tipo de post-tratamiento (Leitão *et al.*, 2005). En ese sentido, en los últimos años el uso de membranas ha tenido una gran aplicación en el campo del tratamiento de aguas residuales; y su combinación con tratamientos biológicos convencionales produce efluentes con una calidad significativamente mejor, obviando la necesidad de un tratamiento terciario de desinfección y permitiendo, inclusive solucionar varios problemas operacionales tales como la pérdida de biomasa de lento crecimiento (Judd, 2008). Este tipo de tratamiento, en el que se combina el tratamiento biológico con la separación a través de membranas, se conoce como Bio-Reactor de Membrana (BRM).

Aunque los sistemas BRM son la tecnología de tratamiento de aguas residuales que actualmente más crece en el mundo, el taponamiento de las membranas limita su aplicación a escala real debido al incremento en los costos asociados al frecuente lavado y reemplazo de las mismas. Según Le-Clech *et al.*, (2006), varios son los parámetros involucrados en el diseño y la operación de los sistemas BRM que tienen influencia en el taponamiento: las características del efluente a tratar, del módulo de membranas y de la biomasa, y parámetros operacionales como el tiempo de retención hidráulica (TRH) y el tiempo de residencia celular (TRC). No obstante, la mayoría de reportes científicos que estudian la influencia del TRC y el TRH en el desempeño de sistemas de BRM se enfocan en la vertiente aerobia de este tipo de sistemas, prestando poca atención a la contraparte anaerobia, conocida como Bio-Reactor Anaerobio de Membrana -BRAM- (Bérubé *et al.*, 2006); debido, probablemente, a que cerca de un 98% de los sistemas BRM que operan actualmente en el mundo son aerobios.

Durante los últimos años, la investigación sobre BRM se ha enfocado en entender el taponamiento en detalle y en desarrollar membranas de bajo costo con mejores condiciones hidrodinámicas.

Aunque existen diversos estudios científicos acerca del impacto de las características de la membrana (material, tamaño de poro, hidrofobicidad/hidrofilicidad), del influente a tratar (en especial la concentración y composición de las sustancias bio-poliméricas) y de las condiciones operacionales sobre el taponamiento; todavía persisten incógnitas en este tópico debido a la naturaleza compleja de las sustancias taponantes, por eso no es de extrañar que en los próximos años el taponamiento siga siendo un tópico clave de investigación en BRM (Meng *et al.*, 2009).

Es así como el objetivo general de la presente tesis doctoral fue evaluar la influencia del TRH en el desempeño y en el taponamiento en un reactor UASB acoplado a un módulo externo de membranas de ultrafiltración utilizado para el tratamiento de aguas residuales de tipo municipal.

El experimento desarrollado en esta tesis doctoral se dividió en tres fases: una primera fase de experimentos a escala laboratorio en el cual el reactor UASB fue operado bajo tres diferentes TRH: 4, 8 y 12 horas y alimentado con agua residual sintética; y en la cual se evaluó la influencia del TRH en el desempeño y el taponamiento del sistema. En la segunda etapa se realizaron experimentos a escala piloto en un reactor UASB acoplado a una membrana UF ubicado en la PTAR-CU que trató agua residual real con el mismo régimen de TRH estudiado a escala laboratorio. En la última etapa, se analizaron tres parámetros (Tiempo de operación y de limpieza de las membranas y sustancia química empleada), los cuales tienen influencia en la eficiencia de la limpieza química de las membranas en experimentos desarrollados a escala laboratorio y posteriormente a escala piloto.

El documento de esta tesis doctoral fue organizado de la siguiente manera: el primer capítulo consiste en una breve introducción mientras que en el segundo capítulo se presenta un estado del arte de los sistemas BRM; que a su vez sirve como sustento teórico a esta investigación. En el tercer capítulo se presentan la pregunta de investigación, hipótesis y objetivos de este trabajo. En el cuarto capítulo se detallan los montajes experimentales, métodos analíticos, análisis estadísticos y procedimientos de autopsias de las membranas empleados en el desarrollo de las tres fases experimentales del presente trabajo de investigación. En el quinto capítulo se presentan y analizan los resultados obtenidos en las tres fases experimentales. En el último capítulo se presentan las conclusiones y recomendaciones obtenidas a partir del presente trabajo experimental.

2. ANTECEDENTES

2.1. Procesos de conversión en sistemas anaerobios

Los tratamientos anaerobios son usados principalmente para tratar lodos y aguas residuales con alta concentración de materia orgánica, aunque las aplicaciones para aguas residuales diluidas, tales como las municipales, son ya una realidad en países de clima cálido. Dichos procesos presentan varias ventajas sobre los tratamientos aerobios como que son de baja generación de biomasa y que producen energía en forma de metano (Metcalf & Eddy, 2003). Según van Haandel y Lettinga (1994), la digestión anaerobia tiene cuatro etapas diferentes: hidrólisis, acidogénesis, acetogénesis y metanogénesis, la cuales se explican a continuación.

2.1.1. Hidrólisis

En esta etapa el material orgánico particulado es convertido en compuestos disueltos de menor peso molecular a través de exo-enzimas que son excretadas por las bacterias fermentativas. Las proteínas son degradadas a aminoácidos, los carbohidratos a azúcares solubles (mono y disacáridos) y los lípidos a ácidos grasos de cadena larga (C15 y C17) y glicerina. En muchos casos, la hidrólisis puede ser el paso limitante del proceso de digestión anaerobia.

2.1.2. Acidogénesis

En esta etapa los compuestos generados en la hidrólisis son absorbidos en las células fermentativas y excretados como sustancias orgánicas simples como ácidos grasos volátiles (AGV), alcoholes, ácido láctico y compuestos minerales como CO₂, H₂, NH₃, H₂S, etc.

2.1.3. Acetogénesis

Es la conversión de los productos de la acidogénesis en compuestos que forman los sustratos para la producción de metano: acetato, hidrógeno y dióxido de carbono. Una fracción (aprox. 70%) de la DQO original se convierte en ácido acético, mientras que el resto de la capacidad de donación de electrones es concentrada en el hidrógeno formado. Dependiendo del estado

de oxidación del material orgánico a ser digerido, la formación de ácido acético puede ser acompañada por el surgimiento de dióxido de carbono. En una mezcla de contaminantes orgánicos como el agua residual doméstica, es posible que la generación de H₂ y CO₂ ocurran simultáneamente, pero siempre habrá una mayor tendencia a formar más H₂ que CO₂. Por otro lado, la liberación de hidrógeno del material orgánico original solamente es posible cuando hay producción simultánea de productos oxidados como dióxido de carbono y/o parcialmente oxidados como ácido acético.

2.1.4. Metanogénesis

La metanogénesis, en general, es el proceso que limita la velocidad del proceso de digestión anaerobia. El metano es producido por las bacterias metanogénicas acetotróficas a partir de la reducción del ácido acético o por las bacterias metanogénicas hidrogenofílicas a partir de la reducción del CO₂. Durante este proceso ocurren las siguientes reacciones catabólicas:



Las bacterias que producen metano a partir de hidrógeno crecen más rápidamente que aquellas que usan ácido acético, de modo que las metanogénicas acetotróficas generalmente limitan la tasa de transformación de material orgánico complejo presente en el agua residual para biogás.

Por conveniencia, muchas veces los tres primeros procesos son llamados fermentación ácida que debe ser completada con la fermentación metanogénica.

2.2. El reactor UASB

Durante las últimas décadas, el tratamiento de aguas residuales municipales a través de tecnologías anaerobias ha sido ampliamente investigado debido a las ventajas que este tipo de tratamiento exhibe sobre los tratamientos aerobios: menores requerimientos de espacio y energía, menor producción de lodos, mayores cargas orgánicas, producción de energía en forma de metano y mayor robustez (Rittmann y McCarty, 2001).

Dentro de los diversos tipos de tratamiento anaerobios existentes, los reactores de lecho anaerobio de flujo ascendente (UASB, por sus siglas en inglés) han sido extensivamente

estudiados y son promisorios en países de clima cálido como India, Singapur, Brasil y México (Aiyuk y Verstraete, 2004; Sato *et al.*, 2006; An *et al.*, 2009)

El reactor UASB consta de tres secciones: el lecho de lodo, la manta de lodo y el separador trifásico (Figura 2.1). La zona del lecho de lodo está localizada en la parte más baja del reactor y consiste en un lecho microbiano en el cual ocurren los procesos de conversión de la materia orgánica influente. El CH₄ y CO₂ son normalmente los gases dominantes en el biogás producido. Después, el biogás pasa a través de la manta de lodos, menos densa que el lecho de lodo, pero activa. Esta manta está localizada en la parte media del reactor, se desarrolla después de un cierto periodo y es retenida por su propia masa y levantada por las burbujas de biogás. El biogás producido y el lodo flotante son separados del efluente líquido por un separador trifásico instalado en la parte superior del reactor (Singh *et al.*, 1998). Un esquema del reactor UASB es mostrado en la figura 2.1. Elementos críticos en el diseño del reactor UASB incluyen el sistema de distribución del influente, el separador trifásico y el diseño del sistema de recolección del efluente (Metcalf y Eddy, 2003).

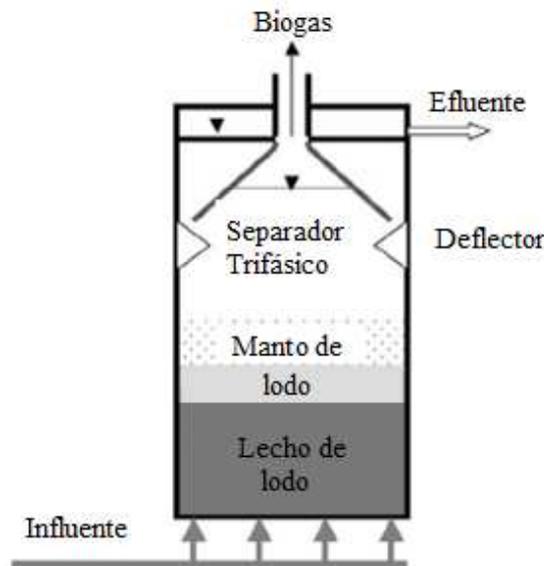


Figura 2.1. Diagrama esquemático de un reactor UASB

El éxito del concepto del reactor UASB está basado en el establecimiento de un lecho denso de lodo en el fondo del reactor, en el cual ocurren todos los procesos biológicos. Este lecho está básicamente formado por la acumulación de sólidos suspendidos presentes en el influente y el crecimiento bacteriano. En reactores UASB, bajo ciertas condiciones, es posible también observar que las bacterias pueden agregarse naturalmente en flóculos y gránulos (Hulshoff

Pol, 1989). Estos agregados densos tienen buenas propiedades de sedimentación y no son susceptibles al lavado fuera del sistema en condiciones de operación normales. La retención de grandes cantidades de microorganismos en el lodo del reactor UASB permite su buen desempeño aún cuando éste es operado bajo tasas orgánicas altas y, consecuentemente, se requiere un volumen menor de reactor. La turbulencia natural causada por el flujo del influente y la producción de biogás provee un buen contacto entre el influente y la biomasa dentro del reactor (Heertjes y van der Meer, 1978).

Muchas veces se cuestiona por qué el tratamiento aerobio no es sustituido más rápidamente por los tratamientos anaerobios los cuales son económicamente más atractivos y conceptualmente más holísticos (Mergaert *et al.*, 1992). Algunas características del agua residual, tales como la baja concentración de materia orgánica, la alta fracción de material particulado, la relativamente baja temperatura y las fluctuaciones de carga, son particularmente relevantes en el tratamiento anaerobio y pueden causar impactos negativos en el desempeño del mismo o en los costos, incrementando la dificultad del tratamiento por la vía anaerobia (Jewell, 1987).

Los problemas relacionados con el tratamiento de aguas residuales domésticas en reactores UASB son la pobre formación de lodo granular, la acumulación y la lenta hidrólisis de los sólidos suspendidos, la disminución en la actividad metanogénica y la baja producción de biogás (Kalogo y Verstraete, 1999). En este sentido, Jewell (1987) sostiene que la gran sensibilidad bacteriana a algunas condiciones ambientales, principalmente pH, temperatura y compuestos tóxicos, arranque prolongado y producción de malos olores, son comúnmente las principales desventajas del tratamiento anaerobio. También, los efluentes de reactores UASB, y en general de los reactores anaerobios, no cumplen con la estricta normatividad ambiental y por lo tanto no pueden ser utilizados directamente para reúso, por lo que es esencial encontrar una alternativa para mejorar la calidad del efluente de reactores UASB (Verstraete y Vandevivere, 1999).

2.3. Filtración a través de membranas

2.3.1. Características principales

Una membrana puede ser definida como una barrera selectiva o una interfase entre dos fases. Hoy en día, las membranas son utilizadas en una amplia variedad de aplicaciones; y muchas de estas aplicaciones aún están en desarrollo. Las membranas tienen la habilidad de transportar algunos componentes del influente más fácilmente que otros debido a las diferencias en las propiedades físico-químicas entre éstas y los compuestos permeados. El transporte de materia a través de las membranas es causado por una fuerza conductora que actúa sobre los componentes del influente; dicha fuerza conductora puede ser un gradiente de presión, concentración, potencial eléctrico ó temperatura (Mulder, 1996).

Los procesos operados bajo presión usan la presión hidráulica para forzar a las moléculas a pasar a través de las membranas. Las impurezas son retenidas en el rechazo o concentrado. El permeado, es decir, el agua que pasa a través de la membrana, es recuperado como producto final. Cuando una diferencia de concentración es aplicada a través de una membrana, el proceso se llama diálisis. El transporte tiene lugar por difusión y la separación es obtenida a través de diferencias en las tasas de difusión ocasionadas por diferencias en el peso molecular entre la membrana y el rechazo. En los sistemas operados con electricidad, diferencias en el potencial eléctrico son usadas para mover iones a través de la membrana, dejando el agua purificada atrás. En este proceso, los iones son colectados en la corriente de concentrado para su posterior disposición. En la destilación a través de membranas, dos soluciones acuosas a diferentes temperaturas son separadas por una membrana hidrofóbica y debido a diferencias en la presión parcial (y en la temperatura), el transporte de vapor tiene lugar a través de los poros de la membrana del lado caliente al lado frío. La evaporación del líquido tiene lugar del lado con mayor temperatura, mientras que la condensación del vapor tiene lugar en el lado más frío (Mulder, 1996; Jiang, 2007).

En sistemas de filtración que operan por presión, los cuales son los más comúnmente utilizados en el tratamiento de aguas residuales, existen cuatro tipos de membranas de acuerdo a su rango de separación (corte de peso molecular o tamaño de poro): ósmosis inversa (OI), nanofiltración (NF), ultrafiltración (UF) y microfiltración (MF) (Figura 2.2).

Las membranas de MF y UF sirven para remover moléculas orgánicas y coloides de gran tamaño y algunos microorganismos a través de un mecanismo de tamizado basado en el tamaño de los poros de la membrana. Con las membranas de MF y UF, se pueden alcanzar niveles adecuados de tratamiento para el reúso de aguas residuales.

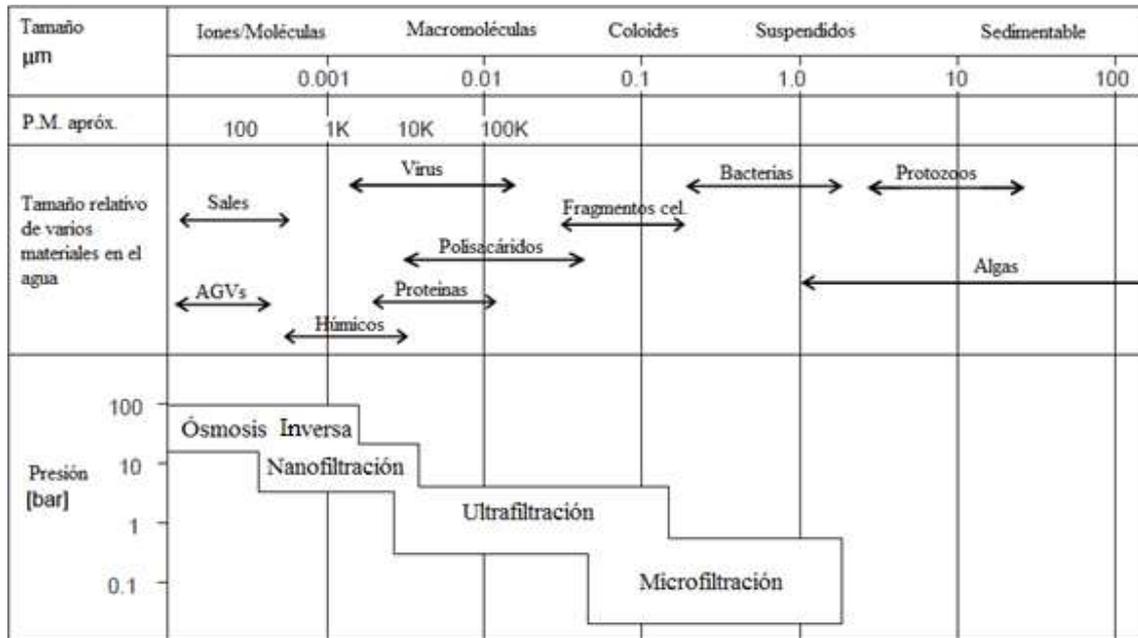


Figura 2.2. Clasificación de las membranas y el material presente en el agua según su tamaño (Jiang, 2007)

2.3.2. Tipos de módulos de membranas operadas bajo presión

Los materiales más comunes usados para las membranas son polímeros orgánicos, i.e., polietileno, polipropileno (PP), polietersulfona (PES), poliacrilonitrilo (PAN) y fluoruro de polivinildieno (PVDF, por sus siglas en inglés) puesto que son significativamente más baratos; aunque también están disponibles membranas cerámicas y metálicas. Existen varios tipos de módulos de membranas: de fibra hueca, tubulares, planas, en espiral y capilares (Mulder, 1996).

Las membranas de fibra hueca (Figura 2.3) están entre las membranas de uso industrial más comunes. En un elemento de esta membrana, las fibras (con diámetro típicamente menor a 1mm) hechas de material poroso son empaquetadas juntas longitudinalmente, selladas con una resina y adheridas a una base. Un módulo típico de membranas de fibra hueca puede tener

desde algunos cientos hasta 10000 fibras. Son usualmente empleadas en UF y OI. Algunas de las ventajas de este tipo de membranas son su flexibilidad, que permite llevar a cabo la filtración tanto de adentro hacia afuera como de afuera hacia adentro y una mayor superficie por unidad de volumen (Mulder, 1996).



Figura 2.3. Membranas de fibra hueca

Las membranas tubulares (Figura 2.4) son esencialmente una versión más larga y rígida de las membranas de fibra hueca y regularmente se encuentran en el interior de un tubo, de tal manera que la filtración ocurre de adentro hacia afuera. Este tipo de membranas pueden tratar aguas con una alta cantidad de sólidos suspendidos debido a su diámetro (el cual varía entre 1 y 2 pulgadas). Debido a su baja densidad de empaque, su precio por unidad de área es mayor en comparación con las membranas de fibra hueca (Mulder, 1996).

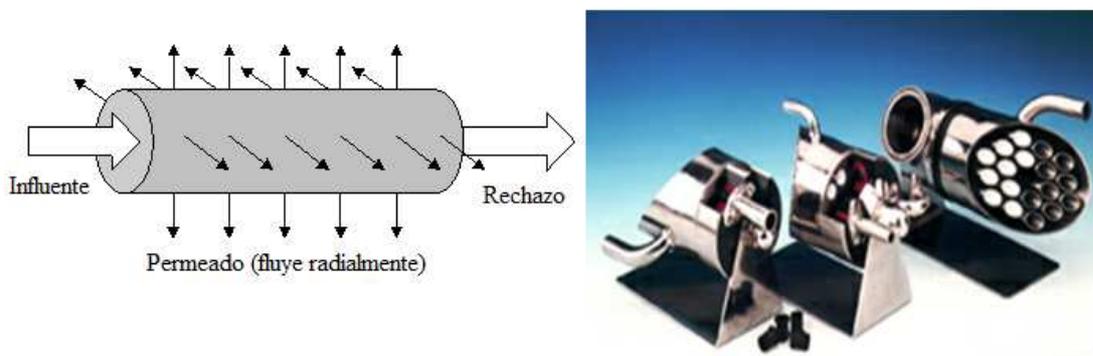


Figura 2.4. Membrana tubular

Las membranas planas (Figura 2.5), uno de los módulos de membranas inicialmente desarrollados, es simplemente una serie de membranas planas separadas por espacios alternados para el permeado y el agua de alimentación (Mulder, 1996).

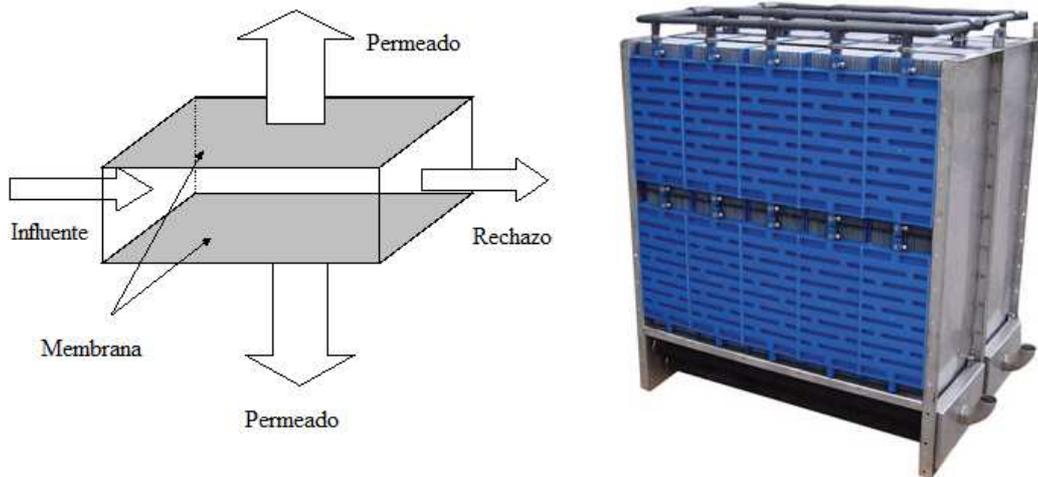


Figura 2.5. Membranas planas

Las membranas en espiral (Figura 2.6) son creadas a partir de “hojas” de membranas planas, las cuales, son enrolladas alrededor de un tubo colector. Cada “hoja” está constituida por dos membranas planas separadas por un espacio conocido como colector de permeado. Las membranas en espiral se desarrollaron como una eficiente configuración para remover sólidos disueltos y, es por esto, que están principalmente asociadas a NF y OI. El diámetro del módulo puede alcanzar 40cm y puede estar constituido por aproximadamente 20 hojas de membranas planas. Sus ventajas incluyen durabilidad bajo altas presiones y compactación (Mulder, 1996).

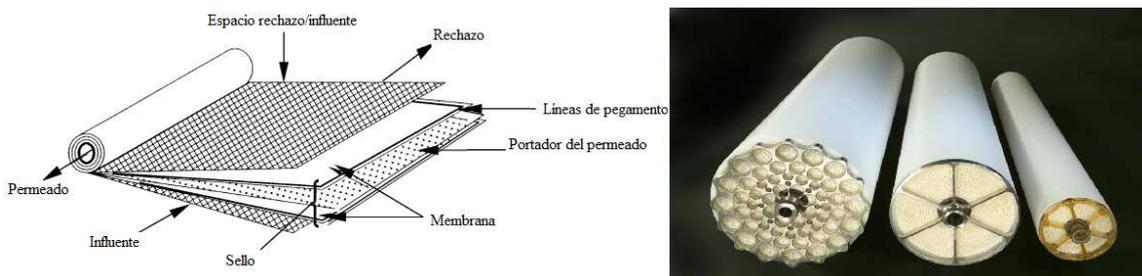


Figura 2.6. Membranas en espiral

En las membranas capilares, el módulo es formado por un gran número de capilares que están arreglados en un paquete, como ocurre con las membranas de fibra hueca, aunque el diámetro de los capilares es de 0.5mm. Debido a su menor diámetro, estas membranas están más expuestas al taponamiento. El flujo a través de las membranas capilares puede ser de adentro hacia afuera y de afuera hacia adentro. Son usadas para remover compuestos fenólicos, como membranas MF y para el tratamiento de aguas naturales (Mulder, 1996).

2.4. Ecuaciones fundamentales de la filtración

La ecuación de Darcy, descrita en 1856 es la ecuación fundamental para describir la velocidad de flujo a través de un medio poroso. Dicha ecuación postula que la velocidad promedio, v , es proporcional a la presión aplicada e inversamente proporcional al grosor de la cama, L , es decir:

$$v = \frac{K\Delta P}{L} \quad (2.1)$$

En la ecuación (2.1), K es un coeficiente basado en las propiedades físicas de la cama. Darcy supuso que el flujo a través de las partículas era laminar y que éstas estaban agrupadas y tenían tamaño uniforme. Dado que el número de Reynolds (R) es bajo para el flujo entre los poros de material granular y que existe una relación lineal entre la velocidad de flujo y la diferencia de presión, se considera que la resistencia al flujo se debe principalmente a la viscosidad y la ecuación (2.1) se puede re-expresar así:

$$v = \frac{K_t \Delta P}{\mu L} \quad (2.2)$$

En donde μ es la viscosidad del fluido y K_t es un coeficiente de permeabilidad para la cama (Coulson y Richardson, 1978).

El término K_t/L es conocido como la permeabilidad específica y su inverso es definido como la resistencia hidráulica R , (Elmaleh y Naceur, 1992):

$$R = \frac{L}{K_t} \quad (2.3)$$

Con las anteriores ecuaciones se puede obtener la ecuación que describe el flux:

$$v = J_p = \frac{\Delta P}{\mu R} \quad (2.4)$$

La ecuación (2.4) describe el flux en una membrana limpia, el flux de líquido permeado J_p es el flujo filtrado normalizado por el área de la membrana a través de la cual pasa y es comúnmente expresado en $L/m^2 \cdot h$. En esta investigación, el flux será el parámetro elegido para determinar la influencia en el taponamiento.

El modelo más difundido para describir la influencia de factores internos y externos en el flujo de las membranas es descrito en la ecuación 2.5 (Schneider y Tsutiya, 2001). Este modelo incluye factores de resistencia asociados a los diferentes mecanismos de reducción de la eficiencia de la membrana.

$$J_p = \frac{(Pf - \sigma_k \Delta \pi)}{\mu(R_m + R_{cp} + R_p + R_t)} \quad (2.5)$$

en donde J_p es el flux de líquido permeado, Pf es la presión de operación, σ_k es una constante empírica específica para cada tipo de membrana, $\Delta \pi$ es la diferencia de potencial osmótico entre el concentrado y el permeado que debe ser superada en el caso de las membranas de desalinización, μ es la viscosidad, R_{cp} es la resistencia de la capa de concentración y polarización, R_m es la resistencia interna de la membrana, R_p es la resistencia debido al bloqueo interno de los poros y R_t es la resistencia de la película o torta formada por la acumulación de material particulado o macromolecular sobre la superficie de la membrana.

Por último, la resistencia específica de la película, α , representa la resistencia hidrodinámica al flujo debida a la formación de una capa sobre la superficie de la membrana actuando como membrana secundaria y será el único factor que determine el flux de permeado cuando el resto de los parámetros del sistema (tipo de membrana, área superficial, velocidad del flujo, etc.) se han fijado. α se puede calcular a través de la siguiente ecuación:

$$\frac{t}{V} = \left[\frac{\mu R_m}{\Delta P} \right] + \left[\frac{\mu \alpha S S}{2 \Delta P} \right] V \quad (2.6)$$

en donde V es el volumen filtrado por unidad de área, μ la viscosidad del fluido, R_m la resistencia hidrodinámica debida a la membrana y SS es la concentración de sólidos suspendidos en la solución de la alimentación. La gráfica de t/V vs. V da una línea recta con pendiente $\mu\alpha(SS/2)\Delta P$ que será el índice de taponamiento de la membrana (MFI, por sus siglas en inglés) de donde α puede despejarse y calcularse (Farizoglu y Keskinler, 2006).

2.5. Definición de Bio-reactores Anaerobios de Membrana (BRAM)

La tecnología convencional de Bio-reactores de Membrana (BRM) combina el tratamiento biológico de lodos activados con el proceso físico de separación mediante una membrana (Le-Clech *et al.*, 2006).

Este concepto de tratamiento, en el cual un proceso de lodos activados es acoplado a una membrana externa, fue inicialmente desarrollado y comercializado por Dorr-Oliver Inc. a finales de la década de los 60's, tan pronto como estuvieron disponibles comercialmente los primeros módulos de membranas; sin embargo, debido a los altos costos de las membranas, el bajo valor económico del producto final y la rápida disminución en la cantidad de permeado debido al taponamiento, la primera generación de BRM estuvo limitada para el tratamiento en áreas aisladas tales como parques de ski o de casas rodantes (Le-Clech *et al.*, 2006).

En la década de los setentas, la tecnología entró al mercado japonés a través de un acuerdo de licenciamiento entre Dorr-Oliver Inc. y Sanki Engineering Co. Ltd., donde los MBR se desarrollaron rápidamente y fueron utilizados para el tratamiento de aguas domésticas y en sistemas descentralizados de reúso de agua en rascacielos. En estas aplicaciones iniciales de BRM, la configuración externa de las membranas fue la usada, no obstante, a finales de la década de los ochentas, Yamamoto *et al.*, (1989) sumergieron las membranas dentro del tanque de lodos activados; permitiendo que los costos de operación bajaran, lo que finalmente hizo que en la década de los 90's se presentara un crecimiento importante en el número de plantas instaladas.

En la tabla 2.1 se presentan las principales ventajas y desventajas de los sistemas BRM.

Tabla 2.1. Ventajas y desventajas de los sistemas BRM (Adaptado de Jiang, 2007)

| Ventajas | Desventajas |
|--|--------------------------------|
| Excelente calidad del efluente final | Taponamiento de membranas |
| Independencia entre el TRH y el TRC | Alto costo de capital |
| Altas cargas orgánicas | Sistemas de control complicado |
| Poco requerimiento de espacio | |
| Posibilidad de tratamiento bajo condiciones extremas | |
| Diseño modular flexible | |

Aunque los bio-reactores anaerobios de membrana (BRAM) aparecieron aproximadamente 20 años después de su contraparte aerobia, han demostrado ser una tecnología confiable para el tratamiento de diversos tipos de aguas residuales al sumar todas las ventajas del tratamiento anaerobio tradicional; tales como sus bajos costos de inversión, operación y mantenimiento, facilidad de operación y producción de energía aprovechable en forma de metano; con las ofrecidas por los sistemas de membranas, hecho que a la postre permitió aplicar este tipo de sistemas tratamiento a aguas residuales de baja carga orgánica en climas fríos y superar graves problemas operacionales tales como la pérdida de biomasa anaerobia de lento crecimiento (Bérubé *et al.*, 2006).

El primer sistema BRAM del que la literatura científica tiene reporte apareció en 1978, cuando Grethlein acopló una membrana externa a un tanque séptico, con excelentes resultados. Por otro lado, Sutton *et al.*, (1983) desarrollaron el primer sistema BRAM comercial para el tratamiento de aguas residuales industriales, aunque el sistema no fue aplicado a escala real debido a sus costos.

En la última década ha aumentado la investigación en sistemas BRAM abordando temas como materiales de las membranas, la caracterización de las sustancias taponantes y el desarrollo de estrategias para el control del taponamiento y la limpieza de las membranas (Liao *et al.*, 2006). No obstante, la investigación de la vertiente anaerobia de estos sistemas no ha recibido tanta atención como su contraparte aerobia y aún predomina la aplicación de sistemas aerobios por sobre los anaerobios a escala real (Hu y Stuckey, 2006).

Algunos reportes (Wen *et al.*, 1999; An *et al.*, 2009) han demostrado la factibilidad del sistema BRAM constituido por un reactor UASB acoplado a un módulo externo de membranas para el tratamiento de aguas residuales domésticas. Sin embargo, estos reportes se enfocan en

el desempeño del sistema y no analizan a fondo cómo parámetros operacionales, tales como el TRH, influyen la producción de sustancias bio-poliméricas y el taponamiento. Además, es difícil de establecer un TRH óptimo para la operación de sistemas BRAM partiendo de la literatura científica, debido a que algunos reportes son contradictorios y a la diversidad que existe entre las condiciones operacionales, los módulos de membranas, las características del agua residual y de los sistemas empleados (Drews *et al.*, 2008). Asimismo, el enfoque que usualmente se le da al estudio del TRH parte básicamente de la perspectiva económica, ya que el TRH tiene una fuerte influencia en los costos capitales, considerado que TRH más cortos permiten cargas orgánicas más cortas y, consecuentemente, reactores más pequeños (Liao *et al.*, 2006).

Existen dos configuraciones principales para el diseño y operación de los sistemas BRAM. En el primer caso las membranas se encuentran por fuera del reactor biológico y son operadas bajo presión (Figura 2.7a). En esta configuración, la velocidad transversal del flujo en la membrana es el principal mecanismo de ruptura de la capa taponante. En la segunda configuración, la membrana está ubicada directamente dentro del reactor y es operada bajo vacío (Figura 2.7b). En este caso, el principal mecanismo de remoción de la capa taponante consiste en el burbujeo de biogás a lo largo de la superficie de la membrana (Liao *et al.*, 2006).

Las membranas externas presentan dos ventajas sobre las sumergidas: en primer lugar, se obtienen fluxes permeados mayores, ya que las fuerzas cortantes sobre la superficie de las membranas, y las presiones aplicadas, son mayores. En segundo lugar las membranas externas son limpiadas más fácilmente que las membranas sumergidas, pues es necesario extraer las membranas del sistema en esta última configuración (Jeison, 2007). En la tabla 2.2 se muestra una comparación entre las dos configuraciones.

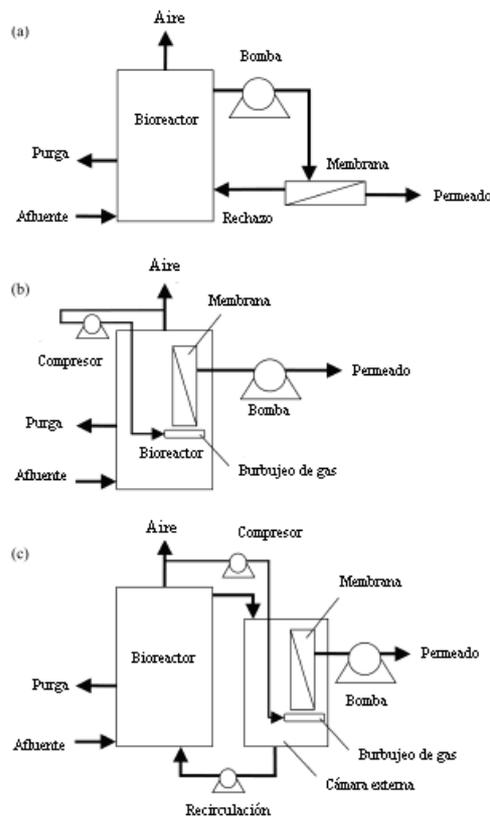


Figura 2.7. Esquema de las configuraciones de sistemas BRM (a) Membrana externa. (b) Membrana sumergida directamente en el reactor. (c) Membrana sumergida en una cámara externa (Adaptado de Liao *et al.*, 2006)

Tabla 2.2. Comparación entre las configuraciones externa y sumergida (Jiang, 2007)

| Característica | Externa | Sumergida |
|---|---|--|
| Complejidad | Complicado | Simple |
| Flexibilidad | Flexible | Menos flexible |
| Robustez | Robusto | Menos robusto |
| Flux | Alto (40 -100 L/m ² .h) | Bajo (10 -30 L/m ² .h) |
| Métodos para reducir el taponamiento | <ul style="list-style-type: none"> • Velocidad tangencial • Retrolavado • Limpieza química | <ul style="list-style-type: none"> • Agitación con burbujas de aire • Retrolavado (no siempre posible) • Limpieza química |
| Densidad de empaque de las membranas | Baja | Alta |
| Consumo de energía asociado a la filtración | Alto (2 – 10 kWh/m ³) | Bajo (0.2 – 0.4 kWh/m ³) |

Hoy en día, la tecnología de bio-reactores de membranas enfrenta retos técnicos y socio-económicos (Fane, 2007). Dentro del primer grupo se incluyen: mejorar el desempeño en términos de calidad del efluente y control de taponamiento, la evolución del material de las membranas y la bio-remoción de nutrientes (Ben Aim, 2007; Fane, 2007). Dentro del segundo grupo se espera que la tecnología de membranas contribuya a la solución del problema de la falta de sistemas apropiados de tratamiento de agua y saneamiento para una tercera parte de la población del mundo. En particular, para los sistemas BRAM se requiere profundizar el conocimiento en la factibilidad de su uso para diferentes tipos de aguas residuales, en el uso de membranas sumergidas y en el estudio del impacto de la actividad microbiana en el taponamiento de las membranas. También es necesario conocer las condiciones óptimas de operación con respecto a la presión transmembrana, compuestos y frecuencia de lavado y tiempo entre limpiezas (Liao *et al.*, 2006).

2.6. Taponamiento

2.6.1. Definición

A pesar de la múltiples ventajas que tienen los BRM, que incluyen una mejor calidad del efluente final, pocos requerimientos de espacio, menor producción de lodos y fácil operación (Judd, 2006); con el tiempo, es inevitable que las membranas disminuyan la cantidad de permeado obtenido debido a la deposición de material dentro de los poros y sobre la membrana. Este fenómeno se conoce como taponamiento y es, sin duda, el mayor obstáculo en la diseminación de estos sistemas y sigue siendo uno de los problemas más desafiantes para su aplicación a gran escala (Yang *et al.*, 2006).

El taponamiento se define como la deposición, adsorción y acumulación de partículas, microorganismos, coloides, solutos y residuos celulares sobre la superficie de la membrana o dentro de sus poros (Jiang, 2007; Meng *et al.*, 2009). El taponamiento tiene como consecuencia la reducción en la cantidad del permeado o el incremento de la presión transmembrana (PTM), dependiendo del modo de operación, así como la disminución de la calidad del permeado y el deterioro de las membranas en sí mismas. El taponamiento también puede provocar un cambio en el corte de peso molecular de las membranas, haciendo que un proceso de microfiltración muestre características de un proceso de ultrafiltración, debido a la

oclusión de los poros y la deposición de una capa taponante con capacidad filtrante (Jiang, 2007).

En lo que respecta a sistemas BRM, la formación de la capa taponante ocurre debido a los siguientes mecanismos (Figura 2.8): (1) adsorción de solutos o coloides en ó sobre la membrana, fenómeno conocido como concentración-polarización (2) deposición de flóculos del lodo sobre la superficie de la membrana, (3) formación de una capa taponante sobre la superficie de la membrana, (4) desprendimiento de sustancias taponantes debido principalmente a fuerzas de corte, (5) cambios temporales y espaciales de la composición de la capa taponante debido a la operación a largo plazo (Meng *et al.*, 2009).

Según Rosenberger *et al.*, (2006), la creación de una capa taponante en la superficie de las membranas puede actuar como una membrana secundaria, incrementando la retención y/o adsorción de macromoléculas. La formación de una bio-película también puede llevar a la degradación de las macromoléculas cuando el permeado fluye a través de las membranas. Finalmente, la interacción entre macromoléculas y otros solutos (ácidos húmicos y cationes divalentes) con los poros de la membrana puede ser responsable de la reducción del tamaño de poro con el tiempo.

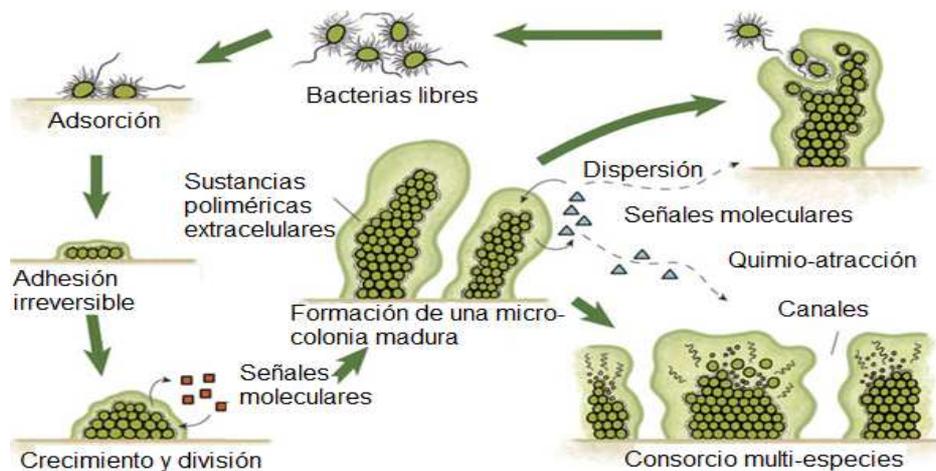


Figura 2.8. Etapas de formación del biofilm

2.6.2. Caracterización del taponamiento

En general, el taponamiento puede ser caracterizado a través de tres diferentes maneras (Judd, 2008):

1. Definiciones prácticas: Basadas en la recuperación de la permeabilidad, es decir, el grado en que la permeabilidad de la membrana es recuperada cuando diferentes tipos de sustancias limpiadoras son aplicadas para remover las sustancias taponantes.
2. Definiciones mecánicas: Basadas en el mecanismo de taponamiento, es decir, en la manera como las sustancias taponantes interactúan con la membrana para reducir su permeabilidad. Intentan explicar cómo las sustancias taponantes se depositan en las membranas.
3. Definiciones basadas en el tipo de material taponante: Describen la naturaleza física o química, o el origen de las sustancias taponantes. Vale la pena anotar que la caracterización de las sustancias taponantes ha recibido mucha atención por parte de la comunidad científica.

2.6.2.1. Definiciones prácticas

- *Taponamiento removible*: Es aquel que puede ser fácilmente eliminado a través de la aplicación de la limpieza física, como por ejemplo, retrolavados. Es causado por sustancias taponantes débilmente adheridas a la membrana y está asociado a la formación de la capa taponante (Meng *et al.*, 2009).
- *Taponamiento irremovible*: Es aquel que requiere limpieza química para ser eliminado y es causado por sustancias taponantes que bloquean los poros o están fuertemente adheridas a la membrana. Este taponamiento está asociado al bloqueo de los poros (Meng *et al.*, 2009).
- *Taponamiento irreversible*: Es aquel que no puede ser removido bajo ningún régimen de limpieza. Es causado por la multiplicación de las células previamente adheridas a la membrana, la producción de sustancias poliméricas extracelulares y la progresiva precipitación de algunas sustancias inorgánicas sobre las membranas o entre sus poros, causando el bloqueo de los mismos y la formación de una capa taponante fuertemente adherida (Meng *et al.*, 2009). Se presenta en la operación a largo plazo, es perjudicial y es, finalmente, quien define la vida útil de la membrana (Judd, 2008).

La figura 2.9 ilustra de manera esquemática las diferentes definiciones prácticas de taponamiento.

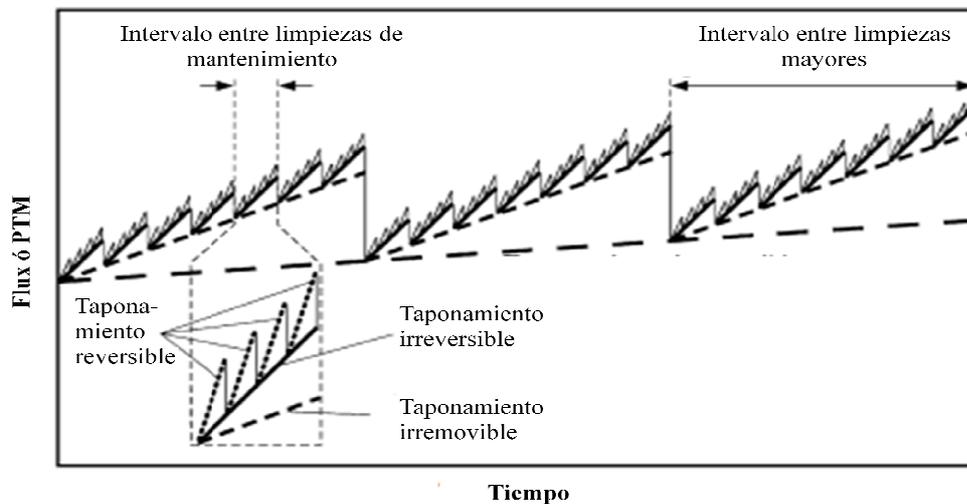


Figura 2.9. Representación esquemática de las diferentes definiciones prácticas de taponamiento (Adaptado de Drews, 2010)

2.6.2.2. Definiciones mecánicas

Las leyes de bloqueo de poros describen los cuatro mecanismos del taponamiento de las membranas debido a partículas coloidales: (1) Bloqueo completo, (2) Bloqueo estándar, (3) Formación de la capa taponante y (4) Bloqueo intermedio (Figura 2.10). Aunque fueron inicialmente desarrolladas para un filtro con poros cilíndricos y paralelos, estas leyes de bloqueo de poros también pueden ser utilizadas en aplicaciones que involucran membranas poliméricas con poros de morfología irregular (Wang y Tarabara, 2008).

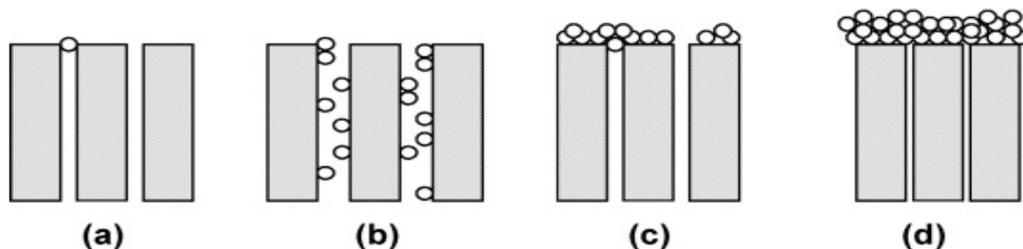


Figura 2.10. Ilustración esquemática de los cuatro mecanismos: (a) Bloqueo completo, (b) Bloqueo estándar, (c) Bloqueo intermedio y (d) Formación de la capa taponante (Wang y Tarabara, 2008)

En el bloqueo completo se asume que cada partícula que llega a la membrana bloquea el poro sin depositarse sobre otras. Las partículas que participan en el bloqueo completo tienen tamaños comparables al tamaño de poro de la membrana. Para el caso del bloqueo estándar, también llamado constricción del poro, se asume que las partículas que llegan a la membrana se depositan en las paredes internas de los poros, haciendo que el volumen de los poros disminuya en proporción a las partículas depositadas. Las partículas involucradas en el bloqueo estándar son pequeños coloides o materia orgánica macromolecular, la cual es lo suficientemente pequeña como para penetrar los poros. En la formación de la capa taponante se asume que las partículas se depositan sobre otras previamente retenidas o depositadas. En este caso no hay lugar para que las partículas obstruyan directamente los poros por que estos ya están cubiertos por otras partículas y no están disponibles para ser bloqueados. Por último, el bloqueo intermedio es un paso intermedio entre el bloqueo completo y la filtración de la capa taponante. Se asume que algunas partículas se depositan sobre otras partículas, como en la filtración de la capa taponante, mientras que otras partículas bloquean los poros de la membrana, como en el bloqueo completo (Wang y Tarabara, 2008).

En el proceso de filtración, los cuatro mecanismos pueden ocurrir simultáneamente y un mecanismo puede dominar en las diferentes etapas de la filtración. En la etapa inicial, el bloqueo completo puede dominar, seguido del bloqueo estándar y el bloqueo intermedio. Con el progreso de la filtración y la subsecuente deposición de partículas, la superficie de la membrana se encontrará virtualmente cubierta y se formará una delgada capa. Desde este punto en adelante la formación de la capa taponante dominará las subsecuentes etapas de la filtración. La capa taponante podrá actuar como una “membrana secundaria” que podría retener coloides y macromoléculas orgánicas que no serían retenidas directamente por la membrana (Lee *et al.*, 2001).

Cuando la filtración se lleva a cabo a presión constante con el flujo de alimentación perpendicular a la superficie de la membrana y con sustancias taponantes de forma esférica que son completamente retenidas, las ecuaciones que describen la relación entre el volumen filtrado total V [m^3], y el tiempo de filtración, t [s], para cada uno de los cuatro mecanismos son las siguientes (Wang y Tarabara, 2008):

$$K_b V = Q_o (1 - e^{-K_b t}) \quad \text{para bloqueo completo;} \quad (2.7)$$

$$\frac{K_s t}{2} = \frac{t}{V} - \frac{1}{Q_0} \quad \text{para bloqueo estándar;} \quad (2.8)$$

$$K_i V = \ln(1 + K_i Q_0 t) \quad \text{para bloqueo intermedio;} \quad (2.9)$$

$$K_c V = \frac{2t}{V} - \frac{2}{Q_0} \quad \text{para formación de la capa taponante;} \quad (2.10)$$

Donde Q_0 [$\text{m}^3/\text{m}^2\text{-s}$] es la tasa de flujo inicial y K es la constante con el subíndice indicando el mecanismo de bloqueo. Los primeros tres mecanismos son clasificados como bloqueo de poro. Hernia (1982) demostró que la ecuación común característica para los diferentes mecanismos de bloqueo puede ser obtenida al derivar la siguiente ecuación:

$$\frac{d^2 t}{dV^2} = k \left(\frac{dt}{dV} \right)^n \quad (2.11)$$

Donde k es una constante y n es el índice de bloqueo igual a 2, 1.5, 1 ó 0 para el bloqueo completo, bloqueo estándar, bloqueo intermedio y filtración de la capa taponante, respectivamente.

Tradicionalmente, gráficas específicas para cada ecuación basadas en la información de la filtración son creadas para identificar el mecanismo de taponamiento dominante a posteriori. Un comportamiento lineal es encontrado si el taponamiento corresponde a un mecanismo dado. Con esta información se puede decidir cuales son las medidas más adecuadas para controlar el taponamiento (Drews, 2010).

2.6.2.3. Definiciones basadas en el tipo de material taponante

- *Taponamiento por partículas:* La acumulación de material particulado sobre la membrana forma una capa filtrante la cual es conocida como taponamiento por partículas. Estas partículas pueden consistir en sólidos suspendidos, coloides e inclusive microorganismos. Aunque en la mayoría de sistemas MF y UF puede dominar el taponamiento por partículas, las membranas MF y UF de sistemas BRM tienden a sufrir mayor taponamiento por material coloidal y sustancias orgánicas.
- *Taponamiento orgánico:* Se refiere a la deposición y/o adsorción de sustancias orgánicas disueltas y bio-polímeros (por ejemplo, proteínas y polisacáridos) dentro de los poros o sobre la superficie de la membrana, esto debido a las interacciones inter-moleculares entre

la membrana y la materia orgánica. Diversos estudios (Kimura *et al.*, 2005; Rosenberger *et al.*, 2006; Zhou *et al.*, 2007; Teychene *et al.*, 2008;) confirman que las sustancias poliméricas extracelulares (SPE) y los productos microbianos solubles (PMS) son el origen del taponamiento orgánico y juegan un papel importante en el desarrollo del taponamiento.

- *Bio-taponamiento*: Se refiere a la deposición, crecimiento, adhesión y metabolismo de las células bacterianas en las membranas, con la subsecuente formación de una bio-película; lo cual resulta en una disminución del desempeño de la membrana. Comienza con la deposición de células individuales sobre la membrana, después de lo cual ocurre la multiplicación celular y la formación de una bio-capa taponante. La formación del biofilm puede ocurrir en cualquier clase de superficie, natural o sintética, puesto que las bacterias han desarrollado elaborados mecanismos de adhesión. Muchos investigadores sugieren que las SPE y los PMS juegan un papel importante en la formación de sustancias biológicas taponantes y de la capa resultante (Flemming *et al.*, 1997; Liao *et al.*, 2004; Ramesh *et al.*, 2007).
- *Taponamiento inorgánico*: Se refiere a la precipitación de algunas sales disueltas sobre la superficie de las membranas cuando es excedido su producto de solubilidad (precipitación química) o cuando iones metálicos son capturados por grupos ionizables de algunos biopolímeros (precipitación biológica).

La formación química de los precipitados ocurre en las membranas cuando el producto iónico de una sal escasamente soluble excede su producto de solubilidad (Schafer *et al.*, 2005). Es comúnmente aceptado que la formación de los precipitados requiere de, al menos, dos fases: la nucleación y el crecimiento del cristal a partir de una solución súper-saturada. Cuando el bloqueo de la membrana ocurre por el crecimiento lateral de los depósitos sobre la membrana ocurre la cristalización heterogénea (Gilron y Hasson, 1987), mientras que si la formación del cristal tiene lugar en la solución seguida de su deposición sobre la superficie de la membrana, ocurre la cristalización homogénea (Pervov, 1991).

Cuando la precipitación de un mineral ocurre como resultado de las interacciones entre la célula y el ambiente con poco control sobre el proceso de mineralización, se presenta la mineralización biológicamente inducida. Ocurre porque las superficies de las bacterias contienen macromoléculas que pueden expresar una serie de grupos reactivos como los carboxilatos y los fosfatos, los cuales son capaces de unir iones metálicos presentes en el

medio. Estas uniones pueden actuar como sitios de nucleación para la precipitación (Bauerlein, 2003).

Herrera-Robledo *et al.*, (2010) propusieron la hipótesis de colapso-compresión para explicar los cambios abruptos e intermitentes que se presentan en la PTM y en el flux obtenido. Dicha hipótesis postula que la secreción de SPE, aunada a fenómenos de mineralización biológicamente inducida, contribuiría a fortalecer la estructura de la capa taponante. En algún momento, dicha estructura se colapsaría causando incrementos tanto en la presión del sistema como en la resistencia de la capa taponante. Este proceso se repetiría durante la operación a largo plazo creando estados pseudo-estacionarios que preceden a incrementos abruptos en PTM.

En BRM se encontró un taponamiento severo a causa de CaCO_3 (Ognier *et al.*, 2002). Aunque el taponamiento inorgánico no es dominante en sistemas BRM, se sabe que las sustancias orgánicas taponantes en conjunto con las sustancias inorgánicas pueden fortalecer la capa taponante y hacerla irremovible.

Por otro lado, se sabe que los fosfatos son liberados por el metabolismo bajo condiciones anaerobias (Zitomer y Speece, 1993) y que grandes concentraciones de nitrógeno amoniacal están presentes en los efluentes de tratamientos anaerobios producto de la descomposición de compuestos orgánicos nitrogenados (Choo y Lee, 1996). Estos dos hechos, junto con la presencia de magnesio en el influente de sistemas BRAM, hacen que éstos sean propensos al taponamiento inorgánico severo, causado por la estruvita ($\text{MgNH}_4\text{PO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) (Choo y Lee, 1996; Kang *et al.*, 2002).

La estruvita es una sustancia cristalina blanca compuesta por magnesio, amonio y fósforo en concentraciones molares iguales; su precipitación es controlada por el pH, el grado de súper-saturación, la temperatura y la presencia de iones en la solución, tales como el calcio, y ocurre cuando las concentraciones de sus componentes exceden el producto de solubilidad (K_{sp}). En general, la solubilidad de la estruvita disminuye con el aumento del pH hasta un valor de 10; a partir de allí, la solubilidad comienza a aumentar dado que la concentración del ion amonio disminuye y la concentración del ion fosfato aumenta. La formación de cristales de estruvita usualmente ocurre espontáneamente (nucleación homogénea) o puede ser mejorada por la presencia de un núcleo disponible, el cual puede ser impurezas sólidas

en suspensión o sitios en la superficie de la membrana (nucleación heterogénea) (Doyle y Parsons, 2002).

Por otro lado, la presencia de iones divalentes, como Ca^{2+} y Mg^{2+} , facilita el taponamiento de la membrana. Esto puede deberse a varias razones: (1) la carga de los coloides y macromoléculas puede ser aumentada (menos negativa) por la unión entre los iones de calcio y los grupos funcionales negativamente cargados, (2) la carga de la membrana puede ser incrementada por la unión entre los iones de calcio y las superficies negativamente cargadas y (3) los iones de calcio pueden formar enlaces entre las moléculas negativamente cargadas y las membranas negativamente cargadas (Schafer *et al.*, 2004; Lee *et al.*, 2005)

El taponamiento inorgánico es especialmente responsable del endurecimiento de la capa taponante en la superficie de la membrana, donde las fuertes uniones y la solidificación llevan a un taponamiento irremovible (Choo y Lee, 1996).

En el trabajo de investigación realizado por Cid León (2007), se encontró que el proceso de limpieza con hipoclorito de sodio no logró remover la capa taponante y recuperar el flux original. Este hecho, junto con la remoción de fósforo total que se presentó en las membranas (77% de remoción), generó la hipótesis de que el taponamiento irreversible que se presentó en las membranas tenía carácter inorgánico, y posiblemente se debía a la deposición de estruvita ($\text{MgNH}_4\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) sobre la membrana.

2.6.3. Factores que influyen en el taponamiento

Los parámetros que gobiernan el taponamiento pueden ser clasificados en tres grandes categorías (Bérubé *et al.*, 2006):

2.6.3.1. Factores que son gobernados por la membrana en sí misma

Entre estos se encuentran el material, carga, naturaleza hidrofóbica/hidrofílica, configuración y morfología de la membrana.

Si los coloides/macromoléculas y la superficie de la membrana tienen la misma carga, éstos serán repelidos por acción de fuerzas electrostáticas y, consecuentemente, su adsorción será menor. Dado que la mayoría de coloides y macromoléculas están negativamente cargados a

un pH neutral, membranas de MF y UF son manufacturadas o modificadas para estar negativamente cargadas cuando son utilizadas para el tratamiento de aguas residuales; sin embargo, debe señalarse que la carga de la membrana puede ser modificada con la adsorción de macromoléculas y, eventualmente, tener la misma carga de los coloides y macromoléculas depositadas (Hong y Elimelech, 1997).

Cuando los coloides y macromoléculas y la superficie de la membrana tienen hidrofobicidad opuesta, éstos serán rechazados por la membrana. Muchas membranas para el tratamiento de aguas residuales son hidrofílicas, las cuales tienen la ventaja de tener una mayor permeabilidad y menor afinidad con sustancias taponantes aromáticas (la mayoría de la materia orgánica natural disuelta). Al igual que con la carga de la membrana, la hidrofobicidad de la membrana puede ser alterada por la deposición de coloides y macromoléculas (Hong y Elimelech, 1997).

La morfología de la membrana (i.e., abertura de los poros, distribución de tamaño de poro y rugosidad de la superficie) puede afectar el taponamiento de la membrana. Generalmente, una membrana con una distribución de tamaño de poro reducida y más uniforme y con una superficie suave puede disminuir el taponamiento (Fang y Shi, 2005)

Para sistemas BRAM, la literatura científica indica que el sistema óptimo de membrana consiste en una membrana orgánica, hidrofílica y negativamente cargada con un tamaño de poro de aproximadamente $0.1\mu\text{m}$. El uso de las configuraciones tanto externa como sumergida es promisorio (Bérubé *et al.*, 2006).

2.6.3.2. Factores que son gobernados por los parámetros operacionales

Entre estos se encuentran la velocidad del flujo, la presión transmembrana (PTM), el burbujeo de gas, la temperatura de operación, el tiempo de retención celular (TRC), el tiempo de retención hidráulica (TRH). En particular, en sistemas BRAM con membranas sumergidas, el taponamiento es influenciado por la PTM, la intensidad del burbujeo de gas y la duración de los periodos de relajación de la membrana; mientras que en sistemas BRAM con membranas externas, la PTM y la velocidad tangencial del flujo son las encargadas de gobernar el taponamiento (Bérubé *et al.*, 2006).

Trabajos previos han demostrado que el cambio en parámetros operacionales como el TRC o el TRH pueden afectar otros parámetros que tienen influencia directa en el taponamiento de la membrana (Chae *et al.*, 2006; Meng *et al.*, 2007). Entre estos parámetros se incluyen la morfología del lodo, la producción de PMS y SPE, la concentración de SSLM y la viscosidad del lodo.

El TRC es uno de los parámetros que gobierna el desempeño de los sistemas BRM, en particular el taponamiento; pues controla las características de la biomasa (Grelier *et al.*, 2006). La literatura científica apunta a que existe un TRC óptimo, ya que TRC demasiado cortos hacen que la biomasa produzca cantidades elevadas de SPE, mientras que TRC largos provocan la acumulación de material no biodegradable así como un aumento en la viscosidad del licor de mezcla. Sin embargo, este valor óptimo de TRC no se puede establecer fácilmente debido a la dificultad en relacionar apropiadamente la biomasa aclimatada a diferentes TRC y hacer comparaciones (Le-Clech *et al.*, 2006). El TRC, junto con el TRH y la carga orgánica volumétrica, son los principales parámetros que afectan la producción de sustancias poliméricas extracelulares (SPE) y productos microbianos solubles (PMS), debido a que estos parámetros gobiernan el crecimiento y decaimiento de la biomasa (Meng *et al.*, 2009). Dong y Jiang (2009) encontraron que existe una mayor acumulación de PMS a TRC cortos, alcanzando una concentración mínima a TRC de 40 días. En ese mismo estudio se encontró que el potencial de taponamiento de los PMS aumenta con el decrecimiento del TRC. Por otro lado, Pan *et al.*, (2010), encontraron que la concentración de PMS decreció con el aumento del TRC de 10 a 30 días, estabilizándose a los 60 días. Sin embargo, Herrera-Robledo *et al.*, (2010) encontraron en un sistema BRAM constituido por un reactor UASB acoplado a una membrana externa, que variaciones en el TRC de 60 a 100 días no tuvieron ninguna influencia ni en el comportamiento de la filtración ni en la calidad del efluente final.

Variaciones en el TRH, y la correspondiente carga orgánica, han sido definidos como factores claves que influyen el desempeño de sistemas de tratamiento de aguas residuales, al mismo tiempo que se señalan como responsables de los cambios en la propensión al taponamiento de los efluentes a tratar, al afectar la naturaleza y/o estructura de los polisacáridos asociados a las SPE y los PMS (Le-Clech *et al.*, 2006). Diversas investigaciones señalan que el acortamiento del TRH tiene un efecto adverso en el

desempeño de los sistemas de tratamiento de aguas residuales; en ese sentido Zhang *et al.*, (2010) reportaron que cambios en la carga orgánica influente de un sistema MBR con membranas sumergidas provocaron un taponamiento más acentuado en las membranas durante el periodo de arranque; sin embargo, cuando el reactor alcanzó el periodo de estabilidad, esta tendencia cambió.

Barr *et al.*, (1996) encontraron que la operación de sistemas de lodos activados para el tratamiento de pulpa de papel bajo TRH largos conllevó al mejoramiento en la remoción de DQO, DBO, toxicidad y compuestos orgánicos halogenados.

Torkian *et al.*, (2003) reportaron una reducción en la eficiencia de remoción de DQO de hasta un 67% como consecuencia del efecto combinado del aumento en la carga orgánica y la disminución del TRH, cuando un reactor UASB fue empleado para tratar el efluente de un rastro. De acuerdo con Leitão *et al.*, (2005), la operación de un reactor UASB bajo un TRH corto resulta en menores eficiencias en la remoción de DQO debido al limitado tiempo de contacto para los procesos biológicos y físicos y a la disminución en la capacidad de filtración de la cama de lodo.

Aquino y Stuckey (2004) encontraron que cuando disminuyeron el TRH de un quimiostato anaerobio de 7.5 a 3 días, se obtuvo un máximo en la concentración de DQO efluente de 4327 mg/L y la mayor parte de la DQO fue causada por la acumulación de AGV, ocasionando una caída en el pH del reactor.

Meng *et al.*, (2007), encontraron que disminuir el TRH de 12-10 horas a 3-4 horas en un sistema BRM, resultó en una reducción significativa en la concentración de oxígeno disuelto, lo cual ocasionó un sobre-crecimiento de organismos filamentosos en el lodo activado, lo que conllevó a un aumento en la viscosidad y las SPE en el lodo, contribuyendo significativamente al aumento del taponamiento observado a TRH cortos.

Feng *et al.*, (2008) encontraron que la reducción en el TRH de un reactor anaerobio compartimentalizado disminuyó alrededor de 20% la eficiencia en la remoción de DQO y el nivel de actividad de la enzima deshidrogenenasa, la cual es un indicador indirecto de la actividad microbiana.

Con respecto a sistemas BRM anaerobios, Chae *et al.*, (2006) sugirieron que el TRH es un factor clave para reducir el taponamiento, pues encontraron que la disminución del TRH de 10 a 4 horas en un bio-reactor con membranas verticalmente sumergidas incrementó la

concentración de SPE y disminuyó el tamaño medio de las partículas, lo que conllevó a la disminución de la sedimentabilidad del lodo y a un aumento en el taponamiento de la membrana.

Ivanovic *et al.*, (2006) observaron que la operación de un sistema BRM con biofilm bajo un TRH corto produjo un rechazo con características menos favorables con respecto a la filtración, la deshidratación y la producción de lodo, así como una mayor tasa de taponamiento y, por lo tanto, se requirió de limpiezas con mayor frecuencia.

Jang *et al.*, (2006) desarrollaron un modelo matemático para predecir el potencial de bio-taponamiento, expresado como el índice de taponamiento modificado (MFI por sus siglas en inglés), como una función del TRC y el TRH en un sistema BRM con membranas sumergidas. Aunque, de acuerdo con sus hallazgos, se encontró que los cambios en el TRC fueron más importantes que los cambios en el TRH en el potencial de bio-taponamiento, se observó que el potencial de taponamiento ocasionado por material soluble fue ligeramente aumentado con la disminución del TRH, resultado que es importante puesto que generalmente el potencial de taponamiento ocasionado por el material soluble es mayor que el asociado con los sólidos suspendidos.

Huyskens *et al.*, (2009) observaron incrementos más severos en la PTM y en la frecuencia de lavado, así como una mayor propensión al taponamiento cuando el TRH de un sistema BRM con membranas tubulares sumergidas fue disminuido de 18 a 9 horas. En ese sentido, concluyeron que el TRH tiene un efecto adverso en el desempeño del sistema y que, en comparación con el TRC, el TRH tuvo un mayor efecto en el taponamiento (tanto reversible como irreversible) observado en el sistema.

La investigación realizada por Fallah *et al.*, (2010) mostró un taponamiento severo debido al acortamiento del TRH de 24 a 18 horas en un sistema BRM para el tratamiento de estireno, como consecuencia del aumento en la concentración de PMS, el decrecimiento en el tamaño medio de las flóculos de lodo y el incremento en la proporción de las partículas pequeñas en el lodo activado; aunque no se observó que el TRH afectara la remoción de DQO o estireno.

Huang *et al.*, (2011) investigaron el efecto de diversos parámetros operacionales, entre los que se encontraba el TRH, en el desempeño de un bio-reactor anaerobio con membranas

sumergidas que trataba aguas residuales de baja carga y encontraron que la disminución en el TRH tuvo un efecto adverso en el desempeño y taponamiento del sistema pues se promovió el crecimiento bacterial y la acumulación de PMS, lo que aceleró el taponamiento de la membrana. De igual manera, el acortamiento en el TRH aumentó la producción de biogás, lo que favoreció la disgregación de las partículas del lodo y la liberación de SPE al medio.

Konsowa *et al.*, (2011) analizaron la remoción del colorante AZO naranja 7 en un BRM y encontraron que la eficiencia en la remoción de DQO, color y del colorante AZO fueron mayores cuando se aplicaron TRH más prolongados

No obstante, diversos estudios científicos reportan que el TRH no ejerce gran influencia en el desempeño de sistemas BRM: Yeom *et al.*, (1999) encontraron que variando el TRH entre 8 y 15 horas se podían obtener remociones de DQO total del 96% y de sólidos suspendidos del 100% usando un bio-reactor de membranas intermitentemente aireado que trataba agua residual doméstica.

Holler y Trosch (2001) estudiaron la factibilidad de tratamiento de aguas residuales domésticas por vía aerobia aplicando cargas orgánicas altas y encontraron que era posible obtener remociones de DQO del orden de 95 al 99% con TRH tan bajos como 1.5h, inclusive cuando existían variaciones en la concentración de DQO afluente.

Rosenberger *et al.*, (2002) encontraron que no existían diferencias en la concentración de DQO efluente de un bio-reactor aerobio cuando el TRH varió entre 10.4h y 15.6h.

Kurian *et al.*, (2005) encontraron que al variar el TRH de 7d a 5d existieron diferencias en la remoción de DQO, DBO y nitrógeno amoniacal cuando el bio-reactor aerobio de membranas sumergidas fue operado a temperaturas termofílicas, sin embargo cuando fue operado a temperatura ambiente y con el TRH variando entre 6.3d y 5d no encontraron diferencias.

Chu *et al.*, (2006) estudiaron la influencia de los cambios en la DQO influente y el TRH en la remoción simultánea de sustancias orgánicas y nitrógeno en un sistema BRM microaeróbico que trataba aguas residuales domésticas y observaron una remoción promedio de DQO total y nitrógeno superior al 93% que no se vio afectada por los cambios en la concentración influente de DQO o el TRH.

Rahman y Al-Malack (2006) reportaron que en un BRM utilizado para tratamiento de aguas industriales la remoción de DQO no dependió de TRH aplicado dentro del rango estudiado (17-34 h). Sin embargo, esta conclusión está basada en resultados de experimentos realizados por periodos de tiempo muy cortos, por lo que no se puede garantizar que el reactor haya operado bajo condiciones de estabilidad y no se pueden sacar conclusiones confiables.

Viero *et al.*, (2007) trataron agua residual sintética compuesta por un sustrato fácilmente biodegradable en un BRM y encontraron que el TRH no influenció la eficiencia en la remoción de DQO; sin embargo cuando ese mismo BRM fue utilizado para tratar el efluente de una refinería de petróleo, encontraron que inclusive pequeñas variaciones en el TRH afectaron la eficiencia de la remoción. De acuerdo con estos autores, el tratamiento de aguas residuales complejas que contienen compuestos de lenta biodegradación, requieren TRH y tiempos de adaptación de la biomasa más extensos para su tratamiento en sistemas BRM con el fin de obtener altas eficiencias en la remoción.

Wang *et al.*, (2009b) evaluaron la influencia de diversos parámetros operacionales, entre los que se encontraba el TRH, en el tratamiento de aguas residuales domésticas en un sistema BRM y propusieron expresiones matemáticas basadas en un modelo de regresión lineal para evaluar la influencia de estos parámetros en el volumen acumulado y en la concentración de DQO del permeado. Las ecuaciones mostraron que el TRH no fue el parámetro operacional predominante, y además, se encontró que el acortamiento del TRH tuvo una influencia positiva tanto en el volumen acumulado como en la concentración de DQO del permeado.

Los resultados de las investigaciones citadas arriba muestran que no existe consenso en la literatura científica acerca del papel del TRH en el desempeño y taponamiento de sistemas BRM, tanto aerobios como anaerobios, ni mucho menos un rango recomendado de TRH para la operación de dichos sistemas; aunque la información presentada parece indicar que este parámetro operacional tiene influencia en la producción de PMS y SPE. Es así como este tema debe ser clarificado y analizado con mayor profundidad.

El tamaño de partícula y las condiciones hidrodinámicas, como la velocidad tangencial (cross-flow) y flux, también son parámetros importantes en el taponamiento. La contribución al taponamiento de cada fracción del lodo (sólidos suspendidos, coloides y solutos) depende del tamaño de partícula y las condiciones hidrodinámicas, ya que la fuerza

de arrastre hacia la membrana y la velocidad de retro-transporte son influenciados por éstos (Bae y Tak, 2005). La fuerza de arrastre hacia la membrana, la cual es generada por el flux, incrementa con el flux de operación y con el tamaño de partícula. Por otro lado, el retro-transporte en un sistema de filtración tangencial está constituido por la difusión Browniana, la ascensión inercial y la difusión inducida por fuerzas de corte. Aunque la difusión Browniana, tiende a disminuir cuando el tamaño de la partícula aumenta, las otras fuerzas tienden a incrementarse con el flux y el tamaño de partícula (Belfort *et al.*, 1994). Es por esto que la velocidad de retro-transporte de las partículas aumenta con su tamaño (Bae y Tak, 2005).

Cuando en las cercanías de la superficie de la membrana el componente del retro-transporte es menor que la fuerza de permeación, las partículas se depositarán sobre la superficie de la membrana. Por el contrario, si el retro-transporte supera a la fuerza de arrastre hacia la membrana, las partículas tendrán escasas posibilidades de depositarse sobre la membrana (Tardieu *et al.*, 1998). Es por esto que la deposición de las partículas suspendidas puede ser controlada mediante las condiciones hidrodinámicas dentro del sistema al mantener flux operacional bajo y la velocidad tangencial (cross-flow) alta (Bae y tak, 2005).

La literatura científica (Li *et al.*, 1998; Bacchin, 2004) también reporta que el tamaño de partícula tiene influencia en el flux crítico –aquel valor del flux por debajo del cual la deposición de partículas no ocurre o es despreciable y por encima del cual la deposición de partículas es significativa y ocurre el taponamiento (Field *et al.*, 1995)–; puesto que cuanto mayores sean las partículas mayor será el flux crítico. Esto debido a que las partículas más grandes son dominantes en los procesos de transporte a causa de sus altos coeficientes de retro-difusión así como también por su habilidad de perturbar la capa límite y, así, beneficiar el retro-transporte de las partículas más pequeñas (Zhang *et al.*, 2006).

Por otro lado, diversos autores (Bourgeois *et al.*, 2001; Shin y Kang, 2002; Liang *et al.*, 2007; Teiychene *et al.*, 2008; Zheng *et al.*, 2009) postulan que la deposición de sustancias solubles sobre la membrana gobierna la formación de la capa taponante y es responsable de gran parte de la resistencia de la membrana, mientras que el papel de la fracción particulada es pequeño. Las sustancias solubles bloquean los poros de la membrana, forman una capa taponante sobre la membrana y reducen seriamente la permeabilidad de la membrana (Roorda, 2004).

Choo y Lee (1998), observaron una disminución continua en el flux obtenido en un sistema BRAM; hecho que fue relacionado con la reducción continua de tamaño de los bio-sólidos debido a la acción abrasiva de la bomba de recirculación. Esto ocasionó que la resistencia hidráulica de la membrana y la compresibilidad de la capa taponante aumentaran. Aquino *et al.*, (2006), encontraron que la fracción de alto peso molecular (>30KDa) de las SPE y los PMS (conformada principalmente por proteínas y carbohidratos) originada por procesos de lisis celular, contribuyó en mayor proporción al taponamiento interno de la membrana en un sistema BRAM, conformado por un reactor completamente mezclado con una membrana MF sumergida hecha de polietileno.

2.6.3.3. Factores que son gobernados por las características del licor de mezcla

Los principales factores de este tipo son la concentración de sólidos suspendidos, de sólidos coloidales y la presencia de productos microbianos solubles (PMS) y sustancias poliméricas extracelulares (SPE), el pH, la fuerza iónica y la presencia de iones divalentes.

Se ha reportado que la concentración de sólidos suspendidos en el licor de mezcla tiene un efecto significativo en la resistencia a la filtración. Según Kitamura *et al.*, (1996), se observó una disminución en el flux acompañada de un incremento en la concentración de sólidos suspendidos dentro del sistema BRAM tratando aguas residuales de una destilería. Sin embargo, no se ha encontrado una relación exacta entre la concentración de sólidos suspendidos y la estabilidad del flux. Por otro lado, los coloides juegan un papel crucial en el incremento de la resistencia hidráulica de la capa taponante. Esto se debe a que los coloides, por su tamaño, tiene tendencia a migrar y acumularse sobre la membrana; y, adicionalmente, forman una capa taponante más compacta (Choo y Lee, 1998).

Aunque no existe un consenso general de la comunidad científica acerca de los fenómenos que ocurren durante la filtración, muchas publicaciones reportan que las sustancias poliméricas extracelulares (SPE) tienen un papel fundamental en la formación de la capa taponante en sistemas de lodos activados (Le-Clech *et al.*, 2006). Más precisamente, la literatura especializada propone que la presencia de proteínas y carbohidratos alrededor de las células es clave en la formación de los flóculos y, consecuentemente, pueden tener un papel significativo en el taponamiento de sistema BRM (Gorner *et al.*, 2003).

Las sustancias poliméricas extracelulares (SPE) son productos insolubles de origen biológico que sirven como materiales de construcción de los agregados microbianos; están localizadas en o por fuera de la superficie celular y están formadas por diferentes clases de macromoléculas y se producen por secreción activa, lisis celular o por la dispersión del material celular (Flemming y Wingender, 2001; Jang *et al.*, 2005). Pueden ser divididos en dos categorías: SPE adheridas (capas, polímeros capsulares, gel condensado, material orgánico adherido y polímeros débilmente adheridos) y SPE solubles (macromoléculas solubles y coloides).

La matriz de SPE cumple diversas funciones: agregación de microorganismos, estabilización de la estructura del biofilm, barrera protectora contra sustancias potencialmente dañinas, retención de agua, acumulación de actividades enzimáticas y adhesivo a superficies (Laspidou y Rittmann, 2002). Además, las SPE pueden ser responsables de la creación de una barrera que impide el paso del permeado. También, los bio-flóculos atrapados en la membrana pueden servir como una importante fuente de nutrientes para la formación de bio-películas en la superficie de la membrana (Flemming *et al.*, 1997).

Se sabe, además, que la matriz de SPE también juega un rol importante en las interacciones hidrofóbicas entre las células y en la estabilidad de los gránulos microbianos a largo plazo (Qin *et al.*, 2004); razón por la cual se ha propuesto que un decrecimiento en los niveles de SPE puede causar deterioro de los gránulos; lo que finalmente, puede conllevar a un detrimento en el desempeño de sistemas BRAM basados en reactores de tipo UASB (Liu y Fang, 2003). Este hecho podría indicar la existencia de un nivel óptimo de SPE en el cual la estructura de los flóculos es mantenida sin presentarse una alta propensión al taponamiento (Le-Clech *et al.*, 2006).

La velocidad ascensional (directamente relacionada con el TRH), juega un papel importante en la granulación del lodo de reactores UASB, pues se sabe que en condiciones de velocidades ascensionales relativamente altas el proceso ocurre, mientras que hay ausencia del mismo cuando prevalecen fuerzas hidrodinámicas débiles (Alphenaar *et al.*, 1993). Sin embargo, esta afirmación es correcta sólo hasta cierto punto, pues según varios estudios (Kosaric *et al.*, 1990; Versiani *et al.*, 2005) velocidades ascensionales por encima de 1m/h pueden causar desintegración de los gránulos debido al aumento excesivo de las fuerzas de

corte, llevando a la liberación de SPE en el efluente y al lavado de la biomasa del reactor, y a un empeoramiento en el desempeño de las membranas.

Por otro lado, Nichols *et al.*, (2004) reportan que bajo condiciones estresantes, los flóculos (o gránulos) presentan una producción mayor de SPE. Algunas condiciones operacionales como el tipo de reactor, la composición de sustrato, la carga volumétrica y el TRH pueden estimular a las bacterias para producir más SPE. Experimentos con granulación en sistemas aerobios mostraron que bajo condiciones operacionales estresantes, como fuerzas cortantes de gran magnitud, corto tiempo de retención hidráulica y de sedimentación estimularon significativamente a las bacterias para producir más carbohidratos que proteínas en las SPE (Tay *et al.*, 2001; Liu *et al.*, 2003; Qin *et al.*, 2004).

Diversas investigaciones (Cho *et al.*, 2005; Ramesh *et al.*, 2006; Ahmed *et al.*, 2007; Menniti *et al.*, 2009) postulan que las SPE adheridas a la membrana influyen la resistencia específica de la capa taponante y el taponamiento de los BRAM. Ji y Zhou (2006) indicaron que tanto la composición como la cantidad de SPE adheridas a la superficie de la membrana influyen el taponamiento. Pollice *et al.*, (2005), enfatizaron que el taponamiento en condiciones de operación de flux subcrítico, fue principalmente causado por la acumulación de SPE en y sobre los poros de la membrana. Lee *et al.*, (2003) propusieron que la hidrofobicidad y la carga superficial, los cuales están relacionados con la composición y propiedades de las SPE, parecen ser parámetros claves en el taponamiento ocasionado por flóculos microbianos. An *et al.*, (2009b) sugirieron que las interacciones entre las SPE depositadas en la superficie de la membrana y elementos inorgánicos como magnesio, calcio, aluminio, silicio y hierro pueden aumentar la compactación y densidad de la capa taponante. También ha sido reportado que el taponamiento aumenta cuando los sistemas BRM son operados a TRC cortos debido al aumento en los niveles de SPE (Tazi-Pain *et al.*, 2002; Rosenberger *et al.*, 2006; Ahmed *et al.*, 2007); sin embargo, otros autores (Lee *et al.*, 2003; Rosenberger y Kraume, 2003; Yamato *et al.*, 2006; Drews *et al.*, 2008) no encontraron ninguna correlación clara entre la concentración de SPE y el taponamiento de la membrana. No obstante, las SPE no pueden ser consideradas como la única causa del taponamiento, aunque tengan gran influencia en las características de la biomasa. A pesar de que los resultados de las diversas investigaciones son diferentes, debe ser señalado que la concentración de SPE está relacionada con diversas características de la biomasa como

viscosidad, hidrofocibidad, carga superficial y habilidad para formar flóculos, por lo tanto las SPE deben ser controladas con el fin de mitigar el taponamiento de una manera más eficiente (Meng *et al.*, 2009).

En ese sentido, Rosenberger *et al.*, (2006) postulan que la acumulación de sustancias biopoliméricas en la superficie de la membrana ocurre no sólo por un fenómeno de retención física, sino por interacciones entre la membrana y la capa taponante (que puede actuar como una membrana secundaria) formada por microorganismos y SPE con tamaño de poros menor al de la membrana virgen. En ese sentido, el decrecimiento gradual del tamaño de poro de la membrana puede ocurrir como consecuencia de la adsorción de macromoléculas y la deposición de pequeñas moléculas dentro de los poros; si dicho incremento en la velocidad dentro del poro supera el flux crítico, se puede presentar un aumento repentino de la resistencia de la membrana causada por la deposición de partículas y la formación de una capa taponante (Cho y Fane, 2002; Ognier *et al.*, 2004).

Junto con las SPE, la literatura reporta que la composición y concentración de los productos microbianos solubles (PMS) tiene un gran impacto en el desempeño de las membranas (Le-Clech *et al.*, 2006). En la figura 2.11 se muestra una representación simplificada de la definición de SPE y PMS.

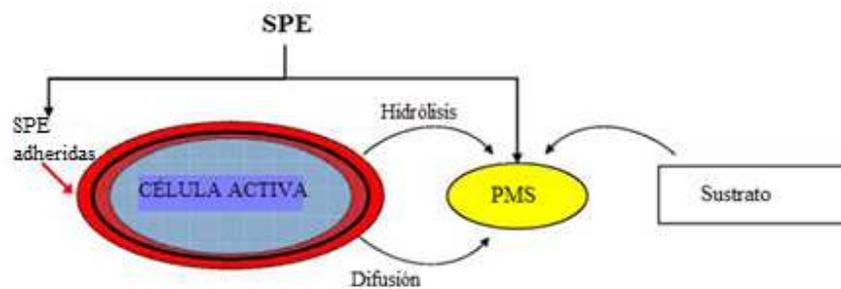


Figura 2.11. Representación simplificada de SPE y PMS (Le-Clech *et al.*, 2006)

Los productos microbianos solubles (PMS) son definidos como los componentes celulares solubles que son liberados durante la lisis celular, difundidos a través de la membrana celular como metabolitos, perdidos durante la síntesis o excretados para algún propósito, aunque también pueden provenir del sustrato (Li *et al.*, 2005) y son responsables por más de un 90% de la DQO efluente en sistemas de tratamiento biológico (Rittmann y McCarty, 2001).

Químicamente, los PMS son una mezcla compleja de material orgánico: proteínas, polisacáridos, sustancias húmicas, ácidos nucleicos, ácidos orgánicos, aminoácidos y enzimas extracelulares (Noguera *et al.*, 1994; Dignac *et al.*, 2000). La distribución de tamaño molecular varía ampliamente, desde tamaños muy pequeños (<0.5kDa) hasta tamaños muy grandes (>100kDa). En adición, la distribución de tamaño es típicamente bimodal, con un pico en la región de bajo peso molecular (<1kDa) y un pico en la región de alto peso molecular (>10kDa) (Boero *et al.*, 1996; Huang *et al.*, 2000; Dong y Jiang, 2009; Shen *et al.*, 2010).

Los PMS se pueden subdividir en dos categorías: los productos asociados a la utilización del sustrato (UAP, por sus siglas en inglés) y los productos asociados a la biomasa (BAP, por sus siglas en inglés). Laspidou y Ritmann (2002), demostraron que las SPE solubles son de hecho iguales a los PMS, o la suma de UAP y BAP; y además que, la biomasa activa está compuesta por SPE adheridas y células activas, mientras que la biomasa inerte incluye SPE adheridas y células muertas residuales. De acuerdo a estos autores, las células usan electrones del sustrato para construir biomasa activa, y también producen SPE adheridas y UAP. Las SPE adheridas son hidrolizadas a BAP, mientras que la biomasa activa sufre decaimiento endógeno para producir células muertas residuales. Finalmente, al ser los BAP y los UAP biodegradables, son utilizados por la biomasa activa para reciclar electrones.

La mayoría de la materia orgánica soluble en los efluentes biológicos es de hecho PMS más que algún sustrato influente. Este hecho tiene importantes implicaciones: los PMS no son sólo importantes en términos de alcanzar los estándares de descarga, sino que ellos efectivamente determinan los límites de la eficiencia del tratamiento biológico. Además, cualquier sistema de post-tratamiento diseñado para remover la DQO residual debe dirigirse a la remoción de dichos PMS y no a la remoción del sustrato influente. Finalmente, la presencia de estos compuestos en los efluentes puede ser un problema para el reciclaje y reúso de las aguas residuales tratadas porque algunos PMS pueden ser recalcitrantes, tóxicos o mutagénicos, o pueden llevar a la generación de sub-productos en el proceso de desinfección (Aquino, 2004).

Los PMS son absorbidos en la superficie de la membrana y pueden bloquear sus poros y/o formar una estructura gelatinosa que posiblemente actúa como fuente de nutrientes para la

formación de bio-películas y como barrera hidráulica al flujo de permeado (Rosenberger *et al.*, 2005).

Zhou *et al.*, (2009) analizaron la composición de los PMS en el efluente de un reactor UASB a escala piloto que trataba el efluente de una destilería y encontraron que éstos estaban principalmente conformados (entre un 55 y un 65%) por carbohidratos de cadena larga y ésteres. También encontraron que el efluente del reactor UASB era mucho más complejo que el efluente de un reactor aerobio. También, Wu *et al.*, (2010), encontraron que los PMS constituyen una importante porción de los efluentes anaerobios; los principales PMS de bajo peso molecular hallados fueron alcanos de cadena larga, ésteres y ácidos.

De acuerdo con Ho y Sung (2009), el aumento en la velocidad tangencial de filtración lleva a la disminución del tamaño medio de las partículas y al aumento en la concentración de PMS.

Lin *et al.*, (2010) compararon el desempeño de dos BRAM con membranas sumergidas; uno de ellos fue operado bajo condiciones mesofílicas, mientras que el otro fue operado bajo condiciones termofílicas. Los autores encontraron que la resistencia de la capa taponante fue de 5 a 10 veces mayor en el reactor termofílico y asociaron este hecho a una mayor producción de sustancias taponantes orgánicas (PMS y SPE) e inorgánicas en este reactor.

Wu y Huang (2009) encontraron que la fracción de orgánicos solubles y polisacáridos en el sobrenadante tuvieron una mayor contribución al taponamiento que la fracción particulada y coloidal y fueron el factor con mayor influencia en la filtrabilidad del licor de mezcla. También se ha demostrado una relación directa entre los carbohidratos presentes en los PMS (PMSc) y la tasa de taponamiento (Lesjean *et al.*, 2005, Rosenberger *et al.*, 2006, Yigit *et al.*, 2008, Dong y Jiang, 2009), el índice de filtración y tiempo de succión capilar (Evenblij *et al.*, 2005), flux crítico (Le-Clech *et al.*, 2006), el flux específico (Rosenberger *et al.*, 2005) y la resistencia de la capa taponante (Okamura *et al.*, 2009); Pan *et al.*, (2010) sugirieron que la acumulación de los componentes hidrofílicos de los PMS (carbohidratos) en el licor de mezcla del bio-reactor puede ser la mayor causa del taponamiento. Estos hallazgos revelan que los PMSc son un importante indicador de taponamiento en sistemas BRM (Le-Clech *et al.*, 2006).

También para el caso de los PMS existe controversia en la literatura sobre su papel en el taponamiento (Aquino *et al.*, 2006). Según Shin y Khan (2002), entre un 56 y un 66% de la resistencia total de la capa taponante se debió a la fracción disuelta, indicando que ésta juega un papel importante en el taponamiento. También Park *et al.*, (2005) encontraron que los PMS tienen un alto potencial de taponamiento y que estaban conformados principalmente por proteínas y polisacáridos.

Iritani *et al.*, (2007) reportaron que la contribución del sobrenadante al taponamiento fue de casi el 100%, demostrando que los PMS son el parámetro que controla la microfiltración de lodo activado. Lyko *et al.*, (2007) encontraron una importante influencia de las sustancias húmicas y carbohidratos solubles complejados con metales en el taponamiento de la membrana.

Zhang (2009), reportó que la acumulación de PMS y SPE en BRM tuvo un efecto negativo en la filtración de la membrana. Los PMS, particularmente la fracción de PMS con peso molecular de 3 a 10kDa, fueron positivamente correlacionados con el bloqueo de los poros. La formación de la capa taponante fue el mecanismo de taponamiento predominante y la fracción de PMS y SPE con peso molecular mayor a 10kDa tuvo un fuerte efecto en la resistencia de la capa taponante. En este estudio también se encontró que los principales componentes de los SPE en la capa taponante fueron proteínas, polisacáridos y sustancias húmicas; mientras que los principales componentes de los PMS fueron polisacáridos y sustancias húmicas.

Sin duda alguna, la literatura científica sugiere que la concentración y composición de los PMS en BRM influye significativamente en el taponamiento de la membrana, y podría determinar la propensión al taponamiento. Además, la presencia de PMS en los efluentes de BRM puede ocasionar problemas ambientales adicionales al ser descargados al ambiente (Meng *et al.*, 2009).

Patsios *et al.*, (2011) encontraron que concentraciones bajas de PMS y SPE inhiben el fenómeno auto-acelerante del salto en la PTM, permitiendo así periodos de filtración más largos.

Sin embargo, investigadores como Germain *et al.*, (2005) encontraron que la fracción de PMS no tuvo influencia en el taponamiento y que la tasa de taponamiento estuvo más

influenciada por la concentración de sólidos volátiles disueltos y la fracción de carbohidratos en las SPE. Drews *et al.*, (2008), no encontraron ninguna correlación entre la fracción de polisacáridos de PMS y el taponamiento de la membrana. Estos resultados contradictorios pueden ser parcialmente atribuidos a la amplia variedad de configuraciones dentro de las plantas de tratamiento, de condiciones de operación, aguas residuales tratadas y materiales de membranas, así como a las diferencias en la preparación de muestras, en las técnicas analíticas usadas y en cómo el taponamiento es caracterizado (Drews *et al.*, 2008).

Hasta hace poco era común creer que una mayor edad del lodo podría producir efluentes con menores concentraciones de DQO, pero varios investigadores muestran que esto no es necesariamente cierto (Boero *et al.*, 1991; Kuo *et al.*, 1996). Se ha observado que la acumulación de biomasa puede producir una mayor formación de PMS debido al decaimiento endógeno, lo que implica que hay un TRC ideal para minimizar la concentración de DQO efluente. Barker *et al.*, (1999) reportaron un rango de TRC óptimo de alrededor de 25 días para sistemas anaerobios. Para TRC altos, la mayoría de PMS deben originarse a partir del decaimiento celular, una vez que están compuestos por BAP, mientras que para TRC cortos, la mayoría de PMS deberían ser UAP dado que estos sistemas deberían tener tasas de utilización de sustrato mayores y, por lo tanto, mayores concentraciones de UAP. Kuo *et al.*, (1996) señalaron que con el aumento en el TRC, más del sustrato fácilmente biodegradable e intermediarios (AGV y PMS más fácilmente degradables) deben ser removidos, dejando atrás los PMS más recalcitrantes.

Diversas publicaciones explican la influencia que el TRH, y de la carga orgánica, tiene en la concentración de PMS y SPE:

Barker y Stuckey (1999), sugirieron un rango óptimo de carga orgánica (0.3 – 1.2 gDQO/gSSLM.d) para minimizar la producción de PMS y explicaron que cuando el sistema biológico es operado con cargas orgánicas bajas, la biomasa es sub-alimentada lo que conlleva al decaimiento endógeno y a la producción de BAP; mientras que a cargas orgánicas altas el lodo es sobrecargado y los UAP pueden acumularse en el sistema debido a un exceso en la fuente de energía.

Langenhoff *et al.*, (2000) analizaron la influencia del tipo de influente (soluble o coloidal) y del TRH en el desempeño de un reactor anaerobio compartimentalizado. Los resultados mostraron que la producción de PMS fue mayor cuando el influente fue coloidal, debido

probablemente a diferencias en la solubilidad y composición; así como cuando el TRH decreció.

Aquino y Stuckey (2004) encontraron que la producción de PMS, fue aumentada cuando el TRH de un quimiostato anaerobio fue disminuido de 7.5 a 3 días, hecho que también aumentó la concentración de ADN y resultó en el decrecimiento en la concentración de SSV, lo que sugirió una mayor lisis celular. Aunque no se pudo aclarar la causa de dicha lisis, los autores señalaron que la mayoría de PMS producidos bajo esas condiciones fueron BAP. Aunque la mayoría de estos compuestos tuvieron bajo peso molecular, cerca de un 35% de los PMS presentaron peso molecular por encima de 1 kDa.

También Schiener *et al.*, (1998) y Feng *et al.*, (2008) encontraron que en un reactor anaerobio compartimentalizado, la producción de PMS incrementó con la disminución del TRH, y el aumento en la carga orgánica, y concluyeron que tanto la temperatura como el TRH son parámetros importantes en la producción de PMS.

Mesquita *et al.*, (2009) encontraron que la relación PMS/So varió de 9 a 27%, decreciendo con el incremento del TRH. De acuerdo con estos autores, el TRH corto impuso en el reactor una carga orgánica alta (1.25 gCOD/L.d), lo cual pudo haber derivado en una actividad metabólica excesiva y en la excreción de UAP. Así, los PMS acumulados en el reactor anaerobio pudieron ser UAP así como AGV, resultantes de las condiciones de estrés impuestas sobre el reactor.

Wu y Zhou (2010) encontraron que las proteínas y polisacáridos de los PMS en un efluente anaerobio aumentaron con el aumento en la carga orgánica. A partir de la variación de las proteínas y polisacáridos de los PMS a lo largo del reactor anaerobio, pudo ser inferido que las bacterias metanogénicas contribuyeron en mayor proporción con el consumo de PMS.

Fallah *et al.*, (2010) encontraron que el acortamiento del TRH de 24 a 18 horas en un sistema BRM para el tratamiento de estireno como compuesto orgánico volátil, ocasionó la liberación de SPE por parte de las células bacteriales, así como la liberación de PMS y la defloculación del lodo biológico; y como consecuencia, un taponamiento severo fue observado cuando el sistema fue operado bajo el TRH de 18 horas como consecuencia del aumento en la concentración de PMS, del decrecimiento en el tamaño medio de las flóculos de lodo y del incremento en la proporción de las partículas pequeñas en el lodo activado.

Jeong *et al.*, (2010) encontraron que la disminución del TRH de 20 a 14 días en un BRAM que trataba aguas acidificadas afectó negativamente su desempeño al causar un aumento en la concentración de SPE de 24.2 a 29.4 mg/g y en la concentración de PMS de 105.2 a 357.1 mg de COD/L, respectivamente.

Huang *et al.*, (2011) encontraron que la disminución del TRH de 12 a 8 horas en un sistema BRAM con membranas sumergidas favoreció la acumulación de PMS, lo que aceleró el taponamiento. Cuando el BRAM fue operado bajo el TRH de 12 horas, el efecto del TRC fue despreciable y el taponamiento fue controlado por la modificación en la superficie de la membrana debida a cambios que ocurrieron en la composición de los PMS, i.e., mayores concentraciones de proteínas y carbohidratos en los PMS a TRC más largos resultaron en una tasa de taponamiento mayor. Cuando el BRAM fue operado bajo los TRH de 8 y 12 horas, el TRC infinito causó las mayores concentraciones de SSLM y PMS, lo cual aceleró la deposición de partículas y el desarrollo de una bio-película sobre la membrana

Sin embargo, el trabajo realizado por Kuo *et al.*, (1996) usando quimiostatos anaerobios mostró que la concentración de PMS aumentó con el aumento en el TRH para sistemas alimentados con acetato y glucosa. La producción normalizada de PMS en el quimistato alimentado con glucosa, mostró un patrón en forma de U en función del TRH, con un mínimo cercano al TRH de 25 días.

De las numerosas investigaciones enfocadas en el taponamiento de las membranas, la mayoría considera que las SPE, los PMS y las condiciones hidrodinámicas son los principales factores que afectan el taponamiento de las membranas. No obstante, todavía es necesario identificar y caracterizar las sustancias taponantes, en especial la adsorción de PMS/SPE sobre o dentro de la membrana e investigar la composición de la capa taponante (Meng *et al.*, 2009). De igual manera es necesario investigar en profundidad la relación entre diferentes parámetros operacionales (como por ejemplo el TRH) y la producción y composición de los PMS y las SPE (Bérubé *et al.*, 2006).

Recientemente, los términos de bio-polímeros o clusters bio-poliméricos (CBP) han sido introducidos. Estos son definidos como la diferencia entre la concentración de COT del sobrenadante y el permeado (Wang y Li, 2008). Los CBP son muy grandes como para pasar a través de la membrana, pero son biodegradables y parece que son formados por adsorción y afinidad con los PMS. Sun *et al.*, (2008), en experimentos en un BRM a escala

laboratorio alimentado con agua residual sintética encontraron una débil correlación entre la concentración de CBP y la PTM como una función de la productividad.

Otro grupo de sustancias que recientemente ha sido estudiada en la formación de biofilms en ambientes marinos son las partículas exo-poliméricas transparentes (PET) (Berman y Holdelberg, 2005). A través de la tinción de estas sustancias (De la Torre *et al.*, 2008) se puede determinar una fracción más específica de polisacáridos, con la ventaja de que este método es más simple, fácil, exacto y confiable, además de que la tinta empleada no es tóxica ni se usan ácidos fuertes a diferencia del método tradicional de Dubois *et al.*, (1956). Berman y Hodelberg (2005) propusieron que las PET son un factor primordial en el crecimiento de biofilm en sistemas de OR y sugirieron medir este parámetro para determinar la eficiencia de los arreglos de pre-filtración para membranas en sistemas de desalinización de agua de mar.

Un parámetro que da indicación de la aromaticidad o hidrofobicidad es la absorbancia específica UV (SUVA, por sus siglas en inglés) la cual es calculada de la absorbancia a 254nm dividida entre la concentración de carbono orgánico total (Traina *et al.*, 1990). Típicamente, se asume la baja hidrofobicidad de flóculos y/o SPE causa un mayor taponamiento debido al deterioro de los flóculos y a las fuertes interacciones con las membranas hidrofílicas. Esto último se hace menos importante dado que la química superficial de la membrana es rápidamente enmascarada durante el proceso de filtración debido a la adsorción y formación de la capa taponante (Le-Clech *et al.*, 2006).

2.6.4. Concentración-polarización

El taponamiento de la membrana siempre comienza con el fenómeno de concentración-polarización (Figura 2.12). Como consecuencia del transporte continuo de fluido hacia la membrana y la retención selectiva de algunos solutos, éstos se pueden acumular sobre la superficie de la membrana. Así, su concentración aumenta con el tiempo de filtración y genera una capa límite de mayor concentración con su máximo en la superficie de la membrana (c_m). El aumento en la concentración causa un retro-transporte de partículas ($D \cdot (dc/dx)$) hacia el fluido (c_f). Bajo condiciones estables, el flujo convectivo de soluto hacia la membrana ($J \cdot c_p$) es igualado al flujo de soluto a través de la membrana ($J \cdot c_p$) y el retro-

transporte difusivo. La filtración tangencial (cross-flow) puede mejorar el retro-transporte de partículas y reducir el taponamiento al incrementar el coeficiente de difusión, D , debido a la combinación de la difusión Browniana a la difusión inducida por fuerzas de corte y a los mecanismos de ascensión inercial (Belfort *et al.*, 1994)

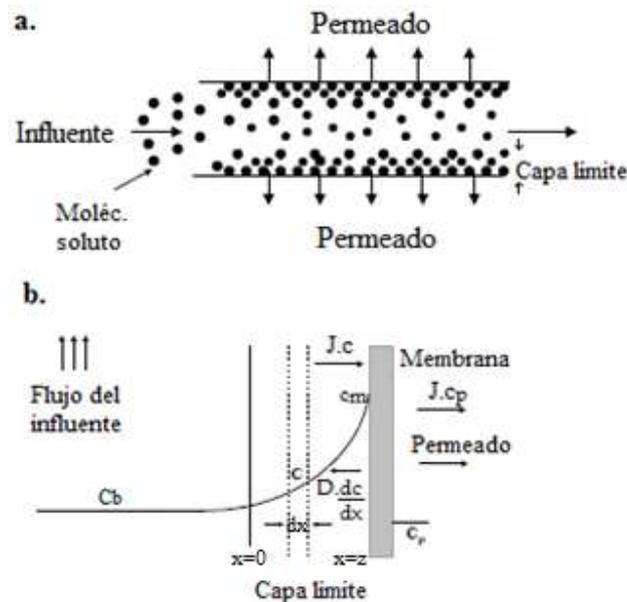


Figura 2.12. Concentración polarización: a. vista esquemática, b. Perfil de concentración en la capa límite de concentración polarización (Jiang, 2007)

2.6.5. Flux crítico y flux sustentable

En el concepto original de flux crítico se asume que por debajo de éste no ocurre disminución de la permeabilidad con el transcurso del tiempo. Esta relación puede ser matemáticamente derivada por un balance de fuerzas, teniendo en cuenta que las fuerzas de permeación no excedan las fuerzas dispersivas (difusión, inercia, etc.); así una partícula no se depositará sobre la membrana. En BRM, con fluidos más complejos otros procesos tales como adsorción o agregación de partículas pueden ocurrir. Sin embargo, las fuerzas involucradas son difíciles de cuantificar y están sujetas a cambios con el tiempo, lo que hace imposible establecer un modelo matemático mecanístico para el flux crítico. Además, debido a la adsorción que ocurre incluso cuando no hay flujo convectivo hacia la membrana, algún grado de taponamiento siempre tendrá lugar y así, el flux crítico en su definición estricta es inalcanzable en BRM (Le-Clech *et al.*, 2006).

Partiendo de la definición original, el flux crítico se ha convertido en un término que define un cierto flux en el cual se observan cambios en el comportamiento del sistema en experimentos de cambios de flux escalonados. Diferentes criterios han sido usados para definir dichos cambios. El flux crítico es el mayor flux en el cual (a) la curva de PTM permanece horizontal, (b) $dPTM/dt$ es más pequeña que un valor arbitrario, como por ejemplo 0.1 mbar/min, (c) la PTM promedio graficada contra el flux permanece como una línea recta, (d) un depósito reversible es creado. Es obvio que dependiendo del criterio usado, valores muy diferentes del flux crítico pueden ser obtenidos (Drews, 2010).

Sin embargo, el flux crítico es regularmente usado como una guía práctica para el diseño y operación de BRM. Dado que se reconoce que existen diferencias por encima y por debajo de un flux definido; y que se puede distinguir entre tasas de taponamiento altas y bajas o indicar un punto donde ocurre un cambio significativo, el concepto de flux sustentable fue introducido. El flux sustentable puede ser definido como el flux por encima del cual la tasa de taponamiento es económica y ambientalmente admisible o el flux en el cual la PTM incrementa gradualmente, a una tasa aceptable, sin necesidad de lavados químicos (Le-Clech *et al.*, 2006). Este valor sólo puede ser establecido en la operación a largo plazo (Drews, 2010).

2.6.6. Modelos de taponamiento definidos para comportamiento sub-crítico

Para el caso de operación a flux constante se presentan las siguientes tres fases (Figura 2.13) (Bae y Tak, 2005):

- *Fase I. Rápida disminución del flux:* ocurre por la adhesión irreversible de PMS a la superficie de la membrana y en las paredes de los poros.
- *Fase II. Decrecimiento en la tasa de disminución del flux:* Debido a la deposición de PMS ocurrida en la fase 1, la fuerza de permeación disminuye y menos partículas son depositadas sobre la membrana. Las partículas de lodo y coloidales depositadas en esta fase contribuyen a un incremento en la resistencia de la membrana, hasta que se alcanza un estado de equilibrio. En esta fase se alcanza un equilibrio entre las fuerzas de permeación y de retro-transporte de los solutos.

- *Fase III. Estabilización del flux:* La deposición de partículas disminuye en comparación con las fases anteriores. La presión hace que la capa taponante se compacte, hecho que conlleva al aumento en la resistencia y a la disminución de la permeabilidad. Cuando se alcanza el equilibrio entre las fuerzas de permeación y de retro-transporte de las partículas suspendidas, el flux se estabiliza.

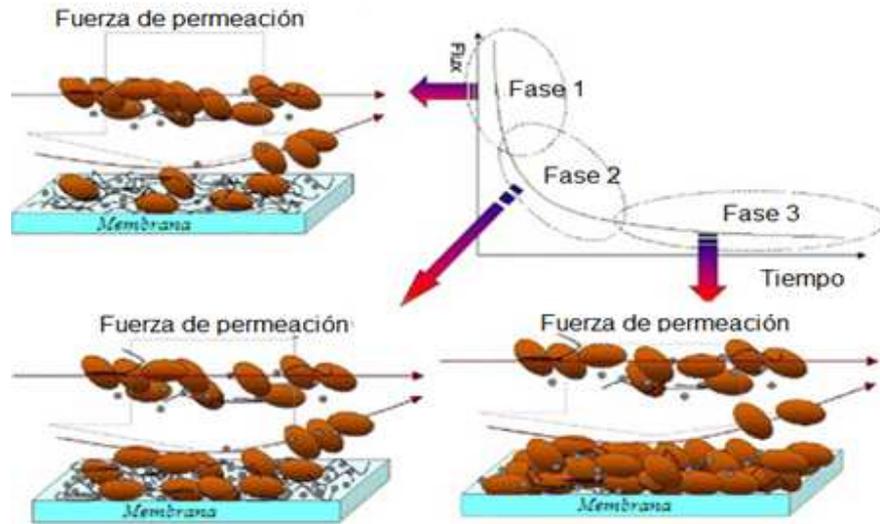


Figura 2.13. Ilustración esquemática de las fases del taponamiento de la membrana operada a PTM constante (Bae y Tak, 2005)

Cuando el sistema es operado a PTM constante, se distinguen las siguientes tres fases (Figura 2.14) (Le-Clech *et al.*, 2006):

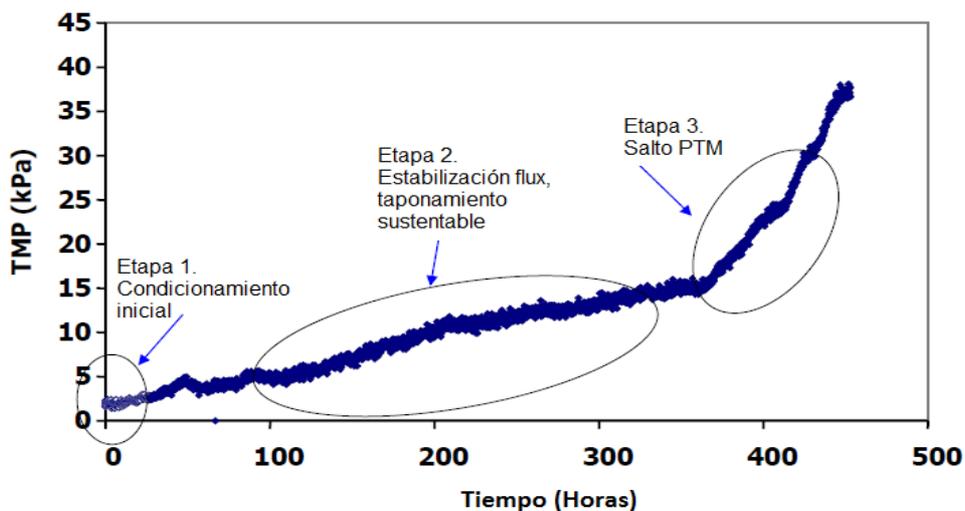


Figura 2.14. Fases del taponamiento en operación a PTM constante

- *Fase I. Aumento drástico en un corto tiempo de la PTM:* Ocurre debido a las fuertes interacciones entre las SPE y la superficie de la membrana. Los flóculos pueden rodar sobre la superficie de la membrana, dejando una huella de SPE que facilitará la posterior adhesión de microorganismos a la membrana
- *Fase II. Lento aumento de la PTM:* La cobertura de la superficie por PMS propicia la deposición de partículas de biomasa y coloides. Ocurre la deposición y adsorción adicional de material orgánico. Los flóculos pueden iniciar la formación de la capa taponante, sin afectar directamente la permeabilidad. Con el transcurso del tiempo, este fenómeno puede empeorar.
- *Fase III. Un fuerte incremento de la PTM:* El cual puede ser explicado por alguno de los siguientes 5 mecanismos:
 - a) Modelo de taponamiento no homogéneo (pérdida de área): El aumento en la PTM parece coincidir con una pérdida de permeabilidad local en diferentes posiciones a lo largo de la membrana debido a la lenta y desigual deposición de SPE. Argumenta que la redistribución del flux resulta en regiones con flux supra-crítico y, como consecuencia, en un aumento rápido de la PTM.
 - b) Modelo de taponamiento no homogéneo (pérdida de poros): El modelo implica la redistribución del flux entre los poros abiertos. Eventualmente, la velocidad local de cada poro excede el flux crítico y rápidamente se bloquean los poros. El modelo de pérdida de área considera una redistribución macroscópica del flux, mientras que el modelo de pérdida de poros se enfoca en la escala microscópica.
 - c) Modelo de presión crítica de succión: Se obtuvo para sistemas de filtración frontal o “dead-end”, aunque también es aplicable a la filtración tangencial o “cross-flow”. En este modelo se sugiere que existe una presión de succión crítica, en la cual ocurre la coagulación en la base de la capa taponante. La formación de una densa capa taponante coincide con un incremento en la resistencia que lleva a un incremento en la PTM.
 - d) Teoría de la percolación: En este modelo, la porosidad de la capa taponante gradualmente se reduce debido a la continua filtración y deposición de material entre los espacios vacíos de la capa taponante. La condición crítica se presenta cuando la capa

taponante pierde conectividad y aumenta su resistencia, presentando un incremento brusco de la PTM.

e) Modelo de paquete de fibras huecas no homogéneo: Para fibras huecas operadas bajo succión, se presenta inicialmente un flux promedio constante uniformemente distribuido entre las fibras. Sin embargo, con el tiempo éste comienza a distribuirse de manera desigual entre las fibras debido a bloqueos locales y al taponamiento; y como consecuencia, la PTM sufre un rápido aumento.

Todos los mecanismos previamente citados son auto-acelerantes y es posible que más de un mecanismo ocurra simultáneamente cuando el sistema alcanza el salto brusco en la PTM.

2.6.7. Control del taponamiento

Para controlar el taponamiento se emplean dos tipos de estrategias: las de minimización y las de regeneración.

2.6.7.1. Estrategias de minimización

Bajo este enfoque se busca controlar el taponamiento usando un pretratamiento adecuado para el influente de las membranas, como por ejemplo la coagulación, el uso de filtros lentos de arena o la adición de carbón activado, con el fin de remover la mayoría de los materiales con potencial taponante.

Desde que en 2005 Yoon *et al.*, encontraron que la adición de polímeros catiónicos al licor de mezcla de BRM mejoró la filtrabilidad, el uso de sustancias que mejoran el flux se ha incrementado enormemente. Estos aditivos pueden actuar a través de diferentes mecanismos tales como adsorción de PMS, coagulación, etc. o una combinación de ellos. La adición de polímeros catiónicos puede llevar a un biofilm más poroso y subsecuentemente, mejorar la filtración. La adición de carbón activado a sistemas BRM tiene varios efectos positivos como una mejora en la remoción de contaminantes, aumento en la actividad microbiana y un menor taponamiento (Guo *et al.*, 2006; Munz *et al.*, 2007; Sagbo *et al.*, 2008). Es claro que estos aditivos pueden afectar las propiedades de transferencia de masa y el ambiente bioquímico. De esta manera, es importante evaluar el efecto de estos aditivos en la biomasa, sus costos así como establecer su dosis óptima (Drews, 2010).

Sin embargo, estas estrategias pueden conllevar a problemas de taponamiento futuros pues se puede favorecer el crecimiento bacteriano y la acumulación de hierro o aluminio en las membranas (Al-Amoudi y Lovitt, 2007).

Dentro de este grupo de estrategias también se encuentra la modificación de la superficie de las membranas, con el fin de que tengan menor carga superficial o carga similar a la de las sustancias taponantes, o superficie con carácter hidrofílico (Van der Bruggen *et al.*, 2003).

2.6.7.2. Estrategias de regeneración

La regeneración de las membranas es usualmente llevada a cabo a través de la limpieza, la cual se define como el proceso donde un material es liberado de una sustancia que no es parte integral de dicho material (Tragardh, 1989).

Los métodos de limpieza pueden ser físicos o químicos. En el primer grupo se incluyen, entre otros, la relajación, los retro-lavados y el burbujeo de gas. Estos métodos dependen de un tratamiento mecánico para remover las partículas de lodo y las sustancias taponantes depositadas en la superficie de la membrana.

La relajación se refiere a la parada periódica del proceso de filtración y tiene las ventajas de no consumir agua tratada y de ser de fácil implementación en cualquier configuración de BRM (Jiang, 2007).

El retro-lavado se refiere a la reversión del flujo de filtración para efectuar la limpieza de las membranas. Este es un método efectivo para controlar el taponamiento, el cual es fácil de automatizar y puede realizarse frecuentemente; sin embargo, consume el permeado y disminuye el tiempo de filtración; por otro lado, no en todos los módulos se puede aplicar. Los parámetros que controlan el retro-lavado incluyen: frecuencia y duración del retro-lavado y flux, los cuales varían para las diferentes configuraciones de BRM (Jiang, 2007).

En el segundo grupo de métodos de limpieza se utilizan agentes limpiadores químicos, los cuales son sustancias químicas que pueden ser utilizadas para remover efectivamente material que no es parte integral de la superficie de la membrana. Los agentes limpiadores se clasifican en seis categorías: álcalis, ácidos, agentes quelantes metálicos, surfactantes, agentes oxidantes y enzimas. Además de las seis categorías básicas, muchas combinaciones comerciales están disponibles comercialmente. Aunque muchos agentes químicos (como

NaOCl y NaOH) son más baratos que las combinaciones comerciales, estas pueden ser dosificadas en menores concentraciones. En la tabla 2.3 se presentan algunos ejemplos de cada categoría.

Tabla 2.3. Categorías básicas de limpiadores y algunos ejemplos (Zondervan y Roffel, 2007)

| Álcalis | Ácidos | Secuestrantes | Detergentes | Enzimas | Oxidantes | Combinaciones |
|--------------------|--------------------------------|---------------|--------------|------------|-------------------------------|--------------------|
| NaOH | HCl | EDTA | Alkylsulfato | Alpha-CT | NaOCl | 4Aquacare |
| KOH | HNO ₃ | | SDS | CP-T | H ₂ O ₂ | Divos |
| NH ₄ OH | H ₂ SO ₄ | | CTAB | Peroxidasa | KMnO ₄ | Triclean |
| | H ₃ PO ₄ | | | | | Ultrasil/Aquaclean |
| | Oxálico | | | | | |
| | Cítrico | | | | | |

La elección óptima (aquella que maximice la efectividad de la limpieza y minimice los daños a la membrana) del agente de limpieza depende tanto del material de la membrana como de las sustancias taponantes, por ejemplo, un agente limpiador ácido se usará para remover sales precipitadas, mientras que un agente limpiador alcalino servirá para remover sustancias orgánicas (Al-Amoudi y Lovitt, 2007); caso contrario, si un agente de limpieza inapropiado es elegido, el desempeño de la membrana puede ser adversamente afectado.

Otros criterios de decisión son la seguridad, estabilidad, precio y tratamiento del desecho del agente limpiador. Especialmente el impacto del agente limpiador en la membrana y el ambiente son factores importantes en la selección del agente químico a ser utilizado (Maartens *et al.*, 2002).

Las reacciones químicas entre los agentes limpiadores y las sustancias taponantes ocurren ya sea porque se presentan cambios en la morfología de la sustancia taponante (expansión o compactación) o porque se altera la química superficial de la capa taponante (cambios en la hidrofobicidad o carga) (Weis *et al.*, 2003); en la figura 2.15 se presenta una representación esquemática de la operación de limpieza. Los agentes químicos pueden reaccionar química o físicamente con la sustancia taponante, debilitando las fuerzas de cohesión entre ellos mismos y la adhesión entre las sustancias taponantes y la superficie de la membrana.

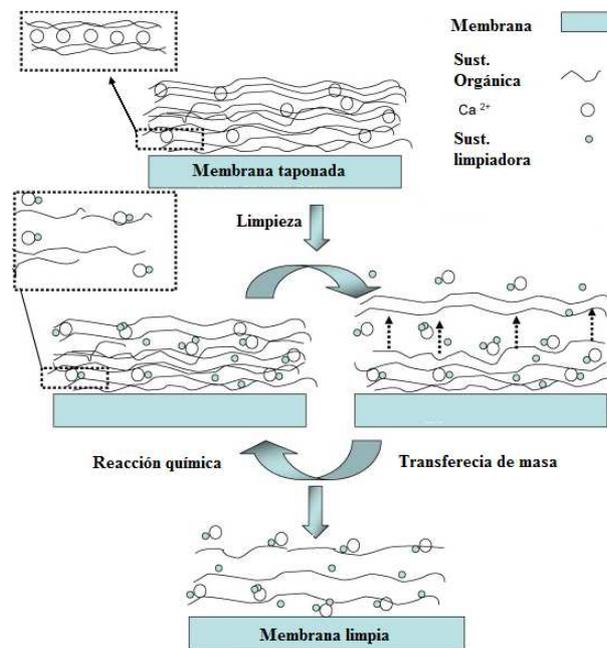


Figura 2.15. Representación esquemática de la limpieza química de membranas taponadas (Al-Amoudi y Lovitt, 2007)

Las posibles reacciones entre los agentes químicos de limpieza y las sustancias taponantes son hidrólisis, peptización, saponificación, solubilización, dispersión (suspensión) y quelación (Gun, 1989), como se muestra en la tabla 2.4. Aunque la limpieza química tiene como fin restaurar el flujo inicial de la membrana, también puede deteriorar la calidad del permeado y causar la pérdida de la integridad de las membranas, incrementar el taponamiento severo y la disminución en el flujo obtenido así como la frecuencia de limpieza, afectando el desempeño del BRM (Arkhangelsky *et al.*, 2007).

Tabla 2.4. Posibles interacciones entre las sustancias taponantes y agentes químicos

| Material | Álcalis | Ácidos | Secuestrantes | Oxidantes | Detergentes | Enzimas |
|------------|-----------------------------|------------------------------|---------------|--------------|-------------|-------------|
| Orgánico | Hidrólisis | Hidrólisis Saponificación | Dispersión | Oxidación | Quelación | Peptización |
| Inorgánico | Solubilización Quelación | Solubilización Quelación | Dispersión | Oxidación | Quelación | Peptización |
| Microbiano | - | - | - | Desinfección | Quelación | - |

Diversos factores pueden afectar el proceso de limpieza: la temperatura, pH, fuerza iónica, tipo y concentración de los agentes limpiadores químicos, la duración y frecuencia de las operaciones de limpieza así como condiciones operacionales tales como la velocidad tangencial y la presión (Mohammadi *et al.*, 2003). Además, la limpieza de las membranas taponadas también depende del tipo de sustancias depositadas sobre las mismas; y, para un proceso de limpieza exitoso, la identificación de estas sustancias taponantes es esencial (Al-Amoudi y Lovitt, 2007).

Los métodos para evaluar la efectividad de las operaciones de limpieza se pueden clasificar en dos grupos: métodos destructivos, entre los que se encuentran la microscopía de fuerza atómica (AFM), la técnica de transformada infrarroja de Fourier (FTIR); y en métodos no destructivos, tales como las mediciones del flux y del potencial zeta (Al-Amoudi y Lovitt, 2007).

En la literatura científica aparecen pocos reportes relacionados con estrategias de operación y limpieza de sistemas BRM, y en especial de sistemas BRAM y su efectividad, dado que los procedimientos de limpieza química y los productos comerciales para la limpieza de las membranas son casi siempre especificados por los proveedores y que la mayoría de investigadores no han abordado en profundidad dicho tema; además, no se han establecido relaciones entre los protocolos de limpieza y las especies taponantes presentes (Le-Clech *et al.*, 2006). Es aquí donde se identifica una necesidad de trabajo de investigación, en el que se determinen los mecanismos de taponamiento y se pueda obtener conocimiento fundamental de tal manera que se generen procedimientos de operación y limpieza que sean más factibles y económicos sin que se afecte la vida útil de las membranas (Al-Moudi y Lovitt, 2007).

2.7. Perspectivas en la investigación en sistemas BRAM

Aunque en la última década la investigación en sistemas BRAM no ha recibido tanta atención como su contraparte aerobia, se han desarrollado un considerable número de investigaciones abordando el tema del taponamiento de las membranas desde el punto de vista de los parámetros que lo influyen, en especial, se han estudiado las SPE, los PMS y las condiciones hidrodinámicas (Bérubé *et al.*, 2006). También la reversibilidad del

taponamiento, en especial el taponamiento irremovible en operación a largo plazo así como los impactos del material, tamaño de poro, hidrofobicidad, etc. de las membranas también han sido estudiados; sin embargo, aún no existe un consenso entre la comunidad científica en el fenómeno exacto del taponamiento de las membranas (Le-Clech *et al.*, 2006; Meng *et al.*, 2009). Sin lugar a dudas, en los próximos años el taponamiento seguirá siendo un tópico importante en la investigación y aplicación de sistemas BRAM. De acuerdo con Liao *et al.*, 2006 y Meng *et al.*, 2009, el estudio futuro en este tópico incluirá:

- La identificación y caracterización de las sustancias taponantes bajo diferentes condiciones operacionales y ambientales, con particular énfasis en la producción y composición de los PMS y las SPE y su influencia en el flux de permeado y el taponamiento, además de la interacción entre los mecanismos de bloqueo y las características del lodo
- El desarrollo de técnicas que permitan monitorear y caracterizar *in situ* el taponamiento.
- El desarrollo de métodos más efectivos y simples para controlar y minimizar el taponamiento. Dentro de este ítem también se encuentra el desarrollo de nuevas estrategias de limpieza basadas en la naturaleza de las sustancias taponantes.
- El análisis del taponamiento en sistemas a escala real con el fin de estudiar el comportamiento operacional real del taponamiento.
- El desarrollo de modelos que expliquen la transferencia de masa y el taponamiento de las membranas.
- El análisis de la factibilidad técnica y económica de los sistemas BRAM para diversos tipos de aguas industriales, así como para la digestión de lodos y el tratamiento de aguas residuales con alta carga orgánica compuesta principalmente por material particulado.
- Los estudios económicos deberán ser empleados para determinar si la producción de metano y la eliminación del burbujeo de gas pueden cubrir el consumo extra de energía debido a la filtración.
- El desarrollo de membranas anti-taponamiento (con distribución de tamaño de poro más limitada, mayor porosidad e hidrofiliidad) y la modificación de los módulos existentes, así como el mejoramiento de filtros de bajo costo (membranas no tejidas, tamices y filtros elaborados con textiles) a través de la modificación de sus propiedades superficiales.

3. JUSTIFICACIÓN Y OBJETIVOS

3.1. Justificación

Los sistemas de tratamiento anaerobio, en especial los reactores UASB, han demostrado ser una tecnología viable para el tratamiento de aguas residuales en países en vías de desarrollo debido a que sus costos de inversión, operación y mantenimiento son bajos, son fáciles de operar y producen energía aprovechable en forma de metano. Sin embargo, los efluentes procedentes de este tipo de tratamientos generalmente no cumplen con la normatividad ambiental establecida para su disposición en otros cuerpos receptores y/o su reúso, lo que hace necesario que sean tratados posteriormente. Por otro lado, los sistemas anaerobios presentan un lento crecimiento de su biomasa, lo que en eventos de pérdida de la misma puede traer como consecuencia el colapso total del sistema.

Las lagunas de estabilización así como los bio-filtros y los lodos activados, son los sistemas de post-tratamiento más utilizados para los efluentes de reactores anaerobios, llegando en algunos casos a cumplir con la normatividad ambiental existente para reúso de aguas tratadas; sin embargo, la eficiencia de estos sistemas de post-tratamiento también depende en gran medida de las condiciones ambientales y operacionales bajo las cuales son operados.

Un concepto en el tratamiento de aguas residuales que durante las últimas décadas ha tomado fuerza es el de sistemas de bio-reactores de membrana (BRM), los cuales son reactores biológicos convencionales a los que se les ha acoplado un módulo de membranas. Estos sistemas permiten controlar el problema de pérdida de biomasa al independizar totalmente el tiempo de retención hidráulica (TRH) del tiempo de residencia celular (TRC) y al mismo tiempo, alcanzar calidades de efluentes que cumplen con las más estrictas normas ambientales de reúso y/o disposición.

No obstante, los sistemas BRM enfrentan un importante reto técnico: el taponamiento. Éste se define como la restricción, oclusión o bloqueo de los poros de la membrana, que conlleva a la reducción en la cantidad de permeado obtenido. De esta manera, se generan sobrecostos durante su operación, relacionados con el bajo rendimiento, la utilización de sustancias limpiadoras y el reemplazo de las membranas.

Es por esta razón que el taponamiento se ha convertido actualmente en uno de los tópicos que más atención ha recibido en la investigación relacionada con BRM. Sin embargo, la gran mayoría de las investigaciones reportadas estudian BRM constituidos por lodos activados con membranas sumergidas y son pocas las investigaciones enfocadas en el taponamiento de sistemas conformados por reactores anaerobios acoplados a un módulo de membranas, llamados Bio-Reactores Anaerobios de Membrana (BRAM). De las investigaciones existentes en sistemas BRAM, sólo un pequeño porcentaje trata sistemas BRAM constituidos por reactores anaerobios tipo UASB, existiendo así un vacío en este campo de la ciencia aplicada que debe ser cubierto.

3.2. Antecedentes en el tema dentro del Grupo de Investigación en Procesos Anaerobios

El grupo de investigación en procesos anaerobios del Instituto de Ingeniería (GIPA-II-UNAM) inició trabajos en la aplicación de bio-reactores anaerobios de membrana a escala laboratorio y piloto hace 6 años (Herrera Robledo, 2007; Cid León, 2007). Las investigaciones se han enfocado en entender los mecanismos de taponamiento de membranas tubulares comerciales, en determinar condiciones de operación adecuadas y en identificar y cuantificar las principales variables que intervienen en el diseño y operación de estos sistemas, aplicados en el tratamiento de aguas residuales de tipo municipal.

En estos estudios se logró determinar que el efluente de un sistema BRAM constituido por un reactor UASB acoplado a una membrana externa cumple con la legislación vigente para reutilización directa de agua residual. También se especificó su eficiencia, presión y disminución en el flux obtenido (taponamiento) y se encontró que TRC de entre 60 y 100 días no afectaron el comportamiento de la filtración; aunque no se estableció la influencia de otros parámetros operacionales, como el TRH, en el desempeño del sistema.

De igual manera, se identificaron algunos de los componentes involucrados en el taponamiento y se sugirió que la estruvita ($MgNH_4PO_4 \cdot 6H_2O$) podría ser parte del taponamiento de la membrana, aunque dicha hipótesis no fue probada. Además, se propuso un modelo de desarrollo de bio-películas, en el cual se postula a la mineralización biológicamente inducida por las sustancias poliméricas extracelulares (SPE), como mecanismo fundamental en el desarrollo y consolidación de la capa taponante.

Autopsias post-utilización de las membranas con operación a largo plazo permitieron establecer que en éstas, el taponamiento presentó un patrón repetitivo de valles y crestas, que sugieren que la bio-película se desarrolla siguiendo el modelo de tulipán u hongo (Wimpenny *et al.*, 2000). Los estudios moleculares demostraron que la microbiota asociada a las membranas se encuentra compuesta primordialmente por proteobacterias α , β , y γ y *pseudomonadae*, grupos asociados a secreción de SPE.

3.3. Definición del problema de investigación

¿Cuál es la influencia del tiempo de retención hidráulica utilizado en la operación de un reactor UASB y de los metabolitos presentes en su efluente, sobre el taponamiento de una membrana externa acoplada a él; taponamiento medido como la disminución del flux obtenido durante las corridas de filtración y su grado de recuperación después de una operación de limpieza química?

3.4. Hipótesis

El acortamiento del tiempo de residencia hidráulica en el reactor UASB aumentará la producción de nitrógeno amoniacal, fosfatos, productos microbianos solubles y sustancias poliméricas extracelulares en su efluente, lo que a su vez incrementará el taponamiento de la membrana externa acoplada, manifestándose en una mayor disminución del flux obtenido en el transcurso de los ciclos de filtración.

Lo anterior se basa en que a un TRH corto los microorganismos estarán expuestos a mayores niveles de estrés por fuerzas de corte y velocidades ascendentes del agua; lo que causará la liberación al medio de mayores cantidades de partículas coloidales, sustancias orgánicas, bio-polímeros y sustancias poliméricas extracelulares, sustancias reconocidas por su gran potencial de taponamiento de la membrana (Brockmann y Seyfried, 1996; Kim *et al.*, 2001; Wang *et al.*, 2009) y también propiciará que las partículas de lodo disminuyan su tamaño (Wang *et al.*, 2009) y tengan mayores posibilidades de ser depositadas sobre la membrana debido a sus bajas velocidades de retro-transporte (Bae y Tak, 2005). El acortamiento del TRH también favorecerá el arrastre de una mayor cantidad de sólidos finos y partículas menos densas en el efluente del reactor UASB (Oliva, 1998).

3.5. Objetivos

3.5.1. Objetivo Principal

Evaluar la influencia del tiempo de residencia hidráulica (TRH) aplicado un reactor anaerobio tipo UASB acoplado a un módulo de membrana externa de ultrafiltración en su desempeño y en la producción de los metabolitos que influyen en el taponamiento.

3.5.2. Objetivos Específicos

1. Analizar la influencia que tiene el TRH aplicado en un reactor UASB acoplado a una membrana externa en su desempeño y en la calidad de su efluente y del permeado obtenido.
2. Analizar la influencia que tiene el TRH de operación del reactor UASB sobre el comportamiento del flux obtenido en la membrana acoplada a éste.
3. Analizar la influencia que tiene el TRH de operación del reactor UASB en la concentración de sustancias poliméricas extracelulares (SPE) y productos microbianos solubles (PMS) en su efluente y en el taponamiento de la membrana externa acoplada.
4. Determinar si los componentes del compuesto inorgánico conocido como estruvita ($\text{NH}_4\text{MgPO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) se encuentran en el efluente del reactor UASB y posteriormente se precipitan como dicho compuesto inorgánico sobre la membrana externa.
5. Establecer cuál de los siguientes parámetros: tiempo de operación de la membrana, tiempo de lavado de la membrana y sustancia química usada, tiene mayor influencia en la eficiencia de la limpieza de la membrana, dentro del marco de este experimento, medida ésta en relación con el flux obtenido y su recuperación después de una operación de limpieza.

4. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

La metodología experimental de esta tesis fue dividida en tres fases que se explican brevemente a continuación:

- I. Fase de experimentos a escala laboratorio: Se calculó el tamaño de muestra requerido para cada uno de los parámetros estudiados y se evaluó la influencia del TRH del reactor UASB en el desempeño, en la producción de productos microbianos solubles y sustancias poliméricas extracelulares, en la distribución de tamaño de partículas del rechazo y en el flux producido en el sistema BRAM. En esta fase, el reactor UASB fue operado bajo tres diferentes TRH y alimentado con agua residual sintética y se planteó un experimento factorial de 2^n (donde n corresponde al tamaño de muestra) no aleatorizado, en el cual se controló la eventual precipitación de la estruvita sobre la membrana. El experimento consistió en operar el sistema con cada uno de los TRH propuestos (4, 8 y 12 horas), bajo dos condiciones diferentes: ausencia o presencia de fósforo en el influente del reactor UASB. De los experimentos en los cuales había presencia de fósforo en el influente del sistema, se analizó la información para dar respuesta a los primeros tres objetivos específicos. El análisis de información se hizo utilizando un análisis de varianza (ANOVA) paramétrica o no paramétrica, dependiendo de la distribución de los datos obtenidos. Para analizar la precipitación de estruvita, se empleó toda la información obtenida en el experimento factorial 2^n y se utilizó t-student ó u-Mann-Whitney, según fue la distribución de los datos.
- II. Fase de experimentos a escala piloto: En esta fase, el reactor UASB a escala piloto fue operado bajo los mismos tres TRH estudiados a escala laboratorio y alimentado con agua residual proveniente de la Planta de Tratamiento de Aguas Residuales de Ciudad Universitaria y, adicionalmente, se llevaron a cabo autopsias a las membranas empleadas para obtener un análisis detallado del taponamiento de las mismas. Se planteó un experimento por bloques no aleatorizados, en el cual el TRH fue la variable estudiada, con n repeticiones (entre 18 y 20) que corresponden al tamaño de muestra obtenido para cada TRH.
- III. Fase de experimentos de limpieza de la membrana: Partiendo del análisis del taponamiento de la membrana realizado en la etapa de experimentos a escala piloto, se procedió a analizar la influencia de algunos parámetros operacionales (tiempo de operación de la membrana,

tiempo de lavado de la membrana y sustancia química usada) en la eficiencia de la limpieza del sistema BRAM a través de experimentos a escala laboratorio y, posteriormente, a escala piloto. En esta fase, el reactor UASB fue operado bajo un TRH de 8 horas y alimentado con agua residual real.

Las tres fases se resumen en el esquema presentado en la Figura 4.1:

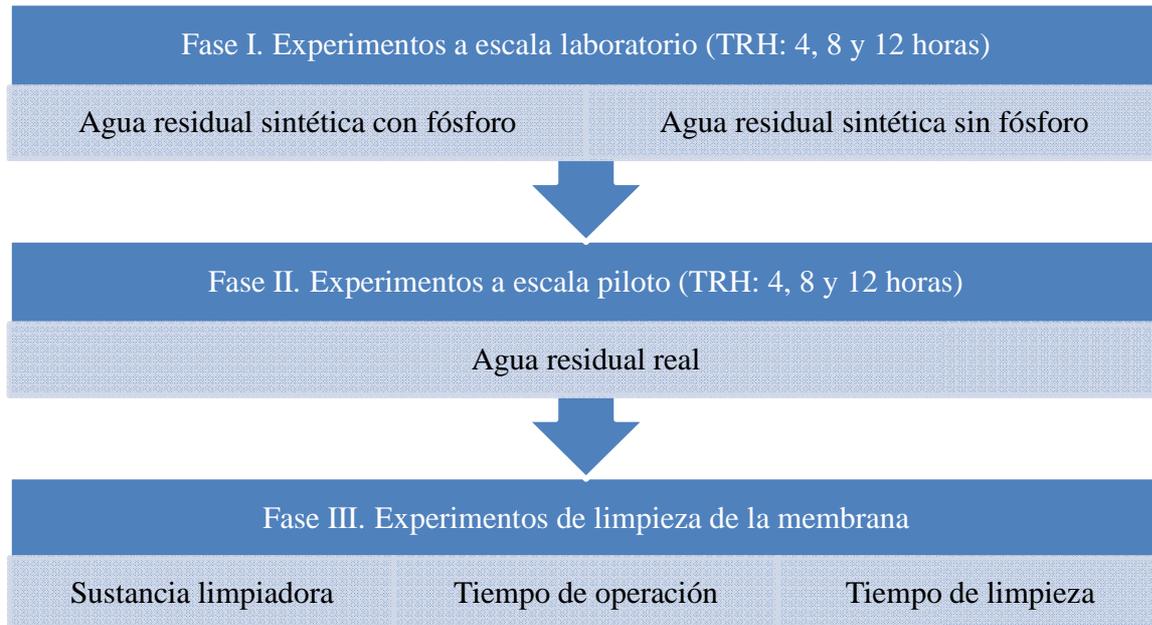


Figura 4.1. Esquema general de la metodología experimental

A continuación, se explica detalladamente cada una de las fases metodológicas.

4.1. Fase I. Experimentos a escala laboratorio

4.1.1. Montaje experimental

Los experimentos a escala laboratorio se realizaron en el Laboratorio de Ingeniería Ambiental del Edificio 5 del Instituto de Ingeniería. El sistema estaba constituido por un reactor UASB con volumen de 12.5L fabricado en acrílico y acoplado a una membrana tubular externa de 20 cm de longitud y 1.27 cm (½ in) de diámetro (Figura 4.2), extraída de un módulo de membranas ABCOR® de la empresa Koch Membrane Systems, USA, fabricadas en fluoruro de polivinildieno (FPVD) con un corte de peso molecular de 100 kDa. El experimento se llevó a

cabo a presión constante y flux variable bajo condiciones sub-críticas (Presión crítica: 136 kPa).

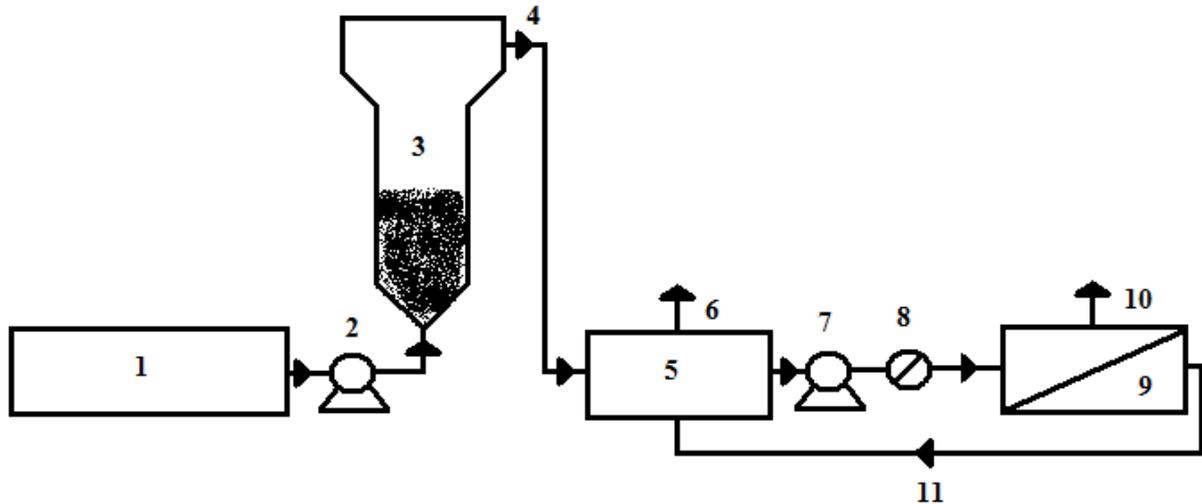


Figura 4.2. Esquema a escala laboratorio: 1. Tanque de almacenamiento del agua residual sintética, 2. Bomba peristáltica, 3. Reactor UASB, 4. Efluente del reactor UASB, 5. Tanque de almacenamiento del reactor UASB, 6. Exceso de efluente del reactor UASB, 7. Bomba de desplazamiento positivo, 8. Manómetro, 9. Membrana tubular, 10. Permeado, 11. Rechazo

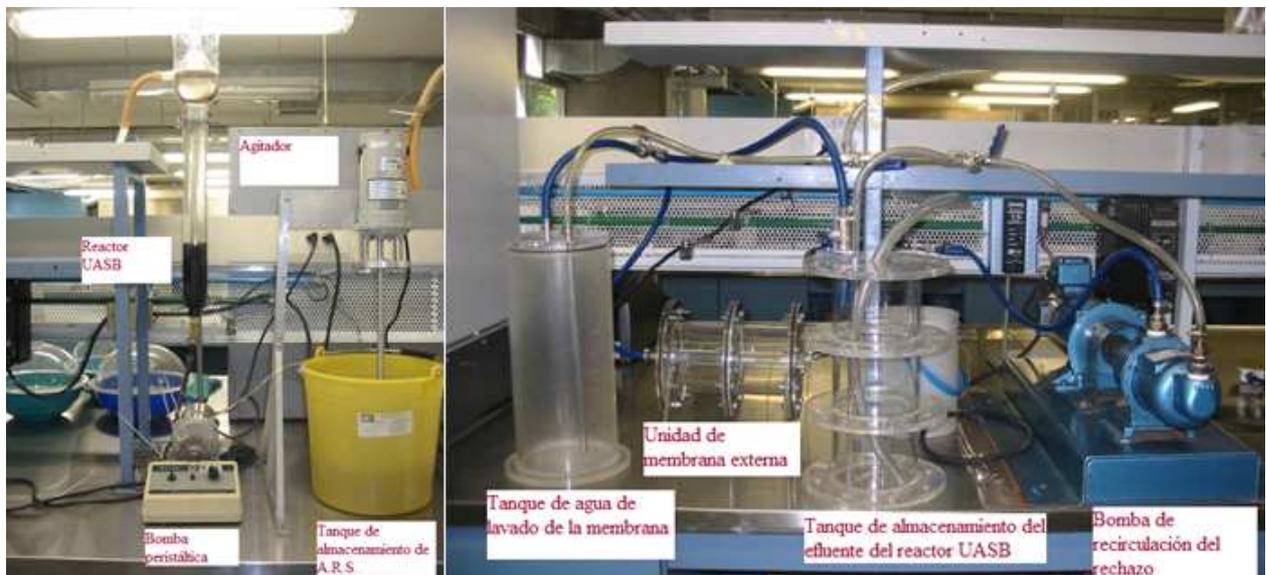


Figura 4.3. Montaje experimental a escala laboratorio

El reactor UASB se inoculó con lodo previamente aclimatado para el tratamiento de agua residuales domésticas, proveniente del reactor UASB a escala piloto ubicado en la Planta de Tratamiento de Aguas Residuales de Ciudad Universitaria (PTAR-CU). En esta fase el reactor

UASB fue alimentado con agua residual sintética compuesta principalmente por un sustrato fácilmente biodegradable para garantizar que la DQO influente fuera totalmente degradada al interior del reactor UASB y que la DQO efluente del reactor UASB fuera producida exclusivamente por éste. El agua residual sintética empleada simulaba las características del agua residual doméstica que es tratada en la PTAR-CU; con una concentración de DQO soluble de 350 ± 10 mg/L, un pH de 7.0 ± 0.3 y libre de sólidos suspendidos, con la siguiente composición: glucosa: 200 mg/L, NH_4Cl : 81.2 mg/L, peptona 100 mg/L, $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$: 37 mg/L, $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$: 115 mg/L, $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$: 24 mg/L y NaHCO_3 : 270 mg/L. Durante el experimento a escala laboratorio, no se llevó a cabo ninguna purga de lodos, lo que da un TRC de aproximadamente 180 días.

El agua residual sintética fue almacenada a temperatura ambiente en un tanque desde donde era bombeada utilizando una bomba peristáltica (Modelo HV-07553-30 Masterflex L/S, Cole-Parmer, USA) para ser tratada en el reactor UASB, el cual operó a temperatura ambiente. El efluente del reactor UASB fue conducido al tanque de almacenamiento del efluente del reactor UASB desde donde se bombeó por medio de una bomba de desplazamiento positivo (Modelo Moyno serie 33201, Baldor, USA) hacia la membrana externa. La presión manejada en el sistema fue de 15 psi y se midió utilizando un manómetro (0-6895 kPa, Ashcroft, USA). El rechazo de la membrana era conducido al tanque de almacenamiento del efluente del reactor UASB, el exceso de este tanque era vertido al drenaje. Cada corrida de filtración tuvo 7 horas de duración y posteriormente se efectuó un lavado de la membrana durante 20 minutos con una solución de hipoclorito de sodio (300 mg/L) (Cid León, 2007), sustancia recomendada por el fabricante para efectuar la limpieza de las membranas.

4.1.2. Obtención del tamaño de muestra

El reactor UASB a escala laboratorio acoplado a una membrana externa de ultrafiltración fue operado bajo tres diferentes TRH (4, 8 y 12 horas) durante 6 semanas cada uno; se escogió un TRH de 8 horas, típico de la operación de los reactores UASB y otros 2 TRH que estuvieran por encima y por debajo de este valor. Las velocidades ascensionales correspondientes fueron 0.122, 0.061 y 0.041 m/h, para los TRH de 4, 8 y 12 horas, respectivamente.

Con el fin de obtener los datos necesarios para realizar el cálculo del tamaño de muestra, es decir, el número de mediciones necesarias de cada parámetro que arrojaran resultados

estadísticamente válidos y representativos del comportamiento del sistema, se analizaron diariamente en el influente, en el efluente del reactor UASB y en el permeado los parámetros de pH, nitrógeno amoniacal y ortofosfatos según los métodos propuestos en el Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater (APHA, 1998); en el efluente del reactor UASB y en el permeado se realizaron de determinaciones de PMS mediante la determinación de sólidos disueltos volátiles propuesto por el Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater (APHA, 1998) y carbohidratos (Dubois *et al.*, 1956). Los parámetros de DQO total y disuelta, alcalinidad y sólidos totales (ST), sólidos volátiles (SVT), sólidos fijos (SFT), se realizaron dos veces por semana según los métodos propuestos en el Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater (APHA, 1998). Todos los análisis se realizaron por duplicado.

Los cálculos del tamaño de muestra se realizaron mediante comparación de medias de grupos emparejados usando el programa Epidat 3.1, el cual es un programa para el manejo de datos tabulados, de libre distribución y que ha sido desarrollado a través de diferentes convenios entre la Organización Panamericana de la Salud y la Consellería de Sanidade de la Xunta de Galicia. El programa Epidat 3.1 está disponible en internet, en la siguiente dirección: http://dxsp.sergas.es/ApliEdatos/Epidat/cas/3.6_Descarga.asp?Idioma=Es.

4.1.3. Experimento para analizar la influencia del TRH en los parámetros de interés y la precipitación de estruvita.

En este experimento el reactor UASB fue operado bajo el mismo régimen de TRH utilizado para determinar el tamaño de muestra (Sección 4.1.2), durante un mes cada uno.

Como ya se mencionó al inicio de este capítulo, el reactor UASB fue alimentado con agua residual sintética y el experimento fue dividido en dos bloques: en el primero se añadió al influente del sistema fósforo, en forma de KH_2PO_4 , en una concentración de 12 mg/L, concentración de fósforo que corresponde a la concentración de fósforo encontrada en el agua residual doméstica que se trata en la PTAR-CU; mientras que en el segundo bloque este nutriente no se adicionó al agua residual sintética. Este planteamiento se propuso con el fin de determinar la posible precipitación de la estruvita sobre la membrana y establecer posibles diferencias en el comportamiento del sistema asociadas a dicha precipitación.

4.1.3.1. Métodos analíticos

Se colectaron diariamente muestras simples del influente, del efluente del reactor UASB y del permeado. Los parámetros analizados fueron los mismos estudiados en los experimentos para obtener el tamaño de muestra (Sección 4.1.2). Adicionalmente se hizo seguimiento a las sustancias orgánicas de importancia en el taponamiento en el efluente del reactor UASB y en el permeado a través de determinaciones de SPE usando el método de extracción con calor (Morgan *et al.*, 1990) y de PMS mediante la determinación de sólidos disueltos volátiles propuesto por el Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater (APHA, 1998). También se analizaron carbohidratos (Dubois *et al.*, 1956), proteínas (Bradford, 1976) totales, disueltos y en las SPE y los PMS. Se recolectaron muestras semanalmente para realizar análisis de distribución de tamaño de partículas utilizando un aparato de difracción de láser (Mastersizer 2000, Malvern, Reino Unido) instalado en el Conjunto D de la Facultad de Química de la UNAM. Todos los análisis se realizaron por duplicado. En este instrumento las partículas pasan a través de un haz de láser mientras se realizan mediciones de difracción láser: Las partículas dispersan la luz en un ángulo que es inversamente proporcional a su tamaño y la intensidad angular de la luz dispersada es medida entonces por una serie de detectores fotosensibles. El mapa de la intensidad de dispersión vs. el ángulo es la fuente primaria de información usada para calcular el tamaño de partícula. La dispersión de las partículas es predicha por el Modelo de dispersión Mie, permitiendo mediciones precisas a través del mayor rango posible.

En la tabla 4.1 se muestran los parámetros medidos, la frecuencia de análisis y el método analítico empleado. Durante la operación de la membrana también se hizo seguimiento al flux y a la presión transmembrana.

Tabla 4.1. Parámetros medidos, la frecuencia de análisis y el método analítico empleado en los experimentos a escala laboratorio

| Parámetro | Frecuencia de análisis | Método |
|-----------------------|-------------------------------|---------------|
| pH | Diaria | APHA (1998) |
| Alcalinidad | Dos veces por semana | APHA (1998) |
| DQO | Dos veces por semana | APHA (1998) |
| ST, SS, SD | Dos veces por semana | APHA (1998) |
| Nitrógeno amoniacal | Diaria | APHA (1998) |
| Ortofosfatos solubles | Diaria | APHA (1998) |
| Productos microbianos | Diaria | APHA (1998) |

| | | |
|---|-----------------------|--|
| solubles (PMS) | | |
| Sustancias poliméricas extracelulares (SPE) | Diaria | Morgan <i>et al.</i> (1990) |
| Carbohidratos | Diaria | Dubois <i>et al.</i> (1956) |
| Proteínas | Diaria | Bradford <i>et al.</i> (1976) |
| Distribución de tamaño de partículas | Tres veces por semana | Difracción de láser (Mastersizer 2000) |

4.1.3.2. Cálculo de la tasa de taponamiento

La pendiente de la gráfica de la resistencia total contra el tiempo es igual a la tasa de taponamiento. La resistencia total (R_t) [1/m] fue calculada usando la ecuación (4.1) (Rosenberger *et al.*, 2006):

$$R_t = \frac{PTM}{\mu * J_p} \quad (4.1)$$

Donde PTM es la presión transmembrana [Pa], μ es la viscosidad dinámica [N.s/m²] y J_p [m³/m².s] es el flux.

4.1.3.3. Cálculo de la resistencia específica de la capa taponante (α)

La resistencia específica de la capa taponante (α) representa la resistencia hidrodinámica al flujo debido a la deposición de material taponante sobre la membrana y puede ser evaluada a partir de la ecuación (4.2) (Farizoglu y Keskinler, 2006):

$$\frac{t}{V} = \frac{\mu * R_m}{\Delta P} + \frac{\mu * \alpha * C_{SS}}{2 * \Delta P} * V \quad (4.2)$$

Donde V es el volumen de permeado por unidad de área de filtración [m³/m²], t es el tiempo de filtración [s], μ es la viscosidad dinámica [N.s/m²], R_m es la resistencia de la membrana [1/m], ΔP es la caída de presión transmembrana [Pa] y C_{SS} es la concentración de sólidos suspendidos en la solución [kg/m³]; de esta manera la resistencia específica de la capa taponante (α) puede ser calculada usando una gráfica de t/V contra V, la cual debe ser una línea recta cuya pendiente es equivalente al índice de taponamiento de la membrana (MFI, por sus siglas en inglés). Dado que MFI es igual a $(\mu * \alpha * C_{SS} / 2 * \Delta P)$, puede ser calculada la resistencia específica de la capa taponante (Farizoglu y Keskinler, 2006).

4.1.3.3. Cálculo del producto de solubilidad y de los coeficientes de solubilidad de la estruvita

El producto de solubilidad condicional para la estruvita (P_s) como función del pH fue calculado a partir de la ecuación (4.3) (Stumm y Morgan, 1995):

$$P_s = \frac{K_{sp}(MgNH_4PO_4)}{\alpha_{Mg} * \alpha_{NH_4} * \alpha_P} \quad (4.3)$$

Donde K_{sp} ($MgNH_4PO_4$) es la constante del producto de solubilidad de la estruvita, igual a 2.51×10^{-13} y α_{Mg} , α_{NH_4} y α_P son las fracciones de magnesio, nitrógeno y fósforo que están disponibles para la formación de estruvita, respectivamente. La fuerza iónica y el coeficiente de actividad fueron calculados utilizando la derivada de Russell y la aproximación de Debye-Huckel, respectivamente (Sawyer *et al.*, 2002). Los coeficientes reales de solubilidad (Q_s) en el efluente del reactor UASB y en el permeado fueron calculados con la ecuación (4.4), a partir de las concentraciones obtenidas en el experimento:

$$Q_s = (C_{T,Mg}) * (C_{T,NH_4}) * (C_{T,PO_4}) \quad (4.4)$$

Donde $C_{T,Mg}$, C_{T,NH_4} y C_{T,PO_4} son las concentraciones totales de magnesio, nitrógeno amoniacal y fosfato, respectivamente.

4.1.3.4. Análisis estadístico

Para analizar la influencia del TRH se realizaron dos análisis: (1) entre TRH sin diferenciar entre la ausencia o presencia de fósforo y (2) entre TRH diferenciando entre la ausencia o presencia de fósforo, para tal efecto se siguieron los siguientes pasos: un análisis estadístico descriptivo que comprendió el cálculo de la media, varianza, desviación estándar, máximo, mínimo, mediana, rango, rango intercuartil, curtosis y se realizaron gráficos de caja. Acto seguido se procedió a determinar la normalidad de los datos a través de la prueba Shapiro-Wilk. Luego se procedió al análisis de diferencias a través de la prueba de análisis de varianza (ANOVA) paramétrica (si los datos tuvieron una distribución normal) o de la prueba Kruskal-Wallis (si los datos tuvieron cualquier otra distribución).

Posteriormente, se realizó un análisis entre la ausencia o presencia de fósforo en el influente sin diferenciar entre TRH, siguiendo estos pasos: un análisis descriptivo igual que en el ítem anterior. Acto seguido se procedió a determinar la normalidad de los datos a través de la

prueba Shapiro-Wilk. Finalmente se procedió al análisis de diferencias a través de prueba t de student (si los datos tuvieron una distribución normal) o de la prueba u de Mann-Whitney (si los datos no tuvieron una distribución normal).

Las diferencias fueron consideradas estadísticamente significativas en el intervalo de confianza de 95%. El paquete estadístico utilizado fue SPSS 11.0 (SPSS Incorporation, USA).

4.2. Fase II. Experimentos a escala piloto

4.2.1. Montaje experimental

Los experimentos se realizaron en un sistema a escala piloto ubicado en la Planta de Tratamiento de Aguas Residuales de Ciudad Universitaria (PTAR-CU) de la Universidad Nacional Autónoma de México. Dicho sistema trató parte del agua residual doméstica que llegaba a la PTAR-CU durante los meses de julio y septiembre de 2009, los cuales corresponden a la temporada de lluvias en México.

El piloto estaba constituido por un reactor UASB de 0.7m^3 de volumen útil, construido en PVC, acoplado a un módulo de membrana tubular externa de ultrafiltración ABCOR[®], fabricada en fluoruro de polivinildieno (PVDF, por sus siglas en inglés) por la empresa Koch Membrane Systems (Estados Unidos). El módulo tenía 3m de longitud y 3.81cm (1.5 in) de diámetro y estaba constituido, a su vez, por 7 membranas tubulares de 1.27 cm (0.5 in) de diámetro con un área total de filtrado de 0.84m^2 (Figura 3.3). El agua residual doméstica era alimentada al reactor UASB usando una bomba peristáltica (Modelo HV-77410-10 Masterflex I/P, Cole-Parmer, USA). El efluente del reactor UASB era almacenado en un tanque Rotoplas[®] (450 L) y desde allí, una bomba horizontal (Modelo C48B800C09 H series, Aermotor, USA) lo llevaba al modulo de membranas de ultrafiltración. El rechazo era retornado al tanque de almacenamiento del efluente del reactor UASB. El exceso en este tanque era conducido hacia el drenaje utilizando una tubería de PVC. La presión transmembrana (PTM) fue mantenida constante (8psi) y era medida con un transductor de presión (0-6895 kPa, Centripro, USA). Durante todo el experimento no se llevó a cabo ninguna purga de lodos, lo que da un TRC de aproximadamente 150 días.



Figura 4.4. Sistema a escala piloto

El reactor UASB fue operado bajo el mismo régimen de TRH aplicado en la fase de experimentos a escala laboratorio (4, 8 y 12 horas), durante un mes cada uno. Las velocidades ascensionales correspondientes fueron 0.122, 0.061 y 0.041 m/h, respectivamente. Cada vez que se realizó un cambio de TRH, se instaló un nuevo módulo de membranas en el sistema, el cual era retirado al final de cada condición y almacenado a 4 °C para realizar su posterior autopsia. Las corridas de filtración tuvieron una duración de 23 horas de filtración y 1 hora de lavado, con NaOCl (300 mg/L), el cual era almacenado en un tanque Rotoplas® (450L).

4.2.2. Métodos analíticos

Se colectaron diariamente a la misma hora muestras simples del influente del sistema, del efluente del reactor UASB y del permeado con el objetivo de minimizar las variaciones horarias en la calidad del influente. Se analizaron los mismos parámetros estudiados en la fase de experimentos a escala laboratorio (sección 4.1.3.1), y además, se efectuaron análisis de ácidos húmicos (Traina *et al.*, 1990) totales, disueltos y en las SPE y los PMS. También se analizó la distribución de tamaño de partícula de los carbohidratos y proteínas presentes en el efluente del reactor UASB y en el permeado a través de un tamizado que se efectuó con

filtraciones sucesivas utilizando filtros (Nitrato de celulosa, Millipore, Estados Unidos) con tamaño de poro decreciente (0.45, 0.3, 0.1 y 0.025 μ m); y en cada una de dichas filtraciones se tomó una muestra para realizar análisis de carbohidratos y proteínas. Posteriormente, se calculó el porcentaje que cada muestra representaba tomando como base la concentración total de carbohidratos y proteínas presentes en el efluente del reactor UASB y el permeado.

Se realizaron dos veces por semana análisis de calcio y magnesio a través de cromatografía iónica (Modelo ICS-1000, Dionex, USA) equipado con una columna de intercambio de cationes (IonPac CG12A de 4x250mm, Dionex, USA) y de carbono orgánico total (COT) utilizando un analizador de COT (Modelo Multi N/C 2100, Analytik Jena, Alemania). Todos los parámetros se analizaron por duplicado.

En la tabla 4.2 se especifican los parámetros medidos, así como su frecuencia de medición y el método analítico empleado.

Tabla 4.2. Parámetros medidos, frecuencia de medición y método analítico empleado en los experimentos a escala piloto

| Parámetro | Frecuencia de análisis | Método |
|--|------------------------|--|
| pH | Diaria | APHA (1998) |
| Alcalinidad | Dos veces por semana | APHA (1998) |
| DQO | Dos veces por semana | APHA (1998) |
| ST, SS, SD | Dos veces por semana | APHA (1998) |
| Nitrógeno amoniacal | Diaria | APHA (1998) |
| Ortofosfatos solubles | Diaria | APHA (1998) |
| Magnesio | Dos veces por semana | Cromatografía iónica |
| Calcio | Dos veces por semana | Cromatografía iónica |
| Productos microbianos solubles | Diaria | APHA (1998) |
| Sustancias poliméricas extracelulares | Diaria | Morgan <i>et al.</i> , (1990) |
| Carbohidratos | Diaria | Dubois <i>et al.</i> , (1956) |
| Proteínas | Diaria | Bradford <i>et al.</i> , (1976) |
| Ácidos húmicos | Diaria | Traina <i>et al.</i> , (1990) |
| Distribución de tamaño de partículas | Tres veces por semana | Difracción de láser (Mastersizer 2000) |
| Carbono orgánico total | Dos veces por semana | Analizador de COT |
| Ácidos grasos volátiles | Tres veces por semana | Cromatografía gaseosa |
| Índice de taponamiento, constante de filtración, filtrado máximo acumulado | Una vez por semana | Norma ASTM D-4189 |

Adicionalmente, en el efluente del reactor UASB se realizaron análisis ácidos grasos volátiles por cromatografía gaseosa y del índice de taponamiento (Silt Density Index) utilizando una

celda AMICON (Modelo 8400, Millipore, USA) de acuerdo a la norma ASTM D-4189. El índice de taponamiento (SDI, por sus siglas en inglés) es una prueba utilizada para determinar el potencial de taponamiento de una solución bajo condiciones predeterminadas (Presión constante: 30psi) usando un filtro de 0.45µm de tamaño de poro. La diferencia entre el tiempo inicial y el tiempo de una segunda medida (que puede oscilar entre 5 y 15 minutos) representa el valor del índice del taponamiento. El SDI se calcula a partir de la ecuación (4.5):

$$SDI = \frac{100 * \left(1 - \frac{t_i}{t_f}\right)}{t_t} \quad (4.5)$$

Donde:

t_i = Tiempo inicial (s), requerido para coleccionar los primeros 100ml

t_f = Tiempo de la segunda medida (s), requerido para coleccionar la segunda muestra (de 100 ml de volumen) después del tiempo preestablecido (5, 10 o 15 minutos).

t_t : Tiempo total (s) de la prueba

La tabla 4.3 da indicaciones sobre el SDI para ósmosis inversa.

Tabla 4.3. Indicaciones sobre el SDI para ósmosis inversa

| | |
|-----------|--|
| SDI < 1 | Varios años sin taponamiento |
| SDI < 3 | Varios meses entre limpiezas |
| SDI 3 – 5 | Limpieza frecuente |
| SDI > 5 | Inaceptable, se requiere pre-tratamiento |

Con el fin de ayudar en la interpretación de la información obtenida en el ensayo de índice de taponamiento, se utilizó el análisis matemático basado en la curva de saturación propuesto por Chuang *et al.* (2009). La ecuación 4.6 muestra en patrón de la curva de saturación usada para identificar el comportamiento del taponamiento en este estudio:

$$V = V_{max} \frac{t}{k_f + t} \quad (4.6)$$

Donde

V: Volumen de filtrado acumulado (L)

V_{max} : Volumen máximo de filtrado acumulado (L)

t: tiempo (min)

k_f : Constante de filtración (min)

La forma lineal de la ecuación 4.6 se presenta a continuación (Ec. 4.7).

$$\frac{1}{V} = \frac{1}{V_{m\acute{a}x}} + \frac{k_f}{V_{m\acute{a}x}} \left(\frac{1}{t} \right) \quad (4.7)$$

La pendiente y la intersección de la gráfica del inverso del filtrado acumulado ($1/V$) contra el inverso del tiempo ($1/t$) fueron usados para calcular el volumen máximo de filtrado acumulado ($V_{m\acute{a}x}$) y la constante de filtración (k_f) con el fin de comparar el potencial de taponamiento de la materia orgánica soluble. De acuerdo con el modelo de saturación, cuanto mayores sean los valores de $V_{m\acute{a}x}$ y k_f , exhibirán los valores más bajos de potencial de taponamiento de la materia orgánica soluble (Chuang *et al.*, 2009).

4.2.3. Autopsias a las membranas

Luego de finalizar la operación del sistema con cada TRH, se procedió a remover el módulo de membrana empleado y a almacenarlo a 4° C para su posterior análisis: Cada módulo obtenido (tres en total, uno por cada TRH estudiado) fue abierto y una sección de membrana tubular de 270 cm de longitud fue extraída. Luego se cortaron cuadrados de aproximadamente 0.5 cm de lado a cada 30 cm. Parte de esos cuadrados fueron sumergidos en una solución de NaOH (pH:10) y posteriormente en otra solución de H₂SO₄ (pH:2), durante un día cada una, con el fin de remover toda la capa taponante y obtener un valor base de densidad de la membrana per se.

Se realizaron autopsias a los cuadrados de membrana constituidas por las siguientes pruebas:

- Observación en el microscopio electrónico de barrido (MEB) (Modelo JSM-6060 LV, JEOL, Japón) acoplado a un equipo de espectrometría por dispersión de rayos X (Detector Si/Li, Oxford Inca-Sight, Inglaterra). Las membranas taponadas fueron cortadas en cuadrados de 0.5 cm de lado, y fijadas con glutaraldehído al 3% durante 48 horas. Posteriormente los cuadrados de membrana fueron lavados en repetidas ocasiones con Buffer Salino de Fosfatos (PBS, por sus siglas en inglés) hasta eliminar cualquier residuo de glutaraldehído. Acto seguido se procedió con la deshidratación de las muestras mediante lavados sucesivos con diluciones de etanol en concentraciones impares crecientes (10%, 30%, 50%, 70%, 90%, etanol absoluto). Finalmente, las

muestras fueron secadas hasta punto crítico y fijadas con película de oro para ser observadas en el MEB.

- Determinación de la densidad de la capa taponante: Cuadrados de membrana lavada con NaOCl y de membrana taponada de aproximadamente 0.5 cm de lado fueron secados en estufa a 102° C durante dos horas. Posteriormente se procedió a determinar su peso seco y su área, con el fin de determinar la densidad de cada uno de los cuadrados. Para determinar la densidad de la capa taponante, se restó el valor de la densidad de la membrana lavada químicamente (con NaOH y H₂SO₄) al valor de la densidad de la membrana taponada.
- Determinación de la cantidad de material orgánico e inorgánico en la capa taponante: Se realizaron análisis de termogravimetría dinámica (TGA) en un analizador termogravimétrico (Modelo Q500, TA Instruments, USA) en cuadrados de membrana taponada y lavada químicamente de 0.5 cm de lado previamente secados. En este instrumento, las muestras fueron inicialmente pesadas a temperatura ambiente usando una microbalanza y posteriormente, calentadas a razón de 10 °C/min hasta alcanzar una temperatura de 900 °C. La atmósfera de la prueba fue purgada con N₂ (40 mL/min) con el fin de prevenir oxidación u otras reacciones indeseadas. Durante la prueba, el peso de la muestra (y por tanto su pérdida) fue constantemente registrado. A través del software del equipo, se graficaron el peso y el porcentaje de pérdida de peso como una función de la temperatura de la muestra. Los instrumentos para realizar estas pruebas se encuentran en el Centro de Física Aplicada y Tecnología Avanzada (CFATA) / UNAM.

4.2.4. Análisis estadístico

Para establecer si existían diferencias significativas entre los datos obtenidos para cada TRH se siguieron los siguientes pasos: un análisis estadístico descriptivo que comprendió el cálculo de la media, varianza, desviación estándar, máximo, mínimo, mediana, rango, rango intercuartil, curtosis y se realizaron gráficos de caja. Acto seguido se procedió a determinar la normalidad de los datos a través de la prueba Shapiro-Wilk. Luego se procedió al análisis de diferencias a través de prueba de análisis de varianza (ANOVA) paramétrica (si los datos siguieron una distribución normal) o de la prueba Kruskal-Wallis (si los datos no siguieron una distribución normal). Las diferencias fueron consideradas estadísticamente significativas

en el intervalo de confianza de 95%. El paquete estadístico utilizado fue SPSS 11.0 (SPSS Incorporation, USA).

4.3. Fase III. Experimentos de limpieza de la membrana

4.3.1. Selección de las sustancias limpiadoras

A partir de una revisión de la literatura existente en el tema, de las recomendaciones dadas por el fabricante y del análisis del taponamiento de la membrana, se seleccionaron 4 sustancias limpiadoras: ácido clorhídrico, hidróxido de sodio, hipoclorito de sodio y ácido cítrico. Las tres primeras sustancias se escogieron por su bajo costo y amplia disponibilidad, mientras que el ácido cítrico se escogió por su habilidad para remover depósitos de origen inorgánico sin afectar la estructura de la membrana. Se eligieron dos concentraciones de cada una de las sustancias limpiadoras a partir de la revisión bibliográfica y de titulaciones en las cuales se establecieron las mayores concentraciones de cada sustancia cuyo pH estuviera dentro del rango de operación de la membrana recomendado por el fabricante (2-10). En la tabla 4.4 se presentan las sustancias empleadas y sus respectivas concentraciones.

Tabla 4.4. Sustancias limpiadoras utilizadas en el experimento

| Sustancia Limpiadora | Concentraciones |
|----------------------|-----------------|
| Ácido Clorhídrico | 0.2% y 0.4% |
| Ácido Cítrico | 0.05% y 0.1% |
| Hidróxido de Sodio | 0.01% y 0.02% |
| Hipoclorito de Sodio | 0.03% y 0.05% |

4.3.2. Selección de la concentración de cada una de las sustancias limpiadoras

En esta etapa, el sistema a escala laboratorio laboratorio (sección 4.1.1) se operó bajo los siguientes parámetros: TRH: 8 horas, tiempo de filtración: 1.5 horas, tiempo de lavado: 15 minutos, PTM: 13 psi. El sistema fue alimentado con agua residual real proveniente de la PTAR-CU. Cada una de las concentraciones de las sustancias analizadas se aplicó en una membrana nueva y en corridas por duplicado. Los experimentos de esta etapa permitieron escoger la concentración de cada sustancia limpiadora con la mejor recuperación del flux inicial.

4.3.3. Estudio de lavados con agua y de adición de EDTA como coadyuvantes de la limpieza

Este estudio también se realizó a escala laboratorio. A partir de los resultados obtenidos en la etapa 3.3.2, se realizaron lavados con cada una de las sustancias limpiadoras (excepto HCl) en combinación con lavados previos con agua potable o con adición de EDTA. En la molécula de EDTA existen 6 posiciones moleculares las cuales pueden contribuir a la formación de puentes de hidrógeno y de complejos con el material taponante (Mohammadi *et al.*, 2002). Las condiciones operacionales fueron las mismas que en la sección 3.3.2, y al igual que en dicha sección, cada una de las combinaciones se estudió en una membrana nueva y por duplicado. En esta sección se estableció el mejor coadyuvante en la limpieza de la membrana.

4.3.4. Estudio de algunos parámetros de importancia en la eficiencia de la limpieza de las membranas

Con base en los resultados obtenidos en la sección 4.3.3, se escogieron las dos mejores sustancias limpiadoras y sus respectivas concentraciones para ser aplicadas a escala piloto. Se realizó un experimento factorial 2^3 en el cual se estudiaron dos tiempos de operación (6 y 24 horas) y dos tiempos de limpieza (30 minutos y dos horas) de las membranas, así como las dos sustancias limpiadoras con mejor desempeño a escala laboratorio. Cada combinación de tiempo de operación, tiempo de limpieza y sustancia limpiadora se aplicó en el piloto por duplicado. Los resultados fueron analizados utilizando análisis de varianza (ANOVA). Las diferencias fueron consideradas estadísticamente significativas en un intervalo de confianza del 95%.

4.3.5. Estudio de los cambios en la superficie de la membrana después de una operación de limpieza química

Con el fin de entender los cambios que se dan en la superficie de la membrana luego de una operación de limpieza química, se llevaron a cabo 2 corridas de 8 horas de duración, cada una con una membrana nueva. Al final de la filtración, una de las membranas fue lavada con hipoclorito de sodio (500mg/L), mientras que la otra no fue sometida a ningún tipo de limpieza, esto con el fin de efectuar comparaciones entre las superficies de las dos membranas. Para esto, las membranas fueron cortadas en cuadrados de 0.5 cm de lado y se realizaron los análisis descritos en la sección 4.2.3.

5. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

5.1. Experimentos a escala laboratorio

5.1.1. Obtención del tamaño de muestra

Como se explicó en la sección 4.1.2., se realizaron experimentos a escala laboratorio con cada uno de los TRH de interés y se obtuvieron datos de pH, alcalinidad, alfa, DQO total y soluble, sólidos totales, volátiles y fijos, carbohidratos totales y disueltos, productos microbianos solubles (PMS), flux máximo, ortofosfatos y nitrógeno amoniacal.

Los cálculos del tamaño de muestra se realizaron mediante comparación de medias de grupos emparejados usando el programa Epidat 3.1. Dichos cálculos se realizaron para garantizar que el número de muestras obtenidas de cada parámetro arrojaran resultados estadísticamente significativos y que fueran representativos del comportamiento del sistema BRAM. En la tabla 5.1 se presentan los resultados de tamaño de muestra obtenidos para los parámetros analizados a escala laboratorio y piloto.

Tabla 5.1. Resultados de tamaño de muestra para los parámetros analizados a escala laboratorio y piloto.

| Parámetro | Tamaño de muestra (n) |
|--------------------------------|----------------------------------|
| pH | 1 |
| Alcalinidad | 8 |
| DQO total | 14 |
| DQO soluble | 18 |
| Sólidos totales | 20 |
| Sólidos volátiles | 12 |
| Sólidos fijos | 16 |
| Carbohidratos totales | 12 |
| Carbohidratos disueltos | 3 |
| Productos microbianos solubles | 20 |
| Fósforo | 7 |
| Nitrógeno Amoniacal | 18 |

Los cálculos de tamaño de muestra determinaron que éste debería de estar entre 15 y 20 para cada parámetro con cada TRH tanto para los experimentos a escala laboratorio como a escala piloto, con el fin de obtener resultados representativos del comportamiento y desempeño del sistema.

5.1.2. Desempeño del sistema BRAM a escala laboratorio

En la tabla 5.2 se presentan los resultados obtenidos para los parámetros de pH, alcalinidad, alfa, DQO total y soluble, sólidos totales, volátiles, fijos, suspendidos y disueltos volátiles cuando se agregó fósforo en el influente del sistema BRAM; mientras que en la tabla 5.3 se presentan los resultados de dichos parámetros obtenidos cuando este nutriente no fue adicionado al influente del sistema. Las características del agua residual sintética son presentadas en la sección 4.1.1 de esta tesis.

El pH de operación del reactor UASB se mantuvo cerca de la neutralidad durante todo el experimento a escala laboratorio, sin importar el TRH o la condición de fósforo aplicada, condición adecuada para la operación de este tipo de sistemas de tratamiento anaerobio (van Haandel y Lettinga, 1994). También se observa que el reactor UASB no consumió alcalinidad y que, por el contrario, en la mayor parte del tiempo ésta fue producida, indicando que el reactor UASB operó establemente durante todo el experimento, sin mostrar en ningún momento señales de acidificación, sin importar que se cambiara el TRH de operación o la presencia o ausencia de fósforo en el influente.

Tabla 5.2. Valores de pH, alcalinidad, alfa, DQO total y soluble, ST, SVT, SFT, SS y SDV en los experimentos con fósforo en el influente

| Parámetro | TRH 4 | | TRH 8 | | TRH 12 | |
|--------------------------------------|------------------------|-----------------------|---------------|-----------|---------------|-----------|
| | Efluente UASB | Permeado | Efluente UASB | Permeado | Efluente UASB | Permeado |
| pH | 6.79±0.04 ^a | 7.20±0.16 | 6.89±0.12 | 7.35±0.23 | 6.85±0.13 | 7.30±0.42 |
| Alcalinidad (mg/LCaCO ₃) | 450±7 | 249±22 | 425±28 | 243±23 | 414±66 | 234±40 |
| Alfa | 0.87±0.4 | N.R. ^b | 0.87±0.04 | N.R. | 0.87±0.09 | N.R. |
| DQO total (mg/L) | 90±10 | 64±9 | 64±6 | 40±7 | 64±10 | 41±7 |
| DQO soluble (mg/L) | 78±15 | 64±9 | 48±18 | 40±7 | 52±4 | 41±7 |
| Sólidos totales (mg/L) | 489±40 | 416±37 | 541±30 | 349±35 | 436±34 | 355±34 |
| Sólidos volátiles totales (mg/L) | 342±37 | 162±11 | 276±73 | 128±24 | 264±79 | 128±30 |
| Sólidos fijos totales (mg/L) | 148±18 | 272±26 | 208±69 | 216±48 | 225±22 | 224±50 |
| Sólidos suspendidos totales (mg/L) | 44±8 | < L.D.M. ^c | 24±9 | < L.D.M. | 13±2 | < L.D.M. |
| Sólidos disueltos volátiles (mg/L) | 215±9 | 162±11 | 163±16 | 128±12 | 150±6 | 128±9 |

^a: Media ± desviación estándar, n:18

^b: No realizado

^c: Menor que el límite de detección del método

Tabla 5.3. Valores de pH, alcalinidad, alfa, DQO total y soluble, ST, SVT, SFT, SS y SDV en los experimentos sin fósforo en el influente

| Parámetro | Experimentos sin fósforo | | | | | |
|--------------------------------------|--------------------------|-----------------------|---------------|-----------|---------------|-----------|
| | TRH 4 | | TRH 8 | | TRH 12 | |
| | Efluente UASB | Permeado | Efluente UASB | Permeado | Efluente UASB | Permeado |
| pH | 7.00±0.20 ^a | 7.18±0.35 | 7.22±0.18 | 7.42±0.20 | 7.06±0.09 | 7.33±0.07 |
| Alcalinidad (mg/LCaCO ₃) | 312±20 | 278±42 | 324±10 | 241±14 | 338±3 | 222±14 |
| Alfa | 0.94±0.01 | N.R. ^b | 0.96±0.02 | N.R. | 0.98±0.01 | N.R. |
| DQO total (mg/L) | 86±4 | 43±4 | 65±10 | 42±4 | 54±7 | 40±8 |
| DQO soluble (mg/L) | 65±9 | 43±4 | 50±5 | 42±4 | 40±12 | 40±8 |
| Sólidos totales (mg/L) | 505±43 | 372±18 | 455±52 | 330±20 | 462±31 | 345±24 |
| Sólidos volátiles totales (mg/L) | 431±45 | 115±12 | 283±62 | 105±30 | 258±40 | 108±10 |
| Sólidos fijos totales (mg/L) | 75±26 | 271±10 | 172±24 | 214±46 | 179±46 | 251±48 |
| Sólidos suspendidos totales (mg/L) | 40±6 | < L.D.M. ^c | 26±4 | < L.D.M. | 14±2 | < L.D.M. |
| Sólidos disueltos volátiles (mg/L) | 191±8 | 115±8 | 155±6 | 105±5 | 157±10 | 108±10 |

^a: Media ± desviación estándar, n:18

^b: No realizado

^c: Menor que el límite de detección del método

El pH del permeado fue ligeramente superior que el pH del efluente del reactor UASB; mientras que la alcalinidad fue menor en el permeado que en el efluente del reactor UASB.

La remoción de DQO total en el reactor UASB fue de un 75% cuando éste fue operado bajo el TRH de 4 horas, 81% bajo el TRH de 8 horas y 85% cuando el reactor fue operado bajo el TRH de 12 horas (teniendo en cuenta que la DQO influente del sistema fue de 350 mg/L, sección 4.1.1), tanto en ausencia como en presencia de fósforo en el influente del sistema.

La eficiencia en la remoción de DQO disminuyó sólo un 5% cuando el TRH fue acortado de 12 a 8 horas, por lo que en este rango de TRH éste no tuvo una gran influencia en este parámetro; de hecho en la literatura científica se ha reportado que el acortamiento del TRH, y el subsecuentemente aumento en la carga orgánica, pueden mejorar el desempeño de los reactores UASB hasta cierto límite (Mahmoud *et al.*, 2003); puesto que el acortamiento del TRH puede disminuir los espacios muertos dentro del reactor al aumentar la mezcla en la cama de lodo y optimizar el contacto entre los microorganismos y el sustrato, lo cual mejora la

tasa de reacción al interior del sistema; además, teóricamente los microorganismos deberían obtener una mayor cantidad de nutrientes con el acortamiento del TRH. Por otro lado, la formación de los gránulos en el tratamiento de aguas residuales de baja carga puede ocurrir con mayor rapidez en sistemas operados bajo TRH cortos, dado que ayuda en la selección de partículas con buenas características de sedimentación (Ndon y Dague, 1997); por lo que la operación del reactor UASB bajo el TRH de 8 horas podría tener un efecto benéfico en su desempeño. No obstante, la operación del reactor UASB bajo el TRH de 4 horas disminuyó en un 10% la eficiencia en la remoción de DQO con respecto a la eficiencia observada a TRH 12 horas, por lo que la operación a este TRH afectó negativamente el sistema por las razones que se explican más adelante en esta sección.

La disminución en la eficiencia en la remoción de DQO como consecuencia del acortamiento del TRH en reactores UASB también fue reportada por Elmitwalli y Otterpohl (2007), quienes observaron una disminución en la remoción de DQO del 64% al 52% cuando el TRH fue disminuido de 16 a 6 horas en el tratamiento de aguas grises; mientras que Torkian y Hashemian (2003) observaron una disminución de un 92% a un 62% cuando el TRH fue reducido de 7 a 2 horas en el tratamiento de aguas residuales de un rastro.

La disminución en la eficiencia de la remoción de DQO con el acortamiento del TRH también ha sido reportada para otros tipos de reactores anaerobios: Ndon y Dague (1997) observaron un decaimiento de alrededor del 10% en la eficiencia de la remoción de DQO cuando el TRH de un reactor anaerobio compartimentalizado varió de 24 a 12 horas y Chu *et al.*, (2005) observaron que acortar el TRH de un reactor EGSB acoplado a una membrana de 5.7 a 3.5 horas disminuyó la eficiencia en la remoción de DQO en un 5%.

Los valores de remoción de DQO reportados en este estudio son similares a los reportados por Singh y Viraraghavan (2000), Alvarez *et al.*, (2004), Singh y Viraraghavan (2004), cuando operaron reactores UASB para el tratamiento de aguas residuales domésticas a temperatura ambiente con TRH de entre 6 y 8 horas.

El análisis estadístico de la concentración de DQO total demostró que fue significativamente diferente cuando el reactor UASB fue operado bajo el TRH de 4 horas dentro de un intervalo de confianza del 95%. Cuando el reactor UASB es operado bajo un TRH corto; y consecuentemente bajo mayores velocidades ascensionales y cargas orgánicas, las fuerzas cortantes así como la producción de biogás aumentarán al interior del reactor. Ambos hechos

pueden causar la disgregación de las partículas del lodo (Blaszczyk *et al.*, 1994) y condiciones de estrés sobre los microorganismos que promueven la liberación de sustancias orgánicas solubles en el efluente del reactor UASB (Zhou *et al.*, 2007; Wang *et al.*, 2009; Thanh *et al.*, 2010). Según Sun *et al.*, (2006), la disminución en la remoción biológica de DQO con el acortamiento del TRH, puede estar asociada con el correspondiente aumento en la carga orgánica, hecho que aumenta la cantidad de sustrato al interior del reactor; y aunque en el interior del reactor exista una gran concentración de microorganismos, es posible que no ocurra su completa oxidación, resultando en una menor eficiencia en la remoción. Además, de acuerdo a Leitão *et al.*, (2005), Sabri (2005) y Cavalcanti (2004), la operación del reactor UASB bajo TRH cortos resulta en una menor remoción de DQO debido al limitado tiempo de contacto para los procesos físicos y biológicos y a la disminuida capacidad de filtración de la cama de lodo a velocidades ascensionales mayores. La disminución en el TRH también aumenta el flujo al interior del reactor, lo que puede causar una mayor canalización en la cama de lodo, resultando en un contacto limitado entre los microorganismos y el sustrato y en una degradación mínima de la DQO influente (Langenhoff *et al.*, 2000). De acuerdo con estos mismos autores, aunque haya suficiente biomasa al interior del reactor para degradar la carga orgánica influente, la alta tasa de flujo generada por el acortamiento en el TRH pudo haber dificultado la transferencia de masa del medio a los microorganismos, por lo que es posible que la biomasa al interior del reactor no degradara completamente el sustrato influente.

Al igual que la concentración de DQO total en el efluente del reactor UASB, la DQO soluble también fue influenciada por el TRH, siendo que a TRH 4 horas se presentó la mayor concentración de dicho parámetro en el efluente del reactor UASB.

Las tablas 5.2 y 5.3 muestran que la membrana fue un post-tratamiento adecuado para el efluente del reactor UASB puesto que permitió elevar la remoción de DQO total y DQO soluble hasta un 90%, esto debido a que la membrana actuó como una barrera selectiva que retuvo la totalidad de sólidos suspendidos presentes en el efluente del reactor UASB, así como parte del material orgánico soluble; aunque es importante señalar que la mayor parte de la DQO influente fue removida por el reactor UASB. La remoción de DQO soluble en la membrana es importante puesto que, de acuerdo con varios reportes (Jarusutthirak *et al.*, 2002; Rosenberger *et al.*, 2005; Wu y Huang, 2009), el material orgánico soluble es el principal componente del taponamiento de las membranas en sistemas BRM. Este tópico es tratado con

mayor detalle en la sección 5.1.3. La relación de sólidos volátiles totales con respecto a los sólidos totales en el efluente del reactor UASB, varió desde un 53% a TRH 12 horas hasta un 70% a TRH 4 horas cuando fue agregado fósforo en el influente y de un 56% a TRH 12 a un 85% a un THR de 4 horas cuando no fue agregado fósforo en el influente; lo que indica que cuando el reactor UASB fue operado bajo el THR de 4 horas se liberó una mayor cantidad de material orgánico en su efluente, en concordancia con lo observado para los parámetros de DQO total y soluble. La relación de sólidos volátiles totales con respecto a los sólidos totales en el permeado fue de alrededor del 33% para todos los TRH y condiciones de fósforo estudiadas, excepto para el caso del TRH de 4 horas y con adición de fósforo en el cual la relación fue de 53%. Estos valores de la relación SVT/ST en el permeado son menores a los valores encontrados en el efluente del reactor UASB, hecho que apunta a que la membrana retuvo una fracción del material orgánico presente en el efluente del reactor UASB.

El análisis estadístico de los datos mostró que la presencia o ausencia de fósforo en el influente del sistema no afectó ninguno de los parámetros analizados en esta sección.

Hu y Stuckey (2006) utilizaron un BRAM constituido por un reactor anaerobio completamente mezclado con membranas sumergidas y encontraron que la transición de un TRH a otro causó un incremento en la concentración de DQO en el efluente del sistema; sin embargo en el transcurso de unos pocos días el BRAM se recuperó y tuvo un comportamiento estable de nuevo. En el presente experimento no se verificó que la transición de un TRH a otro causara perturbaciones en la concentración de DQO total y soluble en el efluente final. Esto se pudo deber a que la transición del TRH se hizo a TRH mayores y no a TRH menores como ocurrió en el experimento de Hu y Stuckey (2006), lo que evitó el arrastre de sólidos en el efluente del reactor.

Por otro lado, en México la norma NOM-003-SEMARNAT-1997 (SEMARNAT, 1997) establece los límites máximos permisibles de contaminantes, específicamente coliformes fecales, huevos de helmintos, grasas y aceites, DBO₅ y sólidos suspendidos totales, en aguas tratadas para reúso. El efluente del reactor UASB por sí solo no cumple con dicha norma; sin embargo, el efluente final del sistema BRAM formado por el reactor UASB y la membrana de ultrafiltración cumple con los límites máximos permisibles estipulados (Herrera-Robledo *et al.*, 2010). Esto se debe al tamaño de corte de peso molecular de la membrana de

ultrafiltración impidió que en el permeado existieran sólidos suspendidos y contaminantes biológicos como huevos de helmintos y coliformes totales.

5.1.3. Análisis de sustancias de origen orgánico que causan taponamiento

5.1.3.1. Concentración de PMS y SPE

Como se señaló en la sección 3.6.3.3, la presencia de productos microbianos solubles (PMS) y sustancias poliméricas extracelulares (SPE) tiene influencia en el taponamiento de la membrana, razón por la cual estos parámetros fueron analizados en el efluente del reactor UASB y en el permeado. Los resultados se presentan en las figuras 5.1 y 5.2.

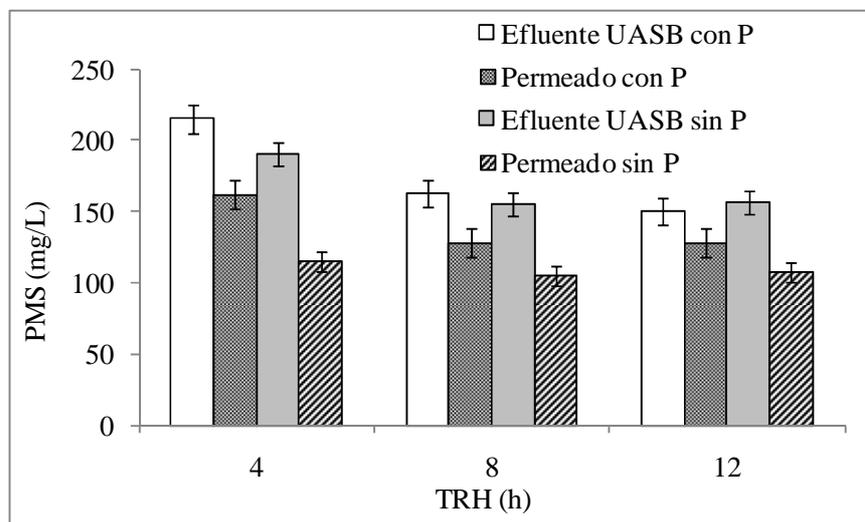


Figura 5.1. Concentración de PMS en el efluente del reactor UASB y en el permeado en ausencia y presencia de fósforo en el influente

En este estudio se encontró que la concentración de PMS fue mayor que la concentración de SPE tanto en el efluente del reactor UASB como en el permeado, para todos los TRH estudiados. De acuerdo con Barker y Stuckey (2001) y Aquino y Stuckey (2002), una mayor producción de PMS en comparación con SPE en sistemas BRAM puede estar asociada a los prolongados TRC bajo los cuales estos sistemas son operados, lo cual conlleva a un mayor grado de lisis celular, aumentando la producción de PMS.

También, las altas concentraciones de PMS en efluente del reactor UASB pueden además estar asociadas con la composición del influente del sistema (glucosa). De acuerdo con Noguera *et*

al., (1994) y Kuo *et al.*, (1996) la producción de PMS es mayor en sistemas alimentados con glucosa debido a que la mineralización de glucosa a metano y dióxido de carbono rinde una mayor cantidad de energía, resultando en mayores niveles de biomasa, los cuales deben generar mayores niveles de PMS. Adicionalmente, la glucosa puede soportar el crecimiento de diferentes grupos de microorganismos (fermentativos, acetogénicos y metanogénicos), y de acuerdo con Kuo *et al.*, (1996), una población más diversa debería producir una mayor cantidad de PMS.

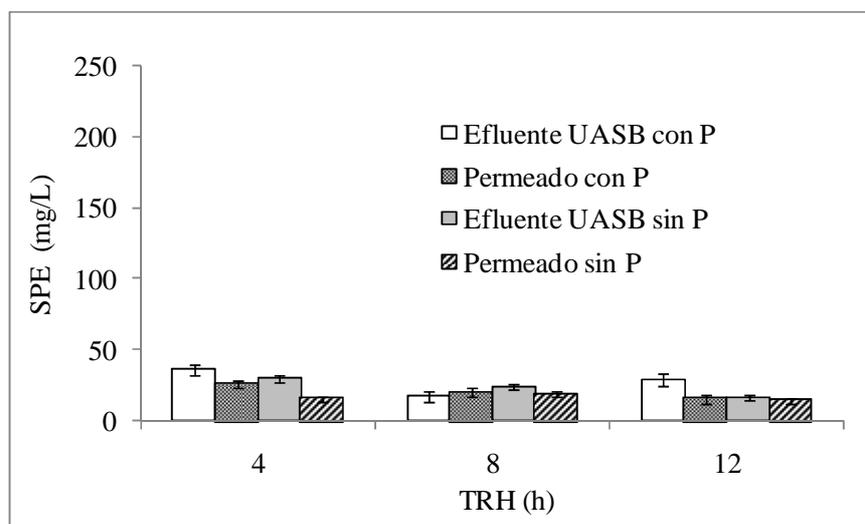


Figura 5.2. Concentración de SPE en el efluente del reactor UASB y en el permeado en ausencia y presencia de fósforo en el influente

La presencia de SPE también era esperada en el efluente del reactor UASB, dado que éstos son fundamentales en el proceso de formación de los agregados microbianos (Flemming y Wingender, 2001). La presencia de SPE en el efluente del reactor UASB tiene importantes implicaciones para el taponamiento de la membrana, puesto que se ha reportado que bajo condiciones sub-críticas el taponamiento es ocasionado principalmente por la acumulación de SPE entre los poros y/o la superficie de la membrana (Pollice *et al.*, 2005). Lee *et al.*, (2003) señalan que la hidrofobicidad y la carga superficial, las cuales están directamente relacionadas con la composición y propiedades de las SPE, parecen ser parámetros claves en el taponamiento y la formación de la capa taponante.

Las concentraciones de PMS en efluentes anaerobios encontradas en el estudio de Aquino y Stuckey (2002) fueron muy similares a las encontradas en el efluente del reactor UASB de esta investigación: 58mg/L vs. 40mg/L como DQO, respectivamente. No obstante, la concentración de PMS obtenida en la presente investigación fue significativamente mayor que la encontrada por Aquino *et al.*, (2006) en otro estudio desarrollado en un BRAM con membranas sumergidas (40 ± 7 mg/L vs. 18 ± 9 mg/L como DQO). Esta discrepancia puede estar relacionada con las diferencias existentes entre la configuración, material y corte de peso molecular de las membranas empleadas en los estudios, así como las diferencias en la composición del influente de ambos sistemas BRAM.

Las figuras 5.1 y 5.2 muestran que las mayores concentraciones de PMS y SPE se encontraron cuando el reactor UASB fue operado bajo el TRH más corto. Este hallazgo está en concordancia con los resultados presentados en la sección 5.1.2, indicando que el TRH tiene influencia en la concentración de estos dos parámetros, especialmente a TRH cortos. También se verificó que la concentración de PMS y SPE fue significativamente mayor a TRH 4 horas dentro de un intervalo de confianza del 95%.

El aumento en la concentración de PMS y SPE con la disminución del TRH encontrado esta tesis coincide por lo reportado por diversos autores en varios tipos de reactores anaerobios: Aquino y Stuckey (2004) estudiaron la producción de PMS en reactores anaerobios continuamente mezclados y encontraron que el cambio en el TRH de 15 a 7.5 horas no ejerció ningún cambio en la producción de PMS; sin embargo cuando el TRH fue reducido de 7.5 a 3 horas, la concentración aumentó constantemente hasta alcanzar un valor de alrededor de 8 veces la concentración de PMS encontrada al TRH de 7.5 horas. Aunque los autores reconocen que no es clara la razón para este aumento, sugieren que puede estar relacionado con un aumento en la lisis celular debido a las altas tasas de dilución, y, por tanto los BAP pudieron haber contribuido en mayor proporción con la producción de PMS.

Schiener *et al.*, (1998) encontraron que cuando la carga orgánica aumentó como consecuencia del acortamiento del TRH en un reactor anaerobio compartimentalizado, la concentración de PMS se incrementó proporcionalmente; de hecho el TRH de 5 horas (el cual fue el TRH más corto estudiado), y consecuentemente la mayor carga orgánica, produjeron el mayor nivel de PMS medidos como DQO soluble no convertida. De acuerdo con estos autores, la biomasa al interior del reactor permaneció relativamente constante, por lo que la fracción BAP también

permaneció constante; y por tanto, con el incremento de la carga orgánica, el aumento en la concentración de PMS se debió a un aumento proporcional en la fracción de UAP.

Feng *et al.*, (2008) encontraron en reactores anaerobios compartimentalizados que la concentración de PMS aumentó de 23 mg/L a 36 mg/L cuando el TRH disminuyó de 18 a 12 horas. Según estos autores, el aumento en la concentración de PMS con el acortamiento del TRH pudo ocurrir por tres hechos diferentes: 1) el consumo/mineralización parcial de los PMS, como metabolitos secundarios, cuando el TRH es más prolongado debido a la baja concentración del sustrato, 2) el incremento de la carga orgánica, a consecuencia del acortamiento del TRH, que ocasionó un incremento proporcional en la tasa de utilización de sustrato y por tanto en la producción de UAP, con una cierta fracción de éstos relativamente recalcitrante y 3) la incompleta degradación del sustrato soluble influente.

Huang *et al.*, (2011) y Jeong *et al.*, (2010) estudiaron la influencia del TRH en bio-reactores anaerobios con membranas sumergidas y encontraron que el acortamiento del TRH de 12 a 8 horas y de 20 a 14 días, respectivamente, aumentó la producción de biomasa y la acumulación de PMS y SPE al interior del bio-reactor. En el estudio de Jeong *et al.*, (2010), las concentraciones de SPE y PMS aumentaron de 24.2 a 29.4 mg/g SSV y de 105.2 a 357.1 mg COD/L, respectivamente. Estos autores proponen que el aumento en las concentraciones de SPE y PMS aceleró la deposición de partículas y el desarrollo de una capa de biofilm, los cuales aumentaron el taponamiento de la membrana. También Chae *et al.*, (2006) encontraron que el acortamiento del TRH de 10 a 4 horas en un BRM con membranas sumergidas aumentó la concentración de SPE y el tamaño medio de las partículas, y como consecuencia, se redujo la sedimentabilidad del lodo y se incrementó el taponamiento de la membrana.

Sin embargo, los resultados de la presente investigación entran en contradicción con los hallazgos de Fallah *et al.*, (2010) en un BRM que trataba estireno: estos autores encontraron que aunque la concentración de PMS totales aumentó con la disminución del TRH de 24 a 18 horas, la concentración de SPE totales de hecho disminuyó. Los autores no ofrecen una explicación para este comportamiento. Aunque en las gráficas presentadas por los autores se observa una tendencia a la disminución de la concentración de SPE con el TRH, hay muy pocos datos para cada TRH (2 para el TRH de 24 h y 4 para el TRH de 18 horas); por lo que las conclusiones obtenidas con tan poca información merecen un mayor análisis.

El aumento en la concentración de SPE en el efluente del reactor UASB bajo el TRH más corto también pudo ser consecuencia del aumento de las fuerzas cortantes y velocidades ascensionales en su interior. De acuerdo con Kosaric *et al.*, 1990 y Versiani *et al.*, 2005, velocidades ascensionales altas causan desintegración de los gránulos debido al aumento excesivo de las fuerzas de corte, llevando a la liberación de SPE en el efluente y al lavado de la biomasa del reactor, lo que tendrá como consecuencia la exacerbación del taponamiento de las membranas.

La tendencia observada en el aumento de la concentración de PMS y SPE con la reducción del TRH tiene importantes implicaciones para la operación de sistemas con membranas, puesto que diversas investigaciones (Chang *et al.*, 2001; Nuengjamnong *et al.*, 2005; Drews *et al.*, 2006) señalan que los PMS y las SPE son el principal factor que controla el taponamiento de la membrana; lo que implica que a TRH cortos se potencializa el efecto taponante de estas sustancias.

5.1.3.2. Composición de PMS y SPE

Los PMS y SPE fueron caracterizados según la metodología propuesta por Le-Clech *et al.*, (2006), en la cual se realizan análisis de carbohidratos y proteínas a través de métodos fotométricos. Los resultados se muestran en la figura 5.3.

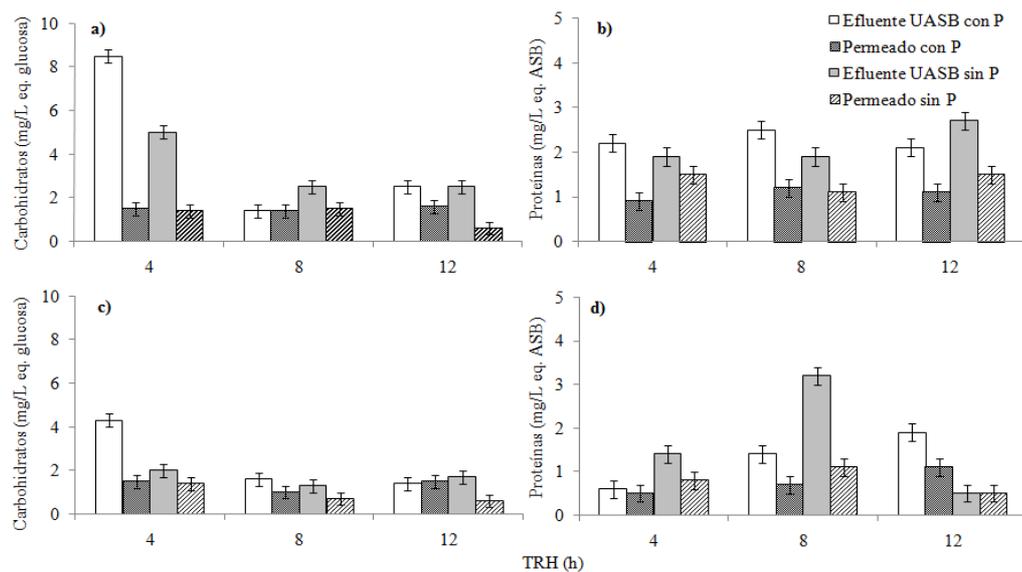


Figura 5.3. a) Carbohidratos y b) proteínas en los PMS y c) carbohidratos y d) proteínas en las SPE

La figura 5.3, apartados a) y c) muestra que la concentración de carbohidratos en los PMS y las SPE (PMSc y SPEc) en el efluente del reactor UASB fue mayor cuando éste fue operado a TRH 4 horas, tal como ocurrió con la concentración de PMS y las SPE (Figuras 5.1 y 5.2). Este resultado fue corroborado estadísticamente dentro de un intervalo de confianza del 95%. Sin embargo, las proteínas en los PMS y las SPE (PMSp y SPEp) no cambiaron su concentración a este TRH, como ocurrió con los PMSc y SPEc. Chae *et al.*, (2006) también observaron un aumento en la concentración de SPEc de 23 a 140 mg/L cuando el TRH fue acortado de 10 a 4 horas en un BRM con membranas verticales. Sin embargo, el aumento en SPEp fue de sólo 30 mg/L bajo las mismas condiciones operacionales. Por otro lado, Fallah *et al.*, (2010) encontraron que la disminución del TRH de 24 a 18 horas en un BRM que trataba estireno incrementó la concentración de PMSp mientras que disminuyó la concentración de PMSc. Los autores asociaron este comportamiento a la adhesión de los PMSc a la superficie de la membrana y a las partículas del lodo así como a su biodegradación por la población bacteriana. Huang *et al.*, (2011) encontraron que el acortamiento en el TRH de un sistema BRAM de 12 a 8 horas elevó los PMSp aunque los PMSc permanecieron relativamente constantes para los tres TRH analizados en dicho estudio. Dado que la mayor carga orgánica en dicho estudio ocurrió con el TRH de 8 horas, más sustratos no degradados y PMS estuvieron presentes en el sobrenadante del licor de mezcla, lo que incrementó la posibilidad de taponamiento externo, el bloqueo interno de los poros y el crecimiento de una capa de biofilm cuando el licor era conducido a la membrana para ser filtrado.

Por otro lado, la concentración de PMS y SPE fue mayor en el efluente del reactor UASB que en el permeado, indicando que estos compuestos son susceptibles de acumularse en la superficie de la membrana y/o dentro de sus poros, causando taponamiento. Diversos autores (Le-Clech *et al.*, 2006; Rosenberger *et al.*, 2005 y 2006; Bérubé *et al.*, 2006; Chae *et al.*, 2006) señalan que los PMS y las SPE, específicamente la fracción PMSc juegan un papel importante durante la formación de la capa taponante.

Con base en los resultados presentados en esta sección, se recomienda operar el reactor UASB acoplado a una membrana externa bajo un TRH de 8 horas, con el fin de controlar la liberación de estas sustancias orgánicas solubles y, por lo tanto, su deposición sobre la superficie membrana o al interior de sus poros.

5.1.4. Análisis de sustancias de origen inorgánico que causan taponamiento

5.1.4.1. Precipitación de estruvita

Según Choo y Lee (1996), la estruvita es el principal componente del taponamiento de origen inorgánico en sistemas BRAM. Asimismo, la estruvita es responsable del endurecimiento y el aumento de la resistencia de la capa taponante depositada sobre la membrana, razón por la cual se realizaron análisis de nitrógeno amoniacal, fosfatos y magnesio en el efluente del reactor UASB y en el permeado.

A diferencia de los parámetros anteriormente presentados, para el caso del nitrógeno amoniacal y los fosfatos no se pudo comprobar estadísticamente la influencia del TRH en su concentración, indicando que el metabolismo anaerobio del nitrógeno y el fósforo no se ve afectado por el TRH bajo las condiciones experimentales manejadas en el presente estudio.

La figura 5.4 muestra que la remoción de nitrógeno amoniacal en la membrana aumentó en un 10% cuando no se añadió fosfato al agua residual sintética. Los valores medios de remoción de nitrógeno amoniacal, fosfatos (cuando se añadieron) y magnesio fueron de 28, 45 y 5% respectivamente.

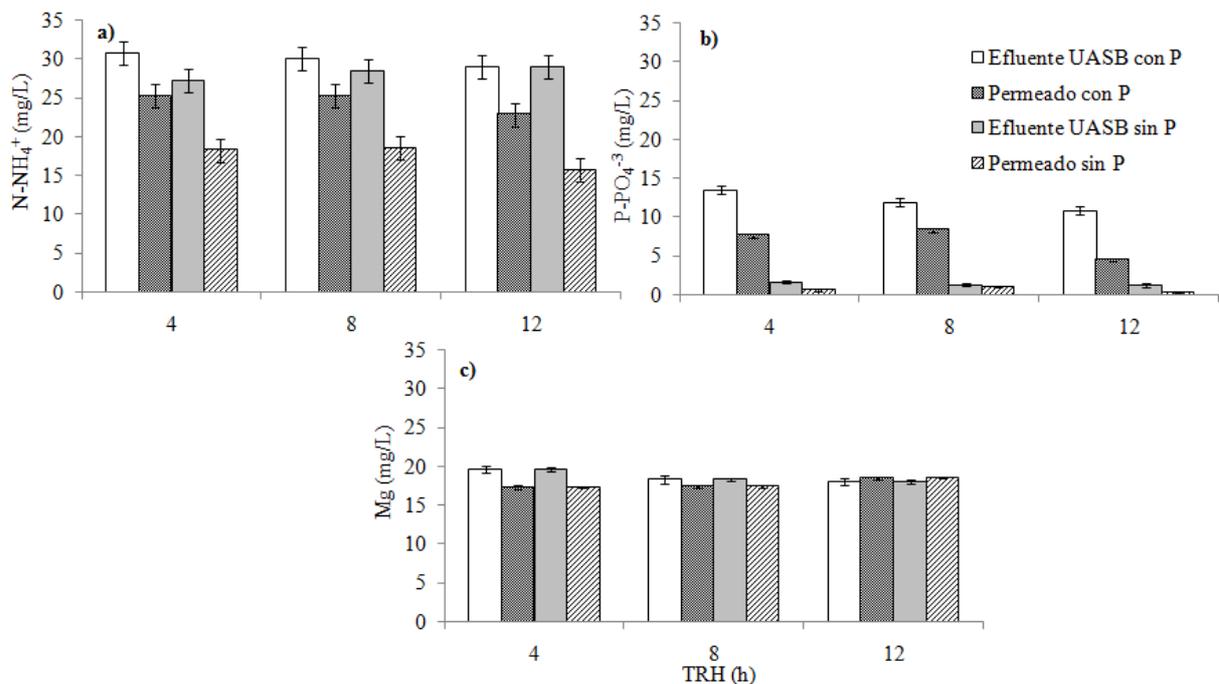


Figura 5.4. Concentración de a) nitrógeno amoniacal, b) ortofosfatos y c) magnesio en el efluente del reactor UASB y el permeado

La figura 5.4 apartados a) y b) muestran que hay una diferencia entre las concentraciones de estos dos nutrientes en el efluente del reactor UASB y el permeado, indicando que existe la posibilidad de que estos nutrientes se precipiten como estruvita sobre la membrana. Con el fin de corroborar esta hipótesis se procedió a estimar cuantitativamente la precipitación de este compuesto con ayuda de las ecuaciones presentadas en la sección 4.1.3.3. Los resultados se presentan en la tabla 5.4 y la figura 5.5.

Tabla 5.4. Coeficiente de solubilidad de la estruvita (Q_s) para el efluente del reactor UASB y el permeado para todas las corridas de filtración

| TRH (horas) | Experimentos con P | | Experimentos sin P | |
|----------------|--------------------|----------|--------------------|----------|
| | Efluente UASB | Permeado | Efluente UASB | Permeado |
| 4 | -9.41 | -9.82 | -10.32 | -10.92 |
| 8 | -9.46 | -9.74 | -10.39 | -10.58 |
| 12 | -9.50 | -10.01 | -10.42 | -11.26 |

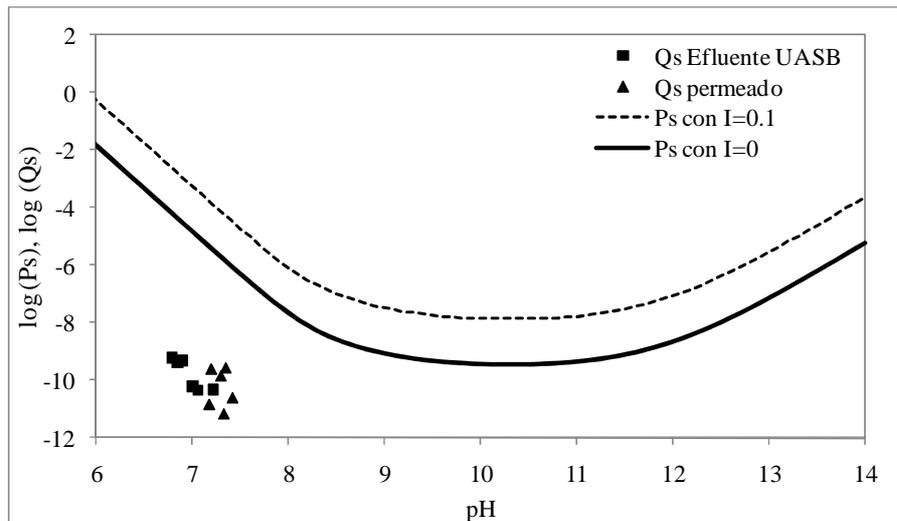


Figura 5.5. Producto de solubilidad condicional (P_s) calculado para $I=0$ y $I=0.1$ y los coeficientes de solubilidad (Q_s) en el efluente del reactor UASB y el permeado calculados para todas las corridas

De la tabla 5.4 y la figura 5.5, se puede inferir que tanto el efluente del reactor UASB como el permeado estaban altamente insaturados con respecto a la estruvita ($Q_s \ll P_s$), por tanto se presume que durante las corridas experimentales este compuesto no se precipitó sobre la superficie de la membrana.

Estos resultados entran en contradicción con lo presentado por Choo y Lee (1996); sin embargo esta contradicción puede ser explicada por las bajas concentraciones de magnesio, nitrógeno amoniacal y ortofosfatos en el influente del sistema, en contraposición a las altas concentraciones de estos compuestos (313, 63.1 y 927 mg/l para el magnesio, nitrógeno amoniacal y fosfatos, respectivamente) en el agua residual proveniente de una destilería empleada en dicho estudio. Este hallazgo demuestra que, a pesar de que el nitrógeno amoniacal, el fósforo y el magnesio usualmente están presentes en el efluente de tratamientos biológicos anaerobios, es difícil que se precipiten como estruvita en sistemas BRAM que tratan aguas residuales domésticas dadas las bajas concentraciones de estos elementos presentes en éstas. De acuerdo con Stuckey y Vyrides (2010), los microorganismos presentes en la capa taponante están activos, y en ese sentido, es posible que parte de estos nutrientes fueran utilizados por éstos para suplir sus necesidades metabólicas.

5.1.5. Distribución de tamaño de partícula en el rechazo

La figura 5.6 muestra el cambio que tuvo el tamaño medio de las partículas con el transcurso de las corridas de filtración. Se observa que para todas las corridas, el tamaño de partícula en el rechazo varió entre 200 y 300 μm el primer día hasta alcanzar valores alrededor de 60 μm el último día de cada experimento. Choo y Lee (1998) y Kim *et al.*, (2001) también observaron este comportamiento cuando operaron un sistema BRAM con membranas externas y lo atribuyeron al efecto abrasivo de la bomba de recirculación del rechazo.

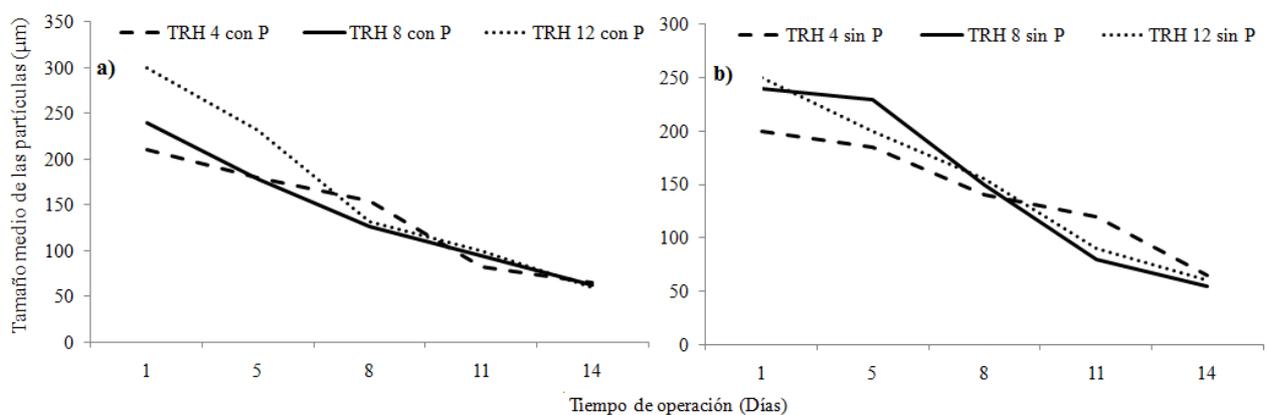


Figura 5.6. Variación en el tamaño medio de las partículas del rechazo con el transcurso del tiempo, a) con adición de fósforo en el influente y b) sin adición de fósforo en el influente

No obstante, los datos obtenidos para el primer día de experimentos señalan que la disminución del TRH también puede causar la disminución del tamaño de las partículas, puesto que los demás parámetros operacionales fueron mantenidos constantes. Estos resultados confirmarían que el decrecimiento del tamaño de las partículas en el rechazo es una consecuencia tanto del efecto abrasivo del bombeo como de la reducción del TRH. Para el caso de los reactores UASB se sabe que el aumento en la velocidad ascensional (directamente relacionada con el TRH), juega un papel importante en la granulación del lodo de reactores UASB (Alphenaar *et al.*, 1993). Sin embargo, esta afirmación es correcta sólo hasta cierto punto, pues según varios estudios (Kosaric *et al.*, 1990; Versiani *et al.*, 2005) velocidades ascensionales por encima de 1m/h pueden causar desintegración de los gránulos debido al aumento excesivo de las fuerzas de corte, llevando a la liberación de SPE en el efluente y a la disminución del tamaño medio de las partículas del lodo.

La fuerza de arrastre hacia la membrana, la cual es generada por el flux, incrementa con el flux de operación y con el tamaño de partícula. Por otro lado, el retro-transporte en un sistema de filtración tangencial (cross-flow) está constituido por la difusión Browniana, la ascensión inercial y la difusión inducida por las fuerzas cortantes. Aunque la difusión Browniana tiende a disminuir cuando el tamaño de la partícula aumenta, las otras fuerzas, que son generadas por el flujo perpendicular, tienden a incrementarse con el flux y el tamaño de partícula (Belfort *et al.*, 1994). Es por esto que la velocidad de retro-transporte de las partículas aumenta con su tamaño (Bae y tak, 2005). Por tanto, entre menor sea el tamaño de la partícula mayor será su velocidad hacia la membrana y habrá una mayor deposición sobre la superficie de la membrana, al mismo tiempo que se formará una película más densa con una mayor resistencia específica (Wisniewski y Grasmick, 1998; Kim *et al.*, 2001).

El decrecimiento del tamaño medio de las partículas con la disminución del TRH también ha sido reportado (Sun *et al.*, 2006; Fallah *et al.*, 2010) para BRM. De acuerdo con estos autores, la disminución en el TRH resulta en un aumento en la carga orgánica influente que puede causar condiciones de estrés en los microorganismos y la liberación de SPE al medio por parte de las células bacterianas, lo que a su vez causa defloculación de las partículas del lodo y la disminución del tamaño medio de las partículas.

Sin embargo, los resultados encontrados en esta investigación entran en contradicción con los hallazgos de Chae *et al.*, (2006), quienes encontraron que la disminución en el TRH aumentó

el tamaño medio de las partículas. De acuerdo con estos autores, la mayor producción de SPE de hecho pudo haber favorecido la floculación de las partículas, puesto que las SPE favorecen la agregación de los flóculos y la adhesión de estos a la superficie de la membrana para formar una capa de biofilm. Sin embargo, al parecer en el presente experimento predominó el efecto abrasivo del aumento de las fuerzas cortantes por sobre el efecto adhesivo de las SPE.

Finalmente, no se pudo comprobar estadísticamente que la presencia o ausencia de fósforo en el influente causara cambio alguno en el tamaño medio de las partículas del efluente.

5.1.6. Comportamiento de la filtración en el sistema BRAM

En la figura 5.7 se muestra el comportamiento del flux a lo largo del primer día de filtración de cada una de las corridas experimentales.

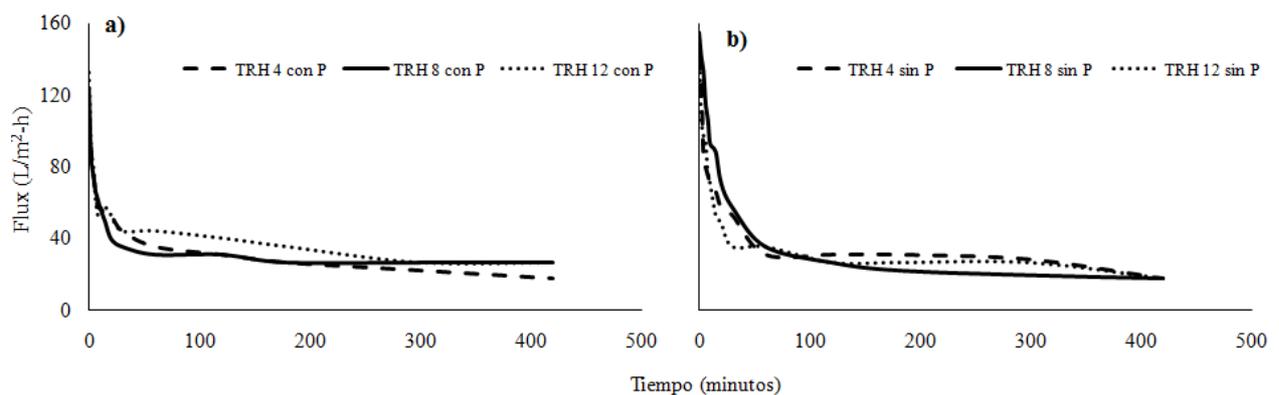


Figura 5.7. Variación del flux con el TRH, a) presencia y b) ausencia de fósforo durante el primer día de filtración de cada corrida

Las gráficas obtenidas para el flux en cada una de las corridas son típicas de sistemas BRM operados a presión constante como ocurrió en el presente experimento: en la primera etapa (primeros 10 minutos) ocurre una reducción rápida inicial del flux debido al fenómeno de concentración/polarización y a la deposición irreversible de partículas de la fracción soluble de la suspensión (presumiblemente PMS). En la segunda etapa (entre 20 y 30 minutos de corrida) el flux comienza a decrecer más lentamente y ocurre el bloqueo de los poros y la formación de las primeras capas de aglomerado junto con la deposición de partículas de biomasa, para que finalmente, en la etapa 3 (de 30 minutos en adelante) el flux se estabilice (Le-Clech *et al.*, 2006).

El decrecimiento del flux que ocurre en las etapas iniciales de la filtración puede ser explicado usando la resistencia específica de la capa taponante. Con el fin de conocer los valores de α para todas la corridas se graficó t/V versus V . La pendiente de dicha gráfica es el índice de taponamiento de la membrana (MFI). Como el MFI es igual a $(\mu \times \alpha \times C_{ss} / 2 \times \Delta P)$, α pudo ser calculado (Farizoglu y Keskinler, 2006). La pendiente de la gráfica t/V versus V , y por ende α , se hizo más pronunciada en las gráficas que corresponden a los datos recolectados cuando el reactor UASB fue operado bajo el TRH de 4 horas debido a la mayor disminución en el volumen del permeado. Los resultados de los cálculos de la resistencia específica de la capa taponante son presentados en la figura 5.8.

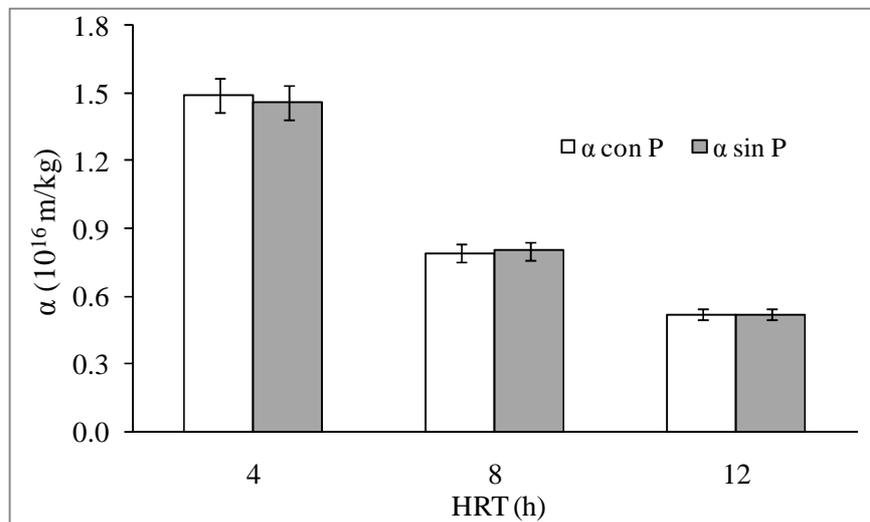


Figura 5.8. Valores de resistencia específica de la capa taponante con el TRH y la ausencia o presencia de fósforo

La figura 5.8 muestra que a medida que disminuye el TRH, aumenta la resistencia específica de la capa taponante, sin embargo este parámetro no fue afectado por la presencia o ausencia del fósforo en el influente del sistema. Por lo tanto, cargas orgánicas más bajas (y los correspondientes TRH más prolongados) produjeron un efluente del reactor UASB con características más favorables para su filtración en la membrana UF, en comparación con el efluente obtenido con la carga orgánica más alta -y el TRH más corto-. De acuerdo con Ivanovic *et al.* (2006), la operación de sistemas BRM con cargas orgánicas más bajas parece producir un rechazo con características más favorables con respecto a la deshidratación, filtrabilidad y producción de lodo, debido a que con cargas orgánicas bajas se observa a una

menor concentración de sustancias orgánicas solubles, un menor número de partículas menores a una micra y un menor número de organismos filamentosos en el lodo. También, se observan menores tasas de taponamiento y por lo tanto, una menor frecuencia de limpieza de las membranas.

El aumento en la resistencia específica de la capa taponante con el acortamiento del TRH está en concordancia con los hallazgos de Chu *et al.*, (2006), quienes encontraron que la disminución del TRH de 5.7 a 3.5 horas, aumentó la resistencia de la capa taponante en una membrana acoplada a un reactor EGSB, pues el aumento en el TRH promovió una mayor adhesión de las células a la superficie de la membrana y el incremento en el espesor de la capa; y con los resultados presentados en el estudio de Chae *et al.*, (2006), quienes verificaron un aumento de 10 veces en la resistencia de la membrana cuando el TRH fue disminuido de 10 a 4 horas, aumento que fue asociado con una mayor producción de SPEc.

De acuerdo con Jang *et al.*, (2006), el potencial de bio-taponamiento en un sistema BRM con membranas sumergidas fue ligeramente disminuido con el incremento del TRH, y subsecuentemente con el aumento en la carga orgánica, debido a una reducción en la concentración de PMS. Un taponamiento severo puede ocurrir bajo condiciones de estabilidad (steady-state) debido al crecimiento y aclimatación, especialmente con cargas orgánicas altas. Además, la inhibición de la actividad microbiana, después del aumento súbito en la carga orgánica, podría causar un taponamiento severo como resultado de una alta concentración de material soluble en el interior del reactor.

El aumento de la resistencia específica de la capa taponante en el presente experimento pudo ocurrir por dos motivos: el primero está relacionado con el aumento de la concentración de SPE y PMS en el efluente del reactor UASB (sección 5.1.3.1), y el segundo a la disminución del tamaño medio de las partículas (sección 5.1.6). Estos dos hechos en conjunto pudieron haber provocado la deposición de una mayor cantidad de partículas sobre la membrana, haciendo que aumentara el espesor, resistencia específica y compactación de la capa taponante, hallazgos que están en concordancia con lo encontrado por Choo y Lee, 1998; Cho *et al.*, 2005 y Farizoglu y Keskinler, 2006. Chang *et al.*, (2006), atribuyeron las altas tasas de taponamiento observadas en un BRM con membranas sumergidas bajo TRH cortos a la mayor concentración de SSLM resultante y/o a un mayor flux de permeado.

5.2. Experimentos a escala piloto

Se realizaron experimentos en el reactor UASB acoplado a una membrana UF externa a escala piloto ubicado en la PTAR-CU, como se explicó en la sección 4.2.1.

5.2.1. Desempeño del sistema a escala piloto

En la tabla 5.5 se muestran las medias con desviación estándar de los resultados obtenidos para pH, alcalinidad, DQO total y disuelta, ST, SVT, SFT, SST, SSV, SSF, SDT, SDV y SDF en el influente del sistema, del efluente del reactor UASB y del permeado durante las corridas de filtración a escala piloto para los tres TRH estudiados.

Tabla 5.5. Resultados obtenidos para los parámetros analizados en el influente, efluente del reactor UASB y permeado en los experimentos a escala piloto

| Parámetro | TRH 4 horas | | | TRH 8 horas | | | TRH 12 horas | | |
|---------------------------------------|-------------|---------------|----------|-------------|---------------|----------|--------------|---------------|----------|
| | Influente | Efluente UASB | Permeado | Influente | Efluente UASB | Permeado | Influente | Efluente UASB | Permeado |
| pH | 7.2±0.3 | 7.2±0.1 | 7.3±0.10 | 7.3±0.3 | 7.5±0.1 | 7.6±0.1 | 7.5±0.2 | 7.4±0.2 | 7.5±0.1 |
| Alcalinidad (mg/L CaCO ₃) | 243±24 | 282±67 | 231±60 | 289±79 | 378±121 | 445±89 | 194±40 | 349±145 | 316±97 |
| DQO total (mg/L) | 738±453 | 218±89 | 101±22 | 993±532 | 157±51 | 80±33 | 906±1182 | 109±29 | 51±24 |
| DQO soluble (mg/L) | 158±23 | 118±40 | 101±22 | 98±50 | 117±25 | 80±33 | 45±14 | 70±29 | 51±24 |
| ST (mg/L) | 1440±796 | 477±74 | 321±69 | 2030±1230 | 433±107 | 369±105 | 641±601 | 416±78 | 303±74 |
| SVT (mg/L) | 1138±802 | 150±54 | 46±7 | 1379±977 | 133±55 | 46±15 | 329±406 | 135±38 | 47±16 |
| SFT (mg/L) | 638±660 | 301±30 | 275±64 | 650±260 | 325±21 | 323±19 | 313±199 | 277±27 | 256±21 |
| SST (mg/L) | 1084±818 | 33±13 | <L.D.M. | 1222±964 | 35±12 | <L.D.M. | 766±1620 | 26±5 | <L.D.M. |
| SSV (mg/L) | 640±154 | 28±13 | <L.D.M. | 512±702 | 29±12 | <L.D.M. | 53±119 | 31±23 | <L.D.M. |
| SSF (mg/L) | 444±743 | 5±5 | <L.D.M. | 648±787 | 9±13 | <L.D.M. | 713±1501 | 5±7 | <L.D.M. |
| SDV (mg/L) | 402±145 | 103±12 | 46±7 | 867±500 | 84±12 | 46±7 | 98±65 | 91±11 | 47±4 |

En la Tabla 5.5 se muestra que los parámetros medidos en el influente del sistema BRAM presentaron una gran variabilidad (la desviación estándar presentó valores muy altos). Esto se debió a que los experimentos fueron realizados en el periodo que corresponde a la temporada

de lluvias; lo que provocó el arrastre de una gran cantidad de sedimentos en las áreas drenadas y materia depositada en las tuberías del alcantarillado. Por tal razón, la carga de DQO total y de sólidos fue mucho mayor a la esperada para aguas residuales de tipo municipal. Sin embargo, a pesar de estas variaciones en la calidad del influente del sistema, se observa que el pH del reactor UASB osciló entre 7.0 y 7.5, óptimo para la operación de este tipo de sistemas (Van Haandel y Lettinga, 1994). El pH del permeado siguió la misma tendencia del pH del reactor UASB.

La alcalinidad en el influente del sistema BRAM no presentó variaciones tan acentuadas como las encontradas para los parámetros de DQO total y sólidos. Se observa también que la alcalinidad del reactor UASB fue mayor que la alcalinidad del influente. Este es un indicador de la buena salud del tratamiento biológico anaerobio y se debe al metabolismo propio de los microorganismos presentes en digestores anaerobios, en el cual se produce alcalinidad (Van Haandel y Lettinga, 1994). Este hecho muestra que a pesar de las variaciones observadas en la calidad del influente, éstas no representaron peligro de inestabilidad o acidificación dentro del reactor UASB, bajo las condiciones de este estudio.

En cuanto a la remoción de DQO total, se observa, que a pesar de las grandes variaciones en la carga influente -debidas al arrastre de sólidos depositados en las tuberías de alcantarillado causado por las fuertes lluvias- el efluente del reactor UASB tuvo valores de DQO total entre 100 y 300mg/L y el permeado inferiores a 100mg/L, indicando el buen funcionamiento del sistema a escala piloto. La DQO soluble no presentó variaciones tan fuertes en el influente del sistema como las observadas en la DQO total. En el efluente del reactor UASB las concentraciones de DQO soluble no superaron los 158mg/L y en el permeado no superaron los 120mg/L, con promedios de 118 y 101 mg/L respectivamente, cuando el reactor fue operado bajo el TRH de 4 horas, indicando que la membrana es un post-tratamiento efectivo para el efluente del reactor UASB.

Al igual que en los experimentos a escala laboratorio, en los experimentos a escala piloto se observó que el uso de la membrana disminuyó la concentración de DQO soluble presente en el efluente del reactor UASB. No se detectaron ácidos grasos volátiles en el efluente del reactor UASB. Durante la filtración, los PMS son adsorbidos sobre la membrana, bloquean sus poros y/o forman una capa sobre la membrana que sirve como fuente de nutrientes para el biofilm y

aumenta la resistencia hidráulica de la membrana, disminuyendo la cantidad de permeado obtenido (Rosenberger *et al.*, 2005).

La concentración de DQO total y soluble en el efluente del reactor UASB fue mayor en el experimento a escala piloto que en el experimento a escala laboratorio, debido muy seguramente a las diferencias en el tipo de compuestos presentes en el influente de ambos sistemas; mientras que en el sistema a escala laboratorio se empleó agua residual sintética cuyos componentes eran fácilmente biodegradables, en los experimentos a escala piloto se utilizó agua residual doméstica real que probablemente contenía componentes menos biodegradables o incluso refractarios.

Por otro lado, a pesar del gran arrastre de sólidos en el influente del sistema, el reactor UASB nunca presentó concentraciones de sólidos suspendidos mayores a 60mg/L, indicando que la cama de lodos del reactor actuó como un filtro efectivo para la gran cantidad de sólidos suspendidos presentes en su influente; y debido al corte de peso molecular de la membrana, el permeado estuvo libre de sólidos suspendidos. La remoción de sólidos al interior del reactor UASB ocurre a través de diversos y complejos mecanismos físico-químicos que dependen de parámetros operacionales como la temperatura, la carga orgánica e hidráulica, las características del influente (concentración, distribución de tamaño de partículas, cargas) y las características del lodo. En general, la remoción de sólidos puede ser atribuida a uno o más de los siguientes mecanismos: atrapamiento, adsorción y sedimentación (Mahmoud *et al.*, 2003).

También se observa que hay remoción de SDV en la membrana, hecho que está en correspondencia con la remoción de DQO soluble. Aunque no se conocen con exactitud los mecanismos de remoción de material orgánico soluble en la membrana, se sabe que además de la retención física del material debido a su tamaño y el corte de peso molecular de la membrana, opera la interacción entre los compuestos orgánicos solubles y la membrana secundaria que se forma por las bacterias y la matriz de sustancias poliméricas extracelulares (SPE), la cual tiene tamaños de poro menores a los de la membrana virgen (Rosenberger *et al.*, 2006).

Generalmente, se puede decir que un reactor biológico es estable si es robusto y no muestra grandes variaciones en su desempeño debido a cambios en los parámetros del reactor (como la temperatura, pH, alcalinidad, etc.) o en los parámetros operacionales (tales como el TRC, TRH ó carga orgánica). Los resultados presentados en esta sección muestran que el reactor UASB

acoplado a una membrana externa utilizado para el tratamiento de aguas residuales de tipo doméstico fue capaz de operar bajo diversas condiciones de TRH y carga orgánica, mostrando un buen desempeño y estabilidad en el proceso.

Al igual que en los experimentos realizados a escala laboratorio, el análisis estadístico de los datos obtenidos en los experimentos a escala piloto mostró que la concentración de DQO total y soluble, así como la del conjunto de sólidos fue significativamente mayor cuando el reactor UASB fue operado bajo el TRH de 4 horas, dentro de un intervalo de confianza del 95%.

5.2.2. Análisis de sustancias de origen orgánico que causan taponamiento

5.2.2.1. Concentración de PMS y SPE

La figura 5.9 presenta las concentraciones totales de PMS y SPE, respectivamente, en el efluente del reactor UASB y el permeado en los diferentes TRH estudiados.

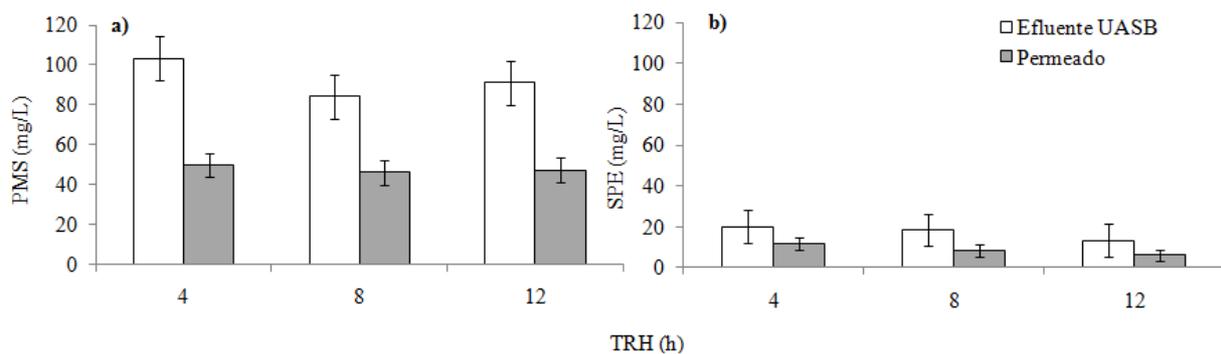


Figura 5.9. Concentración de a) PMS y b) SPE en el efluente del reactor UASB y en el permeado a diferentes TRH estudiados a escala piloto

Como ocurrió a escala laboratorio, la concentración de PMS a escala piloto fue mayor que la concentración de SPE en el efluente del reactor UASB y en el permeado, hecho asociado al prolongado TRC (aproximadamente 150 días) con el que fue operado el sistema BRAM piloto. Sin embargo, la concentración de PMS y SPE fue mucho menor a escala piloto que a escala laboratorio. Esta divergencia pudo ser ocasionada por el agua residual sintética de fácil degradación utilizada en los experimentos a escala laboratorio, en la cual la glucosa fue su principal componente y que, como ya se dijo antes, pudo haber favorecido una mayor producción de PMS (Kuo *et al.*, 1996), en comparación con el agua residual doméstica real.

La remoción de PMS y SPE en la membrana fue de alrededor de 50%, revelando que ésta funciona como un filtro para una porción de estos compuestos; lo que causa su acumulación sobre la superficie de la membrana, razón por la cual los PMS y las SPE son un parámetro clave en el taponamiento de la membrana (Lee *et al.*, 2001; Shin y Kang 2002; Park *et al.*, 2005; Bérubé *et al.*, 2006; Le-Clech *et al.*, 2006; Rosenberger *et al.*, 2006; Drews, 2010).

Al igual que en el sistema a escala laboratorio, en el sistema a escala piloto se observó que la concentración de PMS fue significativamente mayor cuando el reactor UASB fue operado bajo el TRH de 4 horas, afirmación que fue verificada estadísticamente dentro de un intervalo de confianza del 95%.

Tian *et al.*, (2011) modelaron los PMS en sistemas BRM bajo una plataforma de Modelo de Lodos Activados 3 (ASM3, por sus siglas en inglés) y encontraron que la concentración de PMS predicha por el modelo disminuyó ligeramente con el aumento del TRH de 3 a 24 horas, y sugirieron un TRH moderado de 8 horas para la operación de estos sistemas teniendo en consideración la remoción de nutrientes.

5.2.2.2. Composición de PMS y SPE

Al igual que en el sistema a escala laboratorio, además de cuantificar la concentración total de PMS y las SPE, se procedió a caracterizarlos. Los resultados se muestran en la figura 5.10.

Los carbohidratos estuvieron presentes en una mayor concentración que las proteínas en los PMS y las SPE, tanto en el efluente del reactor UASB como en el permeado. Estos resultados concuerdan con los encontrados en los experimentos a escala laboratorio y con los encontrados por Zhou *et al.*, (2009) en un reactor UASB a escala real operado a baja carga orgánica. Ellos encontraron que los principales PMS en el efluente del reactor UASB fueron carbohidratos de cadena larga y ésteres, llegando a ser entre un 55 y un 65% de la materia orgánica total.

Sin embargo, estos resultados están en contradicción con los hallazgos de Aquino *et al.*, (2006), quienes encontraron que el principal componente de los PMS en un sistema BRAM con membranas sumergidas fueron las proteínas. Este resultado divergente puede estar asociado con las diferencias entre los influentes tratados: mientras en el estudio de Aquino *et al.*, (2006) se utilizó agua residual sintética libre de carbohidratos y en la cual el extracto de carne y la peptona fueron los componentes de la DQO. En este estudio la relación

carbohidratos/proteínas (C/P) del agua residual real fue en promedio de 17/1, 25/1 y 30/1 para los TRH 4, 8 y 12 horas, respectivamente, hecho que se reflejó en las concentraciones de carbohidratos y proteínas de los PMS y las SPE tanto en el efluente del reactor UASB como en el permeado.

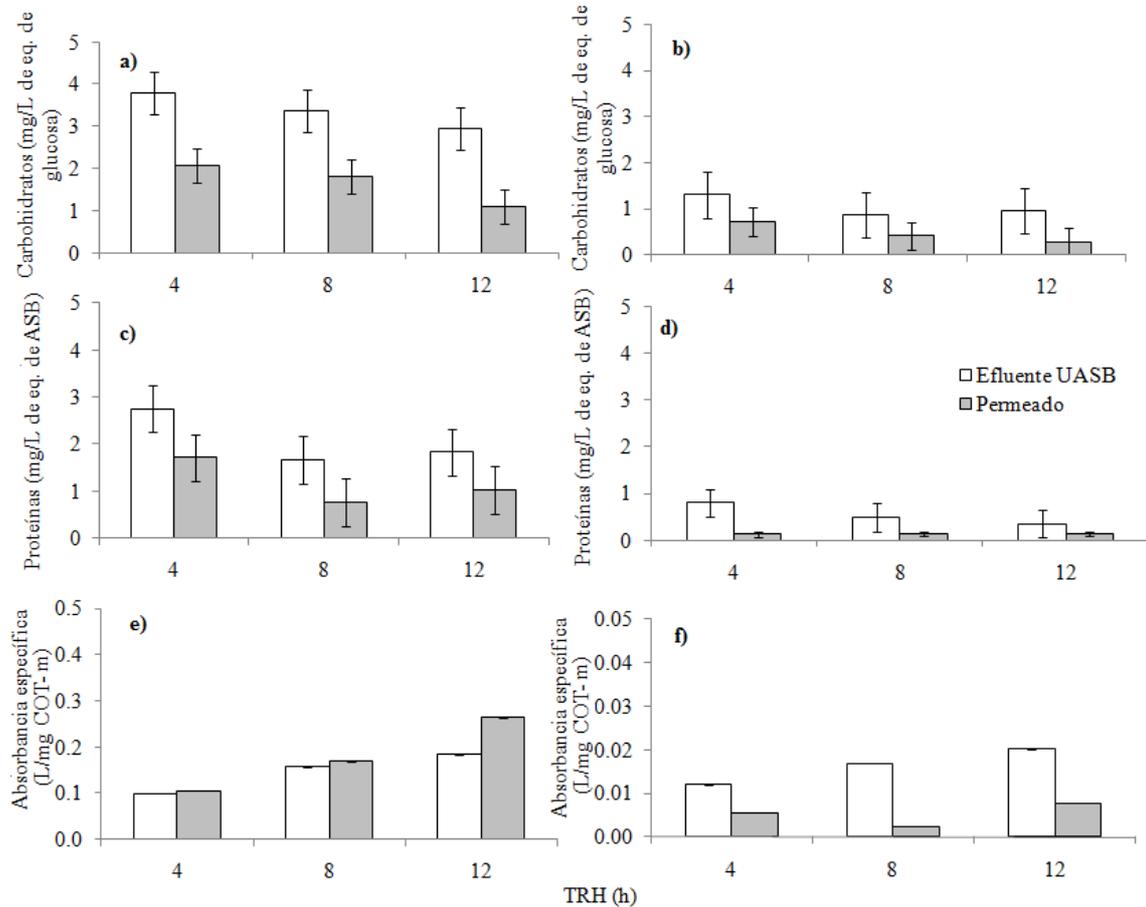


Figura 5.10. Carbohidratos en a) PMS y b) SPE, Proteínas en c) PMS y d) SPE y ácidos húmicos en e) PMS y f) SPE

La relación C/P encontrada en el influente del sistema también pudo influenciar el taponamiento de la membrana: Huang *et al.*, (2011) encontraron que el decrecimiento del TRH de 12 a 8 horas disminuyó la relación C/P de 11 a 0.49, hecho que indica que bajo el TRH más corto se introdujeron a la superficie de la membrana y a sus poros una mayor cantidad de componentes relacionados con las proteínas. Basados en los hallazgos de Meng *et al.*, (2006), las proteínas con un carácter más hidrofóbico se adhieren más fácilmente a la superficie de la

membrana y aumentan su taponamiento. Por tanto, a una relación C/P menor podría contribuir con un taponamiento severo.

En la figura 5.10, apartados e) y f) se presentan los datos obtenidos para ácidos húmicos. Las bajas concentraciones de ácidos húmicos encontradas pueden estar relacionadas con el hecho de que el agua potable utilizada en CU procede de acuíferos subterráneos, por lo que no se esperaría una alta concentración de ácidos húmicos en el agua residual. También, vale la pena anotar que la concentración de ácidos húmicos (medidos como absorbancia específica), tienden a aumentar con el aumento del TRH; lo que implica que los PMS y las SPE generadas a TRH cortos tienen un menor porcentaje de compuestos aromáticos. Además, se encontró que la concentración de estos compuestos fue similar o mayor en el permeado que en el efluente del reactor UASB, lo cual indica la escasa tendencia que tienen estos compuestos a acumularse en la membrana. Este hecho también fue observado por Rosenberger *et al.*, (2006) y Liang *et al.*, (2007) en sistemas BRM que trataban aguas residuales de tipo municipal.

La figura 5.10 evidencia la baja concentración de carbohidratos, proteínas y ácidos húmicos con respecto al total de los PMS y las SPE, y por ende, la mayor parte de éstos no pudieron ser identificados; resultado que está en concordancia con lo encontrado por Mesquita *et al.*, (2010) en el estudio de reactores tanto aerobios como anaerobios completamente mezclados. De acuerdo a sus hallazgos la concentración de carbohidratos siempre estuvo por debajo de 5 mg/L y la concentración de proteínas representó menos del 17% de la DQO total efluente.

En la figura 5.10 se observa que los PMSc fueron retenidos por la membrana en una mayor proporción. Los PMSc son citados como el principal factor que controla el taponamiento de las membranas (Jarusutthirak *et al.*, 2002; Rosenberger *et al.*, 2005; Le-Clech *et al.*, 2006).

Al igual que a escala laboratorio, se encontró que la concentración de PMSc y PMSp, fue mayor cuando el reactor UASB fue operado bajo el TRH de 4 horas, siguiendo la misma tendencia de las PMS y las SPE totales.

5.2.2.3. Distribución de tamaño de partícula de carbohidratos y proteínas a diferentes TRH

La figura 5.11 presenta las distribuciones de tamaño de partícula de carbohidratos y proteínas en el efluente del reactor UASB piloto y el permeado a diferentes TRH, tal como se explicó en la sección 4.2.2.

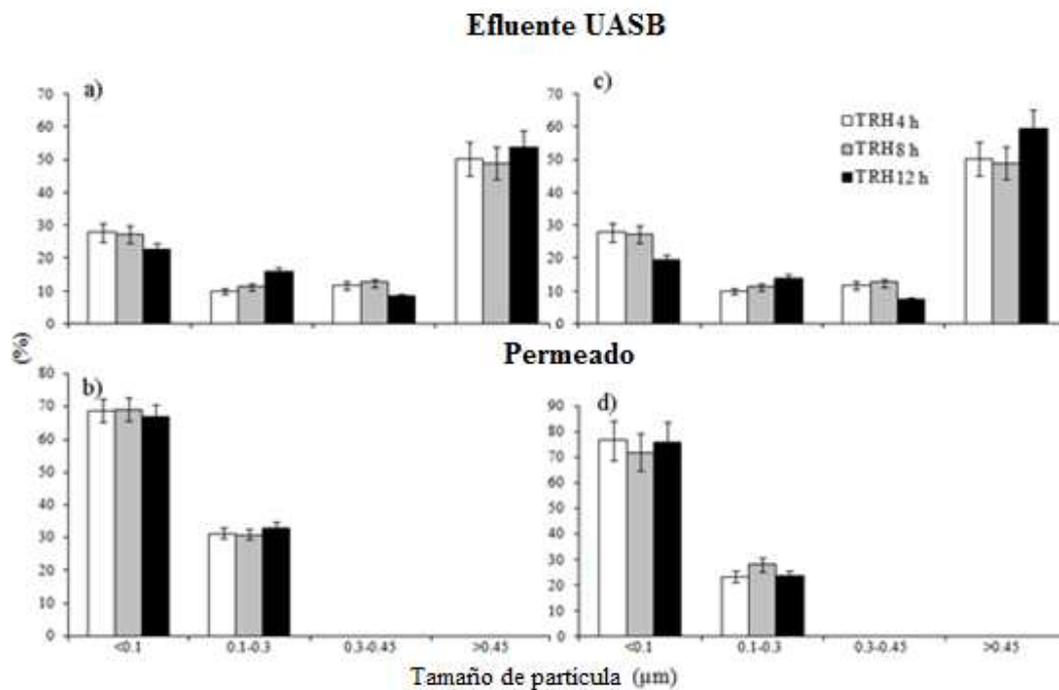


Figura 5.11. Distribuciones de tamaño de partícula de los carbohidratos en a) efluente del reactor UASB y b) Permeado y de Proteínas en c) efluente del reactor UASB y d) permeado a diferentes TRH estudiados a escala piloto

Para el efluente del reactor UASB, la mayoría de los carbohidratos y proteínas, entre 50% y 60%, fueron material particulado y coloides (tamaño mayor a 0.45 μm). Este resultado es razonable dado que los carbohidratos y las proteínas en los componentes extracelulares tienen un alto peso molecular (Malamis y Andreakis, 2009). La segunda fracción en importancia, representando un 25% fue menor a 0.1 μm . La fracción intermedia de tamaño, entre 0.1 y 0.45 μm , representa el 25% restante. Esta distribución bimodal en el efluente de un reactor anaerobio también fue reportada por Aquino *et al.*, (2006) en sistemas BRAM. En su investigación, la mayoría de las sustancias orgánicas solubles correspondieron a la fracción de peso molecular más pequeño debido a la degradación e hidrólisis de los compuestos de alto peso molecular por la biomasa aclimatada. Estos resultados concuerdan con los encontrados en esta investigación, puesto que la mayor fracción de los carbohidratos y proteínas solubles correspondieron a las de menor tamaño.

El permeado no tuvo tan amplia distribución de tamaño molecular, tal como ocurrió con el efluente del reactor UASB; más del 70% del material encontrado fue menor a 0.1 μm . Debido

a que la membrana actúa como una barrera selectiva, la fracción mayor a 0.3 μm fue completamente retenida.

Sorprendentemente, las distribuciones de tamaño de partícula de los carbohidratos y las proteínas fueron similares para todos los TRH estudiados, tanto en el efluente del reactor UASB como en el permeado aunque las concentraciones de DQO, PMS y SPE fueron diferentes. Se esperaba que la reducción de TRH disminuyera el tamaño medio de las partículas (Sun *et al.*, 2006; Fallah *et al.*, 2010), como consecuencia del rompimiento de los gránulos y al lavado de partículas suspendidas y coloidales. Desafortunadamente, en la literatura no existen reportes de la influencia del TRH en la distribución de tamaño de partículas en sistemas BRAM para realizar comparaciones.

5.2.3. *Análisis de sustancias de origen inorgánico que causan taponamiento*

5.2.3.1. Precipitación de estruvita

La figura 5.12 presenta los resultados obtenidos a escala piloto para nitrógeno amoniacal, fosfatos y magnesio en el efluente del reactor UASB y permeado.

Se encontró que la concentración de nitrógeno amoniacal fue mayor en el efluente del reactor UASB que las encontradas en el influente del sistema: 15.5 ± 6.9 mg/L, 26.7 ± 16.2 mg/L y 26.4 ± 27.1 mg/L, para los TRH de 4, 8 y 12 horas, respectivamente. Este resultado es de esperarse, pues se sabe que el nitrógeno amoniacal es producido en el metabolismo anaerobio de los compuestos orgánicos nitrogenados (Choo y Lee, 1996).

Tal como ocurrió a escala laboratorio, se observó cierta remoción de nitrógeno amoniacal, fosfatos y magnesio en la membrana a escala piloto; aunque dicha remoción fue menor a la encontrada en los experimentos a escala laboratorio. Los cálculos de los coeficientes de solubilidad se efectuaron con las concentraciones más altas de cada componente durante las corridas, con el fin de establecer si ocurrió o no precipitación de estruvita sobre la membrana. Los resultados encontrados son presentados en la figura 5.13.

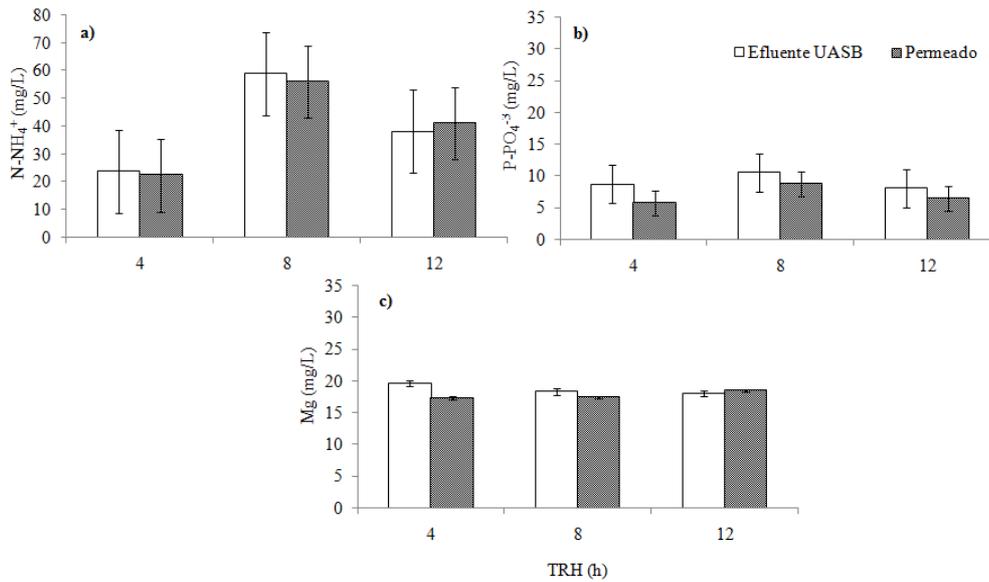


Figura 5.12. a) Nitrógeno amoniacal, b) Fosfatos y c) Magnesio en el efluente del reactor UASB y el permeado

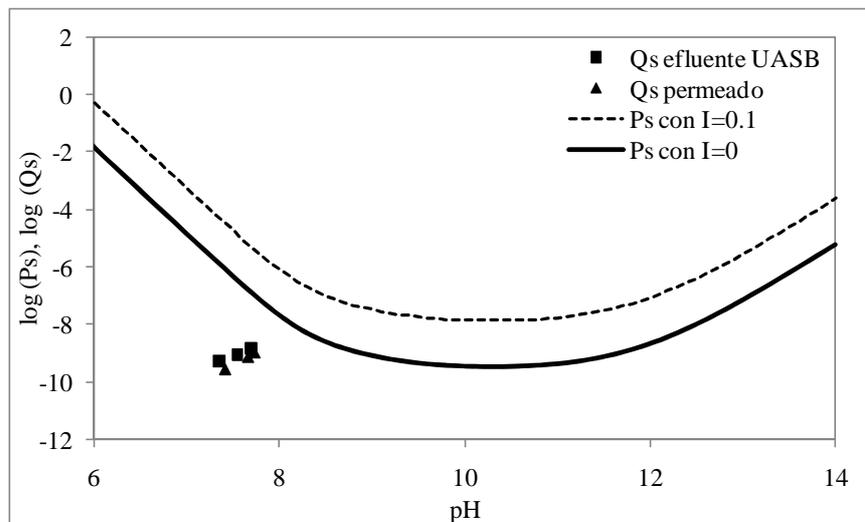


Figura 5.13. Producto de solubilidad condicional (Ps) calculado para I=0 y I=0.1 y los coeficientes de solubilidad (Qs) en el efluente del reactor UASB y el permeado calculados para todos los TRH estudiados

La figura 5.13, muestra que tanto el efluente del reactor UASB como el permeado estuvieron altamente insaturados ($Q_s \ll P_s$) con respecto a la estruvita, por lo tanto se presume que en el sistema piloto, al igual que en el sistema a escala laboratorio, no ocurrió precipitación de estruvita sobre la membrana. Esto implica que, aunque la estruvita ha sido previamente

reportada como el principal componente del taponamiento inorgánico en sistemas BRAM (Choo y Lee, 1996), en este experimento probablemente no se precipitó sobre la membrana, dado que las concentraciones de sus componentes, así como el pH del efluente del reactor UASB no fueron favorables para su precipitación.

Este resultado confirma la afirmación planteada en la sección 5.1.4.1, puesto que se demostró a escala piloto con agua residual doméstica real que la precipitación de la estruvita no debería tener lugar en sistemas que tratan este tipo de aguas residuales.

5.2.3.2. Remoción de SFT y calcio

La figura 5.14 muestra la concentración de calcio y SFT tanto en el efluente del reactor UASB como en el permeado a diferentes TRH estudiados a escala piloto.

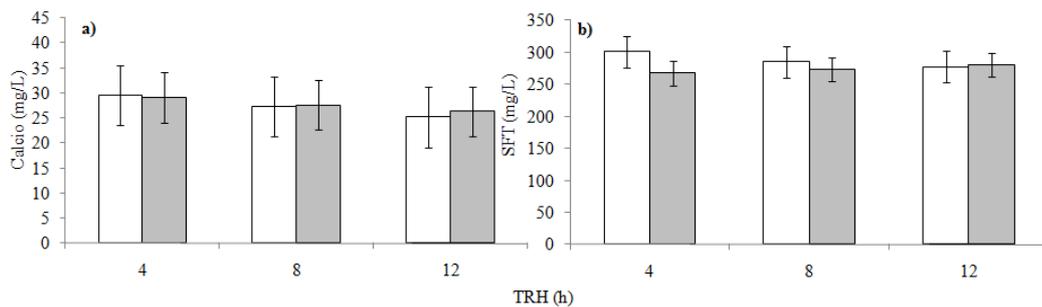


Figura 5.14. Concentración de a) calcio y b) SFT a diferentes TRH

La figura 5.14 muestra que no hubo una remoción significativa ni de calcio ni de sólidos fijos totales en la membrana. Estos resultados junto con los presentados en la sección 5.2.3.1, permiten presumir que el taponamiento en la membrana fue, principalmente, de origen orgánico; para este experimento en particular. Tampoco se observó que la concentración de estos parámetros variara significativamente en función del TRH aplicado, aunque se identificó que la concentración de SFT en el efluente del reactor UASB fue ligeramente mayor para el TRH de 4 horas.

5.2.4. Distribución de tamaño de partícula en el rechazo

Las figuras 5.15, 5.16 y 5.17 muestran la distribución de tamaño de partícula en el rechazo para las corridas a TRH 4, 8 y 12 respectivamente. En la tabla 5.6 se presentan los valores del diámetro medio (d50) y (d90) obtenidos para las corridas.

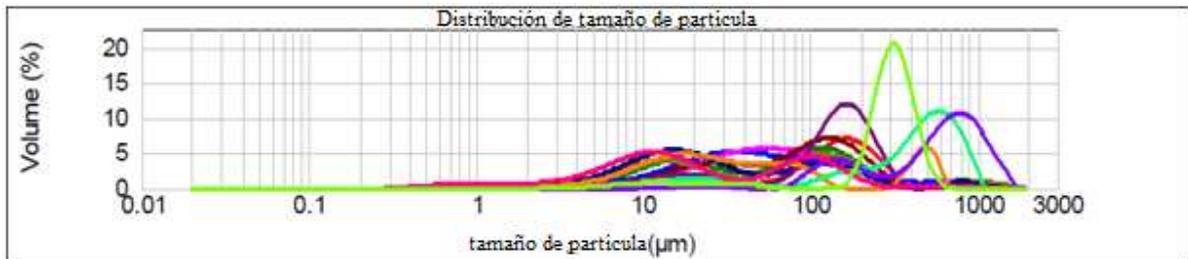


Figura 5.15. Distribución de tamaño de partícula para las corridas a TRH 4 en el rechazo

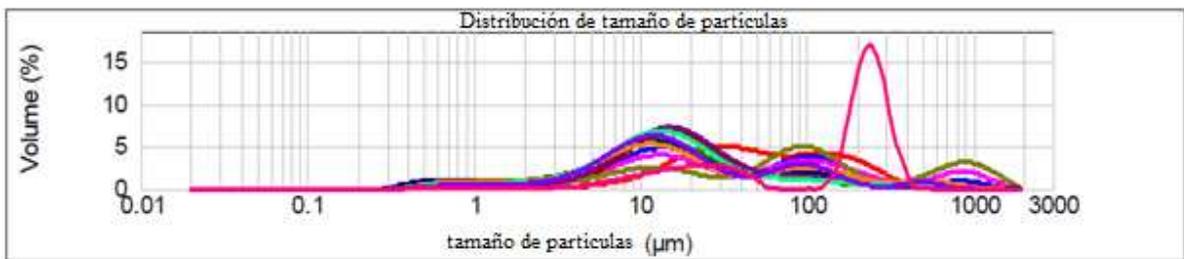


Figura 5.16. Distribución de tamaño de partícula para las corridas a TRH 8 en el rechazo

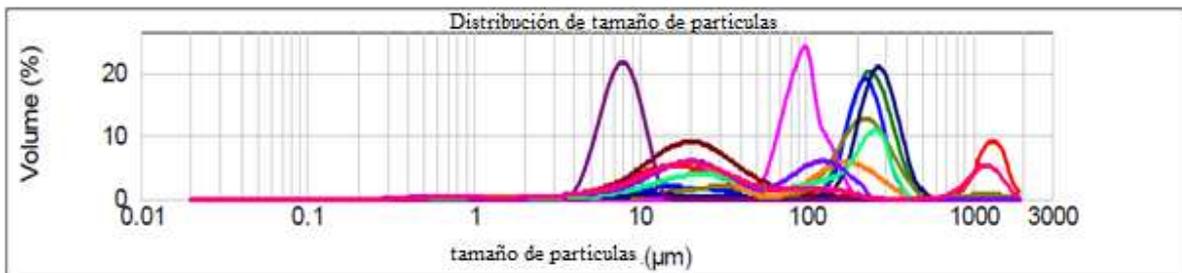


Figura 5.17. Distribución de tamaño de partícula para las corridas a TRH 12 en el rechazo

En las figuras 5.15 a 5.17 se observa que en los tres TRH estudiados, el reactor UASB produjo una gran cantidad de sustancias con tamaño mayor al corte de peso molecular de la membrana (mayor a 100 μm), las cuales son susceptibles de ser retenidas en la membrana por un efecto físico de filtración. También se observa que existe una gran cantidad de sustancias con

tamaños entre 10 y 20 μm . La distribución de tamaño de partícula tuvo un comportamiento bimodal, hecho que también fue reportado por Cid León (2007).

Para sistemas BRM que operan con membranas, se espera que el diámetro de las partículas disminuya con el transcurso del tiempo debido al efecto abrasivo del bombeo del rechazo; sin embargo, como se muestra en la tabla 5.6, no se observa que el diámetro medio tienda a disminuir con el tiempo en las corridas. Esto pudo ser causado por un corto circuito hidráulico en el tanque de almacenamiento del efluente del UASB y del rechazo de la membrana, lo que impidió una buena mezcla de estas dos corrientes y, por tanto, no se alcanzó a apreciar una disminución significativa en el tamaño de las partículas.

Debido a la gran variación que se presentó en los datos obtenidos, no fue posible establecer el efecto del TRH en la distribución de tamaño de partículas del rechazo a escala piloto.

Tabla 5.6. Valores de diámetro medio (d50) y d90 obtenidos en el rechazo para los tres TRH estudiados durante las corridas a escala piloto

| Fecha | TRH: 4h | | Fecha | TRH: 8 h | | Fecha | TRH:12 h | |
|--------|---------|------|--------|----------|-----|--------|----------|------|
| | d50 | d90 | | d50 | d90 | | d50 | d90 |
| 6-jul | 49 | 261 | 4-ago | 49 | 223 | 2-sep | 261 | 369 |
| 8-jul | 80 | 209 | 5-ago | 23 | 193 | 4-sep | 27 | 1199 |
| 10-jul | 59 | 240 | 7-ago | 13 | 86 | 7-sep | 29 | 1430 |
| 13-jul | 425 | 776 | 10-ago | 19 | 120 | 9-sep | 202 | 288 |
| 15-jul | 604 | 1132 | 17-ago | 16 | 80 | 11-sep | 29 | 150 |
| 17-jul | 29 | 461 | 18-ago | 14 | 134 | 14-sep | 200 | 359 |
| 20-jul | 24 | 195 | 19-ago | 79 | 897 | 16-sep | 27 | 224 |
| 22-jul | 138 | 245 | 21-ago | 15 | 167 | 18-sep | 107 | 287 |
| 24-jul | 37 | 215 | 26-ago | 14 | 76 | 21-sep | 95 | 138 |
| 27-jul | 62 | 226 | 28-ago | 15 | 121 | 23-sep | 237 | 342 |
| 29-jul | 82 | 239 | 31-ago | 33 | 635 | 25-sep | 7.7 | 10 |
| 31-jul | 32 | 634 | | | | | | |

5.2.5. Propensión al taponamiento del efluente del reactor UASB a diferentes TRH

5.2.5.1. Comportamiento del flux en el sistema BRAM

En la figura 5.18 se muestra el comportamiento del flux durante todas las corridas efectuadas a escala piloto para cada TRH estudiado.

El comportamiento del flux en la membrana del sistema piloto mostrado en la figura 5.18 es típico de sistemas de bio-reactores de membrana cuya configuración es externa y los cuales

operan a presión constante; en los cuales hay un rápido descenso del flux, debido a la deposición de PMS sobre la membrana, para que después este alcance un estado estable (Le-Clech *et al.*, 2006). Los aumentos en el flux después de algunas horas de operación corresponden a lavados químicos mientras que los aumentos pronunciados que se observan después de algunos días de operación corresponden al flux obtenido luego de una limpieza química y un periodo de relajación.

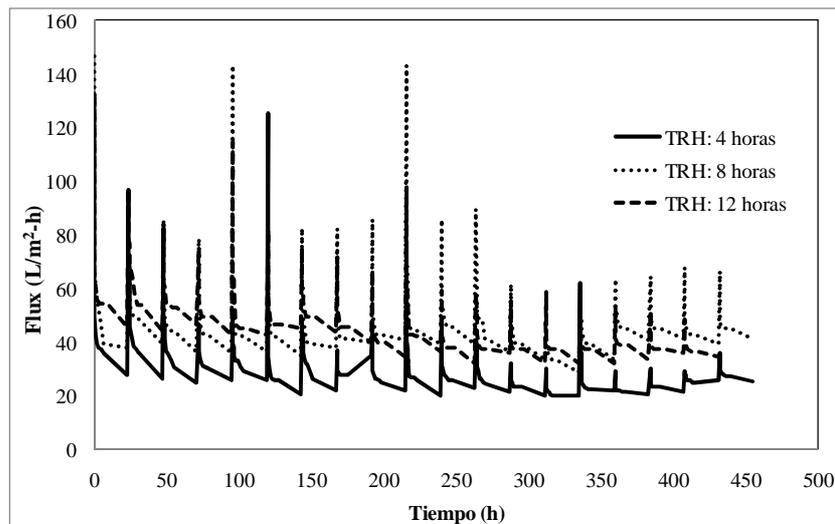


Figura 5.18. Comportamiento del flux para los diferentes TRH estudiados a escala piloto

También se observa que los lavados no lograron recuperar el flux, debido a la deposición de material que taponan irreversiblemente la membrana, comportamiento que también fue observado por Cid León (2007), razón por la cual en la última etapa de esta investigación se probaron otras sustancias limpiadoras. Otro hecho que vale la pena destacar es que el flux estabilizado fue menor para el TRH 4 (entre 20 y 30 L/m²-h) que para los otros dos TRH estudiados (entre 40 y 50 L/m²-h para TRH de 8 horas y entre 35 y 55 L/m²-h para TRH de 12 horas), hecho que podría indicar un mayor taponamiento de la membrana al TRH de 4 horas, por esta razón se procedió a calcular el volumen total de permeado producido con cada uno de los TRH estudiados, los resultados se muestran en la tabla 5.7.

La tabla 5.7 muestra que el volumen total de permeado obtenido en la corrida con TRH de 4 horas fue aproximadamente un 40% menor que el volumen total obtenido con los otros TRH estudiados. Este resultado muestra que cuando el reactor UASB fue operado bajo el TRH de 4 horas, la membrana acoplada a éste estuvo más taponada dado que produjo una cantidad

significativamente menor de permeado. Esta afirmación es analizada con más detalle en la sección 5.2.5.2. Vale la pena recordar que a este TRH se encontraron también las mayores concentraciones de PMS y SPE en el efluente del reactor UASB (Sección 5.2.2).

Tabla 5.7. Volumen total de permeado obtenido con cada uno de los TRH estudiados

| TRH (h) | Volumen total de permeado (L) |
|---------|-------------------------------|
| 4 | 10498 |
| 8 | 16945 |
| 12 | 15919 |

5.2.5.2. Tasa de taponamiento y resistencia específica de la capa taponante

Con el fin de evaluar la propensión al taponamiento del efluente del reactor UASB a diferentes TRH y verificar que cuando el reactor UASB fue operado bajo el TRH de 4 horas, la membrana acoplada a éste estuvo más taponada, afirmación propuesta en la sección 5.2.5.1; la tasa de taponamiento y la resistencia específica de la capa taponante fueron calculadas de acuerdo con los procedimientos descritos en las secciones 4.1.3.2 y 4.1.3.3 de esta tesis. Los resultados se presentan en la figura 5.19.

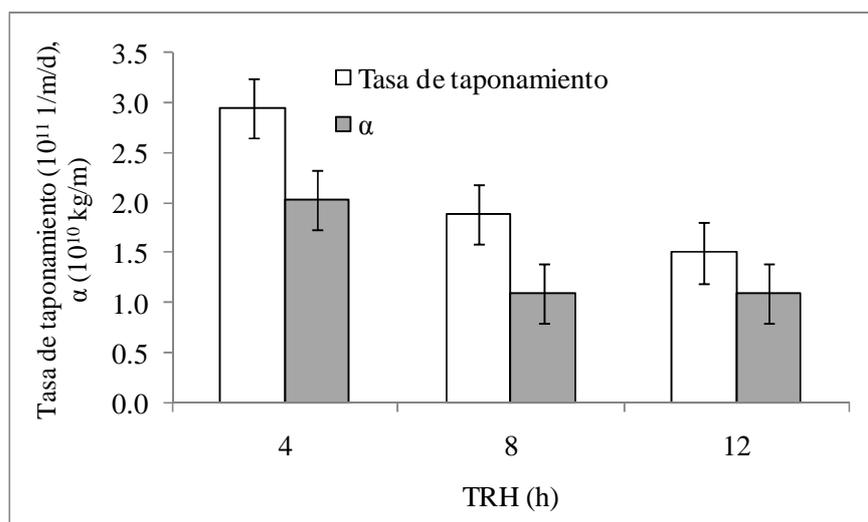


Figura 5.19. Tasa de taponamiento y resistencia de la capa taponante (α) en el efluente del reactor UASB piloto a diferentes TRH

En la figura 5.19 se puede observar que ambos parámetros, la tasa de taponamiento y la resistencia específica de la capa taponante, fueron drásticamente aumentados cuando el reactor UASB fue operado a bajo el TRH de 4 horas, tendencia que también fue observada a escala laboratorio. Esta tendencia puede ser consecuencia del aumento en la concentración de PMS y SPE observado a este TRH (Secciones 5.1.3.2 y 5.2.2.2): Se ha demostrado que una mayor concentración de sustancias orgánicas solubles puede disminuir la permeabilidad de la capa taponante (Meng *et al.*, 2005), y elevar la viscosidad del licor de mezcla así como la resistencia de la capa taponante (Dugan, 1987). En ese sentido, la literatura científica muestra que las SPE y las células se co-depositan sobre la superficie de la membrana, llenando los vacíos entre las células (Hodgson *et al.*, 1993). Esta co-deposición puede propiciar la formación de una capa potencialmente compresible, la cual debido a su alta resistencia hidráulica, puede resultar en la reducción de la porosidad (Chae *et al.*, 2006). En este estudio, con el acortamiento del TRH de 12 a 4 horas, las concentraciones de PMS y SPE aumentaron. Por las razones discutidas arriba, esto pudo haber incrementado la viscosidad del efluente del reactor UASB y disminuido la porosidad de la capa taponante, lo que resultó en un mayor taponamiento de la membrana.

Este resultado concuerda con diversos estudios previos en BRM sobre el efecto del TRH en el taponamiento de la membrana (Chang *et al.*, 2006; Chae *et al.*, 2006; Qin *et al.*, 2007; Meng *et al.*, 2007; Huyskens *et al.*, 2009; Fallah *et al.*, 2010; Jeong *et al.*, 2010; Huang *et al.*, 2011). Estos autores señalan que la disminución del TRH provocó un incremento significativo en la tasa de taponamiento y en la resistencia de la capa taponante debido a la liberación de SPE, al aumento en la concentración de biomasa, a la defloculación del lodo y a cambios en el tamaño medio de las partículas, hechos que exacerbaban el taponamiento de la membrana y aumentaron drásticamente el número de lavados de la misma.

El aumento en la tasa de taponamiento y la resistencia de la capa taponante que se encontró que cuando el reactor UASB fue operado bajo el TRH de 4 horas puede también estar asociado a la relación C/P más baja observada a este TRH (Sección 5.2.2.2); pues de acuerdo con Meng *et al.*, (2006), Arabi y Nakhla (2008) y Huang *et al.*, (2011), cuanto mayor es la relación P/C (o menor sea la relación C/P) en el influente del sistema, mayor será el incremento en la resistencia de la capa taponante y, consecuentemente, se obtendrán mayores tasas de taponamiento dado que una mayor cantidad de proteínas (las cuales se adhieren más

fácilmente a la superficie de la membrana por su naturaleza hidrofóbica) por unidad de volumen de efluente son introducidas a la superficie y poros de la membrana, induciendo un mayor taponamiento.

Tasas de taponamiento y resistencias de la capa taponante más pronunciadas causan una mayor caída en el flux y lavados químicos más frecuentes. De esta manera se sugiere operar el reactor UASB bajo un TRH de 8 horas, con el fin de controlar el potencial de taponamiento de los PMS y las SPE y maximizar la cantidad de permeado obtenido.

5.2.5.2. Índice de taponamiento (SDI) y análisis de la curva de saturación

El índice de taponamiento es una prueba ampliamente aceptada para estimar el potencial de taponamiento que tiene una solución cuando es tratada en una membrana, en especial para membranas de OI y NF. Se considera que cuando una membrana trata una solución con un SDI menor a 5, exhibirá poco taponamiento; caso contrario tendrán gran tendencia al mismo. Eaux (1996) sugirió un criterio para el control de taponamiento en sistemas convencionales de ósmosis inversa en el cual el SDI₁₅ debe ser menor de 2.0. La tabla 5.8 muestra los valores de SDI obtenidos a escala piloto para los tres TRH estudiados.

Tabla 5.8. Valores de índice de taponamiento obtenidos en los experimentos a escala piloto para el efluente del reactor UASB piloto para todos los TRH aplicados

| Índice de taponamiento (SDI) | | |
|-------------------------------------|-------------------------|-------------------------|
| TRH: 4h | TRH: 8h | TRH: 12h |
| SDI ₁₀ : 8.0 | SDI ₁₀ : 7.3 | SDI ₁₀ : 7.5 |
| SDI ₁₀ : 8.4 | SDI ₁₀ : 7.6 | SDI ₅ : 15.7 |
| SDI ₅ : 16.1 | SDI ₅ : 15.9 | SDI ₅ : 16.3 |
| SDI ₅ : 16.4 | SDI ₅ : 15.4 | SDI ₅ : 16.2 |

Todas las pruebas que aquí se reportan se realizaron utilizando filtros Millipore con corte de peso molecular de 500kDa a una temperatura de 22°C y presión constante de 30kPa. Al comparar los resultados de la tabla 5.8, se observa que el efluente del reactor UASB cae en la categoría de las soluciones altamente taponantes (el SDI siempre fue mayor a 5) para todos los TRH estudiados, lo cual explica las grandes pérdidas de flux que se presentan en el sistema BRAM; aunque se destaca que para el TRH de 4 horas existe una ligera tendencia a que el índice de taponamiento sea mayor (se encontraron los valores más altos de SDI₅ y SDI₁₀ bajo

el TRH de 4 horas). Sin embargo, dado que los valores de SDI fueron muy cercanos entre sí para los diferentes TRH no se logró identificar claramente la diferencia en el potencial de taponamiento en el efluente del reactor UASB a diferentes TRH; razón por la cual se calcularon el volumen máximo de filtrado acumulado ($V_{m\acute{a}x}$) y la constante de filtración (k_f) basados en el análisis de la curva de saturación propuesto por Chuang *et al.*, (2009) (sección 4.2.2). Los resultados se muestran en la tabla 5.9.

Tabla 5.9. Comparación del $V_{m\acute{a}x}$ y k_f a diferentes TRH

| TRH (h) | $V_{m\acute{a}x}$ (mL) | k_f (min) |
|--------------------|--|-----------------------------------|
| 4 | 230.6 | 5.6 |
| 8 | 240.8 | 8.0 |
| 12 | 264.2 | 6.8 |

La tabla 5.9 demuestra que existe una correlación lineal entre el $V_{m\acute{a}x}$ y el TRH del reactor UASB, según la cual un aumento del TRH incrementará la cantidad máxima de permeado obtenida. En este experimento se observó que aumentar el TRH de 4 a 12 horas produjo un 15% más de volumen máximo de filtrado.

De acuerdo con el modelo de la curva de saturación, valores más bajos de $V_{m\acute{a}x}$ y k_f exhibirán mayores potenciales de taponamiento de la materia orgánica soluble (Chuang *et al.*, 2009). En la tabla 5.9 se muestra que para el TRH de 4 horas se encontraron los valores más bajos de estos dos parámetros, por lo que se esperaba que a este TRH se presente el mayor taponamiento y se obtenga la menor cantidad de flux; afirmación que es corroborada por los datos de flux, tasa de taponamiento y resistencia de la capa taponante presentados en las secciones 5.2.5.1 y 5.2.5.2.

Este comportamiento puede estar relacionado con la mayor concentración de material orgánico soluble para el TRH de 4 horas, como se mostró en la sección 5.2.2 y con la disminución del tamaño medio de las partículas del rechazo. Este resultado también está en concordancia con los hallazgos presentados en la sección 5.2.4, en los cuales se afirma que el mayor taponamiento de la membrana ocurrió cuando el reactor UASB fue operado bajo el TRH de 4 horas.

5.2.6. Autopsias de las membranas usadas a escala piloto

5.2.6.1. Densidad y contenido de material orgánico e inorgánico de la capa taponante

En la figura 5.20 se presentan los resultados obtenidos para la densidad de la capa taponante (masa de capa taponante depositada por unidad de área sobre la membrana), a lo largo de la membrana, para las membranas extraídas del BRAM piloto.

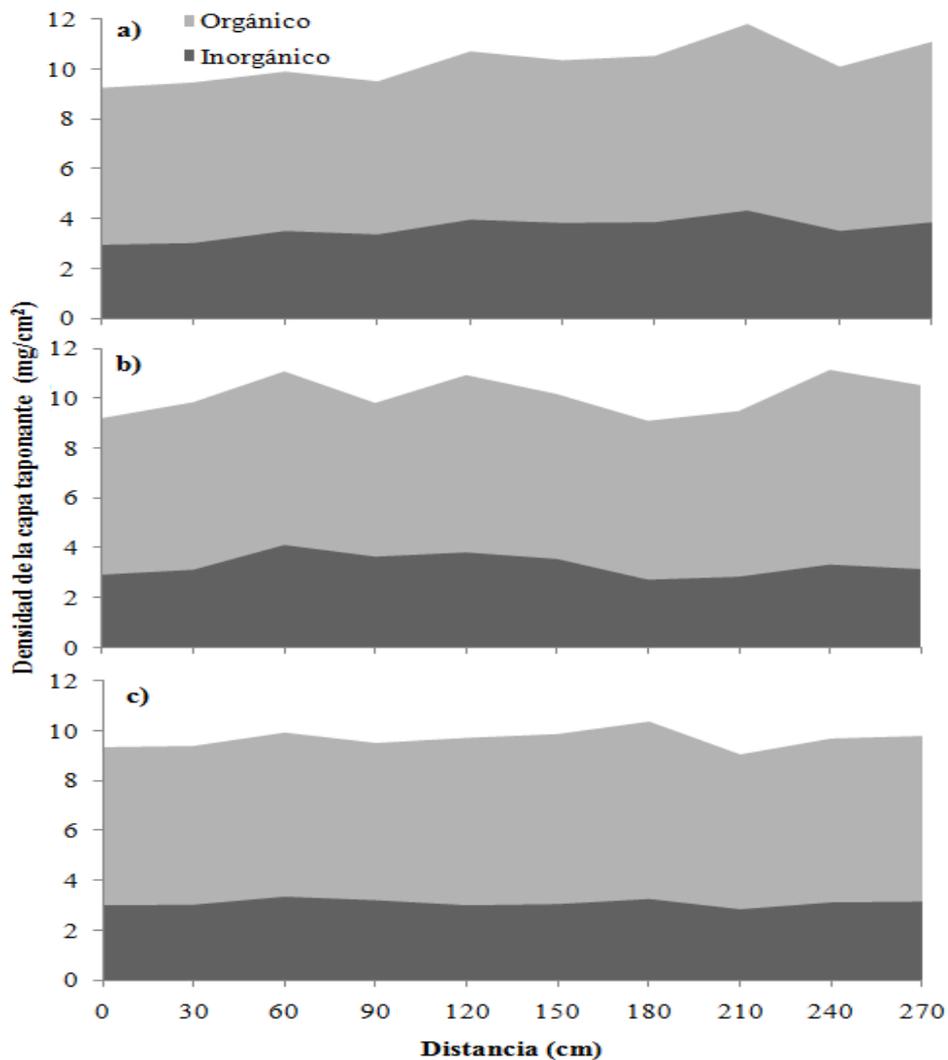


Figura 5.20. Densidad de la capa taponante a lo largo de la membrana con a) TRH: 4 horas, b) TRH: 8 horas y c) TRH: 12 horas

La densidad de la capa taponante a lo largo de la membrana fue de entre 9 y 11 mg/cm² para todos los TRH estudiados, observándose que este parámetro no afectó la densidad de la capa

taponante. Según Drews (2010), el tipo, extensión y estructura de la capa taponante depende del balance de las fuerzas de transporte de sustancias taponantes desde y hacia la membrana, las cuales, a su vez, dependen del flux impuesto, la velocidad tangencial (cross-flow) y la PTM. Dado que estas variables fueron mantenidas constantes durante todo el experimento, se esperaba que la densidad y estructura de la capa taponante no variaran significativamente con los diferentes TRH.

Los valores de densidad encontrados en el presente estudio son ligeramente menores a los presentados por Herrera-Robledo *et al.*, (2010), quien reportó valores de densidad de capa taponante entre 12 y 18 mg/cm² en un sistema BRAM similar al utilizado en este estudio. El material de origen orgánico fue predominante en la capa taponante, oscilando entre 65-70% de su composición, resultado que está acorde con los hallazgos presentados en las secciones 5.2.2 y 5.2.3; los cuales evidenciaron que la mayor parte del material retenido por la membrana es de origen orgánico. También se pudo constatar que la densidad de la capa taponante fue similar a lo largo de cada uno de los módulos.

Al ser el material orgánico el principal componente de la capa taponante se explica porque el cloro (en la forma de NaOCl) fue la sustancia limpiadora más eficiente en la recuperación del flux en los experimentos presentados en la sección 5.3.3 de esta tesis y en los experimentos de Cid León (2007). Sin embargo, este compuesto oxidante perdió su capacidad de recuperación de flux con el tiempo, probablemente debido a que no consiguió remover los compuestos inorgánicos adheridos a la membrana, por lo que sería recomendable hacer lavados periódicos con algún ácido para remover estas sustancias.

5.2.6.2. Estructura de la capa taponante

Las micrografías electrónicas de barrido (Figura 5.21) de la capa taponante obtenidas de las membranas del BRAM piloto operado a TRH 4, 8 y 12 horas demuestran la formación de una capa taponante sobre la superficie de la membrana, así como su morfología.

La micrografía a) muestra una capa taponante formada sobre la superficie de la membrana. En la micrografía b) se aprecia el crecimiento de lo que parece ser una colonia de bacterias sobre la capa taponante. La formación de este tipo de colonias bacterianas puede ser explicada a través de los mecanismos de formación de la capa taponante, explicados previamente en la

sección 2.6.1. En las micrografías c) y d) se puede ver que la capa taponante es heterogénea, densa y compacta, en donde claramente se observan una gran variedad de microorganismos que parecen estar interconectados entre sí. Las estructuras con forma esférica encontradas pueden ser bacterias con forma de cocos. En la micrografía e) se puede observar un material amorfo probablemente de origen inorgánico y en la micrografía f) se pueden observar grietas en la capa taponante.

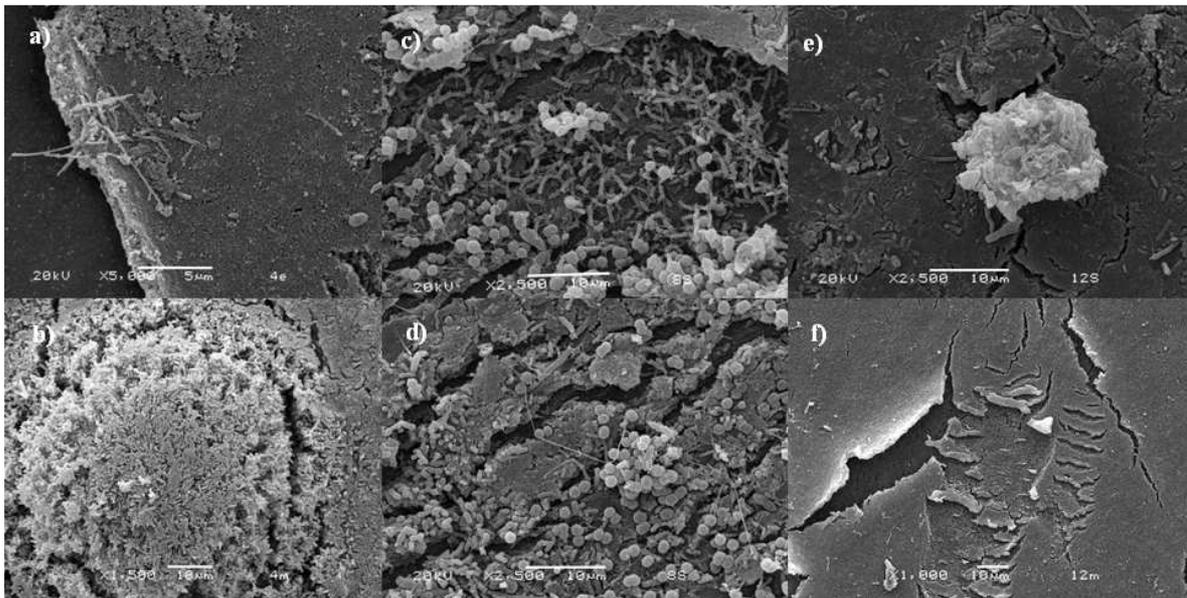


Figura 5.21. Micrografías electrónicas de la capa taponante a TRH a) y b) 4 horas, c) y d) 8 horas y e) y f) 12 horas

El análisis de EDX reveló la presencia de carbono, nitrógeno y oxígeno, asociados al material orgánico y a las bacterias depositadas sobre la membrana (figura 5.22).

También se identificó importante presencia de grandes cantidades de flúor y cloro, provenientes del material de la membrana (PVDF). El silicio apareció en cantidades significativas, probablemente procedente de las arenas que entraron en el influente del sistema. Otros elementos identificados fueron S, K, Na, Ti, Ca, Mg y Fe, los cuales también fueron detectados en el agua residual cruda (Figura 5.23 y 5.24).

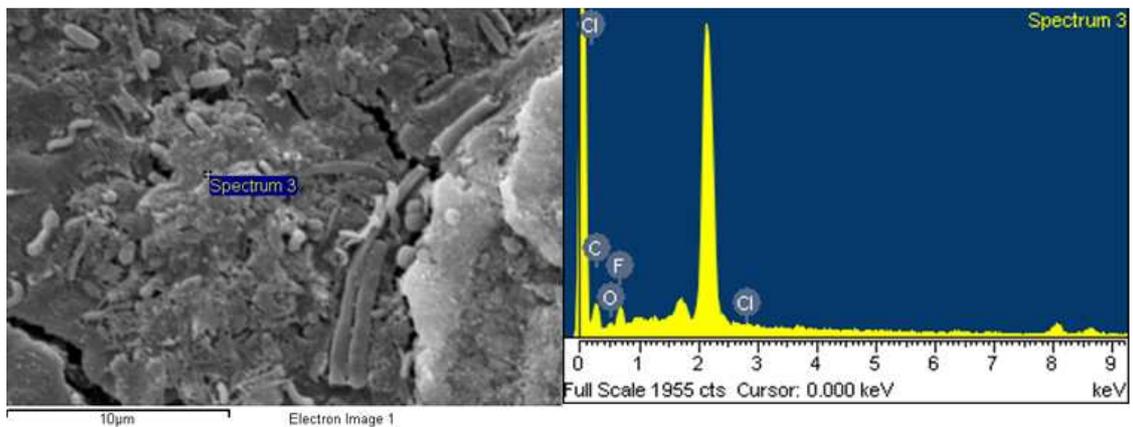


Figura 5.22. Espectro de EDX obtenidos a la salida del módulo de membrana operado a TRH:12 horas, la micrografía muestra la sección de la capa taponante a la cual el espectro está asociado

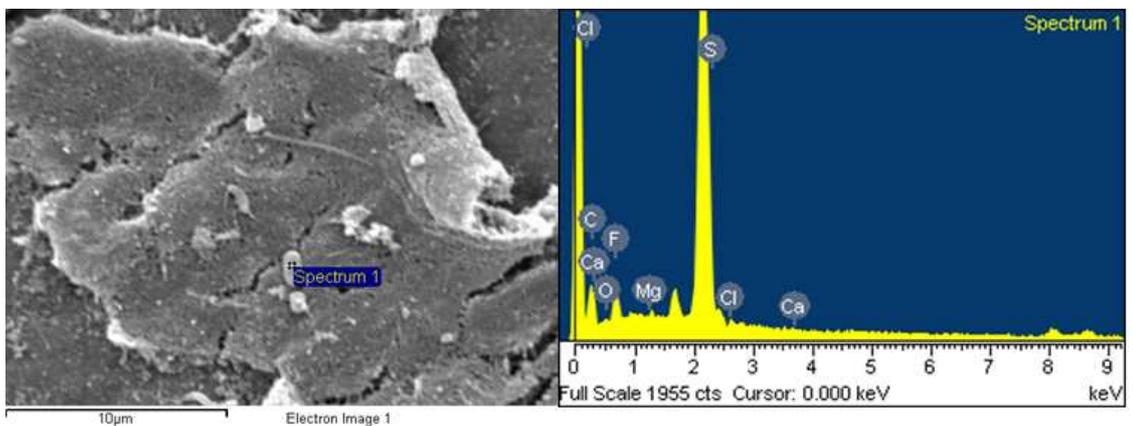


Figura 5.23. Espectro de EDX obtenidos a la entrada del módulo de membrana operado a TRH:4 horas, la micrografía muestra la sección de la capa taponante a la cual el espectro está asociado

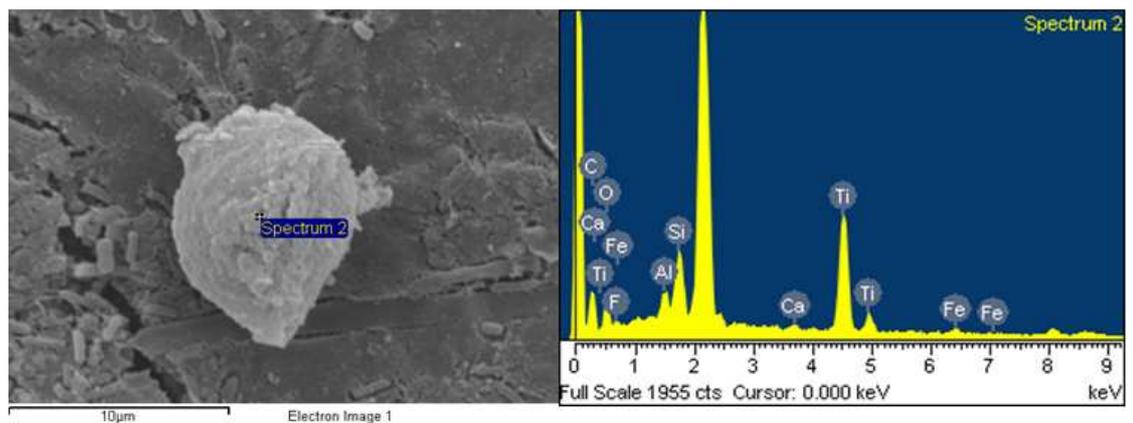


Figura 5.24. Espectro de EDX obtenidos a la salida del módulo de membrana operado a TRH:8 horas, la micrografía muestra la sección de la capa taponante a la cual el espectro está asociado

De acuerdo con Wang *et al.*, (2008) y Meng *et al.*, (2007), elementos inorgánicos como Mg, Al, Si, Ca, Fe, etc, juegan un papel fundamental en la formación de la capa taponante: estos elementos pueden unirse a las células previamente depositadas y a los bio-polímeros y luego formar una capa taponante densa cuando pasan a través de la membrana, aun cuando sus contenidos relativos sean pequeños (An *et al.*, 2009b). Vale la pena a notar que el análisis de EDX no reveló resultados que fueran compatibles con la presencia de precipitados de estruvita sobre la membrana, resultado que confirma la afirmación planteada en las secciones 5.1.4.1 y 5.2.3.1, en la cual se postula que para este experimento no se verificó la precipitación de estruvita sobre la membrana

5.3. Experimentos de limpieza de la membrana

5.3.1. Selección de la concentración de cada una de las sustancias limpiadoras.

En la tabla 5.10 se presentan las medias de los resultados obtenidos con cada una de las concentraciones de las sustancias limpiadoras utilizadas en el experimento con el sistema a escala laboratorio y alimentado con agua residual real. Con base en estos resultados, fue posible descartar al ácido clorhídrico (HCl) como agente de limpieza debido a su baja recuperación del flux inicial. Aunque ha sido reportado (Madaeni y Samieirad, 2010) que el HCl es capaz de remover precipitaciones de calcio (CaCO_3) y de hierro $\text{Fe}(\text{OH})_3$. El descenso en el pH que se observó cuando se utilizó HCl no favoreció la remoción de la materia orgánica adherida a la superficie de la membrana.

Madaeni y Samieirad (2010), reportaron que con HCl se alcanzaron porcentajes de recuperación del flux del 110% con una concentración de 0.6%. De acuerdo con los resultados de la tabla 5.10, también pudo ocurrir que las concentraciones estudiadas en esta investigación no fueran lo suficientemente altas como para alcanzar eficiencias aceptables en la recuperación del flux. En este sentido, hay que recordar que la selección de las concentraciones de las diversas sustancias limpiadoras fue limitada por el intervalo de pH recomendado por el fabricante de las membranas.

Tabla 5.10. Resultados obtenidos para el pH inicial y final y el porcentaje de recuperación del flux para la sustancias limpiadoras analizadas a escala laboratorio y con agua residual real

| Sustancia limpiadora | Concentración | pH inicial | pH final | % recuperación J_o |
|-----------------------------|----------------------|-------------------|-----------------|--|
| Ácido Clorhídrico | 0.2% | 2.76 | 2.68 | 27 |
| | 0.4% | 2.69 | 2.44 | 33 |
| Ácido Cítrico | 0.05% | 3.83 | 5.98 | 66 |
| | 0.1% | 3.28 | 3.60 | 69 |
| Hidróxido de sodio | 0.01% | 9.20 | 8.60 | 64 |
| | 0.02% | 9.75 | 8.68 | 68 |
| Hipoclorito de sodio | 0.03% | 7.90 | 6.78 | 54 |
| | 0.05% | 9.21 | 6.89 | 76 |

De la tabla 5.10, se identificaron las concentraciones más adecuadas para el ácido cítrico, el hidróxido de sodio y el hipoclorito de sodio, las cuales fueron 0.1%, 0.02% y 0.05%, respectivamente. En las soluciones de ácido cítrico e hidróxido de sodio no se observaron diferencias importantes en la recuperación del flux con el aumento de su concentración, sin embargo se decidió trabajar con las concentraciones más altas analizadas.

Se escogió el ácido cítrico debido a que es efectivo en la remoción de sales precipitadas (scaling) sobre la superficie de la membrana y/o sus poros (Gana *et al.*, 1999), al generar interacciones con las sustancias taponantes de hidrólisis/saponificación y solubilización/quelación (Zondervan y Roffel, 2007); mientras que el hidróxido de sodio y el hipoclorito de sodio remueven sustancias orgánicas a través de reacciones de hidrólisis y solubilización (Gana *et al.*, 1999).

5.3.2. Estudio de lavados con agua y de adición de EDTA como coadyuvantes de la limpieza

En la tabla 5.11 se presentan los resultados obtenidos para la recuperación del flux con las combinaciones de procedimientos de limpieza estudiados.

Los resultados muestran que sólo la limpieza con hipoclorito de sodio fue mejorada cuando se combinó con un lavado previo con agua y con la adición de EDTA. El lavado con agua potable pudo haber removido las sustancias taponantes que no estaban fuertemente adheridas a la capa taponante. El EDTA es un agente quelante para sustancias inorgánicas que no fue efectivo en la remoción de la materia orgánica. A partir de los resultados presentados en la

tabla 5.11, se decidió que el mejor procedimiento de lavado sería combinar un lavado con agua potable seguido de un lavado con la sustancia química; dado que el EDTA no mostró una contribución clara a la operación de limpieza.

Tabla 5.11. Porcentaje de recuperación del flux inicial para las combinaciones de procedimientos de lavado estudiados a escala laboratorio y con agua residual real

| % recuperación J_0 | Ácido cítrico (0.1%) en combinación con | | Hidróxido de sodio (0.02%) en combinación con | | Hipoclorito de sodio (0.05%) en combinación con | |
|----------------------|---|---------------|---|---------------|---|---------------|
| | Lavado con agua | EDTA (0.025%) | Lavado con agua | EDTA (0.025%) | Lavado con agua | EDTA (0.025%) |
| | 63 | 58 | 69 | 56 | 91 | 85 |

También se decidió que las dos sustancias que se estudiarían a escala piloto serían el hidróxido de sodio y el hipoclorito de sodio pues estas sustancias en combinación con el lavado con agua obtuvieron la mejor recuperación del flux inicial. Estas sustancias fueron más efectivas en la remoción del taponamiento de las membranas debido a la presencia de iones hidroxilo y radicales libres fuertemente oxidantes, los cuales pueden promover la ruptura de la capa taponante a través de los siguientes mecanismos: (1) incrementando la fuerza iónica, (2) incrementando la solubilidad de las sustancias taponantes orgánicas y (3) incrementando el pH, lo que puede causar un incremento en la carga negativa de la materia orgánica, debido a la desprotonación de los grupos carboxílicos y fenólicos (Gana *et al.*, 1999).

5.3.3. Experimentos a escala laboratorio (optimización del tiempo de operación y limpieza).

En la tabla 5.12 se presentan los resultados obtenidos para la recuperación del flux en el experimento factorial 2^3 a escala piloto.

En la tabla 5.12 se observa que, dentro de los valores establecidos para el experimento, ni el tiempo de operación ni el tiempo de limpieza tuvieron una influencia importante en la recuperación del flux inicial, resultado que está en contradicción con la literatura científica, ya que se ha reportado que un mayor tiempo de contacto es más efectivo en la remoción de sustancias taponantes orgánicas de la superficie de la membrana (Lee *et al.*, 2001b; Xiufen *et al.*, 2005; Ang *et al.*, 2006; Madaeni y Samieirad, 2010).

Tabla 5.12. Porcentaje de recuperación del flux en el experimento factorial 2³ realizado a escala piloto

| Sustancia limpiadora | % recuperación J ₀ | | | |
|-------------------------|-------------------------------|---------|----------|---------|
| | Tiempo de operación | | | |
| | 6 horas | | 24 horas | |
| | Tiempo de limpieza | | | |
| | 30 min | 120 min | 30 min | 120 min |
| NaOH | 49 | 43 | 49 | 52 |
| NaOCl | 83 | 73 | 74 | 72 |

La literatura científica (Chen *et al.*, 2003; Al-Amoudi y Farooque, 2005) también sugiere que ciclos de filtración más cortos con procedimientos de limpieza más largos y frecuentes son perjudiciales ya que la capa taponante se hace más compacta y difícil de remover con el tiempo, además pueden ocasionar el deterioro en las propiedades de la membrana. Por otro lado, estos resultados también indican que la eficiencia del hipoclorito de sodio fue mucho mayor que la eficiencia del hidróxido de sodio. La eficiencia del cloro en la remoción del taponamiento está relacionada con la presencia de radicales libres con alto poder de oxidación, los cuales pueden deteriorar fácilmente la materia orgánica, razón por la cual este fue más efectivo en la recuperación del flux que el hidróxido de sodio.

En la tabla 5.13 se presentan los resultados obtenidos en el análisis estadístico ANOVA de los datos del experimento factorial 2³ que se realizó a escala piloto.

Los resultados presentados en la tabla 5.13, muestran que en este experimento el factor con mayor influencia en la recuperación del flux fue la sustancia limpiadora empleada. Esta afirmación se corroboró estadísticamente con un intervalo de confianza del 95%. Este resultado muestra que el hipoclorito de sodio es la sustancia limpiadora con mayor efectividad para la limpieza de las membranas empleadas en este experimento. No obstante, este resultado plantea nuevos interrogantes dado que en las fases previas de esta tesis se utilizó el hipoclorito de sodio como sustancia limpiadora a una concentración de 300 mg/L y se observó que con el transcurso del tiempo no se lograba una recuperación importante del flux luego de las operaciones de limpieza. En ese sentido, de acuerdo con Arkhangelsky *et al.*, (2007), la limpieza regular de las membranas con cloro también puede conllevar a la pérdida de integridad de la misma y causar caídas más drásticas en el flux. Por esto, es necesario estudiar más a fondo la capa taponante con el fin de conocer su composición de una manera detallada y

entender las interacciones que ocurren entre la membrana, la capa taponante y la sustancia limpiadora en un plazo más largo.

Tabla 5.13. Resultados del análisis estadístico ANOVA del experimento factorial 2³

| Fuente de variación | Suma de cuadrados | G. de libertad | Media de cuadrados | F ₀ |
|---------------------------------|-------------------|----------------|--------------------|----------------|
| Factor A (Sustancia limpiadora) | 2997.5625 | 1 | 2997.5625 | 309.425806 |
| Factor B (Tiempo de operación) | 0.5625 | 1 | 0.5625 | 0.05806452 |
| Factor C (Tiempo de limpieza) | 52.5625 | 1 | 52.5625 | 5.42580645 |
| AB | 95.0625 | 1 | 95.0625 | 9.81290323 |
| AC | 18.0625 | 1 | 18.0625 | 1.86451613 |
| BC | 85.5625 | 1 | 85.5625 | 8.83225806 |
| ABC | 0.5625 | 1 | 0.5625 | 0.05806452 |
| Error | 77.5 | 8 | 9.6875 | |
| TOTAL | 3327.4375 | 15 | | |

5.3.4. Análisis de la capa taponante antes y después de una operación de limpieza química

Con el fin de conocer las interacciones que ocurren entre la capa taponante y el hipoclorito de sodio se llevaron a cabo 2 corridas, cada una con una membrana nueva, a escala laboratorio con 8 horas de duración. En la primera corrida la membrana no fue lavada, mientras que en la segunda la membrana fue lavada con hipoclorito de sodio (500 ppm) durante 20 minutos. En estas dos corridas el reactor UASB fue alimentado con agua residual real. A continuación se muestra parte las micrografías electrónicas obtenidas.

Las micrografías a) y b) muestran que tras 8 horas de operación se desarrolló, sobre algunas secciones de la superficie de la membrana, una capa taponante fisurada, compleja y heterogénea. Se ha teorizado que dicha capa taponante está compuesta por la acumulación de bio-polímeros (como SPE y PMS), compuestos bio-mineralizados, biomasa celular y otros materiales precipitados (Herrera-Robledo *et al.*, 2010). Las micrografías c) y d) muestran que el hipoclorito de sodio removió gran parte de la capa taponante formada durante la corrida de filtración, sin embargo quedaron algunos residuos que aparentar ser bacterias y una serie de filamentos que probablemente estuvieron conformados por SPE. De acuerdo con la literatura científica, las SPE juegan un papel fundamental en el taponamiento de las membranas ya que son capaces, bajo ciertas condiciones, de flocular material inorgánico así como de actuar como una barrera para el transporte de moléculas de gran tamaño y para la protección de los microorganismos embebidos contra agentes nocivos (Le-Clech *et al.*, 2006). La posterior

acumulación y adhesión de las SPE sobre la membrana es la causante de la formación de una capa taponante irremovible sobre la misma (Meng *et al.*, 2009).

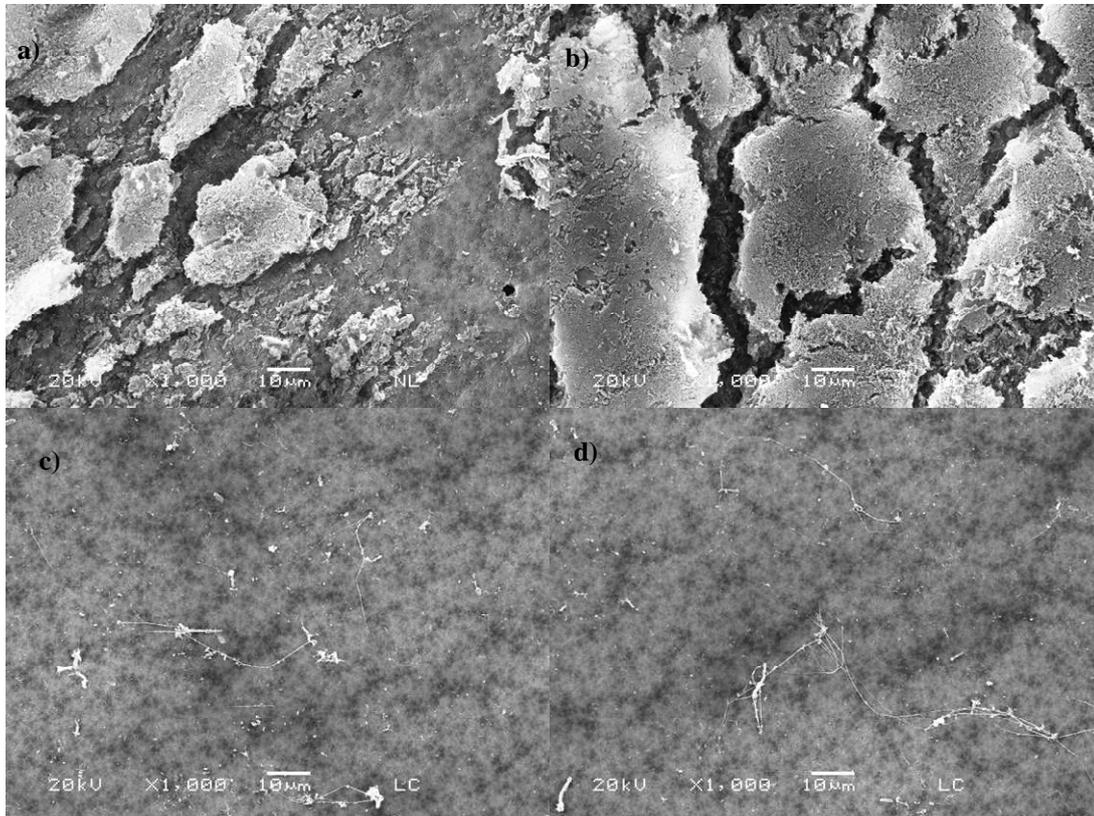


Figura 5.25. Micrografías electrónicas de barrido de a) y b) la membrana sin lavar y c) y d) la membrana lavada con hipoclorito de sodio

5.3.5. Mecanismos de taponamiento durante la filtración del efluente UASB

La selección de la medida de control del taponamiento más apropiada debería ser posible si la localización exacta del mismo es conocida, tanto en el módulo (qué parte es afectada?) como en la membrana (a qué nivel ocurre, dentro de los poros o sobre la superficie?). Las diferentes localizaciones necesitan diferentes medidas de control; por ejemplo, la deposición al interior de los poros no puede ser removida al incrementar la fuerza cortante en la cercanía de las superficies (Drews, 2010). Es así como se procedió a establecer los mecanismos de taponamiento que se presentaron durante la filtración del efluente del reactor UASB en la membrana externa de ultrafiltración de acuerdo a las ecuaciones presentadas en la sección 3.6.2.2 de esta tesis.

Para identificar el tipo, secuencia e importancia relativa de cada uno de los mecanismos de taponamiento se aplicaron las ecuaciones 2.7, 2.8, 2.9 y 2.10 (sección 2.6.2.2) a los datos de flux obtenidos en la primera hora de las corridas 1, 8 y 16 del experimento factorial de la sección 5.3.3 usando un ajuste de mínimos cuadrados. Al comparar la linealidad de la gráfica obtenida (R^2) con cada una de las ecuaciones, se pudo establecer el mecanismo de taponamiento, considerando que un mecanismo en particular debe tener un R^2 de por lo menos 0.99 para ser considerado representativo del taponamiento.

Inicialmente se realizaron ajustes con los datos obtenidos en intervalos de 10 minutos. Los resultados del coeficiente de linealidad se presentan en la tabla 5.14.

Tabla 5.14. Coeficiente de linealidad (R^2) para bloqueo completo (BC), bloqueo intermedio (BI), capa taponante (CT) y bloqueo estándar (BE) para las corridas 1, 8 y 16

| Intervalo (min) | Corrida 1 | | | | Corrida 8 | | | | Corrida 16 | | | |
|--------------------|-----------|---------------|---------------|---------------|-----------|--------|---------------|---------------|---------------|--------|---------------|---------------|
| | BC | BI | CT | BE | BC | BI | CT | BE | BC | BI | CT | BE |
| 0-10 | 0.9581 | 0.9645 | 0.9528 | 0.9408 | 0.9400 | 0.9482 | 0.9594 | 0.9506 | 0.9795 | 0.9738 | 0.9636 | 0.9484 |
| 10-20 | 0.9153 | 0.9147 | 0.9959 | 0.9941 | 0.8922 | 0.8908 | 0.9921 | 0.9913 | 0.9753 | 0.9778 | 0.9972 | 0.9956 |
| 20-30 | 0.9217 | 0.9212 | 0.9997 | 0.9992 | 0.7557 | 0.7500 | 0.9987 | 0.9992 | 0.9755 | 0.9781 | 0.9990 | 0.9985 |
| 30-40 | 0.7986 | 0.7936 | 0.9991 | 0.999 | 0.07560 | 0.7580 | 0.9964 | 0.9964 | 0.9439 | 0.9439 | 0.9992 | 0.9989 |
| 40-50 | 0.5000 | 0.5005 | 0.9995 | 0.9993 | 0.7500 | 0.7500 | 0.9991 | 0.9992 | 0.5025 | 0.5000 | 0.9990 | 0.9989 |
| 50-60 | 0.9266 | 0.9217 | 0.9994 | 0.9993 | 0.7680 | 0.7690 | 0.9985 | 0.9985 | 0.7500 | 0.7500 | 0.9994 | 0.9993 |

Al comparar los valores de R^2 mostrados en la tabla 5.14, se observa que las ecuaciones de capa taponante (CT) y bloqueo estándar (BE) se ajustaron muy bien ($R^2 > 0.99$) a los datos, indicando que estos dos mecanismos predominaron durante la filtración, siendo estos los principales responsables por la caída en el flux. Dada la amplia distribución de tamaño de poro de la membrana empleada en el experimento se podría esperar que una parte de las partículas se deposite sobre otras partículas; mientras que la otra parte de las partículas se podría depositar en el interior de los canales de los poros más grandes, ocurriendo así los dos mecanismos (Wang y Tarabara, 2008).

Sin embargo, dada la similitud de los valores de R^2 para los mecanismos de CT y BE, con este análisis no se pudo establecer su secuencia durante la filtración, razón por la cual se procedió a realizar el siguiente análisis: (i) se identificó una parte (núcleo) de los datos que se ajustaba

a alguna de las ecuaciones 2.7, 2.8, 2.9 y 2.10 con un $R^2 > 0.99$, (ii) dicho núcleo se expandió punto por punto, analizando si un punto inmediatamente adyacente al núcleo pertenecía a este evaluando el valor de R^2 , si el valor de R^2 caía por debajo de 0.99 el proceso se daba por concluido y se procedía a evaluar los puntos restantes con otra ecuación. En la figura 5.24 se presentan las distribuciones y contribuciones de cada mecanismo en función del volumen de acumulado de permeado.

La figura 5.24 muestra que aunque los principales mecanismos de taponamiento fueron el bloqueo estándar y la filtración de la capa taponante, también se presentó en la primera corrida (membrana virgen) un pequeño periodo en el que se desarrollaron simultáneamente el bloqueo completo e intermedio, indicando que durante la primera corrida las partículas inicialmente penetraron al interior de los poros adhiriéndose allí, para luego bloquear las entradas de los mismos y, posteriormente, comenzar a formar la capa taponante.

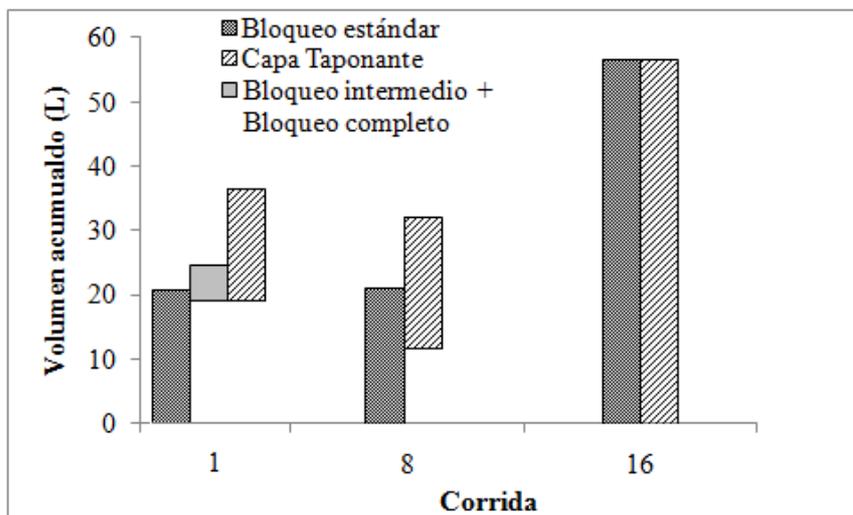


Figura 5.25. Distribuciones y contribuciones de cada mecanismo de taponamiento en función del volumen de permeado obtenido

En las corridas 8 y 16 se observó que sólo se presentaron el bloqueo estándar y la formación de la capa taponante, sin embargo en la corrida 16 se observa que los dos mecanismos se desarrollaron simultáneamente. Este resultado sugiere que para esta corrida ya se había desarrollado una capa taponante irremovible, razón por la cual este mecanismo se observó desde el inicio de la filtración.

6. CONCLUSIONES

En la presente tesis doctoral se evaluó cómo el tiempo de retención hidráulica de un reactor UASB acoplado a una membrana de ultrafiltración externa influencia su desempeño y taponamiento cuando trata aguas residuales de tipo municipal. Para este fin se analizaron experimentos a escala laboratorio y piloto en los cuales el reactor UASB fue operado bajo tres diferentes TRH (4, 8 y 12 horas). También se realizaron experimentos para evaluar algunos parámetros de importancia en la limpieza química de las membranas. Los resultados obtenidos permitieron llegar a las siguientes conclusiones:

1. La hipótesis planteada fue corroborada: Se verificó que el acortamiento del tiempo de residencia hidráulica del reactor UASB aumentó la producción de productos microbianos solubles y sustancias poliméricas extracelulares en su efluente, lo que a su vez incrementó el taponamiento de la membrana externa acoplada, manifestándose en una mayor disminución del flux obtenido en el transcurso de las corridas de filtración.
2. La reducción en el tiempo de retención hidráulica tiene un efecto adverso en el desempeño del reactor UASB y la membrana externa de ultrafiltración, al aumentar la concentración de DQO total y soluble, así como de sólidos totales, suspendidos y volátiles tanto en el efluente del reactor UASB como en el permeado, empeorando así su calidad.
3. La reducción del tiempo de retención hidráulica del reactor UASB también aumentó el taponamiento de la membrana acoplada a él, puesto que se verificó una disminución en el flux a lo largo de las corridas y en el volumen máximo de permeado obtenido; así como un aumento en la tasa de taponamiento y en la resistencia específica de la capa taponante.
4. La mayor concentración de los productos microbianos solubles y las sustancias poliméricas extracelulares en el efluente del reactor UASB y en el permeado se encontró cuando el reactor UASB fue operado bajo el TRH más corto estudiado (4 horas). Sin embargo, el análisis de la composición de éstos reveló que en su mayoría son de origen desconocido, por lo que se requiere una investigación posterior para conocer a cabalidad

la composición de los productos microbianos solubles y de las sustancias poliméricas extracelulares que se generan al interior del reactor UASB cuando son tratadas aguas residuales domésticas.

5. A pesar del empeoramiento de la calidad del efluente del reactor UASB y del permeado con la reducción del TRH, se observó que el sistema de tratamiento de aguas residuales conformado por un reactor UASB acoplado a una membrana tubular externa es un tratamiento robusto para aguas residuales de tipo municipal que puede soportar cambios en la carga orgánica de su influente ocasionados por una temporada de lluvias.
6. La estruvita no fue un componente del taponamiento de la membrana, a pesar de que sus componentes estuvieron presentes en el agua residual municipal y en el efluente del reactor UASB: tanto las bajas concentraciones de N, P y Mg como el pH cercano a la neutralidad que prevaleció durante todo el experimento no favorecieron su precipitación sobre la membrana.
7. El análisis de los parámetros que influyen en la eficiencia de la limpieza de las membranas permitió constatar que, en este experimento, la sustancia limpiadora fue el factor más importante en la recuperación del flux después de una operación de limpieza química. Aún cuando se aplicaron las condiciones óptimas de TRH, tiempo de operación y limpieza encontradas y la sustancia química más efectiva, se observó que con el tiempo, se redujo el porcentaje de flux recuperado, lo que implica que la formación de una capa taponante irremovible sobre la membrana.
8. No se logró identificar con claridad la influencia del TRH en la distribución de tamaño de partículas del rechazo, aunque la información encontrada hace presumir que la disminución en el tamaño medio de las partículas que se observó en el transcurso del experimento fue producto tanto del efecto abrasivo de la bomba de recirculación del rechazo como de la disminución del TRH. También se encontró que las partículas del rechazo tuvieron una distribución de tamaño de partículas bimodal. Es así como se propone que en futuras investigaciones sea abordado este tópico con el fin de entender el la influencia del tamaño de las partículas del rechazo en el taponamiento de la membrana.

9. No se halló evidencia de que el tiempo de retención hidráulica afectara la estructura, densidad y composición de la capa taponante. Las autopsias a las membranas revelaron que la capa taponante generada sobre la membrana era heterogénea y estaba compuesta principalmente por sustancias de origen orgánico (65 a 70%) con una densidad entre 9 y 11 mg/cm².
10. Con base en los resultados obtenidos, se recomienda operar el reactor UASB bajo un TRH de 8 horas, con el fin de obtener los beneficios asociados a una mejor mezcla al interior del mismo y de controlar el taponamiento de la membrana así como los efectos adversos que se pueden presentar por una mayor producción de sustancias orgánicas solubles a TRH más cortos.

REFERENCIAS

- AHMED Z., CHO J., LIM B.-R., SONG K.-G., AHN K.-H. (2007). Effects of sludge retention time on membrane fouling and microbial community structure in a membrane bioreactor. *Journal of Membrane Science*, 287:211-218.
- AIYUK S., VERSTRAETE W. 2004. Sedimentological evolution in an UASB treating SYNTHES, a new representative synthetic sewage, at low loading rates. *Bioresource Technology*, 93:269-278.
- AL-AMOUDI A.S., FAROOQUE A.M. (2005). Performance, restoration and autopsy of NF membranes used in seawater pretreatment. *Desalination*, 178:261–271.
- AL-AMOUDI A., LOVITT R. W. (2007). Fouling strategies and the cleaning system of NF membranes and factors affecting cleaning efficiency. *Journal of Membrane Science*, 303:4-28.
- ALPHENAAR P.A., VISSER A., LETTINGA, G. (1993). The effect of liquid upflow velocity and hydraulic retention time on granulation in UASB reactors treating wastewater with a high-sulphate content. *Bioresource Technology*, 43:249-258.
- ALVAREZ J. A., ARMSTRONG E., PRESAS J., GOMEZ M., SOTO M. (2004). Performance of a UASB-Digester system treating domestic wastewater. *Environmental Technology*, 25:1189-1199.
- AN Y.Y., YANG F.L., BUCCIALI B., WONG F.S. (2009). Municipal wastewater treatment using a UASB coupled with cross-flow membrane filtration. *Journal of Environmental Engineering*, 135:86-91.
- AN Y., WANG Z., WU Z., YANG D., ZHOU Q. (2009b). Characterization of membrane foulants in an anaerobic non-woven fabric membrane bioreactor for municipal wastewater treatment. *Chemical Engineering Journal*, 155:709–715.
- ANG W.S., LEE S., ELIMELECH M. (2006). Chemical-physical aspects of cleaning of organic-fouled reverse osmosis membranes, *Journal of Membrane Science*: 272:198–210.
- APHA, AWWA, WEF. (1998). Standard methods for the examination of water and wastewater. American Public Health Association, Washington DC.
- AQUINO S.F. (2004). Formation of soluble microbial products (SMP) in anaerobic reactors during stress conditions. Tesis de Doctorado, Imperial College, Inglaterra.
- AQUINO S. F., HU A.Y., AKRAM A, STUCKEY, D.C. (2006). Characterization of dissolved compounds in submerged anaerobic membrane bioreactors (SAMBRs). *Journal of Chemical Technology and Biotechnology*, 81:1894-1904.
- AQUINO S.F., STUCKEY D.C. (2002). Characterization of soluble microbial products (SMP) in effluents from anaerobic reactors. *Water Science and Technology*, 45:127-132.

AQUINO S.F., STUCKEY D.C. (2004). The effect of organic and hydraulic shock loads on the production of soluble microbial products in anaerobic digesters. *Water Environmental Research*, 76:2628-2636.

ARABI S., NAKHLA G. (2008). Impact of protein/carbohydrate ratio in the feed wastewater on the membrane fouling in membrane reactors. *Journal of Membrane Science*, 324:142-150.

ARKHANGELSKY E., KUZMENKO D., GITIS V. (2007). Impact of chemical cleaning on properties and functioning of polyethersulfone membranes. *Journal of Membrane Science*, 305:176-184.

BACCHIN P. (2004). A possible link between critical flux and limiting flux for colloidal systems: consideration of critical deposit formation along a membrane. *Journal of Membrane Science*, 228:237-241.

BAE T.-H., TAK T.-M. (2005). Interpretation of fouling characteristics of ultrafiltration membranes during the filtration of membrane bioreactor mixed liquor. *Journal of Membrane Science*, 264:151-160.

BARKER D.J., MANNUCCHI G.A., SALVI S.M.L., STUCKEY D.C. (1999). Characterisation, production and removal of residual soluble chemical oxygen demand (COD) in anaerobic wastewater treatment effluents. *Water Research*, 33:2499-2510.

BARKER D.J., STUCKEY D.C. (2001). Modeling of soluble microbial products in anaerobic digestion: The effect of feed strength and composition. *Water Environmental Research*, 73:173-184.

BARR T.A., TAYLOR J.M., DUFF S. (1996). Effect of HRT, SRT and temperature on the performance of activated sludge reactors treating bleached kraft mill effluent. *Water Research*, 30:799-810.

BAUERLEIN, E. (2003). Biomineralization of unicellular organisms: an unusual membrane biochemistry for the production of inorganic nano- and microstructures. *Angewandte Chemie-International Edition*, 42:614-641.

BLASZCZYK R., GARDNER D., KOSARIC N. (1994). Response and recovery of granules from shock loading. *Water Research*, 28:675-680.

BELFORT G., DAVIS R.H., ZYDNEY A.L. (1994). The behavior of suspensions and macromolecular solutions in cross-flow microfiltration. *Journal of Membrane Science*, 96:1-58.

BEN AIM R. (2007). MBRs, Current Status and Future Prospects. En: *Proceedings of Membranes for water and wastewater Treatment Congress*. Harrogate, Reino Unido.

BERMAN T., HOLENBERG M. (2005). Don't fall foul of biofilm through high TEP levels. *Filtration and Separation*, 42:30-32.

- BÉRUBÉ P. R., HALL E.R., SUTTON P.M. (2006). Parameter governing permeate flux in an anaerobic membrane bioreactor treating low-strength municipal wastewaters: a literature review. *Water Environmental Research*, 78:887-96.
- BOERO B.J., BOWERS A.R., ECKENFELDER W.W. (1996). Molecular weight distribution of soluble microbial products in biological systems. *Water Science and Technology*, 34:241-248.
- BOURGEOUS K.N., DARBY J.L., TCHOBANOGLOUS G. (2001). Ultrafiltration of wastewater: effects of particles, mode of operation, and backwash effectiveness. *Water Research*, 35:77-90.
- BRADFORD M.M. (1976). A rapid and sensitive method for the quantitation of microgram quantities of protein utilizing the principle of protein-dye binding. *Analytical Biochemistry*, 7:248-254.
- BROCKMANN M., SEYFRIED C.F. (1996). Sludge activity and crossflow microfiltration – a non-beneficial relationship. *Water Science and Technology*, 34:205-213.
- CAVALCANTI P. F. F. (2004). Integrated application of the UASB reactor and ponds for domestic sewage treatment in tropical regions. Tesis de doctorado, Wageningen Agricultural University, Wageningen.
- CHAE S.-R., AHN Y.-T., KANG S.-T., SHIN H.-S. (2006). Mitigated membrane fouling in a vertical submerged membrane bioreactor (VSMBR). *Journal of Membrane Science*, 280:572-581.
- CHANG C.Y., CHANG J.S., LIN Y.W., ERDEI L., VIGNESWARAN S. (2006). Quantification of air stripping and biodegradation of organic removal in acrylonitrile-butadiene-styrene (ABS) industry wastewater during submerged membrane bioreactor operation. *Desalination*, 191:162-168.
- CHANG I.S., BAG S.Q., LEE C.H. (2001). Effects of membrane fouling on solute rejection during membrane filtration of activated sludge. *Process Biochemistry*, 36:855-860.
- CHEN J.P., KIM S.L., TING Y.P. (2003). Optimization of membrane physical and chemical cleaning by a statistically designed approach. *Journal of Membrane Science*, 219:27-45.
- CHO B.D., FANE A.G. (2002). Fouling transients in normally sub-critical flux operation of a membrane bioreactor. *Journal of Membrane Science*, 209:391-403.
- CHO J., SONG K.G., YUN H., AHN K.H., KIM J.Y., CHUNG T.H. (2005). Quantitative analysis of biological effect on membrane fouling in submerged membrane bioreactor. *Water Science and Technology*, 51:9-18.
- CHOO K., LEE C.H. (1996). Membrane fouling mechanisms in the membrane-coupled anaerobic bioreactor. *Water Research*, 30:1771-1780.
- CHOO K., LEE C.H. (1998). Hydrodynamic behavior of anaerobic biosolids during crossflow filtration in the membrane anaerobic bioreactor. *Water Research*, 32:3387-3397.

- CHU L.-B., YANG F.-L., ZHANG X.-W. (2005). Anaerobic treatment of domestic wastewater in a membrane-coupled expanded granular sludge bed (EGSB) reactor under moderate to low temperature. *Process Biochemistry*, 40:1063-1070.
- CHU L., ZHANG X., YANG F., LI X. (2006). Treatment of domestic wastewater by using a microaerobic membrane bioreactor. *Desalination*, 189:181-192.
- CHUANG S.-H., CHANG W.-C., CHANG M.-C., SUNG M.-A. (2009). The effects of soluble organic matters on membrane fouling index. *Bioresour. Technology*, 100:1875-1877.
- CID LEÓN, D., (2007). Tratamiento de agua Residual municipal mediante bioreactores anaerobios de membrana a escala piloto. Tesis de maestría, Universidad Nacional Autónoma de México, México.
- COULSON J., RICHARDSON J. (1978). *Chemical Engineering*. Vol. 2, 3th ed. Pergamon Press, Toronto.
- DE LA TORRE T., LESJEAN B., KRAUME M., DREWS A. (2008). Monitoring of transparent exopolymer particles (TEP) in a membrane bioreactor (MBR) and correlation with other fouling indicators. *Water Science and Technology*, 58:1903–1909.
- DIGNAC M.F., GINESTET P., RYBACKI D., BRUCHET A., URBAIN V., SCRIBE P. (2000). Fate of wastewater organic pollution during activated sludge treatment: Nature of residual organic matter. *Water Research*, 34:4185-4194.
- DONG B., JIANG S. (2009). Characteristics and behaviors of soluble microbial products in sequencing batch membrane bioreactors at various sludge retention times. *Desalination*, 243:240-250.
- DOYLE J.D., PARSONS S.A. (2002). Struvite formation, control and recovery. *Water Research*, 36:3925-3940.
- DREWS A. (2010). Membrane fouling in membrane bioreactors - Characterization, contradictions, cause and cures. *Journal of Membrane Science*, 363:1-28.
- DREWS A., LEE C.H., KRAUME M. (2006). Membrane fouling – a review on the role of EPS. *Desalination*, 200:186–188.
- DREWS A., VOCKS M., BRACKLOW U., IVERSEN V., KRAUME M. (2008). Does fouling depend on SMP?. *Desalination*, 231:141-149.
- DUBOIS M., GILLES K.A., HAMILTON J.K., REBERS P.A., SMITH P. (1956). Colorimetric method for determination of sugars and related substances. *Analytical Chemistry*, 28:350–356.
- DUGAN P.R. (1987). The function of microbial polysaccharides in bioflocculation and biosorption of mineral ions. En: *Proceedings of the Flocculation and Biotechnology and Separation Systems*. Elsevier Science Publishers. Netherlands.
- EAUX L. (1996). *Water treatment membrane processes*. McGraw-Hill, New York.

- ELMALEH S., NACEUR W. (1992). Transport of water through an inorganic composite membrane. *Journal of Membrane Science*, 66:227-234.
- ELMITWALLI T.A., OTTERPOHL R. (2007). Anaerobic biodegradability and treatment of grey water in upflow anaerobic sludge blanket (UASB) reactor. *Water Research*, 41:1379-1387.
- EVENBLIJ H., GEILVOET S., VAN DER GRAAF J., VAN DER ROEST H.F. (2005). Filtration characterization for assessing MBR performance: three cases compared. *Desalination*, 178:115–124.
- FALLAH N., BONAKDARPOUR B., NASERNEJAD B., ALAVI MOGHADAM M.R. (2010). Long-term operation of submerged membrane bioreactor (MBR) for the treatment of synthetic wastewater containing styrene as volatile organic compound (VOC): Effect of hydraulic retention time (HRT). *Journal of Hazardous Materials*, 178:718-724.
- FANE A. G. (2007). *Membranes and Water: Searching for New Paradigms*. En: *Proceedings of Membranes for water and wastewater Treatment Congress*. Harrogate, Reino Unido.
- FANG H.H.G., SHI X.L. (2005). Pore fouling of microfiltration membranes by activated sludge. *Journal of Membrane Science*, 264:161-166.
- FARIZOGLU B., KESKINLER B. (2006). Sludge characteristics and effect of crossflow membrane filtration on membrane fouling in a jet loop membrane bioreactor (JLBRM). *Journal of Membrane Science*, 279:578-587.
- FENG H., HU L., SHAN D., FANG C., HE Y., SHEN D. (2008). Effects of operational factors on soluble microbial products in a carrier anaerobic baffled reactor treating dilute wastewater. *Journal of Environmental Sciences*, 20:690-695.
- FIELD R.W., WU X.D., HOWELL J.A., GUPTA B.B. (1995). Critical flux concept for microfiltration fouling. *Journal of Membrane Science*, 100:259-272.
- FLEMMING H.-C., SCHAULE, G., GRIEBE T., SCHMITT J., TAMACHKIAROWA A. (1997). Biofouling – the Achilles heel of membrane processes. *Desalination*, 113:215-255.
- FLEMMING H.C., WINGENDER J. (2001). Relevance of microbial extracellular polymeric substances (EPSs). Part I. Structural and ecological aspects. *Water Science and Technology*, 43:1–8.
- GANA Q., HOWELL J.A., FIELD R.W. (1999). Synergetic cleaning procedure for a ceramic membrane fouled by beer microfiltration. *Journal of Membrane Science* 155: 277–289.
- GERMAIN E., STEPHENSON T., PEARCE P. (2005). Biomass characteristics and membrane aeration: toward a better understanding of membrane fouling in submerged membrane bioreactors (MBRs). *Biotechnology and Bioengineering*, 90:316-322.
- GILRON J., HASSON D. (1987). Calcium sulphate fouling of reverse osmosis membranes: flux decline mechanism. *Chemical Engineering Science*, 42:2351–2360.

- GORNER T., DE DONATO P., AMEIL M.-H., MONTARGES-PELLETIER E., LARTIGES B.S. (2003). Activated sludge exopolymers: separation and identification using size exclusion chromatography and infrared micro-spectroscopy. *Water Research*, 37:2388–2393.
- GRELIER P., ROSENBERGER S., TAZI-PAIN A. (2006). Influence of sludge retention time on membrane bioreactor hydraulic performance. *Desalination*, 192:10-17.
- GRETHLEIN H.E. (1978). Anaerobic digestion and membrane separation of domestic wastewater. *Journal Water Pollution Control Federation*, 50:754-763.
- GUO W.S., VIGNESWARAN S., NGO H.H., VAN NGUYEN T.B., BEN AIM R. (2006). Influence of bioreaction on a long-term operation of a submerged membrane adsorption hybrid system. *Desalination*, 191:92–99.
- GUN T. (1989). Membrane cleaning. *Desalination*, 71:325–335.
- HEERTJES P. M., VAN DER MEER R. R. (1997). Dynamics of liquid flow in an up-flow reactor used for anaerobic treatment of wastewater. *Biotechnology and Bioengineering*, 20:1577-1594.
- HERNIA J. (1982). Constant Pressure Blocking Filtration Laws: Application to Power-Law Non-Newtonian Fluids. *Transactions of the American Institute of Chemical Engineers*, 60:183-187.
- HERRERA ROBLEDO, M. (2007). Bioreactores Anaerobios de Membrana: Efectividad de remoción de contaminantes y Descripción de los fenómenos de taponamiento. Tesis de Maestría, Universidad Nacional Autónoma de México, México.
- HERRERA-ROBLEDO M., MORGAN-SAGASTUME J.M., NOYOLA A. (2010). Biofouling and pollutant removal during long-term operation of an anaerobic membrane bioreactor treating municipal wastewater. *Biofouling* 26:23–30.
- HO J., SUNG S. (2009). Effects of solid concentrations and cross-flow hydrodynamics on microfiltration of anaerobic sludge. *Journal of Membrane Science*, 345:142–147.
- HODGSON P.H., LESLIE G.L., SCHNEIDER R.P., FANE A.G., FELL C.J.D., MARSHALL K.C. (1993). Cake resistance and solute rejection in bacterial, microfiltration: the role of the extracellular matrix. *Journal of Membrane Science*, 79:35-53.
- HOLLER S., TROSCH W. (2001). Treatment of urban wastewater in a membrane bioreactor at high organic loading rates. *Journal of Biotechnology*, 92:95–101.
- HONG S.K., ELIMELECH M. (1997). Chemical and physical aspects of natural organic matter (NOM) fouling of nanofiltration membranes. *Journal of Membrane Science*, 132:159-181.
- HU A.Y., STUCKEY D.C. (2006). Treatment of dilute wastewaters using a novel submerged anaerobic membrane bioreactor. *Journal of Environmental Engineering*, 132:190-198.

- HUANG X., LIU R., QIAN Y. (2000). Behavior of soluble microbial products in a membrane bioreactor. *Process Biochemistry*, 36:401-406.
- HUANG Z., ONG S, NG H. (2011). Submerged anaerobic membrane bioreactor for low-strength wastewater treatment: Effect of HRT and SRT on treatment performance and membrane fouling. *Water Research*, 45:705-713.
- HULSHOFF POL, L. W. (1989). The phenomenon of granulation of anaerobic sludge. Tesis Doctoral, Wageningen Agricultural University, Países Bajos.
- HUYSKENS C., BRAUNS E., VAN HOOFF E., DE WEVER H. (2009). Influence of selected operational parameters on (ir)reversible fouling in MBR's. En: *Proceedings of the Workshop "Salient outcomes of the European R&D projects on MBR technology"*. Berlín, Alemania.
- IRITANI E., KATAGIRI N., SENGOKU T., YOO K.M., KAWASAKI K., MATSUDA A. (2007). Flux decline behaviors in dead-end microfiltration of activated sludge and its supernatant. *Journal of Membrane Science*, 300:36-44.
- IVANOVIC I., LEIKNES T., ODEGAARD H. (2006). Influence of loading rates on production and characteristics of retentate from a biofilm membrane reactor (BF-MBR). *Desalination*, 199:490-492.
- JANG N., REN X., CHOI K., KIM I.S. (2005). Comparison of membrane biofouling in nitrification and denitrification for the membrane bio-reactor (MBR). *Water Science and Technology*, 53:43-9.
- JANG N., REN X., CHOI K., KIM I.S. (2006). Steady-state modeling of bio-fouling potentials with respect to the biological kinetics in the submerged membrane bioreactor (SMBR). *Journal of Membrane Science*, 284:352-360.
- JARUSUTTHIRAK C., AMY G., CROUÉ J.-P. (2002). Fouling characteristics of wastewater effluent organic matter (EfOM) isolates on NF and UF membranes. *Desalination*, 145:247-255.
- JEISON D. (2007). General introduction: Application of biomass retention by membrane filtration to anaerobic digestion. En: *Anaerobic membrane bioreactors for wastewater treatment: Feasibility and potential applications*. Tesis Doctoral, Wageningen Agricultural University, Países Bajos.
- JEONG E., KIM H.-W., NAM J.-Y., AHN Y.-T., SHIN H.-S. (2010). Effects of the hydraulic retention time on the fouling characteristics of an anaerobic membrane bioreactor for treating acidified wastewater. *Desalination and Water Treatment*, 18: 251-256.
- JEWELL W. J. (1987). Anaerobic sewage treatment. *Environmental Science and Technology*, 21:14-21.
- JI L., ZHOU J. (2006). Influence of aeration on microbial polymers and membrane fouling in submerged membrane bioreactors. *Journal of Membrane Science*, 276:168-177.

- JIANG T. (2007). Characterization and modelling of soluble microbial products in membrane bioreactors. Tesis doctoral, Ghent University, Bélgica.
- JUDD S. (2006). *The MBR Book: Principles and Applications of Membrane Bioreactors in Water and Wastewater Treatment*. Elsevier, Oxford.
- JUDD S. (2008). The status of membrane bioreactor technology. *Trends in Biotechnology*, 26:109-116.
- KALOGO Y., VERSTRAETE W. (1999). Development of anaerobic sludge bed (ASB) reactor technology for domestic wastewater treatment: motives and perspectives. *World Journal of Microbiology and Biotechnology*, 15:523-534.
- KANG I.-J., YOON S.-H., LEE C.-H. (2002). Comparison of the filtration characteristics of organic and inorganic membranes in a membrane-coupled anaerobic bioreactor. *Water Research*, 36:1803-1013.
- KIM I.S., LEE C.H., CHANG I.S. (2001). Effect of pump shear on the performance of a crossflow membrane bioreactor (MBR). *Water Research*, 35:2137-2144.
- KIMURA K., YAMATO N., YAMAMURA H., WATANABE Y. (2005). Membrane fouling in pilot-scale membrane bioreactors (MBRs) treating municipal wastewater. *Environmental Science and Technology*, 39:6293-6299.
- KITAMURA Y., MAEKAWA T., TAGAWA A., HAYASHI H., FARRELL-POE K.L. (1996). Treatment of strong organic, nitrogenous wastewater by an anaerobic contact process incorporating ultrafiltration. *Applied Engineering in Agriculture*, 12:709-714.
- KONSOWA A.H., ABD EL-RAHMAN H.B., MOUSTAFA M.A. (2011). Removal of azo dye acid orange 7 using aerobic membrane bioreactor. *Alexandria Engineering Journal*, doi:10.1016/j.aej.2011.01.014.
- KOSARIC N., BLASZCZYK R., ORPHAN L. (1990). Factors Influencing Formation And maintenance of granules in anaerobic sludge blanket reactors (UASBR). *Water Science and Technology*, 22:275-282.
- KUO W.C., SNEVE M.A., PARKIN G.F. (1996). Formation of soluble microbial products during anaerobic treatment. *Water Environment Research*, 68:279-285.
- KURIAN R., ACHARYA C., NAKHLA G., BASSI A. (2005). Conventional and thermophilic aerobic treatability of high strength oily pet food wastewater using membrane-coupled bioreactors. *Water Research*, 39:4299-4308.
- LANGENHOFF A., INTRACHANDRA N., STUCKEY D.C. (2000). Treatment of dilute soluble and colloidal wastewater using an anaerobic baffled reactor: influence of hydraulic retention time. *Water Research*, 34:1307-1317.
- LASPIDOU C.S., RITTMANN, B.E. (2002). A unified theory for extracellular polymeric substances, soluble microbial products, and active and inert biomass. *Water Research*, 36:2711-2720.

- LE-CLECH P., CHEN V., FANE, A.G. (2006). Fouling in membrane bioreactors used in wastewater treatment. *Journal of Membrane Science*, 284:17-53.
- LEE W., KANG S., SHIN, H. (2003). Sludge characteristics and their contribution to microfiltration in submerged membrane bioreactors. *Journal of Membrane Science*, 216:217-227.
- LEE J., AHN W.H., LEE C.H. (2001). Comparison of the filtration characteristics between attached and suspended growth microorganisms in submerged membrane bioreactor. *Water Research*, 35:2435-2445.
- LEE H., AMY G., CHO J., YOON G., MOON S.-H., KIM S. (2001b) Cleaning strategies for flux recovery of an ultrafiltration membrane fouled by natural organic matter. *Water Research*, 35:3301-3308.
- LEE, N., AMY G., LOZIER, J. (2005). Understanding natural organic matter fouling in low-pressure membrane filtration. *Desalination*, 178:85-93.
- LEITÃO R.C., SILVA-FILHO J.A., SANDERS W., VAN HAANDEL A.C., ZEEMAN G., LETTINGA G. (2005). The effect of operational conditions on the performance of UASB reactors for domestic wastewater treatment. *Water Science and Technology*, 52:299-305.
- LEITÃO R. C., VAN HAANDEL A.C., ZEEMAN G., LETTINGA G. (2006). The effects of operational and environmental variations on anaerobic wastewater treatment systems: a review. *Bioresource Technology*, 97:1105-1118.
- LESJEAN B., ROSENBERGER S., LAABS C., JEKEL M., GNIRSS R., AMY G. (2005). Correlation between membrane fouling and soluble/colloidal organic substances in membrane bioreactors for municipal wastewater treatment. *Water Science and Technology*, 51:1-8.
- LI H., FANE A.G., COSTER H.G.L., VIGNESWARAN S. (1998). Direct observation of particle deposition on the membrane surface during cross-flow filtration. *Journal of Membrane Science*, 149:83-97.
- LI H., YANG M., ZHANG Y., LIU X., GAO M., KAMAGATA Y. (2005). Comparison of nitrification performance and microbial community between submerged membrane bioreactor and conventional activated sludge system. *Water Science and Technology*, 51:193-200.
- LIANG S., LIU C., SONG L. (2007). Soluble microbial products in membrane bioreactor operation: Behaviors, characteristics, and fouling potential. *Water Research*, 41:95-101.
- LIAO B.Q., BAGLEY D.M., KRAEMER H.E., LEPPARD G.G., LISS S.N. (2004). A review of biofouling and its control in membrane separation bioreactors. *Water Environmental Research*, 76:425-436.
- LIAO B.Q., KRAEMER J.T., BAGLEY D.M. (2006). Anaerobic membrane bioreactors: Applications and research directions. *Critical Reviews in Environmental Science and Technology*, 36:489-530.

- LIN H.J., XIE K., MAHENDRAN B., BAGLEY D.M., LEUNG K.T., LISS S.N., LIAO B.Q. (2010). Factors affecting sludge cake formation in a submerged anaerobic membrane bioreactor. *Journal of Membrane Science*, 361:126–134.
- LIU Q.S., TAY J.H., LIU Y. (2003). Substrate concentration-independent aerobic granulation in sequential aerobic sludge blanket reactor. *Environmental Technology*, 24:1235–1242.
- LIU Y., FANG H.H.P. (2003). Influences of extracellular polymeric substances (EPS) on flocculation, settling, and dewatering of activated sludge. *Critical Reviews in Environmental Science and Technology*, 33:237–273.
- LYKO S., AL-HALBOUNI D., WINTGENS T., JANOT A., HOLLENDER J., DOTT W., MELIN, T. (2007) Polymeric compounds in activated sludge supernatant-characterisation and retention mechanisms at a full-scale municipal membrane bioreactor. *Water Research*, 41:3894–3902.
- MAARTENS A. (2002). UF of pulp and paper effluent: membrane fouling prevention and cleaning. *Journal of Membrane Science*, 209:81–92.
- MALAMIS S., ANDREAKIS A. (2009). Fraction of proteins and carbohydrates of extracellular polymeric substances in a membrane bioreactor. *Bioresource Technology*, 100:3350-3357
- MADAENI S.S., SAMIEIRAD, S. (2010). Chemical cleaning of reverse osmosis membrane fouled by wastewater. *Desalination*, 257:80-86.
- MAHMOUD N., ZEEMAN G., GITZEN G., LETTINGA G. (2003). Solids removal in upflow anaerobic reactors, a review. *Bioresorce Technology*, 90:1-9.
- MENG F., CHAE S.R., DREWS A., KRAUME M., SHIN H.S., YANG F. (2009). Recent advances in membrane bioreactors (MBRs): Membrane fouling and membrane material. *Water Research*, 43:1489-1512.
- MENG F., ZHANG H., LI Y., ZHANG X., YANG F. (2005). Application of fractal permeation model to investigate membrane fouling in membrane bioreactor. *Journal of Membrane Science*, 262:107.116.
- MENG F., ZHANG H., YANG F., LI Y., XIAO J., ZHANG X. (2006). Effect of filamentous bacteria on membrane fouling in submerged membrane bioreactor. *Journal of Membrane Science*, 272:161-168.
- MENG F.G., ZHANG H.M., YANG F.L., LIU L.F. (2007). Characterization of cake layer in submerged membrane bioreactor. *Environmental Science and Technology*, 41:4065–4070.
- MENNITI A., KANG S, ELIMELECH M, MORGENROTH E. (2009). Influence of shear on the production of extracellular polymeric substances in membrane bioreactors. *Water Research*, 43:4305-4315.
- MERGAERT K., VANDERHAEGEN B., VERSTRAETE W. (1992). Applicability and trends of anaerobic pre-treatment of municipal wastewater. *Water Research*, 26:1025-1033.

- MESQUITA P.L., AQUINO S.F., XAVIER A.L.P, CARDOSO DA SILVA J.C., AFONSO R. C. F., QUEIROZ SILVA S. (2010). Soluble microbial product (SMP) characterization in bench-scale aerobic and anaerobic CSTRs under different operational conditions. *Brazilian Journal of Chemical Engineering*, 27:101-111.
- METCALF & EDDY. (2003). *Wastewater engineering: treatment and reuse*. 4th ed. McGraw-Hill, New York.
- MOHAMMADI T., MADAENI S.S., MOGHADAM M.K. (2003). Investigation of membrane fouling. *Desalination*, 153:155–160.
- MONTGOMERY D.C., RUNGER G.C. (2003). *Applied statistics and probability for engineers*. 3th ed. John Wiley and Sons, New York.
- MORGAN J.W., FORSTER C.F., EVISON L. (1990). A comparative study of the nature of biopolymers extracted from anaerobic and activated sludges. *Water Research*, 24:743–750.
- MULDER, M. (1996). *Basic principles of membrane technology*. Kluwer Academic Press, Dordrech.
- MUNZ G., GORI R., MORI G., LUBELLO C. (2007). Powdered activated carbon and membrane bioreactors (MBRPAC) for tannery wastewater treatment: long term effect on biological and filtration process performances. *Desalination*, 207:349–360.
- NDON U.J., DAGUE R.R. (1997). Effects of temperature and hydraulic retention time on anaerobic sequencing batch reactor treatment of low-strength wastewater. *Water Research*, 31:2455-2466
- NICHOLS C.A.M., GARON S., BOWMAN J.P., RAGUENES G., GUEZENNEC J. (2004). Production of exopolysaccharides by Antarctic marine bacterial isolates. *Journal of Applied Microbiology*, 96:1057–1066.
- NOGUERA D.R., ARAKI N., RITTMANN B.E. (1994). Soluble microbial products (SMP) in anaerobic chemostats. *Biotechnology and Bioengineering*, 44:1040-1047.
- NUENGJAMNONG C., KWEON J.H., CHO, J., POLPRASERT C., AHN K.H. (2005). Membrane fouling caused by extracellular polymeric substances during microfiltration processes. *Desalination*, 179:17–124.
- OGNIER S., WISNIEWSKI C., GRASMICK A. (2002). Characterisation and modelling of fouling in membrane bioreactors. *Desalination*, 146:141-147.
- OGNIER S., WISNIEWSKI C., GRASMICK A. (2004). Membrane bioreactor fouling in sub-critical filtration conditions: a local flux concept. *Journal of Membrane Science*, 229:171-171.
- OKAMURA D., MORI Y., HASHIMOTO T., HORI K. (2009). Identification of biofoulant of membrane bioreactors in soluble microbial products. *Water Research*, 43: 4356-4362.
- OLIVA L.C.H.V. (1998). Tratamento de esgotos sanitários com reator anaeróbico de manta de lodo (UASB) protótipo: desempenho e respostas dinâmicas às sobrecargas hidráulicas. En: *Memorias del 26º Congreso latinoamericano de ingeniería sanitaria y ambiental*. Lima, Perú.

- PAN J.R., SU Y., HUANG C. (2010). Characteristics of soluble microbial products in membrane bioreactor and its effect on membrane fouling. *Desalination*, 250:778-780.
- PARK N., KWON B., KIM I.S., CHO J. (2005). Biofouling potential of various NF membranes with respect to bacterial and their soluble microbial products (SPM): Characterizations, flux decline and transport parameters. *Journal of Membrane Science*, 258:43-54.
- PATSIOS S.I., KARABELAS A.J. (2011). An investigation of long-term filtration performance of a membrane bioreactor (MBR): The role of specific organic fractions. *Journal of membrane Science*, 372:102-115.
- PERVOV A.G. (1991). Scale formation prognosis and cleaning procedure schedules in reverse osmosis systems operation. *Desalination*, 83:77-118.
- POLLICE A., BROOKES A., JEFFERSON B., JUDD S. (2005). Sub-critical flux fouling in membrane bioreactors – a review of recent literature. *Desalination*, 174:221-230.
- QIN L., LIU Q.S., YANG S.F., TAY J.H., LIU Y. (2004) Stressful conditions-induced production of extracellular polysaccharides in aerobic granulation process. *Civil Engineering Research*, 17:49-51.
- QIN J.J., OO M.H., TAO G., KEKRE K.A. (2007). Feasibility study on petrochemical wastewater treatment and reuse using submerged MBR. *Journal of Membrane Science*, 293:161–166.
- RAHMAN M.M., AL-MALACK M.H. (2006). Performance of a crossflow membrane bioreactor (CF-MBR) when treating refinery wastewater. *Desalination*, 191:16-26.
- RAMESH A., LEE D.J., LAI J.Y. (2007). Membrane biofouling by extracellular polymeric substances or soluble microbial products from membrane bioreactor sludge. *Applied Microbiology and Biotechnology*, 74:699-707.
- RAMESH A., LEE D.J., WANG M.L., HSU J.P., JUANG R.S., HWANG K.J., LIU J.C., TSENG S.J. (2006). Biofouling in membrane bioreactor. *Separation Science and Technology*, 41:1345-1370.
- RITTMANN B., McCARTY P.L. (2001). *Environmental Biotechnology: Principles and applications*. Mc Graw Hill, New York.
- ROORDA J.H. (2004). *Filtration Characteristics in Dead-end Ultrafiltration of WWTP-effluent*. Tesis Doctoral, Technical University of Delft, Países Bajos.
- ROSENBERGER S., KRAUME M. (2003). Filterability of activated sludge in membrane bioreactors. *Desalination*, 151:195-200.
- ROSENBERGER S., EVENBLIJ H., TE POELE S., WINTGENS T., LAABS C. (2005). The importance of liquid phase analyses to understand fouling in membrane assisted activated sludge processes-six case studies of different European research groups. *Journal of Membrane Science*, 263:113–126.

- ROSENBERGER S., LAABS C., LESJEAN B., GNIRSS R., AMY G., JEKEL M., SCHROTTER J.C. (2006). Impact of colloidal and soluble organic material on membrane performance in membrane bioreactors for municipal wastewater treatment. *Water Research*, 40:710-720.
- ROSENBERGER S., KRUGER U., WITZIG R., MANZ W., SZEWZYK U., KRAUME M. (2002). Performance of a bioreactor with submerged membranes for aerobic treatment of municipal waste water. *Water Research*, 36:413–420.
- SABRY T. (2005). Application of the UASB inoculated with flocculent and granular sludge in treating sewage at different hydraulic shock loads. En: Proceedings of “Ninth International Water Technology Conference”, Sharm El-Sheikh, Egipto.
- SAGBO O., SUN Y., HAO A., GU P. (2008). Effect of PAC addition on MBR process for drinking water treatment. *Separation and Purification Technology*, 58:320–327.
- SATO N., OKUBO T., ONODERA T., OHASHI A., HARADA H. (2006). Prospects for self-sustainable sewage treatment system: A case study in India’s Yamune River Basin. *Journal of Environmental Management*, 80:198-207.
- SAWYER C.N., McCARTY P.L., PARKIN G.F. (2002). *Chemistry for environmental engineering and science*. McGraw-Hill, New York.
- SCHAFER A.I., PIHLAJAMAKI A., FANE A.G., WAITE T.D., NYSTROM, M. (2004). Natural organic matter removal by nanofiltration: effects of solution chemistry on retention of low molar mass acids versus bulk organic matter. *Journal of Membrane Science*, 242:73-85.
- SCHAFER A.I., FANE A.G., WAITE T.D. (2005). *Nanofiltration: Principles and Applications*. Elsevier, Australia.
- SCHIENER P., NACHAIYASIT S., STUCKEY D.C. (1998). Production of soluble microbial products (SMP) in an anaerobic baffled reactor: composition, biodegradability and the effect of process parameters. *Environmental Technology*, 19:391-400.
- SCHNEIDER R., TSUTIYA M. (2001). *Membranas filtrantes para o tratamento de água, esgoto e água de reutilização*. ABES, Brasil.
- SEMARNAT. (1997). Norma Oficial Mexicana NOM-001- SEMARNAT-1996: Límites máximos permisibles de contaminantes en descargas de aguas residuales en aguas nacionales. *Diario Oficial de la Federación*, Enero 6, 1997.
- SHEN Y., ZHAO W., XIAO K., HUANG X. (2010). A systematic insight into fouling propensity of soluble microbial products in membrane bioreactors based on hydrophobic interaction and size exclusion. *Journal of Membrane Science*, 346:187–193.
- SHIN H.-S., KANG S.-T. (2002). Performance and membrane fouling in a pilot scale SBR process coupled with membrane. *Water Science and Technology*, 47:139-144.

- SINGH R. P., SURENDRA K., OJHA C. S. P. (1998). A critique on operational strategies for start-up of UASB reactors: effects of sludge loading rate and seed/biomass concentration. *Biochemical Engineering Journal*, 1:107-119.
- SINGH K. S., VIRARAGHAVAN T. (2000). Performance of UASB Reactors at 6 to 32°C in Municipal Wastewater Treatment. *Water Quality Research Journal of Canada*, 35:113-124.
- SINGH K. S., VIRARAGHAVAN T. (2004). Municipal wastewater treatment by UASB process: Start-up at 20° C and operation at low temperatures. *Environmental Technology*, 25:621-634.
- STUMM W., MORGAN J.J. (1995). *Aquatic chemistry: chemical equilibria and rates in natural waters*. John Wiley and Sons, Inc., New York.
- SUN D.D., HAY C.H., KHOR S.L. (2006). Effects of hydraulic retention time on behavior of start-up submerged membrane bioreactor with prolonged sludge retention time. *Desalination*, 195:209-222.
- SUN F.-Y., WANG X.-M., LI X.-Y. (2008). Visualisation and characterisation of bioploimer clusters in a submerged membrane bioreactor, *Journal of Membrane Science*, 325:691–697.
- SUTTON P.M., LI A., EVANS R.R., KORCHIN S.R. (1983). Dorr-oliver's fixed film suspended growth anaerobic systems for industrial wastewater treatment and energy recovery. En: *Proceedings of the 37th Industrial Waste Conference*. West Lafayette, Estados Unidos.
- STUCKEY D., VYRIDES Y. (2010). Fouling cake layer in a submerged anaerobic membrane bioreactor treating saline wastewaters: curse or blessing?. En: *Proceedings of 12th World Congress on Anaerobic Digestion*. Guadalajara, México.
- TARDIEU E., GRASMICK A., GEAUGEY V., MANEM, J. (1998). Hydrodynamic control of bioparticle deposition in a MBR applied to wastewater treatment. *Journal of Membrane Science*, 147:1-12.
- TAY J.H., LIU Q.S., LIU Y. (2001). The effects of shear force on the formation, structure and metabolism of aerobic granules. *Applied Microbiology and Biotechnology*, 57:227–233.
- TAZI-PAIN A., SCHROTTER J.C., BORD G., PAYREAUDEAU M., BUISSON H. (2002). Recent improvement of the BIOSEP® process for industrial and municipal wastewater treatment. *Desalination*, 146:439-443.
- TEYCHENE B., GUIGUI C., CABASSUD C., AMY G. (2008). Toward a better identification of foulant species in MBR processes. *Desalination*, 231:27-34.
- THANH B.X., SPÉRANDIO M., GUIGUI C., BEN AIM R., WAN J., VISVANATHAN C. (2010). Coupling sequencing batch airlift reactor (SBAR) and membrane filtration: influence of nitrate removal on sludge characteristics, effluent quality and filterability. *Desalination*, 250:850–854.

- TORKIAN A., EQBALI A., HASHEMIAN S.J. (2003). The effect of organic loading rate on the performance of UASB reactor treating slaughterhouse effluent. *Resources, Conservation and Recycling*, 40:1-11.
- TRAGARDH G. (1989). Membrane cleaning, *Desalination*, 71:325–334.
- 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*, 19:151-153.
- VAN DER BRUGGEN B., HAWRIJK I., CORNELISSEN E., VANDECASTEELE C. (2003). Direct nanofiltration of surface water using capillary membranes: comparison with flat sheet membranes. *Separation and Purification Technology*, 31:193–201.
- VAN HAANDEL A. C., LETTINGA G. (1994). *Anaerobic sewage treatment: a practical guide for regions with hot climate*. John Wiley and Sons, Chichester.
- VERSIANI B. M., JORDÃO E.P., JÚNIOR I.V., DE CARVALHO M.W., DE AZEVEDO J.P. (2005). Fatores intervenientes no desempenho de um reator UASB submetido a diferentes condições operacionais. En: *Memorias del 23º Congresso Brasileiro de Ingeniería Sanitaria y Ambiental*. Campo Grande, Brasil.
- VERSTRAETE W, VANDEVIVERE P (1999). New and Broader Applications of Anaerobic Digestion. *Critical Reviews in Environmental Science and Technology*, 28:151-173.
- VIERO A.F., SANT'ANNA G.L., NOBREGA R. (2007). The use of polyetherimide hollow fibres in a submerged membrane bioreactor operating with air back-washing. *Journal of Membrane Science*, 302:127-135.
- WANG X.M., LI X.Y. (2008). Accumulation of biopolymer clusters in a submerged membrane bioreactor and its effect on membrane fouling. *Water Research*, 42:855-862.
- WANG F., TARABARA V. (2008). Pore blocking mechanisms during early stages of membrane fouling by colloids. *Journal of Colloid and Interface Science*, 328:464-469.
- WANG Z., WU Z., TANG S. (2009). Extracellular polymeric substances (EPS) properties and their effects on membrane fouling in a submerged membrane bioreactor. *Water Research*, 43:2504-2512.
- WANG Z., CHU J., SONG Y., CUI Y., ZHANG H., ZHAO X., LI Z., YAO J. (2009b). Influence of operating conditions on the efficiency of domestic wastewater treatment in membrane bioreactors. *Desalination*, 245:73-71.
- WANG Z.W., WU Z.C., YIN X., TIAN L.M. (2008). Membrane fouling in a submerged membrane bioreactor (MBR) under sub-critical flux operation: membrane foulant and gel layer characterization. *Journal of Membrane Science*, 325:238–244.
- WEIS A., BIRD M.R., NYSTROM M. (2003). The chemical cleaning of polymeric UF membranes fouled with spent sulphite liquor over multiple operational cycles. *Journal of Membrane Science*, 216:67-79.

- WEN C., HUANG X., QIAN Y. (1999). Domestic wastewater treatment using an anaerobic bioreactor coupled with membrane filtration. *Process Biochemistry*, 35:335-340
- WIMPENNY, J.; MANZ, W.; SZEWZYK U. (2000). Heterogeneity of Biofilms. *FEMS Microbiology Reviews*, 24:661-671.
- WISNIEWSKI C., GRASMICK A. (1998). Floc size distribution in a membrane bioreactor and consequences for membrane fouling. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 138:403-411.
- WU J., HUANG X. (2009). Effect of mixed liquor properties on fouling propensity in membrane bioreactors. *Journal of Membrane Science*, 342:88-96.
- WU B., ZHOU W. (2010). Investigation of soluble microbial products in anaerobic wastewater treatment effluents. *Journal of Chemical Technology and Biotechnology*, 12:1597-1603.
- XIUFEN L., LI J., FU X.; WICKRAMASINGHE R., CHEN J. (2005). Chemical cleaning of PS ultrafilters fouled by the fermentation broth of glutamic acid. *Separation and Purification Technology*, 42:181-187.
- YAMAMOTO K., HIASA M., MAHMOOD T., MATSUO T. (1989). Direct solid-liquid separation using hollow fiber membrane in an activated sludge aeration tank. *Water Science and Technology*, 21:43-54.
- YAMATO N., KIMURA K., MIYOSHI T., WATANABE Y. (2006). Difference in membrane fouling in membrane bioreactors (MBRs) caused by membrane polymer materials. *Journal of Membrane Science*, 280: 911-919.
- YANG W., CICEK N., ILG J. (2006). State-of-the-art of membrane bioreactors: worldwide research and commercial applications in North America. *Journal of Membrane Science*, 270:201-211.
- YEOM I.-T., NAH Y.-M., AHN K.-H. (1999). Treatment of household wastewater using an intermittently aerated membrane bioreactor. *Desalination*, 124:193-204.
- YIGIT N.O., HARMAN I., CIVELEKOGLU G., KOSEOGLU H., CICEK N., KITIS M. (2008). Membrane fouling in a pilot-scale submerged membrane bioreactor operated under various conditions. *Desalination*, 231:124-132.
- YOON S.-H., COLLINS J.H., MUSALE D., SUNDARARAJAN S., TSAI S.-P., HALLSBY G.A., KONG J.F., KOPPES J., CACHIA P. (2005). Effects of flux enhancing polymer on the characteristics of sludge in membrane bioreactor process. *Water Science and Technology*, 51:151-157.
- ZHANG Y.P., FANE A.G., LAW A.W.K. (2006). Critical flux deposition of bidisperse suspensions during crossflow filtration. *Journal of Membrane Science*, 282:189-197.
- ZHANG J., ZHOU J., LIU Y., FANE A.G. (2010). A comparison of membrane fouling under constant and variable organic loadings in submerge membrane bioreactors. *Water Research*, 44:5407-5413.

ZHENG X., ERNST M., JEKEL M. (2009). Identification and quantification of major organic foulants in treated domestic wastewater affecting filterability in dead-end ultrafiltration. *Water Research*, 43:238-244.

ZHOU W., WU B., SHE Q., CHI L., ZHANG Z. (2009). Investigation of soluble microbial products in a full-scale UASB reactor running at low organic loading rate. *Bioresource Technology*, 100:3471-3476.

ZHOU J., YANG F.L., MENG F.G., AN P., WANG D. (2007). Comparison of membrane fouling during short-term filtration of aerobic granular sludge and activated sludge. *Journal of Environmental Sciences*, 19:1281-1286.

ZITOMER D.H., SPEECE R.E. (1993). Sequential environments for enhanced biotransformation of aqueous contaminants. *Environmental Science and Technology*, 27:226-244.

ZONDERVAN E., ROFFEL B. (2007). Evaluation of different cleaning agents used for cleaning ultrafiltration membranes fouled by surface water. *Journal of Membrane Science*, 304:40-49.

ANEXO 1. DATOS EMPLEADOS Y RESULTADOS DE TAMAÑO DE MUESTRA PARA LOS PARÁMETROS pH, ALCALINIDAD, ALFA, DQO TOTAL Y SOLUBLE, SÓLIDOS TOTALES, VOLÁTILES Y FIJOS, CARBOHIDRATOS TOTALES Y DISUELTOS, PMS, FLUX MÁXIMO, ORTOFOSFATOS Y NITRÓGENO AMONICAL

| TRH | REPETICIÓN | pH | | Alcalinidad (mg/L CaCO ₃) | | Alfa | | DQO total (mg/L) | | DQO soluble (mg/L) | | Sólidos totales (mg/L) | | Sólidos volátiles (mg/L) | | Sólidos fijos (mg/L) | | Carbohidratos totales (mg/L) | | Carbohidratos solubles (mg/L) | | PMS (mg/L) | | Fósforo soluble (mg/L) | | Nitrógeno amoniacal (mg/L) | | | |
|-----------------------|------------|------|-------|---------------------------------------|--------|------|-------|------------------|-------|--------------------|--------|------------------------|--------|--------------------------|--------|----------------------|--------|------------------------------|-------|-------------------------------|-------|------------|--------|------------------------|-------|----------------------------|-------|------|------|
| | | UASB | PERM | UASB | PERM | UASB | PERM | UASB | PERM | UASB | PERM | UASB | PERM | UASB | PERM | UASB | PERM | UASB | Perm | UASB | Perm | UASB | Perm | UASB | Perm | UASB | Perm | UASB | Perm |
| | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 4 | 1 | 6.81 | 7.59 | 580 | 460 | 0.72 | 0.76 | 218 | 75 | 83 | 158 | 1440 | 992 | 360 | 164 | 1080 | 828 | | | | | 412 | 234 | 13.4 | 10.4 | 22.4 | 21.0 | | |
| | 2 | 7.59 | 8.07 | 575 | 470 | 0.74 | 0.78 | 120 | 83 | 113 | 75 | 674 | 639 | 163 | 124 | 511 | 515 | | | | | 396 | 267 | 17.0 | 8.5 | 25.2 | 10.5 | | |
| | 3 | 7.29 | 8.52 | 515 | 365 | 0.77 | 0.93 | 230 | 56 | 135 | 56 | 627 | 615 | 150 | 78 | 477 | 537 | | | | | 424 | 148 | 14.9 | 7.4 | 23.8 | 14.0 | | |
| | 4 | 6.93 | 8.56 | 460 | 390 | 0.72 | 0.83 | 114 | 30 | 76 | 23 | 506 | 494 | 130 | 84 | 376 | 410 | | | | | 320 | | 12.7 | 9.3 | 21.7 | 15.4 | | |
| | 5 | 6.91 | 8.17 | 430 | 300 | 0.76 | 0.85 | 76 | 30 | 38 | 38 | 474 | 198 | 170 | 80 | 304 | 118 | | | | | | | 10.8 | 9.0 | 16.8 | 14.0 | | |
| | 6 | 6.82 | 8.32 | 425 | 340 | 0.80 | 0.84 | 114 | 30 | 76 | 23 | 448 | 416 | 89 | 4 | 359 | 412 | | | | | | | 16.2 | 8.9 | 38.5 | 31.5 | | |
| | 7 | 6.84 | 8.36 | 380 | 340 | 0.87 | 0.84 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| | 8 | 6.83 | 8.28 | 395 | 305 | 0.82 | 0.82 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| | 9 | 6.84 | 8.35 | 410 | 320 | 0.90 | 0.86 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| | Promedio | 6.98 | 8.25 | 463.33 | 365.56 | 0.79 | 0.83 | 145.29 | 50.71 | 86.66 | 61.95 | 694.83 | 559.00 | 177.00 | 89.00 | 517.83 | 470.00 | | | | | 388.00 | 216.33 | 14.17 | 8.92 | 24.73 | 17.73 | | |
| Desviación | 0.27 | 0.29 | 75.66 | 63.02 | 0.07 | 0.05 | 63.06 | 23.94 | 33.56 | 50.96 | 375.68 | 265.34 | 94.25 | 53.48 | 285.94 | 230.45 | | | | | 46.76 | 61.44 | 2.31 | 0.98 | 7.32 | 7.56 | | | |
| Tamaño de muestra (n) | 1 | 1 | 8 | 8 | 14 | 14 | 4 | 4 | 48 | 48 | 90 | 90 | 12 | 12 | 463 | 463 | | | | | 2 | 2 | 2 | 2 | 18 | 18 | | | |
| 8 | 1 | 6.74 | 7.76 | 500 | 385 | 0.75 | 0.79 | 120 | 128 | 80 | 96 | 557 | 438 | 114 | 42 | 443 | 396 | 13 | 11 | 4 | 11 | 692 | 582 | 20.2 | 13.2 | 33.6 | 28.0 | | |
| | 2 | 6.84 | 8.35 | 405 | 355 | 0.74 | 0.97 | 120 | 83 | 113 | 75 | 568 | 512 | 98 | 90 | 470 | 422 | 12 | 12 | 5 | 12 | 712 | 654 | 19.0 | 13.3 | 27.3 | 21.7 | | |
| | 3 | 6.82 | 8.21 | 415 | 320 | 0.90 | 0.83 | 117 | 78 | 78 | 55 | 627 | 615 | 150 | 78 | 477 | 537 | 11 | 20 | 6 | 20 | 700 | 718 | 16.7 | 14.3 | 30.8 | 20.3 | | |
| | 4 | 6.67 | 8.22 | 415 | 345 | 0.78 | 0.77 | 109 | 55 | 94 | 55 | 518 | 500 | 246 | 62 | 272 | 438 | | | | | | | 13.9 | 10.4 | 28.0 | 21.0 | | |
| | 5 | 6.89 | 8.26 | 410 | 390 | 0.83 | 0.85 | 71 | 39 | 71 | 31 | 448 | 416 | 89 | | 359 | 412 | | | | | | | 12.6 | 9.3 | 28.0 | 21.0 | | |
| | 6 | 6.76 | 8.19 | 410 | 330 | 0.72 | 0.88 | | | | | | | | | | | | | | | | | 12.8 | 9.7 | 25.2 | 19.6 | | |
| | 7 | 6.76 | 8.14 | 400 | 365 | 0.74 | 0.85 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| | 8 | 6.84 | 8.35 | 410 | 320 | 0.90 | 0.86 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| | Promedio | 6.79 | 8.19 | 420.63 | 351.25 | 0.80 | 0.85 | 107.31 | 76.44 | 86.90 | 62.29 | 543.60 | 496.20 | 139.40 | 68.00 | 404.20 | 441.00 | 11.87 | 14.17 | 5.11 | 14.17 | 701.33 | 651.33 | 15.86 | 11.70 | 28.82 | 21.93 | | |
| | Desviación | 0.07 | 0.19 | 32.45 | 27.48 | 0.07 | 0.06 | 21.01 | 33.77 | 16.53 | 24.36 | 66.19 | 77.78 | 63.98 | 20.78 | 87.54 | 55.79 | 1.27 | 5.15 | 0.86 | 5.15 | 10.07 | 68.04 | 3.25 | 2.15 | 2.95 | 3.06 | | |
| Tamaño de muestra (n) | 1 | 1 | 3 | 3 | 17 | 17 | 14 | 14 | 12 | 12 | 37 | 37 | 7 | 7 | 63 | 63 | 12 | 12 | 3 | 3 | 15 | 15 | 7 | 7 | 3 | 3 | | | |
| 12 | 1 | 6.86 | 7.98 | 395 | 400 | 0.82 | 0.78 | 78 | 70 | 47 | 55 | 465 | 444 | 250 | 92 | 215 | 352 | 5 | 8 | 3 | 8 | 372 | 147 | 12.3 | 11 | 25.2 | 25.2 | | |
| | 2 | 6.93 | 7.92 | 380 | 340 | 0.84 | 0.81 | 70 | 70 | 55 | 62 | 441 | 240 | 150 | 44 | 291 | 196 | 4 | 15 | 3 | 15 | 352 | 362 | 11.7 | 8.9 | 22.4 | 20.3 | | |
| | 3 | 7.00 | 8.13 | 405 | 330 | 0.85 | 0.79 | 128 | 52 | 105 | 45 | 476 | 466 | 102 | 50 | 374 | 416 | 6 | 14 | 5 | 14 | 324 | 416 | 12.2 | 8.9 | 24.5 | 17.5 | | |
| | 4 | 6.72 | 8.30 | 435 | 350 | 0.71 | 0.77 | 83 | 58 | 58 | 58 | 478 | 456 | 216 | 60 | 262 | 396 | 11 | 20 | 6 | 20 | 400 | 272 | 12.9 | 9.1 | 30.1 | 18.9 | | |
| | 5 | 6.92 | 8.31 | 420 | 335 | 0.81 | 0.82 | 91 | 50 | 83 | 50 | 448 | 416 | 89 | | 359 | 412 | | | 6 | 20 | | | 11.5 | 8.3 | 25.2 | 18.2 | | |
| | 6 | 6.79 | 8.16 | 435 | 345 | 0.74 | 0.78 | 58 | 42 | 50 | 42 | 439 | 406 | 168 | | 271 | 381 | | | | | | | 11.7 | 7.7 | 25.2 | 19.6 | | |
| | 7 | 6.87 | 8.18 | 415 | 335 | 0.81 | 0.84 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| | 8 | 6.87 | 8.21 | 415 | 325 | 0.81 | 0.92 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| | Promedio | 6.87 | 8.15 | 412.50 | 345.00 | 0.80 | 0.81 | 84.61 | 57.00 | 66.16 | 51.86 | 457.83 | 404.67 | 162.50 | 61.50 | 295.33 | 358.83 | 6.48 | 14.20 | 4.53 | 15.38 | 362.00 | 299.25 | 12.05 | 8.98 | 25.43 | 19.95 | | |
| | Desviación | 0.09 | 0.14 | 18.90 | 23.60 | 0.05 | 0.05 | 23.79 | 11.45 | 22.91 | 7.87 | 17.45 | 83.89 | 62.88 | 21.38 | 60.69 | 83.10 | 2.75 | 5.03 | 1.47 | 5.10 | 32.08 | 117.60 | 0.52 | 1.11 | 2.53 | 2.76 | | |
| Tamaño de muestra (n) | 1 | 1 | 2 | 2 | 19 | 19 | 8 | 8 | 23 | 23 | 21 | 21 | 4 | 4 | 21 | 21 | 5 | 5 | 2 | 2 | 20 | 20 | 2 | 2 | 4 | 4 | | | |

ANEXO 2. DATOS OBTENIDOS EN LOS EXPERIMENTOS A ESCALA LABORATORIO CUANDO SE AÑADIÓ FÓSFORO AL INFLUENTE DEL SISTEMA

| TRH | REPETICIÓN | pH | | Alfa | Alcalinidad (mg/L CaCO3) | | DQO total (mg/L) | | DQO soluble (mg/L) | | Sólidos totales (mg/L) | | Sólidos volátiles totales (mg/L) | | Sólidos fijos totales (mg/L) | | Sólidos suspendidos totales (mg/L) | | PMS (mg/L) | |
|-----|-------------------|----------------|----------|----------------|--------------------------|----------|------------------|----------|--------------------|----------|------------------------|----------|----------------------------------|----------|------------------------------|----------|------------------------------------|----------|----------------|----------|
| | | Effluente UASB | Permeado | Effluente UASB | Effluente UASB | Permeado | Effluente UASB | Permeado | Effluente UASB | Permeado | Effluente UASB | Permeado | Effluente UASB | Permeado | Effluente UASB | Permeado | Effluente UASB | Permeado | Effluente UASB | Permeado |
| | | 4 | 1 | 6.8 | 7.3 | 0.89 | 448 | 240 | 104.7 | 80.5 | 96.6 | 80.5 | 481 | 472 | 313 | 161 | 169 | 311 | 48 | <L.D.M. |
| | 2 | 6.8 | 7.1 | 0.89 | 452 | 228 | 94.7 | 63.2 | 94.7 | 63.2 | 482 | 432 | 375 | 171 | 157 | 261 | 44 | <L.D.M. | 212.0 | 145.2 |
| | 3 | 6.7 | 7.0 | 0.81 | 460 | 248 | 85.7 | 62.3 | 77.9 | 62.3 | 482 | 412 | 306 | 151 | 131 | 261 | 30 | <L.D.M. | 206.0 | 176.1 |
| | 4 | 6.8 | 7.2 | 0.87 | 440 | 280 | 74.5 | 52.2 | 67.1 | 52.2 | 520 | 418 | 372 | 161 | 136 | 257 | 48 | <L.D.M. | 211.0 | 145.0 |
| | 5 | 6.8 | 7.5 | | | | 89.4 | 67.1 | 74.5 | 67.1 | 544 | 446 | | | | | 48 | <L.D.M. | 217.0 | 160.0 |
| | 6 | 6.8 | 7.1 | | | | 90.0 | 60.0 | 60.0 | 60.0 | 432 | 350 | | | | | | | 207.0 | 154.5 |
| | 7 | 6.8 | 7.2 | | | | | | | | 442 | 366 | | | | | | | 206.0 | 150.0 |
| | 8 | | | | | | | | | | 526 | 432 | | | | | | | 217.0 | 174.0 |
| | 9 | | | | | | | | | | 490 | 418 | | | | | | | 223.0 | 172.0 |
| | 10 | | | | | | | | | | | | | | | | | | 218.0 | 162.0 |
| | 11 | | | | | | | | | | | | | | | | | | 236.0 | 162.0 |
| | 12 | | | | | | | | | | | | | | | | | | 219.0 | 166.0 |
| | 13 | | | | | | | | | | | | | | | | | | 224.0 | 172.0 |
| | 14 | | | | | | | | | | | | | | | | | | 219.0 | 161.2 |
| | 15 | | | | | | | | | | | | | | | | | | 213.0 | 173.0 |
| | 16 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| | 17 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| | 18 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| | MEDIA | 6.79 | 7.20 | 0.9 | 450.0 | 249.0 | 89.9 | 64.2 | 78.5 | 64.2 | 488.8 | 416.2 | 341.5 | 161.0 | 148.2 | 272.5 | 43.6 | <L.D.M. | 215.2 | 161.5 |
| | DESVIACIÓN | 0.04 | 0.15 | 0.04 | 7.21 | 22.24 | 10.0 | 9.4 | 14.7 | 9.4 | 37.0 | 37.8 | 37.1 | 8.2 | 17.8 | 25.7 | 7.8 | | 8.9 | 10.8 |
| 8 | 1 | 6.7 | 6.9 | 0.88 | 444 | 220 | 66.2 | 41.4 | 57.9 | 41.4 | 512 | 394 | 365 | 129 | 116 | 265 | 35 | <L.D.M. | 154.5 | 119.1 |
| | 2 | 6.9 | 7.6 | 0.89 | 408 | 240 | 70.6 | 39.2 | 62.7 | 39.2 | 568 | 368 | 270 | 140 | 272 | 228 | 32 | <L.D.M. | 154.0 | 126.0 |
| | 3 | 7.0 | 7.6 | 0.89 | 440 | 228 | 62.7 | 31.4 | 23.5 | 31.4 | 580 | 372 | 343 | 132 | 132 | 240 | 18 | <L.D.M. | 169.0 | 124.0 |
| | 4 | 7.0 | 7.4 | 0.81 | 384 | 248 | 56.8 | 48.6 | 48.6 | 48.6 | 504 | 312 | 209 | 135 | 286 | 177 | 35 | <L.D.M. | 157.0 | 132.6 |
| | 5 | 6.9 | 7.5 | 0.88 | 448 | 280 | | | | | 536 | 304 | 205 | 166 | 248 | 138 | 17 | <L.D.M. | 165.3 | 144.0 |
| | 6 | 7.1 | 7.1 | 0.87 | | | | | | | 544 | 346 | 339 | 99 | 164 | 247 | 17 | <L.D.M. | 152.0 | 136.0 |
| | 7 | 6.8 | 7.4 | | | | | | | | | | 199 | 96 | | | 17 | <L.D.M. | 168.0 | 121.0 |
| | 8 | 6.9 | 7.4 | | | | | | | | | | | | | | | | 152.0 | 135.0 |
| | 9 | 6.8 | 7.2 | | | | | | | | | | | | | | | | 168.0 | 126.0 |
| | 10 | 6.9 | 7.4 | | | | | | | | | | | | | | | | 158.0 | 128.0 |
| | 11 | | | | | | | | | | | | | | | | | | 150.0 | 127.0 |
| | 12 | | | | | | | | | | | | | | | | | | 156.0 | 124.0 |
| | 13 | | | | | | | | | | | | | | | | | | 168.1 | 125.0 |
| | 14 | | | | | | | | | | | | | | | | | | 167.0 | 121.0 |
| | 15 | | | | | | | | | | | | | | | | | | 154.0 | 110.9 |
| | 16 | | | | | | | | | | | | | | | | | | 158.0 | 110.4 |
| | MEDIA | 6.89 | 7.35 | 0.9 | 424.8 | 243.2 | 64.1 | 40.2 | 48.2 | 40.2 | 541 | 349 | 276 | 128 | 203 | 216 | 24 | <L.D.M. | 162.7 | 127.7 |
| | DESVIACIÓN | 0.11 | 0.22 | 0.03 | 27.77 | 23.22 | 5.8 | 7.1 | 17.5 | 7.1 | 30.0 | 35.5 | 72.9 | 24.2 | 74.6 | 48.3 | 9.0 | | 15.5 | 11.6 |
| 12 | 1 | 6.8 | 6.9 | 0.89 | 448 | 232 | 74.0 | 49.3 | 57.5 | 49.3 | 436 | 338 | 302 | 194 | 231 | 144 | 15 | <L.D.M. | 150.0 | 128.0 |
| | 2 | 6.9 | 7.9 | 0.80 | 452 | 228 | 57.1 | 40.8 | 49.0 | 40.8 | 430 | 362 | 328 | 124 | 181 | 238 | 13 | <L.D.M. | 149.0 | 115.0 |
| | 3 | 7.1 | 7.6 | 0.78 | 460 | 208 | 73.0 | 40.5 | 56.8 | 40.5 | 406 | 312 | 294 | 127 | 219 | 185 | 12 | <L.D.M. | 154.0 | 138.0 |
| | 4 | 6.7 | 7.7 | 0.82 | 440 | 212 | 65.3 | 49.0 | 49.0 | 49.0 | 412 | 364 | 184 | 109 | 242 | 255 | 12 | <L.D.M. | 158.0 | 135.0 |
| | 5 | 6.8 | 6.9 | 0.97 | 300 | 200 | 65.8 | 32.9 | 49.3 | 32.9 | 412 | 304 | 184 | 109 | 242 | 195 | 12 | <L.D.M. | 154.0 | 124.0 |
| | 6 | 6.8 | 7.4 | 0.98 | 432 | 200 | 48.6 | 32.4 | 49.3 | 32.4 | 414 | 386 | 370 | 109 | 219 | 277 | 12 | <L.D.M. | 148.0 | 117.0 |
| | 7 | 6.9 | 7.4 | 0.87 | 460 | 300 | | | | | 484 | 394 | 184 | 123 | 242 | 271 | 12 | <L.D.M. | 142.0 | 120.0 |
| | 8 | 6.7 | 7.4 | | 316 | 292 | | | | | 494 | 382 | | | | | | | 146.0 | 134.0 |
| | 9 | 7.0 | 6.6 | | | | | | | | | | | | | | | | 158.0 | 121.0 |
| | 10 | 6.8 | 7.3 | | | | | | | | | | | | | | | | 156.0 | 114.0 |
| | 11 | | | | | | | | | | | | | | | | | | 148.0 | 134.0 |
| | 12 | | | | | | | | | | | | | | | | | | 156.0 | 121.3 |
| | 13 | | | | | | | | | | | | | | | | | | 154.0 | 131.9 |
| | 14 | | | | | | | | | | | | | | | | | | 141.0 | 126.1 |
| | 15 | | | | | | | | | | | | | | | | | | 154.2 | 124.0 |
| | 16 | | | | | | | | | | | | | | | | | | 139.0 | 142.0 |
| | 17 | | | | | | | | | | | | | | | | | | 147.0 | 140.0 |
| | 18 | | | | | | | | | | | | | | | | | | 148.0 | 135.0 |
| | MEDIA | 6.85 | 7.30 | 0.9 | 413.5 | 234.0 | 64.0 | 40.8 | 51.8 | 40.8 | 436 | 355 | 264 | 128 | 225 | 224 | 13 | <L.D.M. | 150.1 | 127.8 |
| | DESVIACIÓN | 0.12 | 0.39 | 0.08 | 65.93 | 40.06 | 9.7 | 7.4 | 4.1 | 7.4 | 34.3 | 34.0 | 78.4 | 30.2 | 22.0 | 49.9 | 1.1 | | 5.9 | 8.8 |

ANEXO 2. CONTINUACIÓN

| TRH | REPETICIÓN | SPE (mg/L) | | Carbohidratos totales (mg/L) | | Proteínas totales (mg/L) | | SPEc (mg/L) | | SPEp (mg/L) | | PMSc (mg/L) | | PMSp (mg/L) | | Nitrógeno amoniacal | | Fósforo (mg/L) | | FLUX MÁXIMO |
|-----|-------------------|---------------|----------|------------------------------|----------|--------------------------|----------|---------------|----------|---------------|----------|---------------|----------|---------------|----------|---------------------|----------|----------------|----------|-------------|
| | | Efluente UASB | Permeado | Efluente UASB | Permeado | Efluente UASB | Permeado | Efluente UASB | Permeado | Efluente UASB | Permeado | Efluente UASB | Permeado | Efluente UASB | Permeado | Efluente UASB | Permeado | Efluente UASB | Permeado | |
| 4 | 1 | 38.0 | 32.0 | 12.3 | 1.9 | 3.6 | 1.3 | 7.3 | 1.9 | 2.2 | 0.4 | 4.7 | 1.9 | 0.7 | 0.3 | 32.9 | 30.1 | 14.1 | 8.5 | 106.2 |
| | 2 | 36.0 | 34.0 | 12.6 | 1.9 | 3.0 | 0.9 | 7.2 | 1.9 | 2.6 | 0.4 | 4.1 | 1.9 | 0.7 | 0.5 | 30.8 | 28.0 | 14.6 | 8.5 | 88.5 |
| | 3 | 39.5 | 25.0 | 12.0 | 1.5 | 3.0 | 1.6 | 7.9 | 1.5 | 2.7 | 0.3 | 3.3 | 1.5 | 0.8 | 0.5 | 32.2 | 28.0 | 13.3 | 7.5 | 97.3 |
| | 4 | 46.0 | 39.0 | 12.7 | 1.7 | 3.2 | 1.4 | 7.4 | 1.7 | 2.1 | 1.0 | 4.7 | 1.7 | 0.6 | 0.7 | 30.8 | 23.8 | 12.9 | 7.3 | 92.9 |
| | 5 | 47.0 | 27.0 | 14.1 | 1.3 | 3.5 | 0.9 | 8.2 | 1.3 | 2.1 | 0.6 | 4.4 | 1.3 | 0.6 | 0.4 | 28.0 | 23.8 | 12.2 | 7.1 | 88.5 |
| | 6 | 39.0 | 27.7 | 14.0 | 1.2 | 3.3 | 1.3 | 8.3 | 1.2 | 1.1 | 0.3 | 3.3 | 1.2 | 0.7 | 0.6 | 25.2 | 25.2 | 11.9 | 6.9 | |
| | 7 | 35.1 | 29.0 | 13.5 | 1.0 | 3.2 | 1.2 | 8.5 | 1.0 | 2.8 | 1.0 | 3.3 | 1.0 | 0.7 | 0.4 | 26.6 | 15.4 | 12.5 | 5.9 | |
| | 8 | 32.0 | 29.3 | 13.6 | 1.5 | 3.1 | 1.3 | 8.1 | 1.5 | 1.7 | 0.8 | 4.7 | 1.5 | 0.3 | 0.5 | 25.2 | 16.8 | 12.3 | 6.2 | |
| | 9 | 32.0 | 26.0 | 13.0 | 1.4 | 3.0 | 1.2 | 9.5 | 1.4 | 2.7 | 1.3 | 4.3 | 1.4 | 1.0 | 0.5 | 25.2 | 16.8 | 12.9 | 6.3 | |
| | 10 | 34.0 | 14.3 | 13.5 | 1.1 | 2.9 | 1.3 | 9.3 | 1.1 | 1.9 | 1.3 | 4.5 | 1.1 | 0.7 | 0.4 | 23.8 | 16.8 | 12.3 | 6.5 | |
| | 11 | 18.6 | 16.3 | 13.6 | 1.1 | 2.5 | 1.8 | 9.4 | 1.1 | 2.4 | 0.9 | 4.4 | 1.1 | 0.5 | 0.4 | 28.0 | 16.8 | 12.1 | 6.5 | |
| | 12 | 27.3 | 21.4 | 13.7 | 1.4 | 2.5 | 1.0 | 9.5 | 1.4 | 1.4 | 1.4 | 4.5 | 1.4 | 0.8 | 0.7 | 29.4 | 18.2 | 12.4 | 6.3 | |
| | 13 | 23.8 | 18.6 | 13.8 | 1.8 | 2.4 | 1.7 | 8.7 | 1.8 | 1.8 | 1.4 | 4.9 | 1.8 | 0.5 | 0.5 | 29.4 | 14.0 | 11.1 | 6.6 | |
| | 14 | 49.0 | 21.0 | 13.6 | 1.2 | 2.5 | 1.8 | 8.7 | 1.2 | 1.7 | 1.3 | 4.6 | 1.2 | 0.6 | 0.7 | 28.0 | 16.8 | 11.1 | 6.3 | |
| | 15 | 44.4 | 29.0 | 13.0 | 1.9 | 2.8 | 1.6 | 9.0 | 1.9 | 2.7 | 0.6 | 3.9 | 1.9 | 0.6 | 0.5 | 28.0 | 18.2 | 13.1 | 6.2 | |
| | 16 | | | 12.7 | 1.7 | 2.3 | 1.6 | 9.1 | 1.7 | 2.9 | 0.4 | 4.6 | 1.7 | 0.4 | 0.6 | 26.6 | 21.0 | 12.5 | 6.1 | |
| | 17 | | | 12.6 | 1.3 | 3.6 | 1.5 | 8.9 | 1.3 | 1.9 | 1.4 | 4.1 | 1.3 | 0.5 | 0.7 | 28.0 | 16.8 | 12.5 | 6.6 | |
| | 18 | | | | | | | | | | | | | | | 18.2 | 12.2 | 6.4 | | |
| | MEDIA | 36.1 | 26.0 | 13.2 | 1.5 | 3.0 | 1.4 | 8.5 | 1.5 | 2.2 | 0.9 | 4.3 | 1.5 | 0.6 | 0.5 | 28.1 | 20.3 | 12.6 | 6.8 | 94.7 |
| | DESVIACIÓN | 8.7 | 6.7 | 0.6 | 0.3 | 0.4 | 0.3 | 0.8 | 0.3 | 0.5 | 0.4 | 0.5 | 0.3 | 0.2 | 0.1 | 2.6 | 4.9 | 0.9 | 0.8 | 7.4 |
| 8 | 1 | 13.0 | 17.0 | 2.2 | 1.2 | 3.6 | 0.6 | 1.5 | 1.2 | 2.8 | 1.2 | 1.5 | 1.0 | 1.3 | 0.9 | 28.0 | 26.6 | 13.4 | 9.3 | 92.9 |
| | 2 | 12.5 | 12.2 | 2.0 | 1.3 | 3.8 | 0.5 | 1.7 | 1.3 | 2.5 | 1.1 | 1.7 | 0.9 | 1.3 | 0.7 | 28.0 | 28.0 | 12.9 | 9.0 | 75.2 |
| | 3 | 10.0 | 16.0 | 2.0 | 1.5 | 3.7 | 0.7 | 1.2 | 1.5 | 2.6 | 1.0 | 1.5 | 1.0 | 1.3 | 1.1 | 28.0 | 25.2 | 10.5 | 7.7 | 66.3 |
| | 4 | 20.0 | 20.9 | 2.1 | 1.4 | 3.5 | 0.3 | 1.8 | 1.4 | 2.7 | 1.1 | 2.1 | 0.8 | 1.3 | 0.8 | 28.0 | 26.6 | 10.9 | 7.5 | 66.3 |
| | 5 | 22.7 | 36.4 | 1.7 | 1.7 | 3.5 | 0.4 | 1.6 | 1.7 | 2.5 | 1.3 | 1.5 | 1.1 | 1.3 | 0.5 | 29.4 | 21.0 | 10.6 | 7.7 | 61.9 |
| | 6 | 17.8 | 15.9 | 1.8 | 1.5 | 3.6 | 0.3 | 1.7 | 1.5 | 2.3 | 1.2 | 1.3 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 29.4 | 22.4 | 10.7 | 7.5 | |
| | 7 | 11.4 | 22.7 | 1.8 | 1.5 | 3.6 | 0.7 | 1.1 | 1.5 | 2.4 | 1.0 | 2.3 | 1.3 | 1.5 | 0.7 | 30.8 | 21.0 | 10.7 | 7.7 | |
| | 8 | 17.8 | 15.9 | 1.6 | 1.5 | 3.8 | 0.6 | 1.1 | 1.8 | 2.8 | 1.2 | 1.4 | 1.3 | 1.2 | 0.7 | 28.0 | 21.0 | 10.4 | 8.0 | |
| | 9 | 11.4 | 22.7 | 1.9 | 1.6 | 3.5 | 0.5 | 1.8 | 1.9 | 2.8 | 1.1 | 1.5 | 1.3 | 1.4 | 0.6 | 28.0 | 19.6 | 11.0 | 7.6 | |
| | 10 | 18.2 | 25.0 | 1.7 | 1.7 | 3.5 | 0.6 | 1.3 | 1.6 | 2.9 | 1.3 | 1.6 | 0.9 | 1.3 | 0.5 | 26.6 | 21.0 | 11.0 | 7.2 | |
| | 11 | 11.4 | 22.7 | 1.4 | 1.1 | 3.5 | 0.5 | 1.4 | 1.2 | 2.5 | 1.1 | 1.0 | 0.9 | 1.5 | 1.1 | 29.4 | 21.0 | 10.6 | 7.4 | |
| | 12 | 15.9 | 11.4 | 1.8 | 1.6 | 3.4 | 0.6 | 1.0 | 1.4 | 2.4 | 1.5 | 1.7 | 0.8 | 1.7 | 0.9 | 30.8 | 21.0 | 11.0 | 7.5 | |
| | 13 | 22.7 | 22.7 | 1.8 | 1.1 | 3.0 | 0.5 | 1.8 | 1.9 | 2.8 | 1.2 | 1.3 | 1.3 | 1.4 | 0.6 | 29.4 | 15.4 | 10.9 | 7.4 | |
| | 14 | 17.0 | 20.5 | 1.9 | 1.6 | 3.2 | 0.4 | 1.5 | 1.4 | 2.0 | 1.7 | 1.3 | 0.9 | 1.8 | 0.5 | 26.6 | 15.4 | 10.7 | 7.1 | |
| | 15 | 16.3 | 20.0 | 1.4 | 1.1 | 2.9 | 0.7 | 1.3 | 0.9 | 2.3 | 1.2 | 1.9 | 1.1 | 1.1 | 0.8 | 30.8 | 19.6 | 10.4 | 7.1 | |
| | 16 | 19.0 | 19.0 | 1.8 | 1.6 | 2.4 | 0.6 | 1.3 | 0.5 | 2.4 | 1.5 | 1.6 | 1.0 | 1.2 | 0.5 | 28.0 | 18.2 | 10.9 | 7.8 | |
| | MEDIA | 17.2 | 20.4 | 1.8 | 1.4 | 3.4 | 0.5 | 1.4 | 1.4 | 2.5 | 1.2 | 1.6 | 1.0 | 1.4 | 0.7 | 28.7 | 21.4 | 11.0 | 7.7 | 72.5 |
| | DESVIACIÓN | 6.5 | 6.1 | 0.2 | 0.2 | 0.4 | 0.1 | 0.3 | 0.4 | 0.2 | 0.2 | 0.3 | 0.2 | 0.2 | 0.2 | 1.4 | 3.7 | 0.9 | 0.6 | 12.4 |
| 12 | 1 | 34.1 | 23.0 | 3.2 | 1.6 | 4.1 | 0.7 | 2.2 | 1.6 | 1.9 | 0.7 | 1.2 | 1.6 | 1.9 | 0.7 | 29.4 | 26.6 | 10.7 | 7.1 | 84.0 |
| | 2 | 32.0 | 20.0 | 3.6 | 1.5 | 4.0 | 0.6 | 2.6 | 1.5 | 2.0 | 0.6 | 1.6 | 1.5 | 2.0 | 0.6 | 28.0 | 25.2 | 10.3 | 7.8 | 128.3 |
| | 3 | 32.0 | 17.0 | 3.0 | 1.2 | 3.8 | 0.5 | 2.0 | 1.2 | 2.6 | 0.5 | 1.0 | 1.2 | 1.6 | 0.5 | 28.0 | 21.0 | 10.9 | 7.8 | 132.7 |
| | 4 | 20.5 | 4.5 | 3.2 | 1.1 | 3.6 | 0.5 | 2.2 | 1.1 | 2.6 | 0.5 | 1.1 | 1.1 | 1.6 | 0.5 | 26.6 | 19.6 | 10.5 | 7.5 | 123.8 |
| | 5 | 36.0 | 22.0 | 3.7 | 1.8 | 3.1 | 0.7 | 2.7 | 1.8 | 2.1 | 0.7 | 1.7 | 1.8 | 1.1 | 0.7 | 26.6 | 19.6 | 10.5 | 7.2 | 123.8 |
| | 6 | 25.0 | 11.6 | 3.5 | 1.5 | 3.0 | 0.5 | 2.5 | 1.5 | 1.9 | 0.5 | 1.5 | 1.5 | 1.9 | 0.5 | 23.8 | 19.6 | 11.1 | 7.5 | |
| | 7 | 29.0 | 25.0 | 3.4 | 1.7 | 4.1 | 1.0 | 2.4 | 1.7 | 2.1 | 1.0 | 1.4 | 1.7 | 2.0 | 1.0 | 28.0 | 19.6 | 10.8 | 7.9 | |
| | 8 | 25.0 | 18.0 | 3.2 | 1.0 | 4.0 | 1.2 | 2.2 | 1.0 | 2.0 | 1.2 | 1.2 | 1.0 | 2.0 | 1.2 | 26.6 | 19.6 | 10.7 | 7.8 | |
| | 9 | 29.0 | 21.0 | 3.8 | 1.1 | 4.0 | 1.3 | 2.8 | 1.1 | 2.0 | 1.3 | 1.8 | 1.1 | 1.9 | 1.3 | 26.6 | 21.0 | 10.1 | 7.1 | |
| | 10 | 29.5 | 18.0 | 3.5 | 1.8 | 4.0 | 1.4 | 2.5 | 1.8 | 2.0 | 1.4 | 1.5 | 1.8 | 1.8 | 1.4 | 28.0 | 23.8 | 10.3 | 7.7 | |
| | 11 | 27.9 | 13.0 | 3.4 | 1.8 | 4.0 | 1.2 | 2.4 | 1.8 | 2.0 | 1.2 | 1.4 | 1.8 | 2.1 | 1.2 | 28.0 | 12.6 | 10.6 | 7.3 | |
| | 12 | 43.2 | 14.0 | 3.5 | 1.4 | 4.1 | 1.3 | 2.5 | 1.4 | 2.1 | 1.3 | 1.5 | 1.4 | 2.2 | 1.3 | 25.2 | 14.0 | 10.3 | 7.4 | |
| | 13 | 47.6 | 16.0 | 3.4 | 1.6 | 4.1 | 1.1 | 3.0 | 1.6 | 2.1 | 1.1 | 1.4 | 1.6 | 2.0 | 1.1 | 28.0 | 15.4 | 10.9 | 7.1 | |
| | 14 | 14.0 | 7.1 | 3.3 | 1.7 | 4.3 | 1.3 | 2.7 | 1.7 | 2.3 | 1.3 | 1.3 | 1.7 | 2.3 | 1.3 | 26.6 | 16.8 | 9.8 | 7.9 | |
| | 15 | 29.0 | 9.8 | 3.2 | 1.7 | 4.1 | 1.4 | 2.2 | 1.7 | 2.1 | 1.4 | 1.2 | 1.7 | 1.8 | 1.4 | 28.0 | 18.2 | 10.9 | 7.5 | |
| | 16 | 27.3 | 20.0 | 3.5 | 1.8 | 4.0 | 1.5 | 2.5 | 1.8 | 2.0 | 1.5 | 1.5 | 1.8 | 1.9 | 1.5 | 28.0 | 15.4 | 10.6 | 7.5 | |
| | 17 | 25.0 | 12.0 | 3.5 | 2.1 | 4.0 | 1.5 | 2.5 | 2.1 | 2.0 | 1.5 | 1.5 | 1.1 | 2.3 | 1.5 | 30.8 | 18.2 | 10.1 | 6.1 | |
| | 18 | 18.6 | 11.0 | 3.4 | 2.1 | 3.2 | 1.6 | 2.4 | 2.1 | 2.3 | 1.6 | 1.4 | 1.1 | 2.0 | 1.6 | 28.0 | 18.2 | 10.2 | 6.7 | |
| | MEDIA | 29.1 | 15.7 | 3.4 | 1.6 | 3.9 | 1.1 | 2.5 | 1.6 | 2.1 | 1.1 | 1.4 | 1.5 | 1.9 | 1.1 | 27.5 | 19.1 | 10.5 | 7.4 | 118.5 |
| | DESVIACIÓN | 7.8 | 5.7 | 0.2 | 0.3 | 0.4 | 0.4 | 0.2 | 0.3 | 0.2 | 0.4 | 0.2 | 0.3 | 0.3 | 0.4 | 1.5 | 3.7 | 0.3 | 0.5 | 19.6 |

ANEXO 3. DATOS OBTENIDOS EN LOS EXPERIMENTOS A ESCALA LABORATORIO CUANDO NO SE AÑADIÓ FÓSFORO AL INFLUENTE DEL SISTEMA

| TRH | REPETICIÓN | pH | | Alfa | Alcalinidad (mg/L CaCO3) | | DQO total (mg/L) | | DQO soluble (mg/L) | | Sólidos totales (mg/L) | | Sólidos volátiles totales (mg/L) | | Sólidos fijos totales (mg/L) | | Sólidos suspendidos totales (mg/L) | | PMS (mg/L) | |
|-----|------------------|---------------|----------|---------------|--------------------------|----------|------------------|----------|--------------------|----------|------------------------|----------|----------------------------------|----------|------------------------------|----------|------------------------------------|----------|---------------|----------|
| | | Efluente UASB | Permeado | Efluente UASB | Efluente UASB | Permeado | Efluente UASB | Permeado | Efluente UASB | Permeado | Efluente UASB | Permeado | Efluente UASB | Permeado | Efluente UASB | Permeado | Efluente UASB | Permeado | Efluente UASB | Permeado |
| 4 | 1 | 7.0 | 6.6 | 0.95 | 324 | 248 | 82.5 | 45.0 | 52.5 | 45.0 | 518 | 396 | 466 | 112 | 42 | 284 | 32 | <L.D.M. | 197.0 | 103.0 |
| | 2 | 6.7 | 6.9 | 0.93 | 300 | 308 | 82.5 | 37.5 | 75.0 | 37.5 | 498 | 374 | 472 | 108 | 92 | 266 | 42 | <L.D.M. | 199.0 | 112.5 |
| | 3 | 7.2 | 7.2 | 0.94 | 312 | 278 | 89.4 | 44.7 | 59.6 | 44.7 | 568 | 392 | 400 | 132 | 66 | 260 | 40 | <L.D.M. | 197.0 | 103.0 |
| | 4 | 7.0 | 7.4 | | | | 88.9 | 44.4 | 71.9 | 44.4 | 560 | 382 | 384 | 108 | 98 | 274 | 45 | <L.D.M. | 207.0 | 104.0 |
| | 5 | 7.0 | 7.4 | | | | | | | | 440 | 362 | | | | | | | 200.0 | 123.9 |
| | 6 | 7.0 | 7.6 | | | | | | | | 492 | 342 | | | | | | | 184.0 | 116.0 |
| | 7 | 6.8 | 6.8 | | | | | | | | 482 | 372 | | | | | | | 188.0 | 120.0 |
| | 8 | 7.3 | 7.6 | | | | | | | | 482 | 360 | | | | | | | 198.0 | 106.0 |
| | 9 | 7.0 | 7.2 | | | | | | | | | | | | | | | | 185.0 | 117.0 |
| | 10 | | | | | | | | | | | | | | | | | | 183.0 | 114.0 |
| | 11 | | | | | | | | | | | | | | | | | | 186.0 | 116.0 |
| | 12 | | | | | | | | | | | | | | | | | | 181.0 | 119.0 |
| | 13 | | | | | | | | | | | | | | | | | | 190.0 | 129.2 |
| | 14 | | | | | | | | | | | | | | | | | | 182.0 | 117.4 |
| | 15 | | | | | | | | | | | | | | | | | | 190.0 | 116.0 |
| | 16 | | | | | | | | | | | | | | | | | | 181.0 | 117.0 |
| | | MEDIA | 7.00 | 7.18 | 0.94 | 312.0 | 278.0 | 85.8 | 42.9 | 64.7 | 42.9 | 505 | 372 | 430.5 | 115 | 74.5 | 271 | 39.8 | <L.D.M. | 190.5 |
| | DES. EST. | 0.19 | 0.33 | 0.01 | 17.0 | 42.4 | 3.9 | 3.6 | 10.5 | 3.6 | 42.5 | 17.8 | 45.0 | 11.5 | 25.7 | 10.4 | 5.6 | | 8.0 | 7.7 |
| 8 | 1 | 7.0 | 7.3 | 0.96 | 312 | 260 | 74.1 | 44.4 | 56.7 | 44.4 | 432 | 330 | 240 | 70 | 185 | 260 | 30 | <L.D.M. | 154.0 | 105.0 |
| | 2 | 7.2 | 7.3 | 0.94 | 336 | 244 | 66.7 | 37.0 | 46.9 | 37.0 | 418 | 338 | 242 | 90 | 178 | 248 | 25 | <L.D.M. | 156.0 | 96.0 |
| | 3 | 7.5 | 7.8 | 0.98 | 320 | 232 | 50.6 | 43.4 | 50.5 | 43.4 | 418 | 302 | 346 | 131 | 188 | 171 | 20 | <L.D.M. | 158.0 | 104.0 |
| | 4 | 7.3 | 7.6 | 0.96 | 328 | 228 | 66.7 | 44.4 | 45.7 | 44.4 | 422 | 306 | 306 | 127 | 136 | 179 | 27 | <L.D.M. | 150.0 | 111.0 |
| | 5 | 7.4 | 7.5 | | | | | | | | 508 | 342 | | | | | | | 150.0 | 102.0 |
| | 6 | 7.0 | 7.2 | | | | | | | | 560 | 320 | | | | | | | 148.0 | 103.0 |
| | 7 | 7.1 | 7.3 | | | | | | | | 440 | 352 | | | | | | | 153.0 | 112.0 |
| | 8 | 7.2 | 7.2 | | | | | | | | 444 | 348 | | | | | | | 166.0 | 107.0 |
| | 9 | 7.2 | 7.4 | | | | | | | | | | | | | | | | 153.0 | 104.0 |
| | 10 | | | | | | | | | | | | | | | | | | 158.0 | 106.0 |
| | 11 | | | | | | | | | | | | | | | | | | 144.0 | 102.0 |
| | 12 | | | | | | | | | | | | | | | | | | 165.0 | 101.0 |
| | 13 | | | | | | | | | | | | | | | | | | 156.0 | 98.0 |
| | 14 | | | | | | | | | | | | | | | | | | 150.0 | 99.0 |
| | 15 | | | | | | | | | | | | | | | | | | 155.0 | 110.9 |
| | 16 | | | | | | | | | | | | | | | | | | 160.0 | 110.4 |
| | 17 | | | | | | | | | | | | | | | | | | 145.0 | 105.0 |
| | 18 | | | | | | | | | | | | | | | | | | 163.0 | 109.0 |
| | MEDIA | 7.22 | 7.42 | 0.96 | 324.0 | 241.0 | 64.5 | 42.3 | 49.9 | 42.3 | 455 | 330 | 283.5 | 105 | 171.8 | 214 | 25.5 | <L.D.M. | 154.7 | 104.7 |
| | DES. EST. | 0.17 | 0.19 | 0.02 | 10.3 | 14.4 | 9.9 | 3.6 | 4.9 | 3.6 | 51.5 | 18.8 | 51.7 | 29.5 | 24.2 | 46.0 | 4.2 | | 6.2 | 4.7 |
| 12 | 1 | 7.1 | 7.3 | 0.99 | 340 | 232 | 50.6 | 50.6 | 43.4 | 50.6 | 408 | 344 | 212 | 67 | 211 | 277 | 12 | <L.D.M. | 175.6 | 106.2 |
| | 2 | 6.9 | 7.3 | 0.98 | 336 | 212 | 56.0 | 40.0 | 56.0 | 40.0 | 428 | 344 | 254 | 209 | 147 | 135 | 14 | <L.D.M. | 144.0 | 96.0 |
| | 3 | 7.0 | 7.4 | 0.98 | 338 | 222 | 46.8 | 31.2 | 31.2 | 31.2 | 501 | 380 | 310 | 104 | 132 | 276 | 16 | <L.D.M. | 160.0 | 97.9 |
| | 4 | 7.0 | 7.2 | | | | 62.3 | 39.0 | 31.2 | 39.0 | 472 | 366 | 256 | 51 | 226 | 315 | 15 | <L.D.M. | 163.0 | 114.0 |
| | 5 | 7.1 | 7.4 | | | | | | | | 451 | 318 | | | | | | | 152.0 | 97.9 |
| | 6 | 7.1 | 7.4 | | | | | | | | 478 | 324 | | | | | | | 167.5 | 104.0 |
| | 7 | 7.2 | 7.4 | | | | | | | | 471 | 368 | | | | | | | 155.0 | 120.8 |
| | 8 | 7.1 | 7.3 | | | | | | | | 488 | 318 | | | | | | | 131.2 | 116.3 |
| | 9 | | | | | | | | | | | | | | | | | | 156.0 | 110.6 |
| | 10 | | | | | | | | | | | | | | | | | | 154.0 | 105.0 |
| | 11 | | | | | | | | | | | | | | | | | | 157.4 | 102.0 |
| | 12 | | | | | | | | | | | | | | | | | | 162.0 | 123.0 |
| | 13 | | | | | | | | | | | | | | | | | | 157.0 | 127.7 |
| | 14 | | | | | | | | | | | | | | | | | | 162.0 | 95.9 |
| | 15 | | | | | | | | | | | | | | | | | | 162.0 | 117.0 |
| | 16 | | | | | | | | | | | | | | | | | | 151.2 | 89.8 |
| | | MEDIA | 7.06 | 7.33 | 0.98 | 338.0 | 222.0 | 53.9 | 40.2 | 40.4 | 40.2 | 462 | 345 | 258.0 | 108 | 179.0 | 251 | 14.3 | <L.D.M. | 156.7 |
| | DES. EST. | 0.08 | 0.07 | 0.01 | 2.8 | 14.1 | 6.8 | 8.0 | 11.9 | 8.0 | 31.2 | 24.2 | 40.2 | 10.0 | 46.4 | 48.2 | 1.7 | | 9.8 | 10.1 |

ANEXO 3. CONTINUACIÓN

| TRH | REPETICIÓN | SPE (mg/L) | | Carbohidratos totales (mg/L) | | Proteínas totales (mg/L) | | SPEc (mg/L) | | SPEp (mg/L) | | PMSc (mg/L) | | PMSp (mg/L) | | Nitrógeno amoniacal (mg/L) | | Fósforo soluble (mg/L) | | FLUX MÁXIMO |
|------------------|------------|---------------|----------|------------------------------|----------|--------------------------|----------|---------------|----------|---------------|----------|---------------|----------|---------------|----------|----------------------------|----------|------------------------|----------|-------------|
| | | Efluente UASB | Permeado | Efluente UASB | Permeado | Efluente UASB | Permeado | Efluente UASB | Permeado | Efluente UASB | Permeado | Efluente UASB | Permeado | Efluente UASB | Permeado | Efluente UASB | Permeado | Efluente UASB | Permeado | |
| 4 | 1 | 20.5 | 15.0 | 6.9 | 0.3 | 5.0 | 1.7 | 1.4 | 1.2 | 2.0 | 1.5 | 4.5 | 0.3 | 1.7 | 1.7 | 28.0 | 22.4 | 1.9 | 0.6 | 106.15 |
| | 2 | 27.0 | 13.6 | 7.0 | 0.5 | 4.5 | 1.6 | 1.5 | 1.0 | 1.9 | 1.3 | 4.9 | 0.5 | 2.0 | 1.6 | 26.6 | 19.6 | 2.0 | 0.5 | 106.15 |
| | 3 | 23.0 | 12.0 | 7.0 | 0.7 | 4.0 | 1.3 | 2.3 | 1.3 | 1.4 | 0.7 | 5.0 | 0.7 | 1.8 | 1.3 | 28.0 | 18.2 | 2.1 | 0.4 | 115.00 |
| | 4 | 33.0 | 11.9 | 6.8 | 0.4 | 3.9 | 1.5 | 1.7 | 1.5 | 1.4 | 0.9 | 5.1 | 0.4 | 2.0 | 1.5 | 25.2 | 19.6 | 1.9 | 0.4 | 110.58 |
| | 5 | 33.0 | 11.9 | 6.5 | 0.3 | 3.6 | 1.8 | 2.3 | 1.8 | 1.4 | 0.7 | 5.1 | 0.3 | 1.7 | 1.8 | 29.4 | 19.6 | 1.7 | 0.5 | 106.15 |
| | 6 | 34.1 | 11.0 | 6.8 | 0.5 | 3.4 | 1.8 | 2.2 | 1.8 | 1.0 | 0.8 | 4.9 | 0.5 | 1.6 | 1.8 | 28.0 | 18.2 | 1.6 | 0.5 | |
| | 7 | 30.0 | 22.7 | 6.7 | 0.5 | 3.0 | 1.1 | 2.0 | 1.9 | 1.0 | 0.7 | 5.3 | 0.5 | 2.1 | 1.1 | 28.0 | 18.2 | 1.7 | 0.7 | |
| | 8 | 27.9 | 13.0 | 6.6 | 0.9 | 2.8 | 1.7 | 2.0 | 1.6 | 1.3 | 1.1 | 5.0 | 0.9 | 2.9 | 1.7 | 25.2 | 21.0 | 1.2 | 0.7 | |
| | 9 | 27.9 | 16.7 | 6.5 | 1.0 | 3.2 | 1.7 | 2.2 | 1.4 | 1.0 | 1.1 | 5.0 | 1.0 | 2.7 | 1.7 | 28.0 | 18.2 | 1.7 | 0.7 | |
| | 10 | 28.0 | 17.0 | 6.8 | 1.0 | 3.5 | 1.6 | 1.8 | 1.6 | 1.2 | 0.9 | 4.8 | 1.0 | 2.6 | 1.6 | 26.6 | 19.6 | 1.3 | 0.8 | |
| | 11 | 33.0 | 18.0 | 6.9 | 0.8 | 3.2 | 1.8 | 2.0 | 1.8 | 1.4 | 0.9 | 4.8 | 0.8 | 2.5 | 1.8 | 28.0 | 16.8 | 1.6 | 0.5 | |
| | 12 | 38.1 | 10.0 | 6.5 | 0.3 | 3.0 | 1.5 | 2.0 | 0.9 | 1.3 | 0.8 | 4.8 | 0.3 | 2.1 | 1.5 | 26.6 | 18.2 | 1.1 | 0.7 | |
| | 13 | 30.2 | 11.9 | 7.0 | 0.7 | 2.5 | 1.3 | 2.0 | 1.4 | 1.4 | 0.7 | 5.3 | 0.7 | 1.4 | 1.3 | 28.0 | 11.2 | 1.1 | 0.5 | |
| | 14 | 34.0 | 25.0 | 6.9 | 0.5 | 3.0 | 1.3 | 1.8 | 1.6 | 1.6 | 0.8 | 4.9 | 0.5 | 1.3 | 1.3 | 26.6 | 14.0 | 1.3 | 0.7 | |
| | 15 | 23.3 | 17.0 | 7.0 | 0.5 | 2.7 | 1.4 | 2.3 | 1.1 | 1.5 | 0.3 | 5.0 | 0.5 | 1.2 | 1.4 | 28.0 | 18.2 | 1.5 | 0.2 | |
| | 16 | 33.0 | 22.7 | 7.0 | 1.0 | 3.1 | 1.0 | 2.4 | 1.4 | 1.7 | 0.5 | 5.0 | 1.0 | 1.4 | 1.0 | 25.2 | 18.2 | 1.3 | 0.4 | |
| MEDIA | | 29.7 | 15.6 | 6.8 | 0.6 | 3.4 | 1.5 | 2.0 | 1.4 | 1.4 | 0.8 | 5.0 | 1.4 | 1.9 | 1.5 | 27.2 | 18.2 | 1.6 | 0.6 | 109 |
| DES. EST. | | 4.9 | 4.3 | 0.2 | 0.3 | 0.7 | 0.3 | 0.3 | 0.3 | 0.3 | 0.2 | 0.5 | 0.3 | 1.2 | 0.5 | 1.2 | 2.6 | 0.3 | 0.2 | 4.0 |
| 8 | 1 | 27.9 | 19.0 | 3.3 | 1.5 | 3.4 | 0.9 | 1.9 | 1.5 | 3.4 | 0.9 | 2.4 | 1.5 | 1.7 | 0.9 | 30.8 | 26.6 | 1.5 | 1.0 | 119.42 |
| | 2 | 23.0 | 15.0 | 2.9 | 1.9 | 3.3 | 0.9 | 1.6 | 1.9 | 3.3 | 0.9 | 2.3 | 1.9 | 2.0 | 0.9 | 28.0 | 29.4 | 1.4 | 1.0 | 106.15 |
| | 3 | 22.0 | 28.0 | 3.5 | 1.7 | 3.1 | 0.8 | 1.0 | 1.1 | 3.1 | 0.8 | 2.6 | 1.7 | 2.1 | 0.8 | 29.4 | 22.4 | 1.2 | 0.9 | 145.96 |
| | 4 | 27.0 | 29.0 | 3.5 | 1.6 | 3.4 | 0.9 | 1.1 | 1.3 | 3.4 | 0.9 | 2.5 | 1.6 | 1.8 | 0.9 | 28.0 | 23.8 | 1.3 | 0.8 | 123.84 |
| | 5 | 29.0 | 20.0 | 3.1 | 1.5 | 3.9 | 0.8 | 1.0 | 0.4 | 3.9 | 0.8 | 2.1 | 1.5 | 1.9 | 0.8 | 29.4 | 22.4 | 1.4 | 0.7 | 110.58 |
| | 6 | 26.0 | 21.0 | 3.4 | 1.4 | 3.5 | 0.7 | 1.4 | 0.4 | 3.5 | 0.7 | 2.4 | 1.4 | 2.1 | 0.7 | 26.6 | 23.8 | 1.1 | 0.7 | |
| | 7 | 26.0 | 11.0 | 3.7 | 1.3 | 2.9 | 1.0 | 1.0 | 0.6 | 2.9 | 1.0 | 2.7 | 1.3 | 2.0 | 1.0 | 29.4 | 18.2 | 1.3 | 0.6 | |
| | 8 | 20.0 | 12.0 | 3.7 | 1.1 | 2.7 | 1.1 | 1.5 | 0.8 | 2.7 | 1.1 | 2.2 | 1.1 | 1.7 | 1.1 | 26.6 | 21.0 | 0.8 | 0.5 | |
| | 9 | 24.0 | 13.0 | 3.0 | 0.9 | 3.0 | 1.0 | 1.6 | 0.5 | 3.0 | 1.0 | 3.0 | 0.9 | 1.5 | 1.0 | 30.8 | 15.4 | 1.1 | 0.5 | |
| | 10 | 17.0 | 17.0 | 2.9 | 1.7 | 3.4 | 1.2 | 1.1 | 0.4 | 3.4 | 1.2 | 2.9 | 1.7 | 2.0 | 1.2 | 28.0 | 16.8 | 1.0 | 0.5 | |
| | 11 | 18.0 | 13.0 | 3.3 | 1.9 | 2.8 | 1.6 | 1.0 | 0.7 | 2.8 | 1.6 | 2.3 | 1.9 | 1.8 | 1.6 | 29.4 | 11.2 | 1.1 | 0.7 | |
| | 12 | 20.0 | 17.0 | 3.8 | 0.8 | 3.0 | 1.2 | 1.2 | 0.5 | 3.0 | 1.2 | 2.4 | 0.8 | 1.9 | 1.2 | 28.0 | 14.0 | 1.4 | 0.5 | |
| | 13 | 28.0 | 15.0 | 3.1 | 1.5 | 3.2 | 1.0 | 1.0 | 0.2 | 3.2 | 1.0 | 2.1 | 1.5 | 2.0 | 1.0 | 30.8 | 15.4 | 1.4 | 0.5 | |
| | 14 | 20.0 | 18.0 | 3.0 | 1.4 | 3.4 | 0.8 | 1.5 | 0.3 | 3.4 | 0.8 | 2.5 | 1.4 | 1.8 | 0.8 | 28.0 | 14.0 | 1.6 | 0.5 | |
| | 15 | 28.0 | 11.0 | 2.9 | 1.3 | 3.4 | 1.2 | 1.0 | 0.2 | 3.4 | 1.2 | 2.9 | 1.3 | 1.9 | 1.2 | 23.8 | 14.0 | 1.5 | 0.4 | |
| | 16 | 28.0 | 28.0 | 3.2 | 1.6 | 3.0 | 1.3 | 1.0 | 0.3 | 3.0 | 1.3 | 3.2 | 1.6 | 1.8 | 1.3 | 30.8 | 15.4 | 1.4 | 0.2 | |
| | 17 | 24.0 | 27.0 | 3.1 | 1.7 | 3.3 | 1.0 | 1.2 | 0.8 | 3.3 | 1.0 | 2.1 | 1.7 | 2.0 | 1.0 | 29.4 | 14.0 | 1.2 | 0.4 | |
| | 18 | 20.0 | 22.0 | 3.5 | 1.8 | 3.6 | 1.5 | 1.5 | 0.7 | 3.6 | 1.5 | 2.0 | 1.8 | 2.0 | 1.5 | 25.2 | 15.4 | 1.0 | 0.4 | |
| MEDIA | | 23.8 | 18.7 | 3.3 | 1.5 | 3.2 | 1.1 | 1.3 | 0.7 | 3.2 | 1.1 | 2.5 | 1.5 | 1.9 | 1.1 | 28.5 | 18.5 | 1.3 | 0.6 | 105 |
| DES. EST. | | 3.9 | 6.2 | 0.3 | 0.3 | 0.3 | 0.2 | 0.3 | 0.5 | 0.3 | 0.2 | 0.3 | 0.3 | 0.2 | 0.2 | 2.0 | 5.2 | 0.2 | 0.2 | 15.5 |
| 12 | 1 | 14.0 | 14.3 | 4.9 | 2.0 | 4.0 | 1.7 | 2.0 | 0.3 | 0.5 | 0.4 | 2.9 | 1.4 | 2.8 | 1.7 | 30.8 | 15.4 | 1.0 | 0.3 | 150.38 |
| | 2 | 13.0 | 4.8 | 5.5 | 2.4 | 3.8 | 1.6 | 1.8 | 0.5 | 0.7 | 0.4 | 2.5 | 1.2 | 3.0 | 1.6 | 28.0 | 15.4 | 1.5 | 0.3 | 168.07 |
| | 3 | 17.0 | 11.4 | 5.3 | 2.4 | 3.9 | 2.1 | 2.3 | 0.7 | 0.8 | 0.4 | 2.3 | 1.3 | 2.8 | 2.1 | 28.0 | 12.6 | 1.0 | 0.2 | 154.81 |
| | 4 | 19.0 | 16.0 | 5.3 | 2.6 | 3.7 | 1.8 | 2.1 | 0.4 | 0.5 | 0.7 | 2.3 | 1.5 | 2.6 | 1.8 | 26.6 | 14.0 | 0.8 | 0.4 | 132.69 |
| | 5 | 17.0 | 11.4 | 5.6 | 1.9 | 4.3 | 1.9 | 1.7 | 0.3 | 0.5 | 0.7 | 2.6 | 1.2 | 2.5 | 1.9 | 29.4 | 14.0 | 1.0 | 0.2 | 123.84 |
| | 6 | 11.1 | 15.0 | 5.2 | 2.0 | 4.3 | 1.9 | 1.5 | 0.5 | 0.4 | 0.4 | 2.2 | 1.7 | 2.4 | 1.9 | 25.2 | 14.0 | 1.2 | 0.3 | |
| | 7 | 16.7 | 7.1 | 4.1 | 2.2 | 4.1 | 1.2 | 1.2 | 0.5 | 0.5 | 0.9 | 2.1 | 1.4 | 2.7 | 1.2 | 30.8 | 15.4 | 1.3 | 0.2 | |
| | 8 | 22.2 | 21.4 | 4.5 | 2.0 | 4.0 | 1.0 | 1.2 | 0.9 | 0.7 | 0.3 | 2.1 | 1.2 | 2.8 | 1.0 | 28.0 | 14.0 | 1.0 | 0.3 | |
| | 9 | 9.1 | 11.4 | 4.0 | 2.0 | 4.3 | 0.9 | 1.1 | 0.8 | 0.5 | 0.7 | 2.0 | 1.4 | 2.5 | 0.9 | 29.4 | 18.2 | 1.2 | 0.2 | |
| | 10 | 14.0 | 4.7 | 4.9 | 2.1 | 4.2 | 0.8 | 1.0 | 0.6 | 0.6 | 0.4 | 2.9 | 1.5 | 2.5 | 0.8 | 26.6 | 16.8 | 1.0 | 0.3 | |
| | 11 | 19.0 | 17.6 | 4.9 | 1.8 | 4.5 | 1.3 | 2.0 | 0.9 | 0.4 | 0.9 | 2.9 | 1.2 | 2.6 | 1.3 | 30.8 | 15.4 | 1.2 | 0.2 | |
| | 12 | 15.0 | 2.3 | 4.8 | 1.9 | 4.3 | 1.9 | 1.7 | 0.9 | 0.3 | 0.3 | 2.8 | 1.4 | 2.7 | 1.9 | 28.0 | 18.2 | 1.4 | 0.3 | |
| | 13 | 17.0 | 27.8 | 4.1 | 2.5 | 4.5 | 1.6 | 1.7 | 0.3 | 0.3 | 0.2 | 2.1 | 1.7 | 2.5 | 1.6 | 32.2 | 18.2 | 1.4 | 0.2 | |
| | 14 | 15.0 | 22.7 | 4.4 | 2.6 | 4.2 | 1.3 | 1.5 | 0.7 | 0.4 | 0.4 | 2.4 | 1.2 | 2.7 | 1.3 | 30.8 | 16.8 | 1.0 | 0.4 | |
| | 15 | 22.7 | 20.0 | 5.3 | 2.2 | 4.0 | 1.3 | 2.0 | 0.8 | 0.4 | 0.5 | 2.3 | 1.5 | 2.8 | 1.3 | 29.4 | 14.0 | 1.1 | 0.2 | |
| | 16 | 19.0 | 16.7 | 5.9 | 2.1 | 4.3 | 1.7 | 2.3 | 0.8 | 0.2 | 0.6 | 2.9 | 1.3 | 2.9 | 1.7 | 28.0 | 16.8 | 1.3 | 0.3 | |
| MEDIA | | 16.7 | 14.3 | 4.9 | 2.2 | 4.1 | 1.5 | 1.7 | 0.6 | 0.5 | 0.5 | 2.5 | 0.6 | 2.7 | 1.5 | 28.9 | 15.7 | 1.2 | 0.3 | 146 |
| DES. EST. | | 4.1 | 7.2 | 0.6 | 0.3 | 0.2 | 0.4 | 0.4 | 0.2 | 0.2 | 0.2 | 0.2 | 0.3 | 0.2 | 0.4 | 1.9 | 1.8 | 0.2 | 0.1 | 17.7 |

ANEXO 4. ANÁLISIS ESTADÍSTICO DE LOS DATOS OBTENIDOS A ESCALA LABORATORIO

1. Análisis de la influencia del TRH en el taponamiento

1.1. Prueba de la normalidad de los datos

La prueba Shapiro-Wilk fue empleada para examinar la normalidad de los datos obtenidos para cada parámetro durante el experimento con cada uno de los TRH estudiados. En dicha prueba se evalúa la hipótesis nula de que una muestra x_1, x_2, \dots, x_n proviene de una población normalmente distribuida y se recomienda su aplicación cuando el número de observaciones es menor a 2000 (Montgomery y Runger, 2002).

Los cálculos se realizaron utilizando el programa SPSS 11.0 (SPSS Inc, USA). Si el valor de p obtenido es menor que el valor escogido de alfa (que en este caso es 0.05, ya que se trabajó dentro del intervalo de confianza de 95%) la hipótesis nula es rechazada, es decir, la población no sigue una distribución normal. Si el valor de p es mayor que el valor de alfa, no se rechaza la hipótesis nula de que la población está normalmente distribuida. Así, los valores sombreados en la columna de p de la tabla A1 señalan los parámetros que presentaron una distribución normal.

Tabla A1. Resultados de la prueba Shapiro-Wilk para los datos obtenidos en los experimentos a escala laboratorio

| Parámetro | TRH | Shapiro-Wilk | | |
|--|--------------|-------------------------|----------------|-------------------------|
| | | Estadístico | gl | p |
| Nitrógeno amoniacal efluente UASB | 4 8 12 | 0.956 0.878 0.886 | 15 16 18 | 0.630 0.037 0.034 |
| Nitrógeno amoniacal permeado | 4 8 12 | 0.861 0.921 0.961 | 15 16 18 | 0.025 0.174 0.624 |
| Fósforo efluente UASB | 4 8 12 | 0.951 0.636 0.970 | 15 16 18 | 0.535 0.000 0.804 |
| Fósforo permeado | 4 8 12 | 0.848 0.780 0.882 | 15 16 18 | 0.016 0.001 0.028 |
| Carbohidratos totales efluente UASB | 4 8 12 | 0.921 0.942 0.959 | 15 16 18 | 0.197 0.374 0.584 |
| Carbohidratos totales permeado | 4 8 12 | 0.914 0.870 0.940 | 15 16 18 | 0.158 0.028 0.295 |
| Proteínas totales efluente UASB | 4 8 12 | 0.944 0.826 0.747 | 15 16 18 | 0.440 0.006 0.000 |
| Proteínas totales permeado | 4 8 12 | 0.941 0.899 0.888 | 15 16 18 | 0.392 0.078 0.036 |
| SPEc efluente | 4 | 0.843 | 15 | 0.014 |

| | | | | |
|---------------|----|-------|----|-------|
| UASB | 8 | 0.952 | 16 | 0.515 |
| | 12 | 0.966 | 18 | 0.715 |
| SPEc | 4 | 0.914 | 15 | 0.158 |
| | 8 | 0.889 | 16 | 0.054 |
| permeado | 12 | 0.864 | 18 | 0.014 |
| | 4 | 0.941 | 15 | 0.398 |
| SPEp efluente | 8 | 0.932 | 16 | 0.265 |
| | 12 | 0.882 | 18 | 0.029 |
| UASB | 4 | 0.893 | 15 | 0.075 |
| | 8 | 0.913 | 16 | 0.132 |
| permeado | 12 | 0.888 | 18 | 0.036 |
| | 4 | 0.932 | 15 | 0.296 |
| PMSc efluente | 8 | 0.930 | 16 | 0.243 |
| | 12 | 0.962 | 18 | 0.636 |
| UASB | 4 | 0.914 | 15 | 0.158 |
| | 8 | 0.929 | 16 | 0.234 |
| permeado | 12 | 0.940 | 18 | 0.295 |
| | 4 | 0.943 | 15 | 0.418 |
| PMSp efluente | 8 | 0.935 | 16 | 0.294 |
| | 12 | 0.776 | 18 | 0.001 |
| UASB | 4 | 0.900 | 15 | 0.095 |
| | 8 | 0.884 | 16 | 0.045 |
| permeado | 12 | 0.888 | 18 | 0.036 |
| | 4 | 0.964 | 15 | 0.754 |
| PMS efluente | 8 | 0.864 | 16 | 0.022 |
| | 12 | 0.936 | 18 | 0.251 |
| UASB | 4 | 0.919 | 15 | 0.185 |
| | 8 | 0.961 | 16 | 0.689 |
| permeado | 12 | 0.951 | 18 | 0.440 |
| | 4 | 0.969 | 15 | 0.848 |
| SPE efluente | 8 | 0.934 | 16 | 0.280 |
| | 12 | 0.957 | 18 | 0.544 |
| UASB | 4 | 0.979 | 15 | 0.964 |
| | 8 | 0.897 | 16 | 0.073 |
| permeado | 12 | 0.976 | 18 | 0.906 |

1.2. Prueba ANOVA paramétrica

Uno de los supuestos de la prueba ANOVA es que los datos deben seguir una distribución normal, razón por la cual sólo se aplicó en las variables que mostraron una distribución normal en la prueba Shapiro-Wilk.

En la prueba ANOVA se estudian las dispersiones o varianzas de los grupos, así como sus medias y la posibilidad de crear subconjuntos de grupos con medias iguales. En esta prueba se examina la hipótesis nula de que las medias de los k grupos son iguales y por tanto las diferencias encontradas pueden explicarse por el azar. Dicho de otro modo, los grupos proceden de poblaciones con medias iguales (Montgomery y Runger, 2002).

Hipótesis nula (H_0): $\mu_1 = \mu_2 = \dots = \mu_k$

Los cálculos se realizaron utilizando el programa SPSS 11.0 (SPSS Inc, USA). Para interpretar los datos se compara el valor obtenido de p con el valor escogido de alfa (que en este caso corresponde a 0.05, ya que se trabajó dentro de un intervalo de confianza del 95%), si el valor de p es menor a 0.05 se rechaza la hipótesis nula y, por tanto, se considera que existe una diferencia significativa entre las medias obtenidas para cada uno de los TRH estudiados. La tabla A2 muestra los resultados de la prueba ANOVA para los datos obtenidos a escala laboratorio.

Tabla A2. Resultados de la prueba ANOVA realizada en los datos obtenidos a escala laboratorio

| Variable | | Suma de cuadrados | gl | Media de cuadrados | F | p |
|---|----------------------|-------------------|----|--------------------|----------|-------|
| Carbohidratos totales efluente UASB | Entre Grupos | 1281.421 | 2 | 640.711 | 4030.049 | 0.000 |
| | Dentro de los grupos | 7.631 | 48 | 0.159 | | |
| | Total | 1289.052 | 50 | | | |
| PMSc efluente UASB | Entre Grupos | 494.831 | 2 | 247.416 | 1041.369 | 0.000 |
| | Dentro de los grupos | 11.404 | 48 | 0.238 | | |
| | Total | 506.235 | 50 | | | |
| PMSc permeado | Entre Grupos | .247 | 2 | 0.123 | 1.135 | 0.330 |
| | Dentro de los grupos | 5.223 | 48 | 0.109 | | |
| | Total | 5.470 | 50 | | | |
| PMS permeado | Entre Grupos | 12572.421 | 2 | 6286.210 | 71.376 | 0.000 |
| | Dentro de los grupos | 4051.292 | 46 | 88.072 | | |
| | Total | 16623.713 | 48 | | | |
| SPE efluente UASB | Entre Grupos | 3245.237 | 2 | 1622.619 | 31.096 | 0.000 |
| | Dentro de los grupos | 2400.353 | 46 | 52.182 | | |
| | Total | 5645.590 | 48 | | | |
| SPE permeado | Entre Grupos | 859.814 | 2 | 429.907 | 11.598 | 0.000 |
| | Dentro de los grupos | 1705.029 | 46 | 37.066 | | |
| | Total | 2564.843 | 48 | | | |

1.3. Prueba ANOVA no paramétrica (Kruskal-Wallis)

La prueba de Kruskal-Wallis es un método no paramétrico para probar si un grupo de datos proviene de la misma población. Al ser una prueba no paramétrica, la prueba Kruskal-Wallis no asume la normalidad de los datos, en oposición a la tradicional ANOVA, aunque intuitivamente es igual a ésta con datos reemplazados por categorías.

El interés radica en probar la hipótesis nula de que las k muestras aleatorias provienen de la misma población o de poblaciones con distribuciones idénticas con la misma mediana. Si el valor obtenido de p es menor a 0.05 (dentro de un intervalo de confianza del 95%), se rechaza la hipótesis nula y por tanto se considera que existen diferencias entre las medianas de las variables analizadas; caso contrario ($p > 0.05$), se considera cierta la hipótesis nula.

$$H_0: f_1(\mathbf{X}) \cong f_2(\mathbf{X}) \cong f_3(\mathbf{X}) \cong \dots f_k(\mathbf{X})$$

donde $f_1(\mathbf{X})$, $f_2(\mathbf{X})$, $f_3(\mathbf{X})$, ..., $f_k(\mathbf{X})$ son las correspondientes funciones de densidad de probabilidad (Montgomery y Runger, 2002). La hipótesis nula se rechaza cuando el valor p es inferior a 0.05, indica diferencias de las variables entre los diferentes TRH estudiados. Los cálculos se realizaron utilizando el programa SPSS 11.0 (SPSS Inc, USA). La tabla A3 muestra los resultados de la prueba Kruskal-Wallis para los datos de los experimentos a escala laboratorio.

Tabla A3. Resultados de la prueba Kruskal-Wallis para los datos obtenidos a escala laboratorio

| Variable | Chi-Cuadrado | gl | p |
|---------------------------------|--------------|----|-------|
| Fósforo efluente UASB | 31.797 | 2 | 0.000 |
| Fósforo permeado | 15.721 | 2 | 0.000 |
| Carbohidratos totales permeado | 2.424 | 2 | 0.298 |
| Proteínas totales efluente UASB | 25.626 | 2 | 0.000 |
| Proteínas totales permeado | 27.926 | 2 | 0.000 |
| SPEc efluente UASB | 34.656 | 2 | 0.000 |
| SPEc permeado | 19.950 | 2 | 0.000 |
| SPEp efluente UASB | 41.756 | 2 | 0.000 |
| SPEp permeado | 19.084 | 2 | 0.000 |
| PMSp efluente UASB | 12.903 | 2 | 0.002 |
| PMSp permeado | 4.990 | 2 | 0.083 |
| PMS efluente UASB | 35.954 | 2 | 0.000 |

2. Análisis de la influencia de la presencia del fósforo en el taponamiento

2.1. Prueba de normalidad

Al igual que en el análisis de la influencia del TRH en el taponamiento a escala laboratorio (sección 1.1 del ANEXO 3), en este caso también se empleó la prueba Shapiro-Wilk para evaluar la normalidad de los datos obtenidos. Los cálculos se realizaron utilizando el programa SPSS 11.0 (SPSS Inc, USA). Los datos sombreados en la columna p de la tabla A4 corresponden a las variables que mostraron una distribución normal.

Tabla A4. Resultados de la prueba Shapiro-Wilk para los datos obtenidos en los experimentos a escala laboratorio cuando se evaluó la influencia del fósforo

| Parámetro | Presencia de fósforo | Shapiro-Wilk | | |
|-----------------------------------|----------------------|--------------|----|-------|
| | | Estadístico | gl | p |
| Nitrógeno amoniacal efluente UASB | Si | 0.941 | 49 | 0.016 |
| | No | 0.942 | 50 | 0.016 |
| Nitrógeno amoniacal | Si | 0.957 | 49 | 0.069 |

| | | | | |
|-------------------------------------|----|-------|----|-------|
| permeado | No | 0.930 | 50 | 0.006 |
| Fósforo efluente UASB | Si | 0.856 | 49 | 0.000 |
| | No | 0.954 | 50 | 0.049 |
| Fósforo permeado | Si | 0.956 | 49 | 0.064 |
| | No | 0.925 | 50 | 0.004 |
| Carbohidratos totales efluente UASB | Si | 0.710 | 49 | 0.000 |
| | No | 0.879 | 50 | 0.000 |
| Carbohidratos totales permeado | Si | 0.958 | 49 | 0.077 |
| | No | 0.949 | 50 | 0.031 |
| Proteínas totales efluente UASB | Si | 0.946 | 49 | 0.025 |
| | No | 0.966 | 50 | 0.161 |
| Proteínas totales permeado | Si | 0.926 | 49 | 0.004 |
| | No | 0.957 | 50 | 0.064 |
| SPEc efluente UASB | Si | 0.760 | 49 | 0.000 |
| | No | 0.923 | 50 | 0.003 |
| SPEc permeado | Si | 0.933 | 49 | 0.008 |
| | No | 0.929 | 50 | 0.005 |
| SPEp efluente UASB | Si | 0.946 | 49 | 0.026 |
| | No | 0.877 | 50 | 0.000 |
| SPEp permeado | Si | 0.886 | 49 | 0.000 |
| | No | 0.973 | 50 | 0.303 |
| PMSc efluente UASB | Si | 0.752 | 49 | 0.000 |
| | No | 0.784 | 50 | 0.000 |
| PMSc permeado | Si | 0.970 | 49 | 0.241 |
| | No | 0.936 | 50 | 0.009 |
| PMSp efluente UASB | Si | 0.953 | 49 | 0.050 |
| | No | 0.947 | 50 | 0.025 |
| PMSp permeado | Si | 0.928 | 49 | 0.005 |
| | No | 0.954 | 50 | 0.048 |
| PMS efluente UASB | Si | 0.808 | 49 | 0.000 |
| | No | 0.923 | 50 | 0.003 |
| PMS permeado | Si | 0.917 | 49 | 0.002 |
| | No | 0.966 | 50 | 0.160 |
| SPE efluente UASB | Si | 0.960 | 49 | 0.094 |
| | No | 0.980 | 50 | 0.561 |
| SPE permeado | Si | 0.987 | 49 | 0.854 |
| | No | 0.970 | 50 | 0.225 |

2.2. Prueba t-student

Con la prueba t-student se comparan las medias y las desviaciones estándar de dos grupos de datos que siguen una distribución normal y determina si entre esos parámetros las diferencias son estadísticamente significativas o si sólo son diferencias aleatorias. La hipótesis nula consiste en que las medias de los 2 grupos son iguales y por tanto las diferencias encontradas pueden explicarse por el azar. Dicho de otro modo, los grupos proceden de poblaciones con medias iguales (Montgomery y Runger, 2003). Hipótesis nula (H_0): $\mu_1 = \mu_2$.

La prueba t-student sólo se aplicó en los datos que tuvieron distribución normal tanto cuando fue añadido fósforo, como cuando no fue añadido al influente del sistema. Se rechazó la hipótesis nula cuando el valor de sig. fue menor a 0.05. Los cálculos se realizaron utilizando el programa SPSS 11.0 (SPSS Inc, USA). La tabla A5 muestra los resultados obtenidos.

Tabla A5. Resultados de la prueba t-student para los datos obtenidos a escala laboratorio cuando se evaluó la influencia del fósforo en el taponamiento.

| | | Independent Samples Test | | | | | | | | | |
|----------|-----------------------------|---|------|------------------------------|--------|-----------------|-----------------|-----------------------|--------|---|--|
| | | Levene's Test for Equality of Variances | | t-test for Equality of Means | | | | | | 95% Confidence Interval of the Difference | |
| | | F | Sig. | t | df | Sig. (2-tailed) | Mean Difference | Std. Error Difference | Lower | Upper | |
| SPE_UASB | Equal variances assumed | 11,648 | ,001 | 2,048 | 97 | ,043 | 3,7148 | 1,8142 | ,1142 | 7,3155 | |
| | Equal variances not assumed | | | 2,039 | 80,305 | ,045 | 3,7148 | 1,8223 | ,0885 | 7,3412 | |
| SPE_MEM | Equal variances assumed | ,776 | ,380 | 2,991 | 97 | ,004 | 4,0787 | 1,3635 | 1,3726 | 6,7849 | |
| | Equal variances not assumed | | | 2,987 | 93,967 | ,004 | 4,0787 | 1,3657 | 1,3671 | 6,7904 | |

2.2. Prueba U de Mann-Whitney

En estadística la prueba U de Mann-Whitney (también llamada de Mann-Whitney-Wilcoxon. prueba de suma de rangos Wilcoxon. o prueba de Wilcoxon-Mann-Whitney) es una prueba no paramétrica aplicada a dos muestras independientes. Es, de hecho, la versión no paramétrica de la habitual prueba t-Student.

Bajo la hipótesis nula, es que las dos muestras, de tamaño n_1 y n_2 , respectivamente, proceden de poblaciones idénticas: $H_0: f_1(x)=f_2(x)$. Se acepta la hipótesis nula cuando el valor de p es mayor a 0.05 (dentro del intervalo de confianza del 95%), caso contrario se rechaza la hipótesis nula y se acepta que las medianas de los datos son significativamente diferentes (Montgomery y Runger, 2003). Los cálculos se realizaron utilizando el programa SPSS 11.0 (SPSS Inc, USA). En la tabla A6 se muestran los resultados obtenidos.

Tabla A6. Resultados de la prueba U de Mann-Whitney para los datos obtenidos a escala laboratorio cuando se evaluó la influencia del fósforo en el taponamiento

| Variable | U Mann-Whitney | p (2-colas) |
|-------------------------------------|----------------|-------------|
| Fósforo efluente UASB | 0.000 | 0.000 |
| Fósforo permeado | 0.000 | 0.000 |
| Carbohidratos totales efluente UASB | 1062.500 | 0.149 |
| Carbohidratos totales permeado | 1250.000 | 0.865 |
| Proteínas totales efluente UASB | 1125.500 | 0.309 |
| Proteínas totales permeado | 752.000 | 0.000 |
| SPEc efluente UASB | 1017.500 | 0.080 |
| SPEc permeado | 636.000 | 0.000 |
| SPEp efluente UASB | 1119.000 | 0.289 |
| SPEp permeado | 1188.000 | 0.553 |
| PMSc efluente UASB | 1170.500 | 0.477 |
| PMSc permeado | 777.000 | 0.001 |

ANEXO 5. CONTINUACIÓN

| TRH | Repetición | Nitrógeno (mg/L) | | | Fósforo (mg/L) | | | Magnesio (mg/L) | | Calcio | | PMS (mg/L) | | SPE (mg/L) | | Carbohidratos totales (mg/L) | | | PMSc (mg/L) | | | SPEc (mg/L) | |
|------------|------------|------------------|----------------|----------|----------------|----------------|----------|-----------------|----------|----------------|----------|----------------|----------|----------------|----------|------------------------------|----------------|----------|-------------|----------------|----------|----------------|----------|
| | | Influyente | Effluente UASB | Permeado | Influyente | Effluente UASB | Permeado | Effluente UASB | Permeado | Effluente UASB | Permeado | Effluente UASB | Permeado | Effluente UASB | Permeado | Influyente | Effluente UASB | Permeado | Influyente | Effluente UASB | Permeado | Effluente UASB | Permeado |
| 4 | 1 | 5.6 | 12.6 | 18.2 | 6 | 6 | 4.9 | 17.5 | 16.4 | 23.9 | 24.4 | 105 | 59 | 40 | 17 | 58.45 | 20.30 | 2.80 | 15.65 | 1.60 | 2.40 | 1.50 | 1.60 |
| | 2 | 7 | 14 | 16.8 | 1.9 | 6.3 | 3.7 | 13.9 | 12.5 | 22.5 | 21.8 | 90 | 56 | 31 | 18 | 59.15 | 15.10 | 0.55 | 17.00 | 1.60 | 0.55 | 6.50 | 0.50 |
| | 3 | 11.2 | 19.6 | 23.8 | 2.7 | 6.8 | 5.8 | 14 | 10.6 | 21.9 | 21.4 | 91 | 54 | 33 | 16 | 57.30 | 10.10 | 1.25 | 19.15 | 3.60 | 1.25 | 4.20 | 0.50 |
| | 4 | 12.6 | 22.4 | 26.6 | 3.3 | 7 | 6 | 13.2 | 16.1 | 35.1 | 39 | 107 | 52 | 27 | 12 | 49.45 | 13.90 | 1.10 | 13.35 | 5.00 | 1.10 | 0.95 | 1.10 |
| | 5 | 19.6 | 22.4 | 26.6 | 4.9 | 6.1 | 5.7 | 13.8 | 16 | 30.1 | 32.9 | 130 | 57 | 15 | 18 | 87.85 | 8.85 | 0.50 | 18.95 | 3.25 | 0.30 | 1.10 | 0.20 |
| | 6 | 23.8 | 28 | 26.6 | 5.6 | 6.8 | 5.6 | 17.3 | 16.7 | 29.4 | 28.9 | 97 | 55 | 13 | 14 | 97.90 | 9.80 | 1.50 | 16.25 | 3.30 | 0.70 | 0.45 | 0.35 |
| | 7 | 14 | 11.2 | 14 | 4.3 | 4 | 3.6 | 14.3 | 11.3 | 36.8 | 30.4 | 102 | 52 | 20 | 5 | 115.00 | 16.75 | 2.05 | 14.70 | 3.95 | 2.00 | 0.70 | 0.50 |
| | 8 | 35 | 12.6 | 9.8 | 18.3 | 6.9 | 2.2 | 19.6 | 17.3 | 36.8 | 34.2 | 104 | 50 | 6 | 10 | 259.60 | 16.30 | 1.20 | 18.45 | 3.15 | 0.70 | 0.80 | 0.50 |
| | 9 | 11.2 | 35 | 26.6 | 2.3 | 17.2 | 7.5 | | | | | 107 | 48 | 7 | 8 | 232.95 | 15.25 | 2.90 | 13.75 | 2.35 | 0.70 | 0.70 | 0.45 |
| | 10 | 22.4 | 26.6 | 23.8 | 6 | 9.2 | 5.6 | | | | | 97 | 42 | 19 | 4 | 46.75 | 14.80 | 3.60 | 29.65 | 1.30 | 2.75 | 1.25 | 0.70 |
| | 11 | 7 | 22.4 | 22.4 | 2 | 6.6 | 5.4 | | | | | 87 | 48 | 16 | 5 | 71.75 | 14.00 | 3.65 | 23.55 | 6.30 | 2.80 | 1.25 | 1.00 |
| | 12 | 14 | 22.4 | 26.6 | 5 | 7.8 | 5.1 | | | | | 90 | 45 | 17 | 7 | 143.10 | 13.95 | 2.85 | 19.50 | 10.65 | 2.80 | 0.55 | 0.90 |
| | 13 | 15.4 | 29.4 | 28 | 4.6 | 7.9 | 4.9 | | | | | 94 | 42 | 17 | 16 | 141.95 | 14.90 | 3.70 | 16.50 | 7.40 | 1.85 | 0.65 | 1.00 |
| | 14 | 16.8 | 28 | 28 | 3.9 | 9.7 | 5.1 | | | | | 113 | 42 | 23 | 7 | 58.65 | 18.45 | 3.05 | 14.70 | 1.40 | 2.90 | 0.65 | 0.90 |
| | 15 | 14 | 23.8 | 16.8 | 5.4 | 10.6 | 4.7 | | | | | 120 | 53 | 22 | 17 | 116.65 | 14.00 | 4.60 | 20.95 | 4.20 | 3.50 | 0.80 | 0.80 |
| | 16 | 14 | 28 | 23.8 | 3.2 | 8.5 | 5 | | | | | 95 | 40 | 12 | 14 | 95.90 | 14.40 | 3.00 | 20.95 | 3.65 | 1.60 | 0.75 | 0.70 |
| | 17 | 12.6 | 28 | 25.2 | 5.3 | 12.1 | 9.1 | | | | | 102 | 54 | 26 | 9 | 377.85 | 15.90 | 3.60 | 20.65 | 2.75 | 3.00 | 0.30 | 0.25 |
| | 18 | 18.2 | 29.4 | 16.8 | 4.3 | 12 | 8.8 | | | | | 110 | 50 | 18 | 12 | 245.00 | 14.70 | 3.85 | 12.40 | 5.00 | 3.40 | 0.75 | 0.40 |
| | 19 | 21 | 35 | 21 | 4.3 | 12.9 | 9.2 | | | | | 121 | 50 | 20 | 12 | 315.35 | 14.85 | 5.95 | 15.20 | 1.50 | 5.10 | 0.90 | 1.30 |
| Media | | 15.5 | 23.7 | 22.2 | 4.9 | 8.7 | 5.7 | 15.5 | 14.6 | 29.6 | 29.1 | 103 | 50 | 20 | 12 | 138.45 | 14.54 | 2.72 | 17.96 | 3.79 | 2.07 | 1.30 | 0.72 |
| Desviación | | 6.9 | 7.2 | 5.3 | 3.5 | 3.1 | 1.8 | 2.3 | 2.7 | 6.3 | 6.3 | 12 | 6 | 9 | 5 | 99.18 | 2.74 | 1.44 | 4.14 | 2.36 | 1.27 | 1.51 | 0.37 |
| 8 | 1 | 53.2 | 53.2 | 53.2 | 8 | 9.9 | 9 | 14.2 | 16.6 | 28.8 | 33.5 | 85 | 42 | 10 | 4 | 41.50 | 9.95 | 3.00 | 19.90 | 1.10 | 2.50 | 0.70 | 0.55 |
| | 2 | 5.6 | 18.2 | 18.2 | 4.4 | 5.8 | 5 | 12.7 | 13.2 | 28.7 | 27.8 | 88 | 46 | 17 | 9 | 331.30 | 9.60 | 1.65 | 16.10 | 0.60 | 1.00 | 0.50 | 0.10 |
| | 3 | 15.4 | 40.6 | 40.6 | 4.9 | 7.9 | 6.6 | 11.6 | 11.2 | 29.1 | 27.5 | 118 | 43 | 36 | 11 | 309.90 | 7.55 | 3.50 | 15.70 | 4.50 | 2.10 | 0.55 | 0.20 |
| | 4 | 19.6 | 57.4 | 51.8 | 4.9 | 9.7 | 8.4 | 18.3 | 17.4 | 27.8 | 27.3 | 82 | 44 | 20 | 9 | 327.50 | 9.70 | 2.90 | 14.30 | 4.30 | 2.10 | 0.50 | 0.30 |
| | 5 | 49 | 30.8 | 51.8 | 8.9 | 9.5 | 8.4 | 12.5 | 13.3 | 22.4 | 22.5 | 88 | 45 | 12 | 6 | 244.80 | 9.25 | 2.90 | 20.30 | 1.35 | 2.10 | 0.50 | 0.30 |
| | 6 | 33.6 | 84 | 82.6 | 7.5 | 13.5 | 12.6 | 18.3 | 17.2 | 29 | 28.3 | 98 | 56 | 24 | 10 | 334.00 | 10.55 | 1.70 | 15.05 | 2.25 | 1.40 | 0.70 | 0.60 |
| | 7 | 30.8 | 86.8 | 84 | 5.8 | 11.5 | 10.3 | 16.1 | 15.2 | 26.6 | 26.5 | 86 | 40 | 13 | 10 | 445.95 | 11.85 | 5.35 | 16.15 | 1.40 | 2.70 | 0.60 | 0.15 |
| | 8 | 37.8 | 86.8 | 82.6 | 9.1 | 14.6 | 12.5 | 14.8 | 16.3 | 25.5 | 27.6 | 87 | 55 | 22 | 9 | 406.75 | 9.45 | 4.70 | 20.80 | 8.20 | 4.40 | 1.80 | 0.70 |
| | 9 | 64.4 | 91 | 82.6 | 10.1 | 13.9 | 11.1 | | | | | 64 | 46 | 10 | 5 | 450.90 | 10.70 | 2.00 | 15.20 | 1.95 | 1.25 | 0.75 | 0.40 |
| | 10 | 25.2 | 32.2 | 32.2 | 3.9 | 6.5 | 4.5 | | | | | 63 | 41 | 9 | 4 | 318.50 | 13.90 | 2.65 | 22.35 | 3.55 | 2.45 | 1.30 | 0.60 |
| | 11 | 14 | 36.4 | 35 | 3.2 | 5.9 | 4.9 | | | | | 71 | 35 | 21 | 9 | 387.85 | 8.95 | 1.75 | 17.50 | 4.10 | 0.25 | 0.55 | 0.10 |
| | 12 | 4.2 | 64.4 | 56 | 2.5 | 10 | 8.1 | | | | | 79 | 40 | 6 | 4 | 277.30 | 8.35 | 1.40 | 25.35 | 3.15 | 0.75 | 1.35 | 0.55 |
| | 13 | 14 | 77 | 70 | 4.4 | 11 | 10 | | | | | 93 | 43 | 17 | 6 | 337.50 | 10.25 | 1.10 | 23.70 | 2.20 | 1.10 | 1.10 | 0.75 |
| | 14 | 32.2 | 85.4 | 81.2 | 5.8 | 14.3 | 11.8 | | | | | 83 | 44 | 30 | 5 | 411.80 | 12.70 | 2.15 | 16.40 | 3.30 | 1.40 | 1.50 | 0.25 |
| | 15 | 25.2 | 37.8 | 35 | 6 | 11.2 | 8.7 | | | | | 89 | 42 | 7 | 5 | 134.50 | 15.50 | 3.30 | 27.90 | 4.85 | 2.20 | 0.80 | 0.35 |
| | 16 | 35 | 33.6 | 28 | 7.4 | 11.5 | 8 | | | | | 74 | 44 | 28 | 15 | 100.00 | 10.00 | 2.25 | 14.40 | 3.10 | 1.30 | 1.10 | 0.70 |
| | 17 | 16.8 | 78.4 | 60.2 | 3.3 | 13.8 | 8.7 | | | | | 77 | 53 | 22 | 7 | 102.40 | 14.90 | 2.20 | 14.70 | 4.10 | 1.60 | 0.75 | 0.10 |
| | 18 | 12.6 | 61.6 | 58.8 | 4.5 | 9.9 | 8.3 | | | | | 88 | 59 | 14 | 9 | 309.85 | 16.45 | 3.80 | 30.15 | 4.35 | 2.70 | 0.45 | 0.45 |
| | 19 | 18.2 | 64.4 | 60.2 | 3.8 | 10 | 8.9 | | | | | 74 | 55 | 34 | 18 | 318.50 | 12.10 | 1.75 | 16.75 | 5.40 | 1.10 | 0.95 | 0.65 |
| Media | | 26.7 | 58.9 | 56.0 | 5.7 | 10.5 | 8.7 | 14.8 | 15.1 | 27.2 | 27.6 | 84 | 46 | 19 | 8 | 294.25 | 11.14 | 2.63 | 19.09 | 3.36 | 1.81 | 0.87 | 0.41 |
| Desviación | | 16.2 | 23.4 | 20.7 | 2.2 | 2.7 | 2.4 | 2.6 | 2.3 | 2.3 | 3.0 | 12 | 7 | 9 | 4 | 119.50 | 2.51 | 1.12 | 4.81 | 1.82 | 0.94 | 0.39 | 0.22 |
| 12 | 1 | 91 | 22.4 | 91 | 5 | 12.2 | 8.1 | 16.2 | 18.5 | 35.8 | 36 | 91 | 45 | 18 | 12 | 347.20 | 9.90 | 1.70 | 12.15 | 1.95 | 0.70 | 1.45 | 0.10 |
| | 2 | 86.8 | 86.8 | 75.6 | 3.9 | 13.6 | 11 | 17.1 | 15.6 | 35.2 | 29.9 | 117 | 53 | 21 | 7 | 168.80 | 7.20 | 1.10 | 15.05 | 7.05 | 0.45 | 0.60 | 0.10 |
| | 3 | 12.6 | 58.8 | 74.2 | 2.6 | 10 | 9.3 | 6.9 | 11.3 | 20.3 | 26.3 | 87 | 49 | 14 | 2 | 108.60 | 8.50 | 4.10 | 21.75 | 5.30 | 0.30 | 0.30 | 0.30 |
| | 4 | 61.6 | 81.2 | 70 | 7.4 | 12.7 | 8.7 | 13.8 | 15.6 | 18 | 21.4 | 91 | 48 | 18 | 5 | 109.50 | 12.10 | 2.55 | 11.75 | 2.55 | 2.40 | 0.90 | 0.15 |
| | 5 | 16.8 | 19.6 | 16.8 | 3.4 | 6.7 | 4.4 | 12.8 | 16.1 | 17.9 | 23.2 | 81 | 60 | 5 | 2 | 187.60 | 14.85 | 3.30 | 22.15 | 1.20 | 0.90 | 1.20 | 0.10 |
| | 6 | 28 | 46.2 | 39.2 | 3.7 | 8.3 | 6.3 | 18 | 18.4 | 27.3 | 28.2 | 91 | 43 | 15 | 10 | 50.00 | 10.30 | 1.85 | 22.05 | 0.60 | 0.90 | 1.15 | 0.10 |
| | 7 | 9.8 | 61.6 | 56 | 1.9 | 10.3 | 8.1 | 17.9 | 17.3 | 23.4 | 22.6 | 100 | 47 | 11 | 5 | 77.20 | 7.10 | 2.10 | 21.40 | 4.45 | 1.90 | 0.80 | 0.10 |
| | 8 | 26.6 | 46.2 | 46.2 | 4.4 | 8.3 | 6.9 | 16.2 | 16.8 | 23.7 | 23 | 97 | 45 | 10 | 2 | 191.80 | 9.80 | 1.90 | 21.50 | 1.55 | 1.10 | 1.10 | 0.10 |
| | 9 | 44.8 | 37.8 | 42 | 14.4 | 8.3 | 6.6 | | | | | 80 | 47 | 13 | 9 | 378.70 | 7.80 | 1.40 | 17.70 | 2.00 | 0.95 | 0.80 | 0.10 |
| | 10 | 5.6 | 21 | 26.6 | 3.2 | 7.7 | 5.9 | | | | | 98 | 46 | 14 | 8 | 774.20 | 15.90 | 1.45 | 15.10 | 3.05 | 0.80 | 0.80 | 0.10 |
| | 11 | 12.6 | 36.4 | 33.6 | 3.4 | 7.4 | 6 | | | | | 90 | 42 | 5 | 4 | 1028.00 | 9.25 | 1.10 | 19.20 | 2.35 | 0.80 | 0.10 | 0.10 |
| | 12 | 8.4 | 8.4 | 14 | 2 | 2.7 | 2.3 | | | | | 106 | 48 | 15 | 4 | 24.90 | 15.25 | 3.00 | 22.20 | 3.40 | 1.45 | 1.00 | 0.10 |
| | 13 | 2.8 | 22.4 | 22.4 | 1 | 4.4 | 3.5 | | | | | 85 | 48 | 15 | 4 | 39.50 | 12.25 | 1.70 | 32.45 | 1.50 | 1.55 | 1.40 | 0.35 |
| | 14 | 12.6 | 18.2 | 22.4 | 2.5 | 7.8 | 5.3 | | | | | 90 | 44 | 18 | 9 | 34.75 | 12.30 | 1.20 | 22.70 | 3.90 | 1.10 | 1.10 | 0.25 |
| | 15 | 11.2 | 30.8 | 25.2 | 2.1 | 5.8 | 4.7 | | | | | 87 | 47 | 24 | 10 | 25.50 | 12.75 | 1.30 | 18.50 | 5.00 | 0.65 | 1.15 | 0.10 |
| | 16 | 8.4 | 29.4 | 25.2 | 1.1 | 6.1 | 5.7 | | | | | 95 | 49 | 7 | 7 | 74.05 | 9.30 | 2.10 | 29.10 | 1.90 | 0.80 | 1.35 | 0.10 |
| | 17 | 28 | 32.2 | 29.4 | 4.5 | 7.3 | 6.3 | | | | | 63 | 42 | 5 | 3 | 115.00 | 7.55 | 2.50 | 14.80 | 0.55 | 2.20 | 1.00 | 0.10 |
| | 18 | 8.4 | 30.8 | 28 | 2.1 | 6.1 | 5.9 | | | | | 91 | 47 | 13 | 6 | 38.80 | 11.15 | 2.65 | 17.55 | 4.85 | 0.55 | 0.95 | 0.10 |
| | Media | | 26.4 | 38.3 | 41.0 | 3.8 | 8.1 | 6.4 | 14.9 | 16.2 | 25.2 | 26.3 | 91 | 47 | 13 | 6 | 209.67 | 10.74 | 2.06 | 19.84 | 2.95 | 1.08 | 0.95 |
| Desviación | | 27.2 | 21.6 | 23.0 | 3.1 | 2.8 | 2.1 | 3.7 | 2.3 | 7.1 | 4.9 | 11 | 4 | 5 | 3 | 275.02 | 2.77 | 0.83 | 5.34 | 1.81 | 0.59 | 0.35 | 0.08 |

ANEXO 5. CONTINUACIÓN

| TRH | Repetición | Proteínas totales (mg/L) | | | PMSp (mg/L) | | | SPEp (mg/L) | | | Ácidos húmicos (L/mg COT - m) | | Tasa de taponamiento (1/m/d) | Resistencia de la capa (kg/m) |
|------------|------------|--------------------------|--------------|----------|-------------|--------------|----------|--------------|----------|--------------|-------------------------------|----------|------------------------------|-------------------------------|
| | | Influyente | Eluente UASB | Permeado | Influyente | Eluente UASB | Permeado | Eluente UASB | Permeado | Eluente UASB | Permeado | | | |
| 4 | 1 | 5.40 | 3.30 | 1.15 | 2.15 | 2.75 | 0.85 | 0.55 | 0.20 | 0.08 | 0.08 | 3.00E+11 | 2.769E+10 | |
| | 2 | 5.45 | 2.75 | 1.35 | 0.25 | 2.05 | 1.25 | 0.90 | 0.10 | 0.10 | 0.08 | 3.00E+11 | 2.632E+10 | |
| | 3 | 5.50 | 2.65 | 1.10 | 0.50 | 2.05 | 1.00 | 0.55 | 0.10 | 0.15 | 0.11 | 3.00E+11 | 2.786E+10 | |
| | 4 | 5.65 | 3.35 | 1.05 | 0.85 | 2.40 | 1.05 | 0.25 | 0.10 | 0.17 | 0.12 | 2.00E+11 | 1.746E+10 | |
| | 5 | 8.70 | 2.60 | 1.05 | 4.35 | 2.00 | 1.05 | 0.50 | 0.15 | 0.12 | 0.11 | 2.00E+11 | 1.809E+10 | |
| | 6 | 14.35 | 4.05 | 2.05 | 2.15 | 3.30 | 1.90 | 0.60 | 0.20 | 0.13 | 0.14 | 5.00E+11 | 1.770E+10 | |
| | 7 | 8.35 | 4.75 | 2.05 | 1.75 | 3.50 | 2.65 | 0.90 | 0.10 | 0.08 | 0.07 | 3.00E+11 | 2.072E+10 | |
| | 8 | 12.70 | 4.80 | 2.55 | 4.85 | 3.45 | 2.45 | 1.70 | 0.10 | 0.09 | 0.08 | 3.00E+11 | 1.981E+10 | |
| | 9 | 4.40 | 5.20 | 2.35 | 1.10 | 3.50 | 1.95 | 1.10 | 0.10 | 0.13 | 0.09 | 4.00E+11 | 2.506E+10 | |
| | 10 | 4.60 | 2.40 | 1.90 | 2.40 | 2.10 | 1.55 | 0.12 | 0.10 | 0.07 | 0.07 | 3.00E+11 | 3.289E+10 | |
| | 11 | 2.60 | 2.85 | 1.25 | 0.95 | 2.15 | 1.30 | 0.55 | 0.10 | 0.05 | 0.07 | 3.00E+11 | 2.007E+10 | |
| | 12 | 12.10 | 4.05 | 2.55 | 1.80 | 3.40 | 2.25 | 1.20 | 0.10 | 0.10 | 0.12 | 2.00E+11 | 1.567E+10 | |
| | 13 | 6.65 | 5.10 | 2.30 | 2.15 | 3.55 | 2.20 | 1.10 | 0.20 | 0.09 | 0.12 | 3.00E+11 | 2.403E+10 | |
| | 14 | 4.95 | 5.25 | 2.10 | 1.45 | 2.90 | 1.90 | 1.20 | 0.10 | 0.10 | 0.14 | 4.00E+11 | 2.376E+10 | |
| | 15 | 9.55 | 3.85 | 2.15 | 2.25 | 1.90 | 1.50 | 0.55 | 0.10 | 0.07 | 0.08 | 2.00E+11 | 1.603E+10 | |
| | 16 | 3.65 | 4.05 | 1.70 | 1.25 | 2.85 | 1.70 | 0.45 | 0.15 | 0.09 | 0.15 | 3.00E+11 | 1.462E+10 | |
| | 17 | 7.90 | 4.90 | 2.25 | 2.45 | 2.80 | 2.15 | 1.25 | 0.15 | 0.06 | 0.11 | 2.00E+11 | 1.048E+10 | |
| | 18 | 5.45 | 4.10 | 1.80 | 1.55 | 2.85 | 1.80 | 0.95 | 0.10 | 0.12 | 0.13 | 3.00E+11 | 1.750E+10 | |
| | 19 | 7.65 | 4.40 | 2.05 | 1.50 | 2.70 | 2.00 | 0.80 | 0.10 | 0.09 | 0.13 | | 1.088E+10 | |
| Media | | 7.14 | 3.92 | 1.83 | 1.88 | 2.75 | 1.71 | 0.80 | 0.12 | 0.10 | 0.11 | 2.94E+11 | 2.03E+10 | |
| Desviación | | 3.19 | 0.96 | 0.52 | 1.15 | 0.59 | 0.52 | 0.40 | 0.04 | 0.03 | 0.03 | 8.02E+10 | 5.96E+09 | |
| 8 | 1 | 5.55 | 1.80 | 1.90 | 2.70 | 1.25 | 0.95 | 0.40 | 0.10 | 0.30 | 0.20 | 2.00E+11 | 1.459E+10 | |
| | 2 | 6.90 | 1.70 | 1.50 | 0.95 | 0.90 | 0.25 | 0.15 | 0.20 | 0.14 | 0.11 | 2.00E+11 | 8.498E+09 | |
| | 3 | 20.20 | 2.05 | 2.10 | 1.90 | 1.20 | 0.70 | 0.10 | 0.20 | 0.18 | 0.13 | 2.00E+11 | 1.027E+10 | |
| | 4 | 17.85 | 2.15 | 1.75 | 1.20 | 1.50 | 0.55 | 0.15 | 0.10 | 0.26 | 0.17 | 2.00E+11 | 1.002E+10 | |
| | 5 | 15.65 | 4.40 | 1.10 | 3.55 | 3.65 | 2.40 | 2.00 | 0.10 | 0.20 | 0.16 | 3.00E+11 | 1.619E+10 | |
| | 6 | 17.95 | 2.50 | 0.85 | 2.35 | 1.90 | 1.20 | 0.45 | 0.10 | 0.21 | 0.21 | 2.00E+11 | 1.128E+10 | |
| | 7 | 23.00 | 1.50 | 1.90 | 2.70 | 0.90 | 0.25 | 0.10 | 0.10 | 0.20 | 0.20 | 2.00E+11 | 1.230E+10 | |
| | 8 | 15.65 | 2.50 | 1.50 | 3.75 | 0.60 | 0.20 | 0.40 | 0.25 | 0.20 | 0.21 | 2.00E+11 | 1.174E+10 | |
| | 9 | 38.85 | 2.80 | 1.45 | 3.85 | 1.40 | 0.10 | 0.30 | 0.15 | 0.18 | 0.18 | 2.00E+11 | 1.106E+10 | |
| | 10 | 13.75 | 2.25 | 1.05 | 1.85 | 1.40 | 0.50 | 0.65 | 0.10 | 0.08 | 0.14 | 3.00E+11 | 1.612E+10 | |
| | 11 | 26.95 | 2.30 | 0.95 | 1.25 | 1.80 | 0.80 | 0.30 | 0.10 | 0.07 | 0.13 | 2.00E+11 | 1.044E+10 | |
| | 12 | 20.30 | 2.65 | 0.35 | 1.20 | 1.70 | 0.30 | 0.10 | 0.10 | 0.10 | 0.18 | 2.00E+11 | 1.025E+10 | |
| | 13 | 34.35 | 2.75 | 1.55 | 1.50 | 2.10 | 1.05 | 0.85 | 0.25 | 0.11 | 0.19 | 2.00E+11 | 1.066E+10 | |
| | 14 | 37.20 | 3.65 | 1.75 | 1.90 | 1.95 | 0.95 | 1.10 | 0.10 | 0.14 | 0.19 | 2.00E+11 | 1.241E+10 | |
| | 15 | 13.15 | 2.10 | 0.95 | 2.40 | 1.45 | 0.50 | 0.35 | 0.10 | 0.12 | 0.16 | 1.00E+11 | 1.004E+10 | |
| | 16 | 10.55 | 3.30 | 0.75 | 2.50 | 2.00 | 1.10 | 0.50 | 0.20 | 0.11 | 0.14 | 1.00E+11 | 7.084E+09 | |
| | 17 | 5.55 | 2.40 | 0.75 | 1.60 | 1.55 | 0.80 | 0.40 | 0.10 | 0.14 | 0.16 | 1.00E+11 | 6.339E+09 | |
| | 18 | 36.85 | 2.95 | 1.15 | 1.60 | 2.30 | 1.00 | 0.45 | 0.10 | 0.13 | 0.15 | 1.00E+11 | 8.096E+09 | |
| | 19 | 26.75 | 3.10 | 1.20 | 1.85 | 2.05 | 0.80 | 0.65 | 0.15 | 0.13 | 0.18 | | 7.001E+09 | |
| Media | | 20.37 | 2.57 | 1.29 | 2.14 | 1.66 | 0.76 | 0.49 | 0.14 | 0.16 | 0.17 | 1.89E+11 | 1.08E+10 | |
| Desviación | | 10.68 | 0.70 | 0.47 | 0.87 | 0.66 | 0.52 | 0.45 | 0.05 | 0.06 | 0.03 | 5.83E+10 | 2.79E+09 | |
| 12 | 1 | 12.80 | 4.45 | 0.95 | 2.05 | 2.65 | 1.30 | 0.30 | 0.10 | 0.24 | 0.20 | 2.00E+11 | 1.482E+10 | |
| | 2 | 4.30 | 4.50 | 0.25 | 1.15 | 2.40 | 1.35 | 0.20 | 0.10 | 0.22 | 0.27 | 2.00E+11 | 1.190E+10 | |
| | 3 | 2.10 | 3.80 | 0.70 | 0.90 | 2.80 | 1.90 | 0.75 | 0.30 | 0.16 | 0.22 | 1.00E+11 | 1.025E+10 | |
| | 4 | 6.35 | 4.50 | 0.95 | 2.60 | 2.70 | 1.60 | 0.65 | 0.15 | 0.20 | 0.20 | 1.00E+11 | 1.039E+10 | |
| | 5 | 11.05 | 1.75 | 2.70 | 1.05 | 1.50 | 0.85 | 0.20 | 0.10 | 0.16 | 0.18 | 2.00E+11 | 1.927E+10 | |
| | 6 | 2.50 | 2.80 | 1.40 | 1.25 | 1.95 | 0.70 | 0.30 | 0.10 | 0.26 | 0.22 | 2.00E+11 | 8.107E+09 | |
| | 7 | 2.85 | 3.10 | 0.35 | 0.90 | 3.00 | 1.80 | 0.60 | 0.10 | 0.41 | 0.26 | 1.00E+11 | 9.369E+09 | |
| | 8 | 2.50 | 2.85 | 0.25 | 1.25 | 1.90 | 1.25 | 0.25 | 0.10 | 0.25 | 0.24 | 1.00E+11 | 1.295E+10 | |
| | 9 | 15.70 | 3.30 | 0.15 | 2.40 | 2.25 | 1.50 | 0.70 | 0.10 | 0.24 | 0.22 | 2.00E+11 | 1.209E+10 | |
| | 10 | 17.90 | 1.95 | 0.45 | 1.35 | 1.60 | 0.75 | 0.30 | 0.10 | 0.16 | 0.38 | 2.00E+11 | 1.807E+10 | |
| | 11 | 15.10 | 2.25 | 0.80 | 1.10 | 1.50 | 0.75 | 0.10 | 0.10 | 0.17 | 0.32 | 2.00E+11 | 1.196E+10 | |
| | 12 | 1.20 | 0.65 | 0.30 | 0.55 | 0.35 | 0.15 | 0.10 | 0.10 | 0.07 | 0.15 | 2.00E+11 | 1.017E+10 | |
| | 13 | 1.05 | 1.65 | 1.10 | 0.60 | 1.50 | 1.00 | 0.30 | 0.35 | 0.12 | 0.25 | 1.00E+11 | 8.998E+09 | |
| | 14 | 4.35 | 1.75 | 1.00 | 1.00 | 1.05 | 0.80 | 0.40 | 0.25 | 0.12 | 0.40 | 2.00E+11 | 9.529E+09 | |
| | 15 | 1.50 | 2.70 | 0.60 | 0.90 | 1.50 | 0.80 | 0.45 | 0.10 | 0.12 | 0.31 | 1.00E+11 | 8.864E+09 | |
| | 16 | 2.05 | 2.05 | 1.30 | 0.15 | 1.65 | 0.65 | 0.15 | 0.10 | 0.17 | 0.33 | 1.00E+11 | 8.596E+09 | |
| | 17 | 10.15 | 1.95 | 1.05 | 1.40 | 1.45 | 0.25 | 0.10 | 0.10 | 0.13 | 0.29 | 1.00E+11 | 8.565E+09 | |
| | 18 | 1.25 | 1.50 | 0.75 | 1.05 | 1.15 | 1.05 | 0.45 | 0.10 | 0.10 | 0.29 | 1.00E+11 | 8.473E+09 | |
| | Media | | 6.37 | 2.64 | 0.84 | 1.20 | 1.83 | 1.03 | 0.35 | 0.14 | 0.18 | 0.26 | 1.50E+11 | 1.12E+10 |
| Desviación | | 5.77 | 1.13 | 0.60 | 0.62 | 0.69 | 0.49 | 0.21 | 0.08 | 0.08 | 0.07 | 5.14E+10 | 3.25E+09 | |

ANEXO 6. ANÁLISIS ESTADÍSTICO DE LOS DATOS OBTENIDOS EN LOS EXPERIMENTOS A ESCALA PILOTO

1. Análisis de la influencia del TRH en el taponamiento a escala piloto

1.1. Prueba de normalidad

Al igual que en el análisis de los datos obtenidos para escala laboratorio, en el presente análisis también se empleó la prueba Shapiro-Wilk para evaluar la normalidad de los datos obtenidos a escala piloto. Los datos de la columna p sombreados de la tabla A6 muestran las variables que siguieron una distribución normal dentro un intervalo de confianza del 95%.

Tabla A6. Resultados de la prueba Shapiro-Wilk de los datos obtenidos de los experimentos a escala piloto

| Variable | TRH | Shapiro-Wilk | | |
|-------------------------------------|-----|--------------|----|-------|
| | | Estadístico | gl | p |
| pH efluente UASB | 4 | 0.934 | 19 | 0.205 |
| | 8 | 0.926 | 19 | 0.144 |
| | 12 | 0.910 | 18 | 0.088 |
| pH permeado | 4 | 0.904 | 19 | 0.056 |
| | 8 | 0.940 | 19 | 0.268 |
| | 12 | 0.977 | 18 | 0.907 |
| Nitrógeno amoniacal efluente UASB | 4 | 0.926 | 19 | 0.147 |
| | 8 | 0.920 | 19 | 0.111 |
| | 12 | 0.903 | 18 | 0.065 |
| Nitrógeno amoniacal permeado | 4 | 0.885 | 19 | 0.026 |
| | 8 | 0.930 | 19 | 0.177 |
| | 12 | 0.882 | 18 | 0.028 |
| Fósforo efluente UASB | 4 | 0.899 | 19 | 0.046 |
| | 8 | 0.934 | 19 | 0.205 |
| | 12 | 0.962 | 18 | 0.644 |
| Fósforo permeado | 4 | 0.905 | 19 | 0.060 |
| | 8 | 0.942 | 19 | 0.284 |
| | 12 | 0.980 | 18 | 0.946 |
| PMS efluente UASB | 4 | 0.948 | 19 | 0.371 |
| | 8 | 0.931 | 19 | 0.177 |
| | 12 | 0.939 | 18 | 0.274 |
| PMS permeado | 4 | 0.947 | 19 | 0.352 |
| | 8 | 0.898 | 19 | 0.045 |
| | 12 | 0.847 | 18 | 0.008 |
| SPE efluente UASB | 4 | 0.969 | 19 | 0.763 |
| | 8 | 0.951 | 19 | 0.404 |
| | 12 | 0.949 | 18 | 0.410 |
| SPE permeado | 4 | 0.927 | 19 | 0.154 |
| | 8 | 0.880 | 19 | 0.021 |
| | 12 | 0.941 | 18 | 0.304 |
| Carbohidratos totales efluente UASB | 4 | 0.913 | 19 | 0.083 |
| | 8 | 0.916 | 19 | 0.096 |

| | | | | |
|---------------------------------|----|-------|----|-------|
| | 12 | 0.938 | 18 | 0.264 |
| Carbohidratos totales permeado | 4 | 0.951 | 19 | 0.408 |
| | 8 | 0.926 | 19 | 0.148 |
| | 12 | 0.920 | 18 | 0.132 |
| PMSc efluente UASB | 4 | 0.863 | 19 | 0.011 |
| | 8 | 0.943 | 19 | 0.302 |
| | 12 | 0.943 | 18 | 0.324 |
| PMSc permeado | 4 | 0.940 | 19 | 0.265 |
| | 8 | 0.931 | 19 | 0.179 |
| | 12 | 0.895 | 18 | 0.047 |
| SPEc efluente UASB | 4 | 0.552 | 19 | 0.000 |
| | 8 | 0.881 | 19 | 0.022 |
| | 12 | 0.930 | 18 | 0.195 |
| SPEc permeado | 4 | 0.945 | 19 | 0.320 |
| | 8 | 0.922 | 19 | 0.121 |
| | 12 | 0.534 | 18 | 0.000 |
| Proteínas totales efluente UASB | 4 | 0.925 | 19 | 0.138 |
| | 8 | 0.952 | 19 | 0.431 |
| | 12 | 0.936 | 18 | 0.249 |
| Proteínas totales permeado | 4 | 0.901 | 19 | 0.051 |
| | 8 | 0.972 | 19 | 0.807 |
| | 12 | 0.846 | 18 | 0.007 |
| PMSp efluente UASB | 4 | 0.896 | 19 | 0.040 |
| | 8 | 0.905 | 19 | 0.059 |
| | 12 | 0.953 | 18 | 0.480 |
| PMSp permeado | 4 | 0.965 | 19 | 0.677 |
| | 8 | 0.856 | 19 | 0.008 |
| | 12 | 0.965 | 18 | 0.708 |
| SPEp efluente UASB | 4 | 0.961 | 19 | 0.596 |
| | 8 | 0.756 | 19 | 0.000 |
| | 12 | 0.911 | 18 | 0.088 |
| SPEp permeado | 4 | 0.638 | 19 | 0.000 |
| | 8 | 0.696 | 19 | 0.000 |
| | 12 | 0.534 | 18 | 0.000 |
| Ácidos húmicos efluente UASB | 4 | 0.953 | 19 | 0.444 |
| | 8 | 0.940 | 19 | 0.262 |
| | 12 | 0.902 | 18 | 0.062 |
| Ácidos húmicos permeado | 4 | 0.905 | 19 | 0.059 |
| | 8 | 0.968 | 19 | 0.741 |
| | 12 | 0.972 | 18 | 0.826 |
| Resistencia de la capa | 4 | 0.972 | 19 | 0.821 |
| | 8 | 0.944 | 19 | 0.312 |
| | 12 | 0.824 | 18 | 0.003 |

Para establecer las diferencias de cada una de las variables analizadas entre cada TRH estudiado, se llevaron a cabo dos análisis: (1) Las variables que presentaron una distribución normal ($p > 0.05$) se evaluaron mediante una prueba de análisis de varianza paramétrica (ANOVA) que compara promedios; mientras que (2) Las variables que no siguieron una

distribución normal ($p < 0.05$) se examinaron usando una prueba de análisis de varianza no paramétrica llamada Prueba H de Kruskal-Wallis que compara medianas. A continuación se presentan los resultados obtenidos.

1.2. Prueba ANOVA paramétrica

En las variables que presentaron una distribución normal en los tres TRH estudiados, se procedió a aplicar la prueba ANOVA para estudiar la influencia del TRH en las variables analizadas. Los valores de p sombreados en la tabla A7 muestran las variables que variaron significativamente con el TRH dentro de un intervalo de confianza del 95%.

Tabla A7. Resultados de la prueba ANOVA de los datos con distribución normal obtenidos en los experimentos a escala piloto

| Variable | Varianza | Suma de cuadrados | gl | Media de cuadrados | F | p |
|---------------------------|----------------------|-------------------|----|--------------------|--------|-------|
| pH efluente UASB | Entre Grupos | 0.725 | 2 | 0.363 | 14.402 | 0.000 |
| | Dentro de los grupos | 1.335 | 53 | 0.025 | | |
| | Total | 2.060 | 55 | | | |
| pH permeado | Entre grupos | 0.784 | 2 | 0.392 | 25.848 | 0.000 |
| | Dentro de los grupos | 0.803 | 53 | 0.015 | | |
| | Total | 1.587 | 55 | | | |
| Alcalinidad permeado | Entre grupos | 157460.667 | 2 | 78730.333 | 11.451 | 0.001 |
| | Dentro de los grupos | 130635.333 | 19 | 6875.544 | | |
| | Total | 288096.000 | 21 | | | |
| DQOt efluente UASB | Entre grupos | 48366.146 | 2 | 24183.073 | 6.409 | 0.007 |
| | Dentro de los grupos | 79241.844 | 21 | 3773.421 | | |
| | Total | 127607.990 | 23 | | | |
| DQOt permeado | Entre grupos | 9909.000 | 2 | 4954.500 | 6.970 | 0.005 |
| | Dentro de los grupos | 14926.625 | 21 | 710.792 | | |
| | Total | 24835.625 | 23 | | | |
| DQO soluble efluente UASB | Entre grupos | 12052.688 | 2 | 6026.344 | 5.906 | 0.009 |
| | Dentro de los grupos | 21428.219 | 21 | 1020.391 | | |
| | Total | 33480.906 | 23 | | | |
| DQO soluble permeado | Entre grupos | 9909.000 | 2 | 4954.500 | 6.970 | 0.005 |
| | Dentro de los grupos | 14926.625 | 21 | 710.792 | | |
| | Total | 24835.625 | 23 | | | |
| ST efluente UASB | Entre grupos | 14814.028 | 2 | 7407.014 | 0.963 | 0.399 |
| | Dentro de los grupos | 153896.929 | 20 | 7694.846 | | |
| | Total | 168710.957 | 22 | | | |

| | | | | | | |
|-------------------------------------|----------------------|------------|----|----------|--------|-------|
| ST permeado | Entre grupos | 9976.870 | 2 | 4988.435 | 0.589 | 0.564 |
| | Dentro de los grupos | 169420.000 | 20 | 8471.000 | | |
| | Total | 179396.870 | 22 | | | |
| STV efluente UASB | Entre grupos | 1543.155 | 2 | 771.578 | 0.305 | 0.741 |
| | Dentro de los grupos | 50629.714 | 20 | 2531.486 | | |
| | Total | 52172.870 | 22 | | | |
| STV permeado | Entre grupos | 4620.780 | 2 | 2310.390 | 2.261 | 0.130 |
| | Dentro de los grupos | 20434.089 | 20 | 1021.704 | | |
| | Total | 25054.870 | 22 | | | |
| STF efluente UASB | Entre grupos | 2185.889 | 2 | 1092.944 | 1.630 | 0.221 |
| | Dentro de los grupos | 13407.589 | 20 | 670.379 | | |
| | Total | 15593.478 | 22 | | | |
| STF permeado | Entre grupos | 654.137 | 2 | 327.069 | 0.902 | 0.421 |
| | Dentro de los grupos | 7248.732 | 20 | 362.437 | | |
| | Total | 7902.870 | 22 | | | |
| Nitrógeno amoniacal efluente UASB | Entre grupos | 11894.336 | 2 | 5947.168 | 16.852 | 0.000 |
| | Dentro de los grupos | 18704.309 | 53 | 352.911 | | |
| | Total | 30598.645 | 55 | | | |
| Fósforo permeado | Entre grupos | 96.309 | 2 | 48.155 | 10.760 | 0.000 |
| | Dentro de los grupos | 237.186 | 53 | 4.475 | | |
| | Total | 333.496 | 55 | | | |
| Magnesio efluente UASB | Entre grupos | 2.011 | 2 | 1.005 | 0.116 | 0.891 |
| | Dentro de los grupos | 181.388 | 21 | 8.638 | | |
| | Total | 183.398 | 23 | | | |
| Magnesio permeado | Entre grupos | 10.757 | 2 | 5.379 | 0.923 | 0.413 |
| | Dentro de los grupos | 122.329 | 21 | 5.825 | | |
| | Total | 133.086 | 23 | | | |
| Calcio permeado | Entre grupos | 31.413 | 2 | 15.707 | 0.651 | 0.532 |
| | Dentro de los grupos | 506.365 | 21 | 24.113 | | |
| | Total | 537.778 | 23 | | | |
| PMS efluente UASB | Entre grupos | 3764.355 | 2 | 1882.177 | 13.397 | 0.000 |
| | Dentro de los grupos | 7446.199 | 53 | 140.494 | | |
| | Total | 11210.554 | 55 | | | |
| SPE efluente UASB | Entre grupos | 452.749 | 2 | 226.375 | 3.641 | 0.033 |
| | Dentro de los grupos | 3294.804 | 53 | 62.166 | | |
| | Total | 3747.554 | 55 | | | |
| Carbohidratos totales efluente UASB | Entre grupos | 163.993 | 2 | 81.996 | 11.470 | 0.000 |
| | Dentro de los grupos | 378.887 | 53 | 7.149 | | |
| | Total | 542.880 | 55 | | | |

| | | | | | | |
|---------------------------------|----------------------|-----------------------|----|-----------------------|--------|-------|
| Carbohidratos totales permeado | Entre grupos | 4.798 | 2 | 2.399 | 1.768 | 0.181 |
| | Dentro de los grupos | 71.921 | 53 | 1.357 | | |
| | Total | 76.720 | 55 | | | |
| Proteínas totales efluente UASB | Entre grupos | 21.643 | 2 | 10.821 | 12.226 | 0.000 |
| | Dentro de los grupos | 46.910 | 53 | 0.885 | | |
| | Total | 68.552 | 55 | | | |
| Ácidos húmicos efluente UASB | Entre grupos | 0.068 | 2 | 0.034 | 9.741 | 0.000 |
| | Dentro de los grupos | 0.184 | 53 | 0.003 | | |
| | Total | 0.252 | 55 | | | |
| Ácidos húmicos permeado | Entre grupos | 0.234 | 2 | 0.117 | 56.755 | 0.000 |
| | Dentro de los grupos | 0.109 | 53 | 0.002 | | |
| | Total | 0.343 | 55 | | | |
| Tasa de taponamiento | Entre grupos | 2.01×10^{23} | 2 | 1.01×10^{23} | 24.165 | 0.000 |
| | Dentro de los grupos | 2.12×10^{23} | 51 | 4.16×10^{22} | | |
| | Total | 4.13×10^{23} | 53 | | | |

1.3. Prueba Kruskal-Wallis

En las variables que no presentaron una distribución normal, se aplicó la prueba Kruskal-Wallis para estudiar la influencia del TRH. Los valores de p sombreados en la tabla A8 muestran las variables que variaron significativamente con el TRH dentro de un intervalo de confianza del 95%.

Tabla A8. Resultados de la prueba ANOVA de los datos con distribución normal obtenidos en los experimentos a escala piloto

| Variable | Chi-cuadrado | gl | p |
|----------------------------|--------------|----|-------|
| Nitrógeno permeado | 24.849 | 2 | 0.000 |
| Fósforo efluente UASB | 6.491 | 2 | 0.039 |
| PMS permeado | 5.401 | 2 | 0.067 |
| SPE permeado | 12.960 | 2 | 0.002 |
| PMSc efluente UASB | 1.095 | 2 | 0.578 |
| PMSc permeado | 8.858 | 2 | 0.012 |
| SPEc efluente UASB | 2.008 | 2 | 0.366 |
| SPEc permeado | 31.490 | 2 | 0.000 |
| Proteínas totales permeado | 22.542 | 2 | 0.000 |
| PMSp efluente UASB | 21.659 | 2 | 0.000 |
| PMSp permeado | 22.901 | 2 | 0.000 |
| SPEp efluente UASB | 14.346 | 2 | 0.001 |
| SPEp permeado | 0.611 | 2 | 0.737 |
| Resistencia de la capa | 27.063 | 2 | 0.000 |
| COT efluente UASB | 12.209 | 2 | 0.002 |
| COT permeado | 12.217 | 2 | 0.002 |
| SS efluente UASB | 2.890 | 2 | 0.236 |
| SSF efluente UASB | 0.408 | 2 | 0.815 |

