

TECNOLÓGICO NACIONAL DE MÉXICO
INSTITUTO TECNOLÓGICO DE AGUASCALIENTES



Instituto **Tecnológico**[®]
de Aguascalientes

**PRODUCCIÓN DE BIOGÁS MEDIANTE SISTEMAS DE DIGESTIÓN
ANAEROBIA ASISTIDOS POR *BIOCHAR* DURANTE EL
TRATAMIENTO DE AGUAS RESIDUALES**

T E S I S

PARA OBTENER EL GRADO ACADÉMICO DE
MAESTRO EN CIENCIAS EN INGENIERÍA AMBIENTAL

PRESENTA

ING. BRANDON DE JESUS ESQUIVEL CAMPOS

DIRECCIÓN
DRA. PAOLA SARAHÍ DE
VELASCO MALDONADO

CO-DIRECCIÓN
DR. LUIS ADRIÁN
RAMÍREZ MONTOYA

COMITÉ ACADÉMICO
DR. PABLO TENOCH
RODRÍGUEZ GONZÁLEZ

AGUASCALIENTES, AGS. A 29 DE SEPTIEMBRE DE 2025



Educación
Secretaría de Educación Pública



TECNOLÓGICO
NACIONAL DE MÉXICO



Instituto Tecnológico de Aguascalientes
División de Estudios de Posgrado e Investigación

Aguascalientes, Ags., **29/septiembre/2025**
Oficio No. DEPI 621/2025
Asunto: Autorización impresión tesis

C. BRANDON DE JESÚS ESQUIVEL CAMPOS
PRESENTE

Los abajo firmantes, Miembros del Jurado para Examen de Grado de Maestría, hacemos **constar** que, habiendo revisado el Trabajo de Tesis desarrollado por Usted, bajo el título: **"Producción de biogás mediante sistemas de digestión anaerobia asistidos por biochar durante el tratamiento de agua residual"**, hemos dictaminado que éste es de aceptarse, por lo que se autoriza su impresión.

ATENTAMENTE

Excelencia en Educación Tecnológica®
Ingenio, Cultura y Saber, que conducen a la Excelencia®

PRESIDENTE

DRA. PAOLA SARAHÍ DE VELASCO
MALDONADO

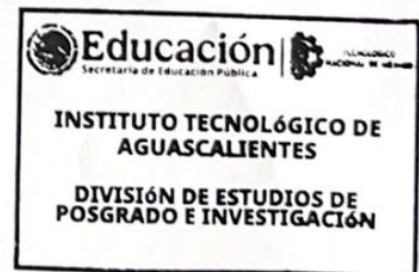
SECRETARIO

DR. LUIS ADRIÁN RAMÍREZ MONTOYA

VOCAL

DR. PABLO TENOCH RODRÍGUEZ GONZÁLEZ

ccp. Archivo
JFLH/yevo



2025
Año de
La Mujer
Indígena

Av. Adolfo López Mateos #1801. Fracc. Bona Gens
C.P. 20256 Aguascalientes, Ags. Tel. 449 910 5002 ext. 127
e-mail: jefatura.depi@aguascalientes.tecnm.mx
tecnm.mx | www.aguascalientes.tecnm.mx





Educación
Secretaría de Educación Pública



TECNOLÓGICO
NACIONAL DE MÉXICO



Instituto Tecnológico de Aguascalientes
División de Estudios de Posgrado e Investigación

Aguascalientes, Ags., 18/septiembre/2025
Asunto: Oficio de originalidad

**CONSEJO DE POSGRADO
MAESTRÍA EN CIENCIAS EN INGENIERÍA AMBIENTAL
PRESENTE**

El director de tesis de **Brandon de Jesus Esquivel Campos**, estudiante de **Maestría en Ciencias en Ingeniería Ambiental** con número de control **G23153200**, hace constar que, después de haber realizado la revisión del informe de originalidad generado con la herramienta Turnitin, el trabajo **"Producción de Biogás Mediante Sistemas de Digestión Anaerobia Asistidos por Biochar Durante el Tratamiento de Agua Residual"** es original conforme a los criterios establecidos. El porcentaje de similitud es de **32 %** y se adjunta resumen del reporte.

ATENTAMENTE

*Excelencia en Educación Tecnológica®
Ingenio, Cultura y Saber, que conducen a la Excelencia®*

Vo.Bo.

**DRA. PAOLA SARAHÍ DE VELASCO MALDONADO
DIRECTOR DE TESIS
PROFESORA-INVESTIGADORA
DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA QUÍMICA
Y BIOQUÍMICA**

**DR. SERGIO FRAUSTO HERNÁNDEZ
COORDINADOR
MAESTRÍA EN CIENCIAS EN
INGENIERÍA AMBIENTAL**

ccp. Archivo



2025
Año de
La Mujer
Indígena

Av. Adolfo López Mateos #1801. Fracc. Bona Gens
C.P. 20256 Aguascalientes, Ags. Tel. 449 910 5002 ext. 127
e-mail: jefatura.depi@aguascalientes.tecnm.mx
tecnm.mx | www.aguascalientes.tecnm.mx





BRANDON DE JESUS ESQUIVEL CAMPOS, mayor de edad, con domicilio ubicado en la calle San Miguel 111B, Colonia La Salud, C.P. 20240, en mi calidad de titular y autor de la tesis denominada "PRODUCCIÓN DE BIOGÁS MEDIANTE SISTEMAS DE DIGESTIÓN ANAEROBIA ASISTIDOS POR BIOCHAR DURANTE EL TRATAMIENTO DE AGUA RESIDUAL" quien para todos los fines del presente documento se denominará **EL AUTOR Y/O TITULAR**, suscribo el presente documento de autorización de uso de derechos patrimoniales de autor a favor del Tecnológico Nacional de México/Instituto Tecnológico de Aguascalientes el cual se registrará por las cláusulas siguientes:

PRIMERA – AUTORIZACIÓN: EL AUTOR Y/O TITULAR, mediante el presente documento autoriza la utilización de los derechos patrimoniales de autor al Tecnológico Nacional de México/Instituto Tecnológico de Aguascalientes, de la tesis denominada "PRODUCCIÓN DE BIOGÁS MEDIANTE SISTEMAS DE DIGESTIÓN ANAEROBIA ASISTIDOS POR BIOCHAR DURANTE EL TRATAMIENTO DE AGUA RESIDUAL", a través del Repositorio Institucional del Tecnológico Nacional de México (en lo sucesivo TecNM) y en el Repositorio Nacional, que puede ser consultado en la liga electrónica: (www.repositorionacionalcti.mx/).

SEGUNDA – OBJETO: Por medio del presente escrito, EL AUTOR Y/O TITULAR autoriza al Tecnológico Nacional de México/Instituto Tecnológico de Aguascalientes, a través del Repositorio Institucional del TecNM y en el Repositorio Nacional para que de conformidad con la Ley Federal del Derecho de Autor y la Ley de la Propiedad Industrial, use los derechos del documento antes referido, con fines exclusivamente académicos.

TERCERA – TERRITORIO: Los derechos aquí autorizados se dan sin limitación geográfica o territorial alguna.

CUARTA – ALCANCE: La presente autorización se da tanto para formato o soporte material, y se extiende a la utilización en medio óptico, magnético, electrónico, en red, mensajes de datos o similar conocido o por conocer, del ejemplar o número respectivo de la publicación.

QUINTA – EXCLUSIVIDAD: La autorización de uso aquí establecida no implica exclusividad en favor del Tecnológico Nacional de México/Instituto Tecnológico de Aguascalientes. Por lo tanto, EL AUTOR Y/O TITULAR en su carácter de autor de la obra objeto del presente documento se reserva el derecho de publicar directamente, u otorgar a cualquier tercero, autorizaciones de uso similares o en los mismos términos aquí acordados.

SEXTA – DERECHOS MORALES (Créditos y mención): La Autorización de los derechos antes mencionados no implica la cesión de los derechos morales sobre los mismos por cuanto en conformidad con lo establecido en los artículos 18, 19, 20, 21, 22 y 23 de la Ley Federal de Derechos de Autor, dada la cuenta que estos derechos son inalienables, imprescriptibles, irrenunciables e inembargables. Por lo tanto, los mencionados derechos seguirán radicados en cabeza de EL AUTOR Y/O TITULAR, y siempre deberá mencionarse su nombre cuando se utilice la obra.





Educación
Secretaría de Educación Pública



TECNOLÓGICO
NACIONAL DE MÉXICO



Instituto Tecnológico de Aguascalientes
División de Estudios de Posgrado e Investigación

SÉPTIMA – AUTORÍA: EL AUTOR Y/O TITULAR, declara y ratifica que el material objeto de la presente fue realizada por él o por ella sin violar o usurpar derechos de Propiedad Intelectual de terceros.

ATENTAMENTE

Excelencia en Educación Tecnológica

Ingenio, Cultura y Saber, que conducen a la Excelencia

Vo.Bo.

BRANDON DE JESUS ESQUIVEL CAMPOS
AUTOR DE LA TESIS

PAOLA SARAHI DE VELASCO MALDONADO
DIRECTOR DE LA TESIS

ccp. Archivo



2025
Año de
La Mujer
Indígena

Av. Adolfo López Mateos #1801. Fracc. Bona Gens
C.P. 20256 Aguascalientes, Ags. Tel. 449 910 5002 ext. 127
e-mail: jefatura.depi@aguascalientes.tecnm.mx
tecnm.mx | www.aguascalientes.tecnm.mx



Dedicatorias

A mis padres, por su apoyo incondicional, su paciencia y sus enseñanzas, que han sido mi guía en cada paso del camino. A mis hermanos, por siempre estar. Esta meta alcanzada es tan suya como mía.

A mi asesora, la Dra. Paola Sarahí de Velasco Maldonado, por confiar en mí y guiarme en el mundo de la investigación. Sus enseñanzas han sido fundamentales para alcanzar este logro.

A mí mismo, por no rendirme, por levantarme en los momentos difíciles y por demostrarme que la perseverancia y el esfuerzo siempre valen la pena.

Agradecimientos

Quiero expresar mi más profundo agradecimiento a todas las personas que, de una u otra forma, hicieron posible la realización de este proyecto.

Agradezco a mis padres Ana Gloria Campos González y Saúl Esquivel Escalante, quienes han sido mi mayor fuente de inspiración y fortaleza. Gracias por cada sacrificio, por creer en mí incluso cuando yo dudaba, y por enseñarme el valor del esfuerzo, la honestidad y la perseverancia. A ustedes les dedico este logro, porque sé que todo lo que soy y lo que he logrado se lo debo a su apoyo. Este es tan solo un reflejo de todo lo que me han dado a lo largo de mi vida.

Quiero agradecer a la Dra. Paola Sarahí de Velasco Maldonado, por apoyarme en todo momento tanto en la parte académica como en la personal. Gracias por guiarme y por enseñarme a trabajar con calidad y perfección, pero también por enseñarme a disfrutar del mundo de la ciencia y la investigación.

Agradezco a al Dr. Luis Adrián Ramírez Montoya por apoyarme en las actividades del laboratorio, por guiarme y transmitirme su conocimiento y por siempre estar cuando lo necesitaba durante mi estancia en la UNAM.

Agradezco haber conocido a mis compañeras del laboratorio Ana Karen Silos, Andrea Acosta y Yesenia de Lara por apoyarme cuando ya no sabía qué hacer. Gracias por los viajes, las risas y las aventuras que vivimos. Gracias por permitirme ser su amigo.

Agradezco también al Tecnológico Nacional de México campus Aguascalientes, así como al Instituto de Ingeniería de la UNAM, por brindarme los recursos técnicos y humanos necesarios para la realización de esta investigación.

También quiero agradecerme a mí mismo. Por cada día en el que, a pesar del cansancio y las dificultades, decidí seguir adelante. Por no rendirme cuando los obstáculos parecían insuperables y por levantarme después de cada tropiezo.

Me agradezco por creer en mi capacidad, por el esfuerzo constante y por dedicar horas interminables a este proyecto, incluso cuando ya no podía más.

Me reconozco por el compromiso que he demostrado conmigo mismo y con este proyecto, por el aprendizaje obtenido y por haber transformado los desafíos en oportunidades de crecimiento.

Este logro es el resultado de mi trabajo, mi disciplina y esfuerzo. Ahora sé que soy capaz de alcanzar cualquier meta que me proponga.

Resumen

El tratamiento de aguas residuales es uno de los mayores desafíos ambientales a nivel mundial. La Digestión Anaerobia (DA) se presenta como una alternativa eficiente para tratar aguas residuales con alta carga orgánica, ya que no solo estabiliza los contaminantes, sino que produce biogás, una fuente renovable de energía. Sin embargo, el proceso de DA presenta diversas limitaciones como la baja eficiencia en la producción de metano, la acumulación de compuestos inhibidores y la inestabilidad del proceso. En este contexto, la incorporación de materiales a base de carbono, como el *biochar*, ha demostrado ser una estrategia prometedora para mejorar la eficiencia del proceso de DA al promover la Transferencia Directa de Electrones entre Especies (DIET, por sus siglas en inglés), favoreciendo las interacciones sintróficas entre las bacterias oxidantes y las archaeas metanogénicas.

La presente investigación tuvo como objetivo evaluar el efecto del *biochar* sintetizado a partir de tres tipos de biomasa residual (cáscara de nuez, bagazo de agave y semilla de guayaba) sobre la producción de biogás en sistemas de DA aplicados al tratamiento de aguas residuales municipales. Los residuos agrícolas se modificaron con compuestos como FeCl_3 , KMnO_4 y Co_3O_4 , con el fin de mejorar sus propiedades electroquímicas y facilitar la DIET. El *biochar* se sintetizó mediante calentamiento convencional y se le dio un postratamiento con radiación por microondas.

La investigación empleó un diseño experimental basado en el método de Taguchi para identificar las mejores condiciones para la síntesis del *biochar*. Los *biochars* obtenidos fueron caracterizados mediante diversas técnicas para determinar su superficie específica y porosidad.

Los resultados mostraron que la incorporación de *biochar* en los sistemas de DA incrementó significativamente la producción de metano. En particular, el *biochar* sintetizado a partir del bagazo de agave, modificado con KMnO_4 e irradiado con microondas (700MW-AMn) demostró ser de los más eficaces con un incremento de más del 50 % en la velocidad de producción de metano en comparación al control.

Los resultados obtenidos tanto en los experimentos en lote como en continuo ponen de manifiesto la eficacia de la incorporación de *biochar* como acelerante metanogénico. Además

de aumentar la producción de biogás, contribuye a la estabilización de variables críticas (pH), a la disminución de compuestos inhibidores como el amoníaco y al mantenimiento de la eficiencia global del proceso de DA.

Desde la perspectiva energética, el análisis mediante el frente de Pareto permitió identificar los *biochars* más eficientes, al combinar una mayor velocidad de producción de CH₄ con un menor consumo energético. Esto demuestra el valor de este enfoque multi-objetivo para orientar la toma de decisiones que mejoren la sostenibilidad económica y ambiental de los sistemas de DA en el tratamiento de aguas residuales municipales.

En definitiva, la incorporación de *biochar* durante el tratamiento anaeróbico de aguas residuales municipales demuestra ser una estrategia prometedora para potenciar significativamente la producción de biogás. Asimismo, respalda la viabilidad económica y fortalece la economía circular al aprovechar residuos agrícolas para su síntesis.

ÍNDICE

CAPÍTULO 1. INTRODUCCIÓN	1
1.1 Introducción	2
1.2 Objetivos	4
1.2.1 Objetivo general	4
1.2.2 Objetivos específicos	4
1.3 Hipótesis.....	4
1.4 Justificación.....	5
CAPÍTULO 2. MARCO TEÓRICO	6
2.1 Tratamiento de agua residual	7
2.2 Digestión anaerobia.....	8
2.3 Etapas de la digestión anaerobia	10
2.3.1 Hidrólisis	10
2.3.2 Acidogénesis	11
2.3.3 Acetogénesis	12
2.3.4 Metanogénesis	13
2.4 Transferencia Directa de Electrones entre Especies (DIET).....	14
2.5 Parámetros de operación de la digestión anaerobia	16
2.5.1 Temperatura	16
2.5.2 Tiempo de retención hidráulico (TRH)	17
2.5.3 pH	18
2.5.4 Composición del sustrato y carga orgánica	18
2.5.5 Relación carbono/nitrógeno (C/N)	19
2.6 Tipos de procesos durante la digestión anaerobia	19
2.7 Biochar	20
2.7.1 Síntesis del <i>biochar</i>	21
2.7.2 Condiciones de síntesis.....	22

2.7.3 Conductividad eléctrica	23
2.7.4 Metodología para obtención de <i>biochar</i>	24
2.8 Caracterización del <i>biochar</i>	31
2.9 Diseño experimental.....	33
2.10 Análisis energético	34
CAPÍTULO 3. METODOLOGÍA.....	35
3.1 Selección y Pretratamiento de la Biomasa	36
3.2 Caracterización de la Biomasa	37
3.2.1 Densidad	37
3.2.2 Humedad.....	38
3.2.3 Ceniza	38
3.2.4 Materia Orgánica	39
3.2.5 FTIR.....	39
3.2.6 Punto de Carga Cero (pHpzc).....	39
3.3 Diseño de Experimentos	40
3.4 Síntesis de <i>biochar</i>	42
3.4.1 Modificación de la biomasa.....	42
3.4.2 Síntesis por calentamiento convencional.....	43
3.4.3 Tratamiento por microondas	44
3.5 Caracterización del <i>biochar</i>	45
3.5.1 FTIR.....	45
3.5.2 SEM-EDS	45
3.5.3 Microscopio óptico digital.....	46
3.5.4 Conductividad eléctrica y pH	47
3.5.5 Isotermas de adsorción	47
3.6 Análisis Energético.....	49
3.6.1 Conversión del biogás en energía	51
3.7 Experimentos de Digestión Anaerobia.....	51

3.7.1 Experimentos en lote	51
3.7.2 Experimentos en continuo	52
3.8 Caracterización del agua residual.....	53
3.8.1 Sólidos totales, volátiles y fijos totales.....	53
3.8.2 DQO total y soluble	54
3.8.3 Amonio	56
3.8.4 Ácidos Grasos Volátiles (AGVs)	57
3.8.5 Análisis de biogás	58
CAPÍTULO 4. RESULTADOS Y DISCUSIONES	60
4.1 Caracterización de la biomasa.....	61
4.1.1 Propiedades fisicoquímicas de la biomasa	61
4.1.2 FTIR.....	63
4.1.3 Punto de Carga Cero (pHpzc).....	64
4.2 Diseño de Experimentos	66
4.2.1 Experimentos en lote	68
4.2.2 Experimentos en continuo	79
4.3 Caracterización del material seleccionado	91
4.3.1 FTIR.....	91
4.3.2 SEM-EDS	94
4.3.3 Microscopio óptico digital	98
4.3.4 Isotermas de adsorción	100
4.4 Análisis energético	103
CAPÍTULO 5. CONCLUSIONES	109
REFERENCIAS.....	112

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Factores y niveles para el método de Taguchi (Matriz L9)	41
Tabla 2. Combinación de factores para la síntesis del biochar	41
Tabla 3. Identificación de los materiales sintetizados a partir de la matriz de Taguchi	42
Tabla 4. Puntos para la curva de calibración de DQO	56
Tabla 5. Características físicoquímicas de la biomasa.....	62
Tabla 6. Rendimiento, pH y conductividad eléctrica del biochar sintetizado a partir de la matriz de Taguchi.....	68
Tabla 7. Parámetros cinéticos y mejora en la producción de metano durante la digestión anaerobia en experimentos en lote, incorporando biochar, biochar irradiado y un control sin material	69
Tabla 8. Tablas de respuesta del análisis Taguchi (Relacion S/N y medias) para los materiales sin radiación por microondas.....	71
Tabla 9. Resumen del análisis Taguchi (Relacion S/N y medias) para los materiales con radiación por microondas	72
Tabla 10. Caracterización inicial del agua residual municipal de la planta de tratamiento de Santa Rosa Jáuregui, Juriquilla, Querétaro.....	74
Tabla 11. Efecto del biochar sin radiación por microondas en la remoción de DQO, concentración de amonio y pH durante los experimentos por lotes de digestión anaerobia	75
Tabla 12. Efecto del biochar con radiación por microondas en la remoción de DQO, concentración de amonio y pH durante experimentos por lotes de digestión anaerobia.....	76
Tabla 13. Principales parámetros texturales del biochar sintetizado antes y después del tratamiento con microondas (MW).....	101
Tabla 14. Consumo energético de la síntesis de biochar	104
Tabla 15. Costo energético y huella de carbono estimados para la síntesis de biochar.....	104

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Proceso convencional de tratamiento de agua residual	8
Figura 2. Diagrama de los procesos de digestión aerobia y anaerobia	9
Figura 3. Diagrama del proceso de digestión anaerobia.....	10
Figura 4. Mecanismo DIET mediante biochar	16
Figura 5. Tipos de reactores empleados en los diferentes procesos de DA: a) reactor UASB, b) reactor CSTR, c) reactor SBR	20
Figura 6. Métodos de calentamiento a) radiación por microondas, b) calentamiento convencional	28
Figura 7. Esquema del proceso de pretratamiento de la biomasa.....	37
Figura 8. Espectrofotometro infrarrojo Thermo Scientific modelo Nicolet IS10	39
Figura 9. Modificación y proceso de secado de la biomasa	43
Figura 10. Horno tubular Carbolite Eurotherm y representación de la biomasa empacada en el tubo de cuarzo.....	44
Figura 11. Horno de microondas MRF 16/22.....	45
Figura 12. Microscopio Quanta FEG 650	46
Figura 13. Microscopio óptico digital modelo VH-ZST	47
Figura 14. Espectros IR para los tres tipos de biomasa estudiados	64
Figura 15. Punto de carga cero (pH _{PZC}) para las biomosas seleccionadas.....	65
Figura 16. Porcentaje de rendimiento del biochar a partir de la biomasa seleccionada	67
Figura 17. a) Gráfica de efectos principales para relaciones señal/ruido (S/N), b) Gráfica de efectos principales para medias, para los materiales sin radiación por microondas.....	71
Figura 18. a) Gráfica de efectos principales para relaciones señal/ruido (S/N), b) Gráfica de efectos principales para medias, para los materiales con radiación por microondas	72
Figura 19. Consumo y producción de AGVs para el biochar sin radiación por microondas durante la digestión anaerobia en experimentos en lote	78
Figura 20. Consumo y producción de AGVs para el biochar con radiación por microondas durante la digestión anaerobia en experimentos en lote	79

Figura 21. Producción de biogás y metano de los tres reactores para un TRH de 8 y 12 h durante 49 días de operación	81
Figura 22. Concentración de DQO total durante los 49 días de operación, con TRH de 8 y 12 h, para muestras tomadas de los 3 reactores y el agua residual de alimentación	82
Figura 23. Concentración de DQO soluble durante los 49 días de operación para un TRH de 8 y 12 h, considerando muestras tomadas de los 3 reactores y del agua residual de alimentación	83
Figura 24. Porcentaje de remoción de DQO total y soluble para los tres reactores durante los 49 días de operación	84
Figura 25. Comportamiento del pH durante los 49 días de operación para un TRH de 8 y 12 h para los 3 reactores y el agua residual de alimentación.....	86
Figura 26. Concentración de NH_4^+ durante los 49 días de operación para un TRH de 8 y 12 h en los 3 reactores y el agua residual de alimentación.....	87
Figura 27. Composición del biogás durante los 49 días de operación para un TRH de 8 y 12 h en los 3 reactores	89
Figura 28. Concentración de AGVs en los 3 reactores y el agua residual de alimentación con TRH de 8 y 12 h durante 49 días de operación	91
Figura 29. Espectros IR para el material como óptimo (700MW-AMn) y su referencia sin radiación (700-AMn).....	92
Figura 30. Comparación de espectros IR del biochar con y sin radiación (700-AMn) y de materiales de referencia sintetizados a 300 y 700 °C	93
Figura 31. Micrografías SEM del biochar obtenido del bagazo de agave a 700 °C modificado con KMnO_4 : a) sin radiación, b) con radiación por microondas	95
Figura 32. Ampliación de micrografía SEM del biochar 700-AMn.....	96
Figura 33. Micrografía SEM y composición elemental (EDS) del biochar 700MW-AMn	97
Figura 34. Micrografía SEM y composición elemental (EDS) del biochar 700-AMn.....	98
Figura 35. Morfología estructural del biochar sintetizado a partir de los tres tipos de biomasa: a) bagazo de agave, b) semilla de guayaba y c) cáscara de nuez.....	100
Figura 36. Isotermas de adsorción-desorción de N_2 para el biochar óptimo según la matriz de Taguchi	103
Figura 37. Relación entre consumo energético total y velocidad de producción de CH_4	106

Figura 38. Energía consumida por cada gramo de biochar vs velocidad de producción de CH ₄	106
Figura 39. Frente de Pareto energía – rendimiento de CH ₄	108
Figura 41. Energía útil generada (kWh) durante el tiempo de operación de los reactores para un TRH de 8 y 12 h	108

SIMBOLOGÍA Y ABREVIATURAS

AGVs	Ácidos Grasos Volátiles
DA	Digestión Anaerobia
AMPTS	Sistema automático de potencial de metano (por sus siglas en inglés de Automatic Methane Potential Test System)
CH ₄	Metano
C	Carbono
Ca	Calcio
CAE	Capacidad de aceptación de electrones
CE	Conductividad eléctrica
Co	Cobalto
CO ₂	Dióxido de carbono
CDE	Capacidad de donación de electrones
DFT	Teoría de la función de densidad
DIET	Transferencia directa de electrones entre especies (por sus siglas en inglés de Direct Interspecies Electron Transfer)
DQO	Demanda Química de Oxígeno
DR	Modelo Dubinin-Radushkevich
Fe	Hierro
FTIR	Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier
K	Potasio
MW	Microondas
Mn	Manganeso
NH ₄ ⁺	Amonio
N ₂	Nitrógeno
O	Oxígeno
pHpzc	Punto de carga cero
PTAR	Plantas de tratamiento de agua residual
SEM	Microscopía electrónica de barrido
TRH	Tiempo de retención hidráulica
UASB	Reactor anaerobio de flujo ascendente (por sus siglas en inglés de Upflow Anaerobic Sludge Blanket reactors)

ORGANIZACIÓN DE LA TESIS

La presente Tesis se estructura en 5 capítulos, los cuales se describen a continuación:

Capítulo 1. Introducción

Se presenta el contexto del problema abordado en esta investigación, así como los objetivos, la hipótesis y la justificación del estudio.

Capítulo 2. Marco Teórico

Se analizan los conceptos fundamentales y procesos relacionados con la digestión anaerobia, además de revisar investigaciones previas que sustentan el enfoque adaptado en este trabajo.

Capítulo 3. Metodología

Se describe detalladamente la metodología empleada en la fase experimental del proyecto. Incluye la síntesis de los materiales, su aplicación en sistemas batch y reactores biológicos en flujo continuo, así como las técnicas utilizadas para el análisis del agua residual y la caracterización de los materiales.

Capítulo 4. Resultados

Se presentan los resultados obtenidos durante el desarrollo del estudio, acompañados de tablas y figuras. Asimismo, se discute la caracterización de los materiales y se realiza un análisis detallado de los datos experimentales.

Capítulo 5. Conclusión

Se exponen las principales conclusiones del trabajo, junto con posibles líneas de investigación futura relacionadas con el desarrollo y aplicación de los materiales evaluados.

CAPÍTULO 1. INTRODUCCIÓN

CAPÍTULO

1

INTRODUCCIÓN

1.1 Introducción

El agua es un recurso natural esencial e invaluable cuya disponibilidad es crucial para garantizar la sostenibilidad de la vida en la Tierra. La calidad y disponibilidad de este recurso determinan el bienestar tanto de los ecosistemas como de la humanidad. El acceso a agua potable y limpia constituye un derecho humano fundamental; no obstante, la actual crisis global del agua impacta profundamente la vida de millones de personas (Kumar, J. et al., 2024).

La creciente demanda de agua dulce se atribuye al aumento de la población, la industrialización, la urbanización y la contaminación ambiental, factores que han deteriorado significativamente su calidad. Actualmente, el mundo genera aproximadamente 380 billones de litros de aguas residuales al año, y se estima que esta cifra aumentará en un 24 % para 2030 y en un 51 % para 2050 (Kumar, J. et al., 2024).

Una de las soluciones más viables para esta problemática es el uso de Plantas de Tratamiento de Aguas Residuales (PTAR), las cuales procesan las aguas residuales provenientes de fuentes domésticas, industriales y comerciales, antes de su descarga en cuerpos de agua. Dentro del tren de tratamiento, los procesos biológicos destacan, dividiéndose en dos tipos principales: aerobios y anaerobios. Particularmente, los procesos anaerobios han ganado atención debido a sus múltiples beneficios (Johnravindar et al., 2021; Liu, M. et al., 2023).

La Digestión Anaerobia (DA) es un método ampliamente utilizado para el tratamiento de efluentes con altas cargas de materia orgánica y compuestos tóxicos. Este proceso estabiliza

los contaminantes orgánicos presentes en el agua residual sin requerir oxígeno. Sin embargo, presenta limitaciones como la baja producción de metano, alta generación de dióxido de carbono e inestabilidad operativa (He et al., 2020; Johnravindar et al., 2021; Laiq Ur Rehman et al., 2019; Zhao, W. et al., 2021).

En este contexto, investigaciones recientes han demostrado que la adición de materiales a base de carbono mejora la actividad metanogénica al promover interacciones sintróficas entre las bacterias, lo que incrementa la producción de metano (He et al., 2020; Khalid et al., 2021; van Lier Jules B. et al., 2020). El *biochar* un material sólido obtenido a partir de la descomposición térmica de biomasa lignocelulósica, destaca por su alta porosidad, presencia de grupos funcionales y capacidad para facilitar la formación de biopelículas, características que lo convierten en un material ideal para estabilizar el pH y optimizar el crecimiento microbiano, facilitando la degradación de materia orgánica en aguas residuales (He et al., 2020; Khalid et al., 2021).

El *biochar* puede sintetizarse a partir de residuos de biomasa mediante diversos métodos. Uno de ellos es el calentamiento convencional, basado en la transferencia de calor por convección o conducción. Otra alternativa es el calentamiento por microondas, un proceso de calentamiento volumétrico donde cada molécula interactúa directamente con el campo electromagnético (Durán-Jiménez et al., 2015).

Por lo tanto, este proyecto tuvo como objetivo mejorar el proceso de digestión anaerobia mediante la incorporación de materiales carbonosos, como el *biochar*, con el propósito de favorecer la Transferencia Directa de Electrones entre Especies (DIET, por sus siglas en inglés). Se buscó incrementar la producción de metano durante el tratamiento de aguas residuales municipales con alta carga orgánica (Gahlot et al., 2020; Khalid et al., 2021; Qi et al., 2021; Romero et al., 2020). Asimismo, se estudió el método de síntesis de *biochar* mediante calentamiento convencional y el postratamiento por radiación con microondas, con el fin de evaluar su efecto en las propiedades del *biochar* y su desempeño en sistemas de digestión anaerobia.

1.2 Objetivos

1.2.1 Objetivo general

Evaluar el efecto del *biochar* sintetizado a partir de residuos de biomasa sobre la producción de biogás en sistemas de digestión anaerobia aplicados al tratamiento de aguas residuales municipales.

1.2.2 Objetivos específicos

- Determinar las condiciones óptimas para la síntesis de *biochar* utilizando el método de Taguchi, teniendo como variable de respuesta la producción de metano.
- Evaluar el efecto de incorporar el *biochar* sintetizado en sistemas anaerobios sobre la producción de metano en sistemas en lote.
- Seleccionar el *biochar* con mejor desempeño en lote e implementarlo en reactores biológicos para el tratamiento continuo de aguas residuales reales.
- Dilucidar las propiedades fisicoquímicas del *biochar* con mayor efecto sobre la producción de metano, así como los actores principales en la digestión anaerobia de aguas residuales municipales.

1.3 Hipótesis

- La incorporación de *biochar* en sistemas de digestión anaerobia durante el tratamiento de aguas residuales mejora significativamente la eficiencia de la digestión, aumentando la producción de biogás.
- El *biochar* favorece la DIET y promueve la actividad sintrófica entre microorganismos involucrados en la digestión anaerobia.
- El *biochar* sometido a radiación por microondas mejora la producción de metano durante el proceso de digestión anaerobia.

1.4 Justificación

La DA es una tecnología ampliamente utilizada para el tratamiento de aguas residuales con alta carga orgánica; sin embargo, presenta ciertas limitaciones operativas. Entre ellas destaca la sensibilidad del proceso ante la presencia de compuestos inhibidores como el amoníaco y el nitrógeno, que pueden afectar negativamente la estabilidad del sistema y reducir la producción de metano (He et al., 2020).

En este contexto, el presente proyecto plantea la incorporación de materiales carbonosos, como el *biochar*, con el objetivo de mejorar la eficiencia de la digestión anaerobia a través del fortalecimiento de la DIET. Se espera que esta estrategia incremente la producción de metano durante el tratamiento de aguas residuales municipales con elevada carga orgánica (Gahlot et al., 2020; Khalid et al., 2021; Qi et al., 2021; Romero et al., 2020).

La adición del *biochar* al sistema anaerobio contribuye a estabilizar el proceso al actuar como material amortiguador. Además, mejora la actividad metanogénica gracias a sus propiedades fisicoquímicas, como alta porosidad, capacidad de adsorción, conductividad eléctrica y actividad redox (He et al., 2020; Khalid et al., 2021). En comparación con el carbón activado, el *biochar* presenta ventajas significativas: es de bajo costo, posee una estructura química estable, evita fenómenos de inhibición y contiene grupos funcionales que facilitan la transferencia de electrones, incrementando el porcentaje de producción de metano, así como la calidad final del mismo (Lü et al., 2019; Yang et al., 2021; Zhao, W. et al., 2021).

CAPÍTULO 2. MARCO TEÓRICO

CAPÍTULO

2

MARCO TEÓRICO

2.1 Tratamiento de agua residual

Las PTAR recolectan aguas superficiales y subterráneas, sometiéndolas a diversos procesos de depuración con el objetivo de hacerlas aptas para su reutilización o descarga segura en el medio ambiente (Kumar, J. et al., 2024). El tren de tratamiento convencional consta de diferentes etapas (Figura 1). En primer lugar, el pretratamiento incluye operaciones de cribado para la remoción de sólidos gruesos, arenas y grasas, mediante equipos como rejillas, desarenadores y trampas de grasa. Posteriormente, en el tratamiento primario, se emplean sedimentadores primarios para separar los sólidos suspendidos a través de mecanismos de decantación por gravedad.

A continuación, el tratamiento secundario comprende procesos biológicos destinados a la degradación de la materia orgánica disuelta, los cuales pueden ser de tipo aerobio o anaerobio. En esta etapa se utilizan tanques de aireación o reactores anaerobios, además de sedimentadores secundarios que permiten la separación del lodo biológico generado.

Finalmente, el tratamiento terciario, se encarga de afinar la calidad del efluente, mediante procesos de desinfección o técnicas avanzadas (como filtración, adsorción o tecnología de membranas), dependiendo del uso final previsto para el agua tratada y los estándares normativos aplicables (Kumar, J. et al., 2024).

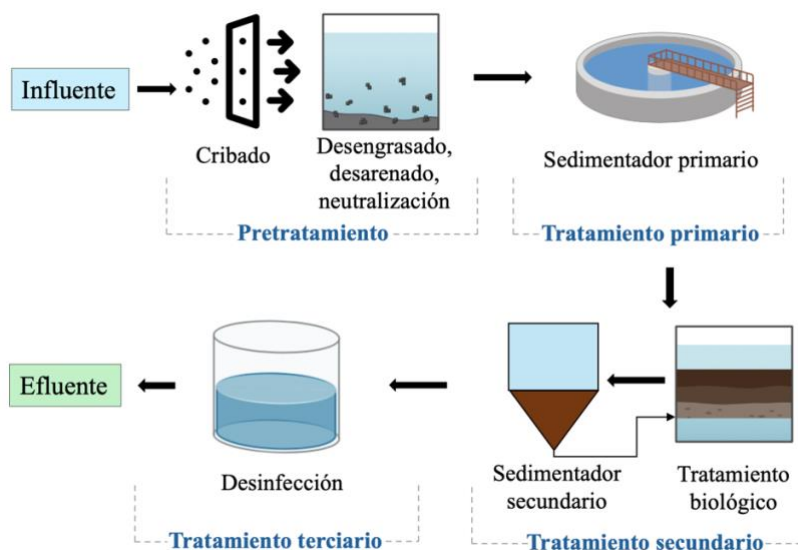


Figura 1. Proceso convencional de tratamiento de agua residual

2.2 Digestión anaerobia

Dentro de los procesos biológicos llevados a cabo en las PTAR (ver Figura 2) se encuentra la digestión aerobia, la cual requiere un suministro constante de oxígeno y un alto consumo energético para operar de manera eficiente. Se estima que más del 50 % de la materia orgánica presente en el influente se transforma en lodos, lo que representa una problemática adicional asociada al manejo, tratamiento y disposición de estos residuos (van Lier Jules B. et al., 2020).

En contraste, la DA ha generado interés debido a su doble beneficio: no solo reduce la carga orgánica del agua residual, sino que también produce biogás, una fuente de energía renovable que puede contribuir a cubrir los requerimientos energéticos de la propia planta. Se ha reportado que el consumo energético de una PTAR oscila entre 0.3 y 2.1 kWh por metro cúbico de agua tratada, por lo que la integración de tecnologías generadoras de biogás puede aportar significativamente a la autosuficiencia energética (Guven et al., 2019).

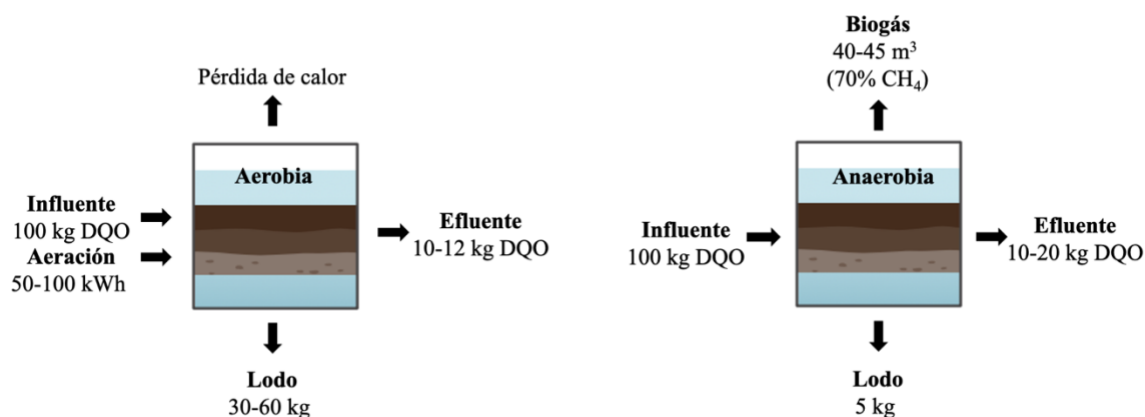


Figura 2. Diagrama de los procesos de digestión aerobia y anaerobia

La DA es un proceso biológico que se lleva a cabo en ausencia de oxígeno, adecuado para el tratamiento de efluentes con alta carga orgánica. Este proceso produce un biogás rico en metano (CH₄), cuyo contenido puede variar entre el 55 y 75 %, lo cual lo hace apto para su aprovechamiento en la generación de calor y electricidad (Johnravindar et al., 2021; Liu, M. et al., 2023; Liu, Y. et al., 2021).

No obstante, la DA también presenta ciertas limitaciones, tales como periodos prolongados de aclimatación microbiana, Tiempos de Retención Hidráulica (TRH) extensos y una baja eficiencia en la conversión de materia orgánica en biogás. Estas limitaciones se atribuyen al lento crecimiento de los microorganismos anaerobios, a la baja eficiencia en las etapas de hidrólisis y acidogénesis, y a la limitada actividad fermentativa (Liu, Y. et al., 2021).

El proceso de digestión anaerobia se desarrolla en cuatro etapas principales (Figura 3): hidrólisis, acidogénesis, acetogénesis y metanogénesis. Estas etapas son llevadas a cabo por un consorcio de bacterias y arqueas metanogénicas que actúan en condiciones anaerobias, facilitando la conversión de la materia orgánica en biogás con alto contenido de metano (Laiq Ur Rehman et al., 2019; Zhang, L. et al., 2020). Las etapas se describen con mayor detalle en la Sección 2.3.

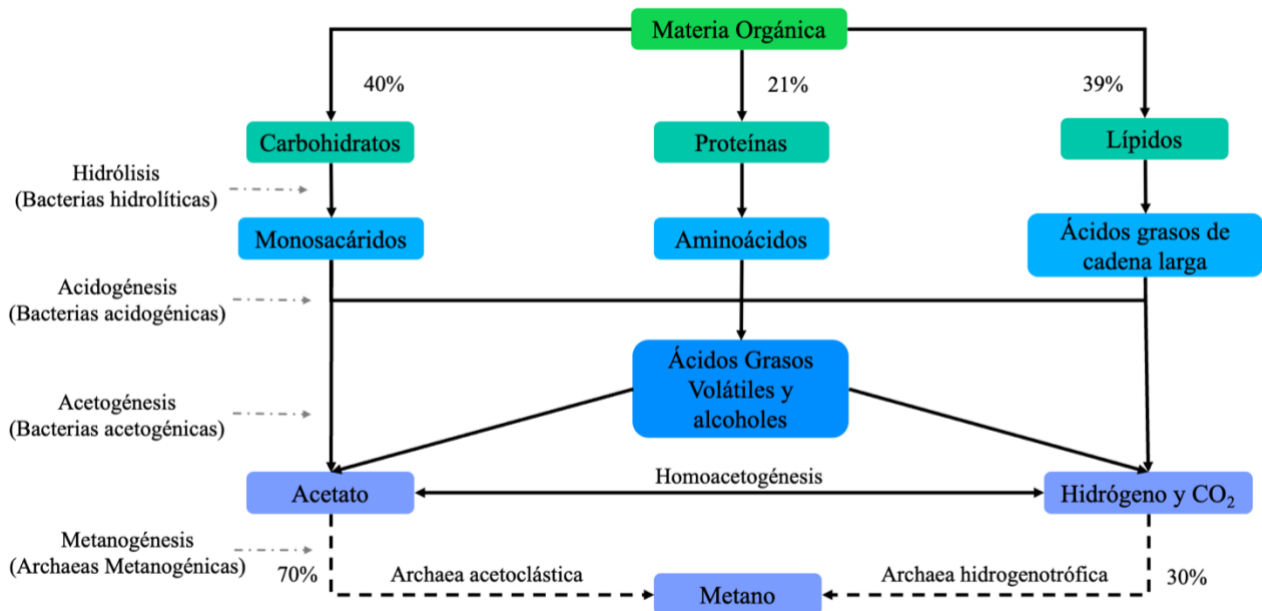


Figura 3. Diagrama del proceso de digestión anaerobia

2.3 Etapas de la digestión anaerobia

2.3.1 Hidrólisis

La hidrólisis constituye a primera etapa del proceso de digestión anaerobia y consiste en la descomposición de sustratos orgánicos complejos en compuestos solubles, mediante la acción de bacterias hidrolíticas (Laiq Ur Rehman et al., 2019; Romero et al., 2020). Estas bacterias excretan enzimas extracelulares que transforman la materia orgánica particulada (como proteínas, polisacáridos y lípidos) en unidades más simples y solubles, tales como aminoácidos, azúcares simples y ácidos grasos de cadena larga (van Lier Jules B. et al., 2020). Estos compuestos solubles son capaces de atravesar la pared celular de las bacterias fermentadoras, permitiendo su posterior metabolización.

Desde un enfoque más detallado, la hidrólisis inicia con la formación del *celulosoma*, un complejo multienzimático producido por bacterias hidrolíticas el cual facilita la descomposición de biopolímeros orgánicos. Este complejo integra diversas enzimas, tales como *glucanasas*, *hemicelulasas*, *quitinasas* y *ligninasas*, que participan

activamente en la ruptura de enlaces covalentes presentes en los polímeros. Durante este proceso, se establecen interacciones clave entre bacterias, enzimas y sustratos, promovidas por reacciones hidrolíticas en presencia de agua.

Paralelamente, las bacterias anaerobias facultativas presentes en el medio consumen el oxígeno disuelto, generando un ambiente con bajo potencial redox, condición indispensable para el desarrollo de bacterias hidrolíticas estrictamente anaerobias (Laiq Ur Rehman et al., 2019).

La eficiencia de degradación varía en función del tipo, composición y complejidad de los polímeros. Mientras que los carbohidratos pueden ser hidrolizados en cuestión de horas, las proteínas y los lípidos requieren varios días. En cambio, la degradación de compuestos lignocelulósicos o lignina es considerablemente más lenta e incompleta. Se ha demostrado que la formación del celulosoma es indispensable para la producción eficiente de enzimas hidrolíticas.

Diversas investigaciones han clasificado a las bacterias hidrolíticas en cinco filos principales: *Firmicutes*, *Bacteroidetes*, *Fibrobacter*, *Spirochaetes* y *Thermotogae*, de los cuales los dos primeros son los más abundantes en sistemas de digestión anaerobia (Laiq Ur Rehman et al., 2019).

Cabe destacar que la hidrólisis es considerada la etapa limitante del proceso, ya que determina la velocidad global de la digestión anaerobia. Por esta razón, resulta fundamental para el diseño y optimización de reactores anaerobios (van Lier Jules B. et al., 2020).

2.3.2 Acidogénesis

La acidogénesis es considerada la más rápida durante el proceso de digestión anaerobia, debido al elevado índice de crecimiento de las bacterias acidogénicas en comparación con los microorganismos metanogénicos (van Lier Jules B. et al., 2020). No obstante, su eficiencia puede verse influida por factores como la temperatura del sistema y la naturaleza del sustrato disponible.

Durante esta fase, los compuestos solubles generados en la hidrólisis (azúcares, aminoácidos y ácidos grasos de cadena corta), son transformados, por acción de

bacterias fermentativas, en Ácidos Grasos Volátiles (AGVs), tales como ácido láctico, ácido pirúvico, ácido fórmico, así como en otros subproductos como el CO₂, H₂, NH₃ y H₂S (Laiq Ur Rehman et al., 2019; Romero et al., 2020; van Lier Jules B. et al., 2020).

En el caso específico de los aminoácidos, la conversión acidogénica sigue la denominada reacción de Stickland, que consiste en una desaminación por oxidación anaerobia que produce AGVs e H₂. Paralelamente, algunos aminoácidos participan en reacciones de desaminación reductora, consumiendo el H₂ generado. Ambas vías dan lugar a la formación de NH₃, el cual actúa como aceptor de protones, incrementando el pH del medio (van Lier Jules B. et al., 2020).

Las bacterias responsables de esta etapa se agrupan en dos comunidades bacterianas: los acidogénicos anaerobios facultativos y los acidogénicos anaerobios estrictos. Estas bacterias pertenecen a diversos filos microbianos, entre los que destacan: *Firmicutes*, *Bacteroidetes*, *Proteobacteria* y *Actinobacteria*. A nivel de género, se han identificado como predominantes: *Clostridium* (*Firmicutes*), *Peptococcus* (*Firmicutes*), *Bifidobacterium* (*Actinobacteria*), *Desulfovibrio* (*Proteobacteria*), *Corynebacterium* (*Actinobacteria*), *Bacillus* (*Firmicutes*), *Pseudomonas* (*Proteobacteria*) y *Desulfobacter* (*Proteobacteria*) (Laiq Ur Rehman et al., 2019).

2.3.3 Acetogénesis

Durante la acetogénesis, los AGVs generados en la etapa de acidogénesis (principalmente propionato y butirato) son transformados en acetato, hidrógeno y dióxido de carbono, por acción de bacterias acetogénicas (Laiq Ur Rehman et al., 2019; Romero et al., 2020). Esta etapa es fundamental, ya que el acetato representa el principal precursor para la producción de metano en la etapa final del proceso.

Adicionalmente, en esta fase tiene lugar la homoacetogénesis, un proceso en el que ciertas bacterias utilizan H₂ y CO₂ como sustratos para sintetizar acetato. También otros compuestos como etanol, lactato y metanol se convierten en acetato mediante la homoacetogénesis (Feng et al., 2023).

Entre los géneros bacterianos más representativos de esta etapa destacan *Syntrophobacter* y *Syntrophomonas* incluyendo especies como *Syntrophobacter wolinii* y *Syntrophomonas wolfei*. Estas bacterias participan en asociaciones sintróficas estrechas con arqueas metanogénicas, facilitando la oxidación de ácidos grasos de cadena media y larga hacia acetato e H_2 (Laiq Ur Rehman et al., 2019).

No obstante, la acetogénesis puede verse afectada por desequilibrios en el sistema, especialmente por descensos en el pH. Una acumulación excesiva de AGVs puede provocar inhibición en la actividad de las arqueas metanogénicas, interfiriendo con la etapa de metanogénesis y comprometiendo la estabilidad del proceso anaerobio en su conjunto (van Lier Jules B. et al., 2020; Yang et al., 2021).

2.3.4 Metanogénesis

La etapa de metanogénesis representa la fase final de la digestión anaerobia, en la cual los productos generados en etapas previas, principalmente ácidos grasos volátiles (AGVs), alcoholes, hidrógeno y dióxido de carbono, son convertidos en metano (CH_4) por archaeas metanogénicas, un grupo especializado de microorganismos capaces de aceptar electrones.

Dependiendo del tipo de sustrato que utilizan, las archaeas metanogénicas se clasifican en tres grupos principales: hidrogenotróficas, acetoclásticas y metilotróficas (Kumar, V. et al., 2021). Las archaeas metanogénicas hidrogenotróficas utilizan al H_2 , formiato y otros compuestos como donantes de electrones para reducir el CO_2 en CH_4 (van Lier Jules B. et al., 2020). Las metanogénicas acetoclásticas metabolizan exclusivamente el acetato, liberando CH_4 y CO_2 como productos (Kumar, V. et al., 2021). Las archaeas metanogénicas metilotróficas emplean compuestos metilados, tales como metanol, metilaminas (mono, di y trimetilamina) y derivados de metilsulfuro (metanotiol, dimetilsulfuro) para la producción de CH_4 .

En condiciones típicas de digestión anaerobia, predominan las rutas hidrogenotrófica y acetoclástica. Se ha reportado que aproximadamente el 70 % del CH_4 generado proviene de la vía acetoclástica, mientras que el 30 % restante se produce a través de la vía hidrogenotrófica (van Lier Jules B. et al., 2020).

Los géneros más representativos de archaeas metanogénicas presentes en reactores anaerobios son *Methanosarcina* y *Methanosaeta* (actualmente *Methanothrix*), ambos altamente eficientes en la conversión de acetato en metano.

Esta etapa es crítica para el rendimiento del sistema, ya que la eficiencia de la metanogénesis determina el potencial energético del biogás producido.

2.4 Transferencia Directa de Electrones entre Especies (DIET)

La DIET es un metabolismo sintrófico que ocurre de forma natural entre procariotas, especialmente en archaeas metanogénicas. En este proceso, los electrones fluyen directamente de una célula donadora a una aceptora sin necesidad de intermediarios como H₂ o formiato, lo que representa una vía metabólica alternativa en la digestión anaerobia (Gahlot et al., 2020; Rasapoor et al., 2020).

La DIET mejora la eficiencia del proceso anaerobio, incrementa la producción de metano y contribuye a evitar la acidificación del sistema causada por sobrecarga de materia orgánica (Gahlot et al., 2020). Diversas investigaciones han demostrado que este mecanismo puede potenciarse mediante la incorporación de materiales carbonosos conductores, como el *biochar*.

En cuanto al mecanismo de acción, la DIET se puede clasificar en dos grandes grupos: DIET biótica, que involucra estructuras biológicas como pili conductores y proteínas (citocromos) y DIET abiótica, mediada por materiales conductores externos al metabolismo microbiano (Feng et al., 2023).

A continuación, se describen los principales mecanismos conocidos:

a) *Pili* conductores.

Los *pili* conductores, también conocidos como nanocables conductores, son estructuras proteicas extracelulares que permiten la conexión física entre bacterias donadoras de electrones, como *Geobacter*, y archaeas metanogénicas, como *Methanosaeta* o *Methanosarcina* (Rasapoor et al., 2020; Feng et al., 2023). Estos *pili* están formados principalmente por proteínas de pilina, las cuales actúan como canales de conducción electrónica. Se ha propuesto que la transferencia de

electrones se facilita mediante interacciones π - π entre aminoácidos aromáticos o por deslocalización electrónica en la estructura del pilus (Wang, W. & Lee, 2021).

b) Transporte de electrones a través de proteínas.

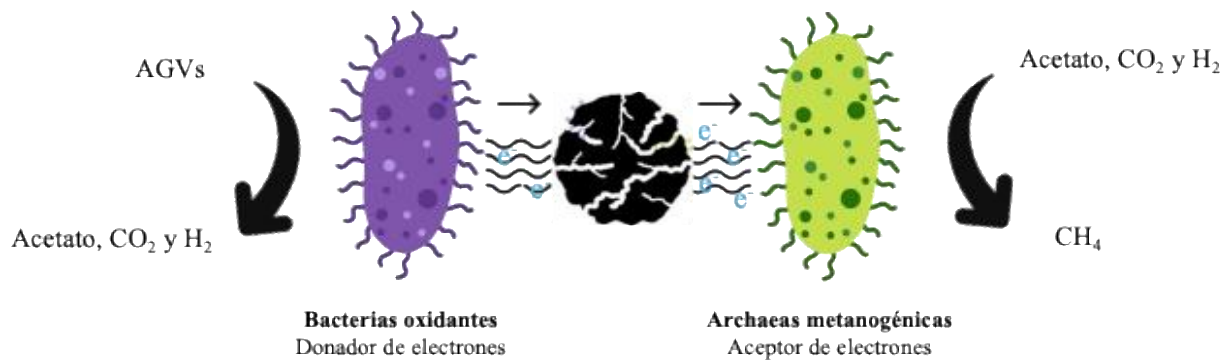
Otro mecanismo de DIET ocurre a través del contacto directo entre proteínas presentes en la membrana externa de los microorganismos y los aceptores de electrones. Se ha demostrado que estructuras como nanorods de polianilina (PANI) pueden estimular esta vía, gracias a su alta conductividad eléctrica, estabilidad química y capacidad de dopado redox (Huang, W. et al., 2022).

Además, los citocromos tipo c, considerados metaloproteínas por contener hierro en su estructura, han sido identificados en la membrana de especies como *Geobacter*. Estas proteínas permiten la transferencia secuencial de electrones, actuando como puentes electrónicos hacia aceptores externos como óxidos de hierro o sulfatos (Feng et al., 2023).

c) Transferencia de electrones a través de materiales conductores.

Los materiales conductores como el *biochar*, funcionan como puentes eléctricos extracelulares que conectan con microorganismos sin requerir contacto celular directo (Figura 4) (Rasapoor et al., 2020). En particular, el *biochar* favorece la DIET gracias a sus propiedades estructurales, como: alta conductividad eléctrica, presencia de grupos funcionales en su superficie (donadores de electrones), capacidad de adsorber microorganismos y formar biopelículas sintróficas (Wang, W. & Lee, 2021).

Estos materiales permiten que bacterias donadoras (como *Geobacter*) y archaeas receptoras (como *Methanosaeta*) interactúen de forma eficiente sin necesidad de estructuras bióticas como *pili* o citocromos. Por tanto, la DIET mediada por materiales conductores representa un mecanismo abiótico que puede ser estratégicamente promovido para mejorar la digestión anaerobia (Feng et al., 2023).

Figura 4. Mecanismo DIET mediante *biochar*

2.5 Parámetros de operación de la digestión anaerobia

Como se analizó en la Sección 2.3, diversos parámetros inciden directamente en el rendimiento de biogás durante el proceso de la DA. A continuación, se describen los factores más relevantes que deben controlarse para asegurar la eficiencia del sistema. Es importante destacar que las etapas de la hidrólisis y metanogénesis son especialmente críticas, ya que definen tanto la velocidad global del proceso como el contenido final de metano en el biogás (Ometto et al., 2019).

2.5.1 Temperatura

La temperatura de operación es un parámetro crítico en la DA, ya que influye directamente en la velocidad de las reacciones metabólicas. Un control adecuado de este factor permite reducir los tiempos de retención y procesar una mayor cantidad de sustrato por unidad de tiempo.

La DA puede llevarse a cabo principalmente en dos rangos térmicos: mesofílico (30-40 °C) y termofílico (50-60 °C). Las condiciones mesofílicas son las más comúnmente empleadas en PTAR a escala real, debido a su mayor estabilidad operacional, menor sensibilidad a perturbaciones externas y presentan un consorcio microbiano más diverso y resiliente. Aunque, en condiciones termofílicas, la hidrólisis se ve favorecida, mejorando la degradación de la materia orgánica y reduciendo la formación de amoníaco. Sin embargo, la comunidad microbiana es menos diversa y más

sensible a cargas orgánicas elevadas (Laiq Ur Rehman et al., 2019; Ometto et al., 2019 Peng et al., 2024).

Por otro lado, las condiciones termofílicas proporcionan un entorno más estable para la comunidad microbiana, favoreciendo la metanogénesis y promoviendo una mayor producción de metano. No obstante, la actividad metabólica general puede ser más lenta que en condiciones mesofílicas, especialmente si hay inestabilidad operacional.

Se recomienda evitar el funcionamiento en temperaturas intermedias (40–50 °C), ya que en este rango se inhibe la actividad de las archaeas metanogénicas, lo que disminuye de forma significativa la producción de metano (Laiq Ur Rehman et al., 2019).

2.5.2 Tiempo de retención hidráulico (TRH)

El TRH es un parámetro clave en la digestión anaerobia, ya que influye directamente en la eficiencia del proceso y en la estabilidad de la comunidad microbiana. Debido a que el crecimiento y metabolismo de los microorganismos anaerobios, especialmente las archaeas metanogénicas, es relativamente lento, se recomienda que el TRH sea al menos el doble del tiempo de duplicación de estas archaeas. Esto asegura una adecuada sinergia microbiana y un funcionamiento estable del reactor (Laiq Ur Rehman et al., 2019).

Un TRH más prolongado favorece la remoción de la demanda química de oxígeno (DQO) y mejora la capacidad del sistema para amortiguar los efectos de compuestos tóxicos presentes en el influente. Sin embargo, tiempos excesivamente largos pueden reducir la capacidad de tratamiento volumétrica del reactor, lo que implica un compromiso entre eficiencia de depuración y capacidad operativa (Draa et al., 2019; Laiq Ur Rehman et al., 2019).

2.5.3 pH

El pH es un parámetro determinante para el crecimiento y la actividad metabólica de los microorganismos involucrados en la DA. Cada grupo microbiano presenta un rango óptimo de tolerancia, y variaciones fuera de este intervalo pueden afectar la estabilidad del proceso.

Por ejemplo, las archaeas metanogénicas del género *Methanosarcina* muestran mayor tolerancia a fluctuaciones de pH y pueden mantener su actividad incluso a valores cercanos a 6.5. Sin embargo, muchas otras especies microbianas reducen significativamente su actividad cuando el pH desciende por debajo de 6.7, lo que puede ralentizar la producción de metano y favorecer la acumulación de ácidos grasos volátiles.

Para garantizar un rendimiento óptimo, se recomienda operar el sistema en condiciones cercanas a la neutralidad (pH 6.8–7.4), ya que este intervalo favorece tanto la hidrólisis como la metanogénesis (Laiq Ur Rehman et al., 2019). El control del pH puede lograrse mediante la alcalinización con carbonatos, hidróxidos o el uso de materiales con capacidad amortiguadora.

2.5.4 Composición del sustrato y carga orgánica

La naturaleza del sustrato es un factor determinante en el rendimiento de la DA. Sustratos con un contenido equilibrado y adecuado de carbohidratos, proteínas y lípidos tienden a generar una mayor cantidad de biogás, debido a la mayor disponibilidad de compuestos biodegradables (Laiq Ur Rehman et al., 2019). Un valor elevado de demanda química de oxígeno (DQO) indica una alta concentración de materia orgánica susceptible de degradación, lo que potencialmente incrementa la producción de metano.

Sin embargo, el proceso requiere un equilibrio en la carga orgánica aplicada al reactor. Una sobrecarga orgánica puede provocar acumulación de AGVs, generando descensos en el pH que afectan negativamente el metabolismo microbiano, especialmente de las archaeas metanogénicas. Por el contrario, una carga demasiado baja puede reducir la producción de biogás y desaprovechar la capacidad del reactor.

En la práctica, la carga orgánica óptima depende del tipo de reactor, las características del sustrato y las condiciones de operación, pero su ajuste es clave para mantener la estabilidad del sistema y maximizar la conversión de materia orgánica en metano (Laiq Ur Rehman et al., 2019).

2.5.5 Relación carbono/nitrógeno (C/N)

La relación carbono/nitrógeno (C/N) es un parámetro esencial para el crecimiento y equilibrio de la comunidad microbiana en la digestión anaerobia. El carbono actúa como fuente primaria de energía para los microorganismos, mientras que el nitrógeno es fundamental para la síntesis de proteínas, enzimas y otros componentes celulares.

Un valor de C/N demasiado alto implica una deficiencia de nitrógeno, lo que limita la síntesis de biomasa y ralentiza la producción de biogás debido al exceso de carbono no metabolizado. Por el contrario, una C/N demasiado baja provoca un exceso de nitrógeno, que se transforma en amonio (NH_4^+) y amoníaco libre, elevando el pH a niveles que pueden inhibir la actividad de las archaeas metanogénicas y desestabilizar el proceso (Laiq Ur Rehman et al., 2019).

2.6 Tipos de procesos durante la digestión anaerobia

La DA puede desarrollarse mediante distintos sistemas, cuya selección depende de factores como las necesidades específicas del tratamiento, la normativa vigente, el espacio disponible en la PTAR y las características del sustrato. Los principales tipos de procesos son: continuo, semicontinuo y batch (en lote) (ver Figura 5).

- Sistema continuo: diseñado para el tratamiento de grandes volúmenes de agua residual con alta carga de materia orgánica disuelta. Comúnmente se utilizan Reactores Anaerobios de Flujo Ascendente (UASB, por sus siglas en inglés), en los cuales el influente se introduce a través de un lecho de lodo granular anaerobio, logrando una degradación eficiente de la materia orgánica (Ometto et al., 2019).

- Sistema semicontinuo: emplea Reactores de Tanque Agitado Continuo (CSTR, por sus siglas en inglés), adecuados para sustratos con un contenido de sólidos entre 2 y 15 % en peso húmedo (Ometto et al., 2019). Este sistema combina características de los procesos en continuo y batch, permitiendo la carga y descarga del sustrato en intervalos definidos, lo que otorga flexibilidad para adaptarse a diferentes tipos de residuos.
- Sistema batch (en lote): se implementa en Reactores Biológicos Secuenciales (SBR, por sus siglas en inglés). El proceso consiste en llenar el reactor con el sustrato, mantenerlo en digestión durante un periodo determinado en función de la carga orgánica y, posteriormente, retirar el efluente tratado. Este método resulta especialmente útil para volúmenes pequeños o para el tratamiento de sustratos con condiciones específicas (Singh, A. et al., 2022).

Cada sistema presenta ventajas y limitaciones que deben evaluarse en función de la naturaleza del sustrato, los objetivos del tratamiento y la infraestructura disponible.

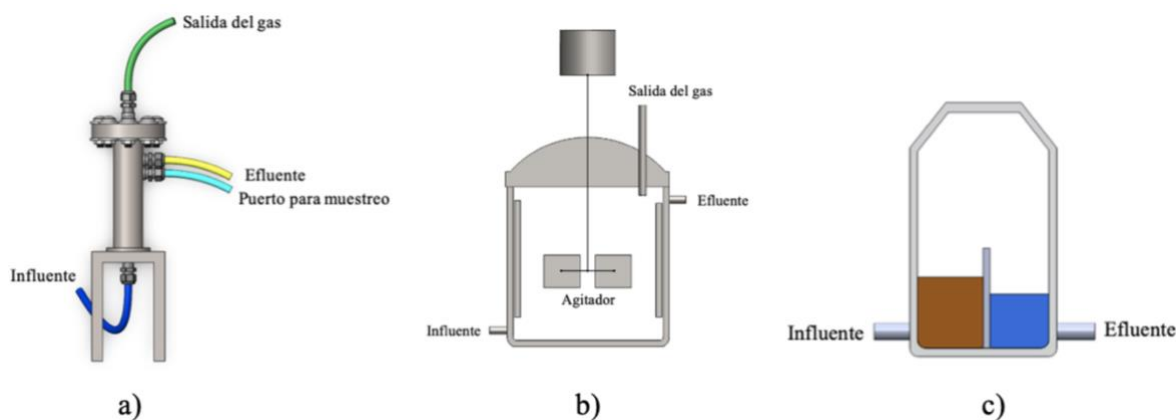


Figura 5. Tipos de reactores empleados en los diferentes procesos de DA: a) reactor UASB, b) reactor CSTR, c) reactor SBR

2.7 Biochar

El *biochar* es un material sólido obtenido a partir de la descomposición térmica de biomasa lignocelulósica, procedente de residuos como desechos agrícolas, restos de alimentos, residuos forestales, entre otros. Su producción a partir de residuos renovables y abundantes se

alineada con los principios de la economía circular, ya que transforma residuos en productos de valor agregado, disminuyendo el impacto ambiental y promoviendo aprovechamiento de los residuos (Zheng, Y. et al., 2023).

Este material presenta propiedades fisicoquímicas de gran interés, entre ellas alta superficie específica, elevada porosidad, y características conductoras y electroquímicas favorables (Khalid et al., 2021; Zheng, Y. et al., 2023). Dichas propiedades lo convierten en un aditivo prometedor para sistemas de digestión anaerobia (DA), debido a que:

- Promueve interacciones sintróficas entre bacterias y archaeas metanogénicas (Khalid et al., 2021).
- Favorece el crecimiento del consorcio bacteriano, optimizando la actividad metabólica (Johnravindar et al., 2020).
- Sirve como soporte para la formación de biopelículas, mejorando la adhesión y estabilidad de los microorganismos (He et al., 2020).
- Potencia la DIET, incrementando la eficiencia del proceso (Barua & Dhar, 2017).
- Adsorbe inhibidores generados durante la DA, reduciendo su impacto negativo sobre la microbiota.
- Amortigua el pH, proporcionando condiciones más estables para la actividad microbiana (Wang, W. & Lee, 2021).

Gracias a estas funciones, el biochar se ha consolidado como una herramienta versátil para mejorar la estabilidad y el rendimiento de los sistemas anaerobios, con especial relevancia en la producción de biogás de alta calidad.

2.7.1 Síntesis del *biochar*

En los últimos años, los materiales con propiedades conductoras basados en carbono como el *biochar*, el carbón activado en polvo, el carbón activado granular, el grafeno, el grafito, las fibras y los Nanotubos de Carbono de Pared Múltiple (MWCNT, por sus siglas en inglés) o de Pared Simple (SWCNT, por sus siglas en inglés), han despertado un gran interés debido a su capacidad para potenciar la transferencia directa

de electrones entre especies durante la digestión anaerobia, lo que se traduce en un mayor contenido de metano en el biogás.

El *biochar*, al igual que otros materiales de carbono, destaca por su alta conductividad eléctrica, biocompatibilidad, estabilidad química, bajo peso y bajo costo de producción, características que lo convierten en una opción ampliamente utilizada para potenciar el mecanismo de DIET (Gahlot et al., 2020).

Entre los materiales mencionados, el carbón activado granular es uno de los más empleados. Se ha reportado que actúa como un mediador redox y que, gracias a la presencia de grupos funcionales en su superficie, favorece el crecimiento microbiano y la retención de biomasa en los digestores anaerobios (Gahlot et al., 2020).

El *biochar*, en particular, estimula la conversión de alcoholes y AGVs en metano a través de la DIET. Asimismo, diversos estudios han demostrado que las archaeas metanogénicas de los géneros *Methanosarcina* y *Methanosaeta* muestran afinidad por adherirse a la superficie del *biochar*, lo que incrementa la eficiencia del proceso de DA (Gahlot et al., 2020).

Cabe resaltar que las propiedades del *biochar* dependen tanto de las condiciones como el método de síntesis, los cuales se describen con mayor detalle en las Secciones 2.7.4.3 y 2.7.4.4.

2.7.2 Condiciones de síntesis

La síntesis del *biochar* está influenciada por varios parámetros operativos que determinan tanto su rendimiento como sus propiedades fisicoquímicas y funcionales. Entre los factores más relevantes se encuentran:

- Temperatura de síntesis: este parámetro es determinante para el porcentaje de rendimiento del *biochar*, así como para las características de sus poros, el área superficial específica, el tamaño de partícula, la conductividad eléctrica, la capacidad de adsorción, la presencia de grupos funcionales y el costo de producción. En general, temperaturas más elevadas potencian la capacidad de transferencia de

electrones, aunque el rendimiento en masa del *biochar* tiende a ser mayor cuando se emplean temperaturas más bajas (Bardi et al., 2023; Jellali et al., 2021; Sun et al., 2022; Zhao, W. et al., 2021).

- Tiempo de residencia: el periodo que el material precursor permanece en el horno incide directamente en el rendimiento del *biochar*. Estudios han señalado que un tiempo de residencia óptimo se encuentra entre 1 y 3 horas, lo que maximiza el porcentaje de producción sin comprometer sus propiedades estructurales (Zhao, W. et al., 2021; Y. Zheng et al., 2023).
- Velocidad de calentamiento: este parámetro afecta tanto el rendimiento como la morfología y estructura del *biochar*. Velocidades de calentamiento moderadas entre 0.5 y 5 °C/min, favorecen un mayor rendimiento, incrementa la alcalinidad y mejoran el área superficial específica del material (Zhao, W. et al., 2021).

2.7.3 Conductividad eléctrica

La conductividad eléctrica (CE) se define como la capacidad de un material para transferir electrones y permitir el flujo de corriente eléctrica, expresándose en siemens por metro (S/m) (Martins et al., 2018; Masebinu et al., 2019). Un mayor valor de conductividad eléctrica implica una mayor transferencia de electrones por unidad de tiempo, lo que se traduce en ventajas significativas para mejorar la producción de CH₄ en digestión anaerobia (Wang, W. & Lee, 2021).

En el contexto de la DIET, la CE adquiere un papel central. La adición de *biochar* en los sistemas de DA incrementa la conductividad del medio, favoreciendo la estabilización y aceleración de la degradación de la materia orgánica para la generación de metano (Martins et al., 2018; Masebinu et al., 2019). De esta forma, el ajuste de la CE del *biochar*, mediante condiciones de síntesis o modificaciones químicas, impacta directamente en la eficiencia del proceso (véase Sección 2.4).

La temperatura de síntesis influye de manera decisiva en la CE del *biochar*. A temperaturas inferiores a 400 °C, la conductividad disminuye considerablemente, mientras que a 900 °C se han reportado valores desde 1.91×10^{-5} hasta 62.96 S/cm. El

intervalo óptimo para obtener *biochar* con alto contenido de carbono y elevada conductividad se encuentra entre 600 y 1000 °C (Bartoli et al., 2022; Kane et al., 2021; Zheng, Y. et al., 2023). Además, la modificación química de la superficie y la presencia de compuestos inorgánicos pueden mejorar o alterar la CE (véase Sección 2.7.4.2).

La CE está estrechamente relacionada con las siguientes propiedades clave: Capacidad de Aceptación de Electrones (CAE) y la Capacidad de Donación de Electrones (CDE). Ambas describen la habilidad de un material para intercambiar electrones con otros aceptores o donantes. Aunque la CE es importante, diversos estudios han identificado que la CDE tiene una mayor correlación con la mejora de la DIET. Por ejemplo, Viggi et al. (2017) demostraron que el aumento en la producción de biogás al incorporar el *biochar* se debió principalmente a la capacidad de donación de electrones, más que a su área superficial o la conductividad (Wang, W. & Lee, 2021).

2.7.4 Metodología para obtención de *biochar*

2.7.4.1 Biomasa de interés

Diversas investigaciones han evaluado múltiples tipos de biomasa para la síntesis del *biochar*, entre ellas serrín de pino, cáscara de coco, tallo de maíz, residuos de madera, grafeno, cáscara de arroz, cáscara de trigo, abedul, sauce, diversos tipos de estiércol (lácteo, porcino, bovino, aviar), composta de lombriz, entre otros (He et al., 2020; Khalid et al., 2021; Lü et al., 2019; Masebinu et al., 2019; Sunyoto et al., 2016; Tian et al., 2017; Yang et al., 2021; Zhang, C. et al., 2022).

En general, la biomasa lignocelulósica presenta 40 - 60 % de celulosa, 20 - 40 % de hemicelulosa y 10 - 25 % de lignina (Bardi et al., 2023). A continuación, se describen estos compuestos lignocelulósicos:

- Celulosa: biopolímero lineal formado por unidades de glucosa unidas por enlaces β -1,4-glicosídicos, responsable de la resistencia estructural. Su degradación térmica implica deshidratación, despolimerización y liberación de CO₂ y CO (Chen, D. et al., 2022; Wan et al., 2020).

- Hemicelulosa: polisacárido heterogéneo compuesto de varios monosacáridos (glucosa, galactosa, manosa y xilosa) (Chen, D. et al., 2022).
- Lignina: polímero amorfo de carácter fenólico, formado por estructuras fenilpropano unidas por enlaces éter y C-C. Actúa como aglutinante de los componentes fibrosos; requiere temperaturas entre 280 y 500 °C para su ruptura (Bardi et al., 2023; Chen, D. et al., 2022).

Un mayor contenido de lignina favorece el rendimiento de *biochar*, mientras que la celulosa aporta principalmente el contenido de carbono (Wan et al., 2020).

A continuación, se describen los precursores utilizados en la presente investigación:

a) Bagazo del agave mezcalero (*agave tequilana weber azul*).

Residuo de la industria tequilera y mezcalera de México con una producción anual aproximada de 350,000 toneladas (Velazquez-Jimenez et al., 2013). Su composición es: celulosa 46 %, hemicelulosa 23.10 %, lignina 15.24 % (Hernández-Vázquez et al., 2020).

b) Semilla de guayaba (*Psidium guajava*).

En Aguascalientes, la producción en 2021 fue de aproximadamente de 95,061 toneladas, y a nivel nacional el promedio anual es de 302 mil toneladas (Secretaría de Agricultura y Desarrollo Rural, 2022). Las semillas, subproducto de la elaboración de dulces, bebidas y jaleas, representan el 5 % del peso de la fruta (Anisuzzaman et al., 2016a) y contienen: celulosa 60.60 %, hemicelulosa 9.20 %, lignina 7.60 % (Elizalde-González & Hernández-Montoya, 2009).

c) Cáscara de nuez pecana (*Carya illinoensis* W.).

Producida principalmente en Nuevo León, Coahuila, Tamaulipas, Chihuahua, Durango, San Luis Potosí, Querétaro e Hidalgo. México es el segundo productor mundial, con proyecciones de 146 mil toneladas para 2024 y se estima un incremento del 10 % para 2025 (Servicio Nacional de Inspección y Certificación de Semillas, 2017; Nuez Pecanera Mexicana Planeación Agrícola Nacional, 2017). Su composición es: celulosa 20 %, hemicelulosa 30 %, lignina >35 % (Morales et al., 2022).

Durante la descomposición térmica, los componentes lignocelulósicos atraviesan procesos como deshidratación, entrecruzamiento, despolimerización, fragmentación, reorganización, repolimerización, condensación y carbonización, cada uno a distintas temperaturas (Masebinu et al., 2019).

2.7.4.2 Modificación de la biomasa

La superficie del *biochar* puede modificarse tanto física como químicamente ya sea antes o después de la descomposición térmica, con el objetivo de incrementar sus propiedades y mejorar el rendimiento de la DA. La modificación física se realiza, por ejemplo, mediante el uso de gases como el CO₂, que oxidan parcialmente las moléculas de carbono y mejoran la red porosa del material, incrementando así el área superficial y la accesibilidad para los microorganismos.

En cuanto a la modificación química, esta puede llevarse a cabo mediante el empleo de ácidos, bases o una combinación de ambos, lo que permite incrementar la porosidad, la cantidad y naturaleza de los grupos funcionales presentes en la superficie, el área superficial específica y la capacitancia del *biochar*. Entre los reactivos más utilizados para este fin, se encuentran el ácido fosfórico (H₃PO₄), ácido sulfúrico (H₂SO₄), hidróxido de potasio (KOH), cloruro

de zinc (ZnCl_2), ácido nítrico (HNO_3) e hidróxido de sodio (NaOH) (Bardi et al., 2023; Ngo et al., 2023; Zheng, Y. et al., 2023).

Otra estrategia utilizada es el dopaje con heteroátomos, que consiste en la incorporación de átomos de nitrógeno (N), fósforo (P) o azufre (S) a la superficie del *biochar*, con el objetivo de mejorar sus propiedades redox y su capacidad de transferencia de electrones (Zheng, Y. et al., 2023). Asimismo, la incorporación de compuestos que contienen metales de transición como hierro (Fe), cobalto (Co) y manganeso (Mn) ha demostrado mejorar las propiedades superficiales del material, incrementar su actividad redox, hidrofobicidad, capacidad de adsorción y propiedades electroquímicas. Por ejemplo, el uso de permanganato de potasio (KMnO_4), óxido de cobalto (Co_3O_4) y cloruro férrico (FeCl_3) favorece la formación de grupos oxigenados en la superficie, mientras que la adición de Fe^{3+} otorga propiedades magnéticas al *biochar*. Estas modificaciones, además, mejoran la DIET, incrementan el área superficial y el volumen de poro, y pueden aumentar significativamente la producción de metano (Qin et al., 2017; Zheng, Y. et al., 2023).

La incorporación de compuestos con metales de transición también está directamente relacionada con el aporte de micronutrientes o elementos traza que favorecen el crecimiento y el metabolismo microbiano en el sistema de DA (Laiq Ur Rehman et al., 2019). Diversos estudios han reportado que la adición de estos elementos puede incrementar hasta en un 84 % la producción de biogás en comparación con sistemas control, además de disminuir la acumulación de AGVs y contribuir a la estabilidad operativa de los digestores anaerobios. En particular, el hierro y el cobalto son elementos esenciales para la actividad enzimática de las archaeas metanogénicas hidrogenotróficas, acetoclásticas y metilotróficas, ya que participan como cofactores en reacciones metabólicas clave para la producción de metano (Ometto et al., 2019). Sin embargo, es fundamental controlar su concentración, ya que un exceso podría provocar toxicidad en los microorganismos anaerobios (Laiq Ur Rehman et al., 2019; Ometto et al., 2019).

En conjunto, las modificaciones fisicoquímicas, el ajuste de la conductividad eléctrica y el suministro de micronutrientes establecen una sinergia entre las propiedades del *biochar* y el metabolismo microbiano, lo que se traduce en una mayor eficiencia de los sistemas de digestión anaerobia.

2.7.4.3 Tipos de síntesis de *biochar*

a) Calentamiento convencional

El calentamiento convencional para la síntesis de *biochar* se basa principalmente en los fenómenos de convección y conducción térmica. La conducción ocurre cuando átomos o moléculas interactúan directamente, transfiriendo energía térmica a través de colisiones, desde una superficie de mayor temperatura hacia el interior del material, es decir, de afuera hacia adentro (ver Figura 6) (Liu, G. et al., 2022). En este proceso, la convección se produce por el movimiento de un fluido, como el gas, combinando la transferencia térmica por conducción con el transporte de calor hacia el fluido en movimiento.

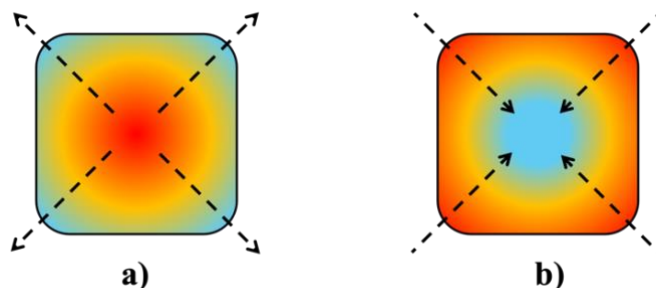


Figura 6. Métodos de calentamiento a) radiación por microondas, b) calentamiento convencional

En particular, el calentamiento de un horno tubular, comúnmente utilizado para la síntesis del *biochar*, ocurre predominantemente por conducción (Nehal et al., 2023; Zhang, J. et al., 2024). Sin embargo, este tipo de calentamiento presenta algunas desventajas comparado con el calentamiento por

microondas, tales como un mayor consumo de energía, tiempos de síntesis prolongados y una distribución no uniforme del calor dentro de las partículas de biomasa (Nazari et al., 2024).

A diferencia del calentamiento convencional, que depende de la transferencia de calor desde el exterior hacia el interior del material, el calentamiento por microondas genera calor directamente en el interior de la biomasa. Este principio reduce significativamente las limitaciones del método convencional, ya que permite alcanzar una distribución térmica uniforme en un menor tiempo, disminuyendo el consumo energético y, en consecuencia, el impacto ambiental del proceso.

Además, el uso de microondas puede mejorar las propiedades fisicoquímicas del biochar, favoreciendo un incremento en su área superficial, porosidad y contenido de carbono, factores determinantes para su aplicación en procesos avanzados como la optimización de la digestión anaerobia.

b) Calentamiento por microondas

El calentamiento por microondas (MW) se basa en la vibración de moléculas polares inducida por radiación electromagnética. Al interactuar con el campo de microondas, las moléculas presentes en el material colisionan y generan fricción, lo que produce calor de manera interna como se muestra en la Figura 6 (Elmahdy et al., 2016; Foong et al., 2024; Nazari et al., 2024). La eficiencia de este proceso depende de la capacidad del material para transformar la energía electromagnética en calor, la cual está determinada por sus propiedades dieléctricas y por su factor de pérdida (Elmahdy et al., 2016; Foong et al., 2024).

La constante dieléctrica indica la cantidad de energía de un campo eléctrico externo que el material puede almacenar, mientras que el factor de pérdida refleja su capacidad para convertir dicha energía en calor. Los materiales con altos factores de pérdida dieléctrica convierten de manera más eficiente la

energía de microondas en calor, favoreciendo la síntesis de *biochar* (Foong et al., 2024; Silos-Llamas et al., 2023).

Sin embargo, la biomasa por sí sola presenta una baja capacidad de absorción de radiación MW y un factor de pérdida dieléctrica reducido, lo que dificulta su transformación directa en *biochar* (Foong et al., 2024; Nazari et al., 2024). Por esta razón, una estrategia recomendable consiste en carbonizar previamente la biomasa y posteriormente someterla a tratamiento por microondas (véase Sección 2.7.4.4). En los casos en que se pretende sintetizar *biochar* directamente mediante radiación MW, es necesario incorporar materiales con elevadas propiedades dieléctricas (Nazari et al., 2024).

Entre las ventajas que destacan de este método se encuentra su capacidad para favorecer la descomposición térmica de los componentes lignocelulósicos, mejorando la calidad final del *biochar* (Nazari et al., 2024). El calentamiento por microondas logra una distribución térmica uniforme en un tiempo considerablemente menor que el calentamiento convencional, reduciendo el consumo energético (Elmahdy et al., 2016; Foong et al., 2024; Sherin et al., 2024). Además, el *biochar* obtenido presenta mayor contenido de carbono, mejor área superficial, mayor porosidad y mayor rendimiento (Foong et al., 2024; Mari Selvam & Balasubramanian, 2023).

Este método de síntesis también ha demostrado ser económicamente viable y con un impacto ambiental reducido. En un estudio de Análisis de Ciclo de Vida (ACV), Foong et al. (2024) compararon las emisiones de gases de efecto invernadero entre el calentamiento convencional y el calentamiento por microondas para la conversión de 1000 kg de *Panicum virgatum*. Los resultados mostraron que el calentamiento por microondas generó entre 159 y 223 kg CO₂-eq, mientras que el convencional produjo entre 737 y 1295 kg CO₂-eq para la misma cantidad de biomasa procesada. Esta reducción significativa se atribuye a la mayor eficiencia energética del proceso por microondas, que permite un calentamiento más uniforme y directo, minimizando las pérdidas de energía y

reduciendo el tiempo y la energía total necesarios para alcanzar las temperaturas de conversión, con la consiguiente disminución del consumo de combustibles fósiles y las emisiones indirectas.

2.7.4.4 Tratamiento por microondas

Las microondas son una forma de radiación electromagnética no ionizante que se encuentra entre las frecuencias de radio y el infrarrojo, con longitudes de onda de 1 mm a 1 m y frecuencias entre 300 MHz y 300 GHz (Selvam, S. & Paramasivan, 2022). El tratamiento por microondas consiste en someter el *biochar* obtenido por calentamiento convencional a radiación por MW para modificar su estructura. Usualmente se emplean frecuencias de 2.45 GHz y potencias ajustadas según el tipo de biomasa y las propiedades deseadas, con tiempos de exposición de 5 a 20 minutos (Foong et al., 2024; Satpati et al., 2024).

Este tratamiento mejora de forma significativa las propiedades del *biochar*: incrementa el área superficial, la porosidad, la disponibilidad de sitios activos y la presencia de grupos funcionales como -C-O-C, -C=C, -OH (Foong et al., 2024; Satpati et al., 2024). Estas modificaciones facilitan la adhesión microbiana y la formación de biopelículas, esenciales para la DIET, y aumentan la capacidad de adsorción de compuestos inhibidores como amoníaco y sulfuros, lo que mejora la estabilidad y eficiencia del sistema de digestión anaerobia (Foong et al., 2024; Satpati et al., 2024). Estudios recientes reportan que este tratamiento puede aumentar la producción de metano hasta en un 20 % respecto al uso del *biochar* sin tratar.

2.8 Caracterización del *biochar*

La caracterización del *biochar* es un paso esencial para evaluar sus propiedades físicas, químicas y estructurales, lo que permite comprender su comportamiento y potencial en diversas aplicaciones. Entre los parámetros más relevantes que se analizan se encuentran el área superficial, la porosidad, la presencia de grupos funcionales y el tamaño de los poros. Para ello, se emplean distintas técnicas complementarias.

La Microscopia Electrónica de Barrido (SEM, por sus siglas en inglés) se utiliza para estudiar la morfología, la distribución de elementos químicos, la composición y la porosidad de las partículas del *biochar* (Hamissou et al., 2023; Kane et al., 2021). Esta técnica, que se basa en un haz de electrones focalizado que interactúa con los átomos del material, permite obtener imágenes de alta resolución (con resoluciones entre 1 nm y 1 μm) y analizar la superficie a nivel composicional. Sin embargo, requiere que las muestras sean conductoras o estén recubiertas para evitar acumulación de carga estática (Singh, G. et al., 2024).

Por su parte, la Espectroscopia Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR, por sus siglas en inglés) permite identificar los grupos funcionales presentes en la superficie del *biochar* y analizar las especies adsorbidas. Cada grupo funcional absorbe frecuencias específicas de radiación infrarroja en función de sus vibraciones moleculares. El espectro resultante se clasifica en tres regiones: infrarrojo cercano (14,000 a 4000 cm^{-1}), infrarrojo medio (4000 a 400 cm^{-1}) e infrarrojo lejano (400 a 4 cm^{-1}) (Skoog et al., 2001; Hamissou et al., 2023).

La fisisorción de gases es una técnica utilizada para la caracterización textural de materiales como el *biochar*, se emplea para medir el área superficial y el volumen total de poros. Utilizando gases inertes, como nitrógeno (77 K), CO_2 (273 K) o argón (87 K), se determina la porosidad y la distribución de tamaño de poros. Los resultados se ajustan al modelo Brunauer-Emmett-Teller (BET) y, en algunos casos, para un análisis más detallado de la porosidad, se aplican modelos como t-plot y Barrett-Joyner-Halenda (BJH) para estudiar la micro y mesoporosidad (Bartoli et al., 2022; Nasrollahzadeh et al., 2019).

Asimismo, para determinar el volumen de microporos se emplea el modelo Dubinin-Radushkevich (DR), se basa en el potencial de adsorción de Polanyi. Este modelo propone que la adsorción en microporos ocurre principalmente por el llenado del volumen poroso, en lugar de una adsorción superficial tipo capa por capa sobre las paredes de los poros. El modelo asume que la densidad de la fase adsorbida es equivalente a la del líquido adsorbido, y el potencial de adsorción se expresa en términos del cambio en la energía libre de Gibbs por mol durante el proceso. De esta manera, el modelo DR permite correlacionar la cantidad adsorbida con el potencial adsorptivo, ofreciendo una descripción termodinámicamente consistente del llenado

microporoso, especialmente en materiales con alta microporosidad como el *biochar* (Hu & Zhang, 2019; Pan et al., 2024).

Por otro lado, para conocer la distribución del tamaño de poro se utiliza la Teoría de la Función de Densidad (DFT, por sus siglas en inglés). Esta teoría se aplica tanto a la adsorción en monocapa como multicapa, lo que permite una simulación precisa y confiable de procesos de adsorción complejos (Zheng, R. et al., 2025). También se ha reportado el uso de esta teoría para describir la deformación inducida por adsorción de materiales porosos a nivel atómico (Bałys et al., 2024).

La espectroscopia de Energía Dispersiva de rayos-X (EDX, por sus siglas en inglés) permite identificar y cuantificar los elementos químicos presentes en la superficie del *biochar*, utilizando rayos X para excitar los electrones y obtener un espectro característico que también puede revelar la estructura cristalina y las fases del material (Singh, G. et al., 2024).

La espectroscopia Raman, técnica no destructiva basada en la excitación de modos vibracionales mediante luz láser, se emplea para analizar la estructura, el contenido de grafito y la presencia de grupos funcionales superficiales. Su complementariedad con FTIR proporciona una caracterización vibracional más completa (Bartoli et al., 2022; Singh, G. et al., 2024).

Finalmente, el Análisis Termogravimétrico (TGA, por sus siglas en inglés) evalúa los cambios físicos y químicos del material en función de la temperatura o el tiempo. Este método registra variaciones de masa debidas a fenómenos como la deshidratación, descomposición térmica o la quimisorción, generando curvas donde el eje Y corresponde al porcentaje de pérdida de masa y el eje X a la temperatura o el tiempo (Nasrollahzadeh et al., 2019).

En conjunto, estas técnicas ofrecen una visión integral de las propiedades del *biochar*, permitiendo facilitar y mejorar su producción, así como su aplicación en distintos campos.

2.9 Diseño experimental

El diseño experimental es una herramienta útil en la investigación científica, ya que permite evaluar de manera sistemática el efecto de distintos factores sobre una o varias variables de respuesta. En esta investigación se empleó específicamente el método de Taguchi,

desarrollado por el ingeniero japonés Genichi Taguchi. Este enfoque se basa en el uso de arreglos ortogonales, lo que posibilita reducir el número de experimentos requeridos y, en consecuencia, optimizar el tiempo y los recursos destinados a la experimentación (Patra et al., 2021). Además, el método proporciona información detallada de la influencia y la interacción de los factores en la variable de respuesta.

El diseño experimental de Taguchi facilita la determinación del rendimiento del proceso, ya que disminuye el efecto de los factores de ruido y, al mismo tiempo, incrementa la calidad y la estabilidad del sistema. De este modo, permite identificar las condiciones óptimas para la síntesis del *biochar* contribuyendo a una mayor eficiencia y confiabilidad en los resultados (Patra et al., 2021).

2.10 Análisis energético

El análisis energético tiene como propósito evaluar tanto la cantidad de energía requerida para la síntesis del *biochar* como la energía generada durante el proceso de DA. Este tipo de análisis resulta esencial para comprender la eficiencia del proceso, identificar áreas de mejora y, en consecuencia, optimizar la producción de *biochar*. Asimismo, contribuye a la reducción de costos operativos y del impacto ambiental asociado (Antônio da Silva et al., 2025).

En la presente investigación se empleó el análisis de frente de Pareto, una técnica utilizada en problemas de optimización multiobjetivo. Este enfoque permite mejorar simultáneamente dos o más variables de respuesta que suelen presentar conflictos entre sí; por ejemplo, maximizar el rendimiento del *biochar* y, al mismo tiempo minimizar el consumo energético. Diversos estudios han reportado la aplicación de este análisis en el ámbito ambiental, particularmente en proyectos de generación de energía renovable, uso eficiente del suelo y otros procesos relacionados con la sostenibilidad (Ridha et al., 2021; White et al., 2025).

CAPÍTULO 3. METODOLOGÍA

CAPÍTULO

3

METODOLOGÍA

3.1 Selección y Pretratamiento de la Biomasa

Para la síntesis de *biochar* se seleccionaron tres tipos de residuos de biomasa: semilla de guayaba (*Psidium guajava*), cáscara de nuez (*Carya illinoensis W.*) y bagazo de agave (*agave tequilana weber azul*). A cada uno se le asignó un código de identificación para su uso en los estudios: G, N y A, respectivamente.

El pretratamiento tuvo como propósito eliminar impurezas y homogenizar el tamaño de partícula. En el caso de la cáscara de nuez, el material fue molido utilizando un molino de navajas IKA WERKE MF 10. Posteriormente, tanto la cáscara de nuez como la semilla de guayaba fueron tamizadas utilizando un tamiz de malla 8/10 (USA Standard ASTM E 11-61), obteniéndose partículas con un tamaño aproximado de 2.18 mm, correspondientes a las fracciones retenidas en la malla 10. En el caso del bagazo de agave, las fibras se cortaron manualmente hasta alcanzar una longitud aproximada a los 5 mm.

Una vez acondicionado el tamaño de partícula, las biomásas fueron sometidas a un lavado repetido con agua desionizada bajo agitación contante (150 rpm), hasta lograr que el pH del agua de lavado se mantuviera estable. Finalmente, las muestras se secaron a 70 °C durante 24 h en una estufa Lab. Companion OF01E. El esquema del proceso de pretratamiento de la biomasa se presenta en la Figura 7.

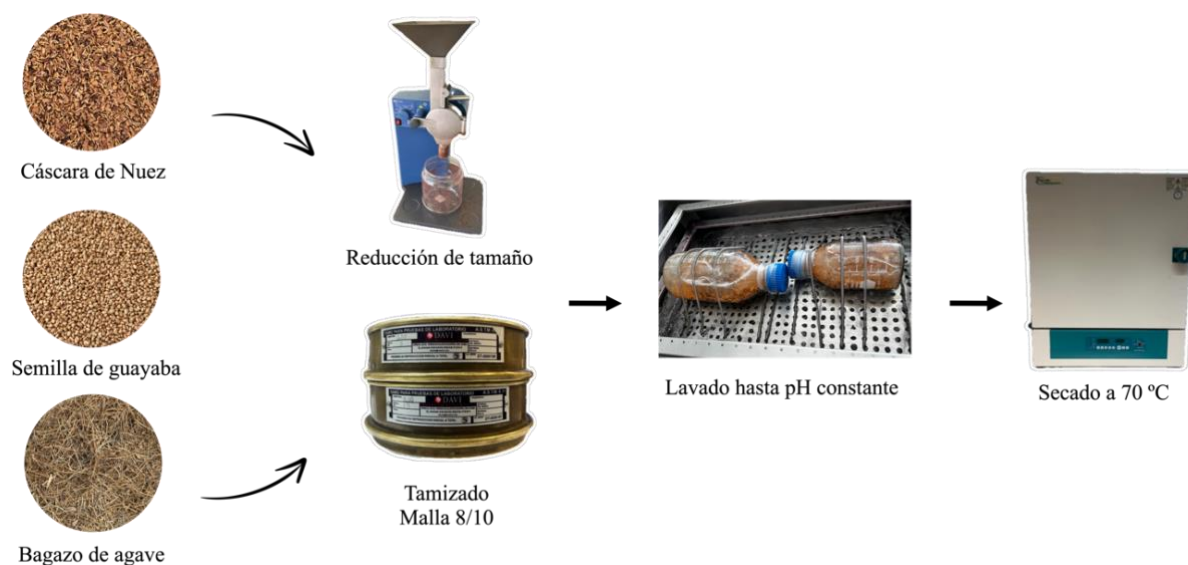


Figura 7. Esquema del proceso de pretratamiento de la biomasa

3.2 Caracterización de la Biomasa

La caracterización de la biomasa permite obtener información detallada sobre sus propiedades físicas, químicas y estructurales, lo que es fundamental para comprender su comportamiento durante el proceso de conversión a *biochar*. A continuación, se describen los parámetros y técnicas empleadas para su análisis.

3.2.1 Densidad

La densidad de partícula se determinó siguiendo el método estándar ASTM D792. Este procedimiento inicia midiendo el volumen de agua contenido en una probeta graduada (V_i). Posteriormente, se añade 1 g de biomasa y se registra el volumen final (V_f) correspondiente al agua más el desplazamiento generado por el sólido.

El volumen del sólido se obtiene a partir de la diferencia entre el volumen final y el volumen inicial, de acuerdo con la Ecuación 3.1:

$$\text{Volumen del sólido} = V_f - V_i \quad \text{Ec. 3.1}$$

Finalmente, la densidad (ρ) se calcula aplicando la Ecuación 3.2, que relaciona la masa del sólido con el volumen previamente determinado:

$$\text{Densidad } (\rho) = \frac{\text{Masa del sólido (g)}}{\text{Volumen del sólido (mL)}} \quad \text{Ec. 3.2}$$

3.2.2 Humedad

El contenido de humedad de la biomasa se determinó empleando un procedimiento gravimétrico. En primer lugar, cada crisol se llevó a peso contante (A). Posteriormente, se colocaron 10 g de biomasa (B) en cada crisol y se introdujeron en una estufa Lab. Companion OF01E a 110 °C durante 2 horas.

Finalizado el tiempo de secado, los crisoles se enfriaron en un desecador y se registró el nuevo peso (C). El porcentaje de humedad se calculó mediante la Ecuación 3.3:

$$\% \text{ Humedad} = \frac{(B-A)-(C-A)}{(B-A)} * 100 \quad \text{Ec. 3.3}$$

donde:

A = peso del crisol

B = peso del crisol con biomasa húmeda

C = peso del crisol con biomasa seca

El análisis se realizó por triplicado con el fin de reducir la variabilidad entre las muestras.

3.2.3 Ceniza

El contenido de ceniza de la biomasa se determinó por gravimetría. En primer lugar, los crisoles se llevaron a peso constante. Posteriormente, se pesaron 2 g de cada biomasa (peso inicial, P_i) y se colocaron en una mufla a 550 °C durante 2 horas.

Una vez transcurrido el tiempo, las muestras se enfriaron en un desecador y se registró el peso final (P_f). El porcentaje de ceniza se calculó aplicando la Ecuación 3.4 (Elizalde-González & Hernández-Montoya, 2007):

$$\% \text{ Ceniza} = \frac{P_f}{P_i} * 100 \quad \text{Ec. 3.4}$$

3.2.4 Materia Orgánica

El contenido de materia orgánica se determinó por diferencia, aplicando la Ecuación 3.5 y siguiendo el método AOAC 2.176:

$$\% \text{ Materia orgánica} = 100 - (\% \text{ Humedad} + \% \text{ Ceniza}) \quad \text{Ec. 3.5}$$

3.2.5 FTIR

Para la identificación de los grupos funcionales presentes en las biomásas, se empleó la espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR). El análisis se realizó utilizando un espectrofotómetro Thermo Scientific modelo Nicolet IS10 (ver Figura 8), equipado con un accesorio de reflectancia total atenuada (ATR) con cristal de germanio (iTR Ge #869-129100). Este accesorio mejora la resolución y calidad de los espectros permitiendo una caracterización precisa de las vibraciones moleculares asociadas a los grupos funcionales presentes en las muestras.



Figura 8. Espectrofotómetro infrarrojo Thermo Scientific modelo Nicolet IS10

3.2.6 Punto de Carga Cero (pH_{pzc})

El punto de carga cero (pH_{pzc}) se determinó con el objetivo de establecer el valor de pH en el que las cargas positivas y negativas en la superficie del material se encuentran en equilibrio. Para este análisis, se preparó una solución de NaCl a 0.01M, ajustando su pH en un intervalo de 2 a 12 mediante la adición de soluciones de NaOH 0.1M y HCl 0.1M. Posteriormente, se incorporaron 0.2 g de biomasa a 50 mL de las

soluciones previamente ajustadas, manteniéndose en agitación constante (130 rpm) a 25 °C durante 24 h.

El valor de pH_{pzc} se obtuvo graficando la diferencia de pH ($\Delta pH = pH_i - pH_f$) en función del pH_i de acuerdo con el procedimiento descrito por De Velasco-Maldonado et al., 2019.

3.3 Diseño de Experimentos

La síntesis y modificación del *biochar* se llevó a cabo aplicando un diseño experimental basado en el método Taguchi, empleando una matriz L₉. Este enfoque permitió evaluar simultáneamente el efecto de tres factores principales: la temperatura de síntesis, la densidad de la biomasa y la conductividad eléctrica de la solución modificante, tomando como variable respuesta la velocidad de producción de CH₄ durante la digestión anaerobia.

Para cada factor se definieron tres niveles:

- Temperatura: 300, 500 y 700 °C.
- Densidad de la biomasa: 0.6802 g mL⁻¹ (semilla de guayaba), 0.6104 g mL⁻¹ (cáscara de nuez) y 0.5556 g mL⁻¹ (bagazo de agave).
- Conductividad eléctrica de la solución modificante: 35100 µS cm⁻¹ (FeCl₃), 13170 µS cm⁻¹ (KMnO₄) y 77 µS cm⁻¹ (Co₃O₄).

La Tabla 1 presenta los factores y niveles seleccionados, mientras que la Tabla 2 muestra la distribución experimental de las combinaciones de factores en la matriz L₉. Posteriormente, cada material sintetizado fue identificado con un código que integra la temperatura, el tipo de biomasa y el agente modificante, como se detalla en la Tabla 3.

Este diseño experimental permitió identificar las mejores condiciones para la síntesis de *biochar* con propiedades mejoradas para la digestión anaerobia, maximizando la eficiencia en la producción de metano.

Tabla 1. Factores y niveles para el método de Taguchi (Matriz L₉)

Experimento	Factor		
	Temperatura (°C)	Densidad (gmL ⁻¹)	Conductividad eléctrica (μScm ⁻¹)
Nivel 1	300	0.6802 (Semillas de Guayaba)	35100 (FeCl ₃)
Nivel 2	500	0.6104 (Cáscara de Nuez)	13170 (KMnO ₄)
Nivel 3	700	0.5556 (Bagazo Agave)	77 (Co ₃ O ₄)

Tabla 2. Combinación de factores para la síntesis del *biochar*

Experimento	Factor		
	Temperatura (°C)	Densidad (gmL ⁻¹)	Conductividad eléctrica (μScm ⁻¹)
1	1	1	1
2	1	2	2
3	1	3	3
4	2	1	2
5	2	2	3
6	2	3	1
7	3	1	3
8	3	2	1
9	3	3	2

Tabla 3. Identificación de los matriales sintetizados a partir de la matriz de Taguchi

Experimento	Código
1	300-GFe
2	300-NMn
3	300-ACo
4	500-GMn
5	500-NCo
6	500-AFe
7	700-GCo
8	700-NFe
9	700-AMn

3.4 Síntesis de *biochar*

3.4.1 Modificación de la biomasa

Con el objetivo de mejorar las propiedades del *biochar*, se llevó a cabo una modificación química previa de la biomasa. Se emplearon como agentes modificantes FeCl_3 , KMnO_4 y Co_3O_4 , ya que, de acuerdo con lo reportado en la literatura, estos compuestos favorecen la incorporación de grupos oxigenados en la superficie del material, incrementando sus propiedades electroquímicas y promoviendo la DIET (Zheng, Y. et al., 2023).

El procedimiento consistió en preparar soluciones de cada reactivo a una concentración de 20 g/L, manteniendo una relación 1:5 entre la biomasa y la solución. La modificación se llevó a cabo en agitación constante durante 24 h a temperatura ambiente, posteriormente la biomasa se dejó secar a temperatura ambiente durante 48 h. Finalmente, las biomosas modificadas fueron almacenadas hasta su utilización en las etapas posteriores de síntesis de *biochar*. En la Figura 9 se muestran las etapas correspondientes a la modificación química y el secado de la biomasa.



Figura 9. Modificación y proceso de secado de la biomasa

3.4.2 Síntesis por calentamiento convencional

La producción de *biochar* se efectuó mediante un proceso de calentamiento convencional, utilizando un horno tubular Carbolite Eurotherm (modelo CTF 12/65/550, Hope Valley, UK). Para ello, la biomasa previamente preparada fue empacada en un tubo de cuarzo, ocupando aproximadamente 10 cm de longitud, con cargas de 42 g para semilla de guayaba (G), 33 g para cáscara de nuez (N) y 9 g para bagazo de agave (A).

Una vez empaquetada, la muestra fue introducida en la cavidad del horno para su carbonización, la cual se llevó a cabo a temperaturas de 300, 500 y 700 °C, con una rampa de calentamiento de 5 °C/min y un tiempo de residencia de 2 h.

Al final de la carbonización, el *biochar* obtenido se lavó repetidamente con agua desionizada hasta alcanzar un pH constante en el agua de enjuague. Finalmente, se procedió al secado de las muestras en una estufa a 110 °C durante 24 h, tras lo cual fueron almacenadas para su posterior caracterización y uso experimental.

En la Figura 10 se muestra el horno tubular utilizado y una representación del empaquetado de la biomasa en el tubo de cuarzo.



Figura 10. Horno tubular Carbolite Eurotherm y representación de la biomasa empacada en el tubo de cuarzo

3.4.3 Tratamiento por microondas

Como etapa posterior a la carbonización, el *biochar* fue sometido a un tratamiento adicional mediante radiación por microondas, con el objetivo de modificar y mejorar sus propiedades fisicoquímicas. Este proceso se llevó a cabo utilizando un horno de microondas Carbolite MRF 16/22 (ver Figura 11), equipado con un controlador Eurotherm PID 3508 y aplicador multimodo que permite una distribución uniforme de la energía.

Para el tratamiento, se pesaron 5 g del *biochar* de cada una de las combinaciones sintetizadas y se expusieron al 100 % de la potencia del equipo, equivalente a 520 W, con una frecuencia de 2.45 GHz durante un periodo de 1 h.



Figura 11. Horno de microondas MRF 16/22

3.5 Caracterización del *biochar*

A continuación, se describen las técnicas de caracterización aplicadas al *biochar* para conocer sus características, propiedades y morfología.

3.5.1 FTIR

Con el objetivo de identificar los grupos funcionales presentes en el *biochar*, se realizó FTIR. El análisis se llevó a cabo en un espectrofotómetro infrarrojo Thermo Scientific, modelo Nicolet IS10 (ver Figura 8), equipado con un accesorio de reflectancia total atenuada iTR y un cristal de germanio (ITR Ge #869-129100). El uso de este cristal mejora la resolución y calidad de los espectros obtenidos, permitiendo una detección más precisa de las bandas de absorción características. Esta técnica es fundamental para determinar la presencia de grupos oxigenados, aromáticos y otros funcionales relevantes que influyen en la reactividad superficial y las propiedades de interacción del *biochar* en aplicaciones de digestión anaerobia.

3.5.2 SEM-EDS

La morfología, la estructura superficial y la distribución de poros del *biochar*, se evaluaron mediante SEM. El análisis se llevó a cabo utilizando un microscopio Quanta FEG 650 (FEI Company, USA), equipado con un detector secundario de electrones

secundarios Everhart-Thorley (EDT, por sus siglas en inglés). Adicionalmente, se empleó un sistema de EDX, lo que permitió determinar la composición elemental de las muestras analizadas (ver Figura 12).



Figura 12. Microscopio Quanta FEG 650

3.5.3 Microscopio óptico digital

Con el objetivo de realizar una observación superficial de las características morfológicas del *biochar*, se utilizó un microscopio óptico digital VXH-600 (KEYENCE) equipado con el objetivo modelo VH-ZST. Este dispositivo permite trabajar en un intervalo de aumentos de 20x a 2000x, lo que facilita la visualización detallada de la superficie y la identificación de posibles irregularidades o estructuras relevantes (ver Figura 13).



Figura 13. Microscopio óptico digital modelo VH-ZST

3.5.4 Conductividad eléctrica y pH

Se evaluaron la conductividad eléctrica y pH del *biochar* en función de la temperatura de síntesis. La medición de la conductividad eléctrica se realizó siguiendo la metodología propuesta por Adhikari et al. (2024), la cual consiste en colocar 1g de *biochar* en 10 mL de agua desionizada y mantener en agitación constante a 150 rpm durante 1.5 h. Posteriormente, se determinó la conductividad eléctrica, expresada en $\mu\text{S}/\text{cm}$, utilizando un conductímetro. De manera análoga, el valor de pH se midió con un potenciómetro.

3.5.5 Isotermas de adsorción

Con el objetivo de determinar los parámetros texturales del *biochar*, se empleó la técnica de adsorción de N_2 mediante isotermas. Las isotermas de adsorción-desorción de N_2 se realizaron a $-196\text{ }^\circ\text{C}$ en un sistema de adsorción volumétrica Tristar II (Micromeritics).

Previo al análisis, las muestras fueron desgasificadas bajo vacío durante toda la noche, a fin de eliminar la humedad y los gases adsorbidos. A partir de los datos obtenidos, la superficie específica se calculó aplicando el modelo de Brunauer-Emmett-Teller (BET), mientras que el volumen de microporos se determinó empleando el modelo de Dubinin-Radushkevich utilizando la Ecuación 3.6 y 3.7 (Dubinin, 1989), además, se empleó la DFT para conocer la distribución del tamaño de poro usando como referencia la Ecuación 3.8 (Landers et al., 2013) de acuerdo con lo descrito por Ramírez-Montoya et al. (2017).

$$W = W_0 \exp \left[- \left(\frac{A}{\beta E_0} \right)^2 \right] \quad \text{Ec. 3.6}$$

$$A = -RT \ln \left(\frac{p_s}{p} \right) \quad \text{Ec. 3.7}$$

donde:

W = adsorción corriente de vapor por unidad de volumen (cm^3/g) o masa (mmol/g)

W_0 = adsorción límite de vapor por unidad de volumen (cm^3/g) o masa (mmol/g), volumen de microporos

A = trabajo molar diferencial con signo invertido a la variación de la energía libre de Gibbs

E_0 = es la energía característica de adsorción para un vapor estándar

β = coeficiente de similitud que expresa la relación entre las energías libres características de adsorción del vapor de prueba y del vapor de referencia.

$$N_{exp} \left(\frac{P}{P_0} \right) = \int_{D_{min}}^{D_{mx}} N_{QSDFT} \left(\frac{P}{P_0}, D \right) f(D) dD \quad \text{Ec. 3.8}$$

donde:

$N_{exp} \left(\frac{P}{P_0} \right)$ = isothermas experimentales de adsorción representado como la convolución

del núcleo DFT

D_{min} = tamaño mínimo de poro en el núcleo

D_{max} = tamaño máximo de poro en el núcleo

$N_{QSDFT}\left(\frac{P}{P_0}, D\right)$ = conjunto de isothermas teóricas en una serie de poros dentro de un rango determinado de tamaños de poros D

$f(D)$ = la función desconocida de distribución del tamaño de poro

3.6 Análisis Energético

Con el fin de comparar el requerimiento energético para la producción de *biochar* y evaluarlo frente a la energía potencialmente recuperable al implementarlo en sistemas de digestión anaerobia, se analizó el consumo energético de dos equipos: el horno tubular y el horno de microondas.

Para el cálculo, se consideró la potencia nominal (kW) de cada equipo, obtenida del manual de operación correspondiente, así como el tiempo total de operación requerido para la síntesis de *biochar* a diferentes temperaturas. El proceso incluyó una rampa de calentamiento de 5 °C/min y un tiempo de residencia de 2 h. En el caso del tratamiento por microondas, se evaluó una potencia de 520 W con un tiempo de exposición de 1 h.

El consumo energético durante la producción en lote del *biochar* se determinó utilizando la Ecuación 3.9:

$$E = P * t \quad \text{Ec. 3.9}$$

donde:

P = Potencia (kW)

t = Tiempo (h)

E = Consumo energético (kWh)

El tiempo de producción se calculó restando la temperatura ambiente (25 °C) a la temperatura objetivo establecida en el diseño experimental, dividiendo el resultado entre la rampa de calentamiento (5 °C /min) y convirtiendo posteriormente el tiempo a horas. A este valor se le sumó el tiempo de residencia (2 h) y el total se multiplicó por la potencia del horno tubular (1.978 kW).

En el caso del tratamiento por microondas, se aplicó igualmente la Ecuación 3.9, considerando un tiempo de radiación de 1 h y una potencia de 2 kW.

La huella de carbono generada por lote de *biochar* sintetizado se estimó mediante la Ecuación 3.10:

$$CO_2 \text{ emitido} = E * \text{factor de emisión} \quad \text{Ec. 3.10}$$

donde:

$$E = \text{Consumo energético (kWh)}$$

$$\text{Factor de emisión para México} = 0.438 \text{ Kg } CO_2e/kWh$$

Finalmente, el costo energético se determinó multiplicando el consumo energético (E) por el precio del kWh correspondiente a la tarifa aplicada por el proveedor de energía. Para el Instituto Tecnológico de Aguascalientes, la tarifa es GDMTH (Grandes Demandas en Media Tensión Horaria), con un costo de \$1.9399 MXN/kWh.

El análisis de frente de Pareto se realizó una vez obtenidos los resultados experimentales de la matriz L₉ del método Taguchi presentados en Tabla 7. Para este análisis se seleccionaron dos variables de respuesta: la velocidad de producción de CH₄ (en mL/h) y la energía de síntesis consumida (en kWh/g), esta última considerada como un factor crítico de eficiencia energética. Los datos de cada experimento fueron representados en un plano bidimensional, en el cual se visualizó la compensación (trade-off) entre ambos objetivos.

Las soluciones no dominadas, es decir, aquellas en las que no es posible incrementar la velocidad de producción sin aumentar simultáneamente el consumo energético, fueron identificadas manualmente y conectadas mediante una línea poligonal que conforma el frente

de Pareto. Esta curva define el conjunto de soluciones óptimas, permitiendo establecer decisiones equilibradas entre alto rendimiento y bajo consumo energético, y facilitando la selección de la condición más adecuada según los criterios de diseño del proceso.

3.6.1 Conversión del biogás en energía

La conversión de la producción de biogás a términos energéticos se realizó empleando la Ecuación 3.11:

$$\text{Energía (kWh)} = V_{\text{biogás}} * \left(\frac{\%CH_4}{100} \right) * CP_{CH_4} \quad \text{Ec. 3.11}$$

donde:

$$V_{\text{biogás}} = \text{Volumen del biogás (m}^3\text{)}$$

$$CP_{CH_4} = \text{Capacidad calorífica del metano } \left(\frac{\text{kWh}}{\text{m}^3} \right)$$

La capacidad calorífica inferior (PCI) del metano considerada fue de 9.97 kWh/m³ (Ponce Ernesto, 2016).

Para determinar la energía útil (kWh), el valor obtenido mediante la Ecuación 3.11 se multiplicó por la eficiencia del generador. En esta investigación, y con fines prácticos, se asumió una eficiencia del 50 %.

3.7 Experimentos de Digestión Anaerobia

En esta sección se describen los experimentos realizados para evaluar el desempeño de la biomasa y el *biochar* en procesos de digestión anaerobia, empleando tanto sistemas en lote como en sistemas en continuo.

3.7.1 Experimentos en lote

Se llevaron a cabo experimentos en lote con el objetivo de cuantificar la producción de metano (CH₄) generada durante la digestión anaerobia. La determinación del volumen de CH₄ se realizó mediante el sistema de ensayo automático de potencial de metano (AMPTS, por sus siglas en inglés).

Los experimentos se realizaron en botellas Schott con un volumen de trabajo de 400 mL y un espacio de cabeza de 200 mL. En cada botella se adicionaron 10 g de inóculo, compuesto por lodo granular anaerobio proveniente de una planta de tratamiento de aguas de una harinera localizada en San Juan del Río, Querétaro. Además, se incorporaron 1000 ppm de cada material sintetizado, según lo descrito en la Tabla 3 de la Sección 3.3. Como sustrato, se empleó agua residual municipal proveniente de la Planta de Tratamiento de Agua Residual (PTAR) de Santa Rosa Jáuregui, Juriquilla, Querétaro.

Es importante mencionar que se incluyeron los siguientes controles: endógeno (lodo y agua destilada), control con glucosa (lodo, agua destilada y glucosa) y control de agua residual sin *biochar* (lodo y agua residual municipal).

Las condiciones de operación fueron de 37 °C y una agitación a 120 rpm, aplicando ciclos de 60 s de agitación y 180 s de reposo. El proceso de digestión anaerobia se mantuvo en operación durante 24 h. Asimismo, el sistema AMPTS está conectado a trampas de hidróxido de sodio para la absorción selectiva de CO₂ y a un sistema de monitoreo automático que permite la medición y adquisición continua de datos en tiempo real. Al finalizar, los datos obtenidos del sistema fueron procesados para su análisis, de acuerdo con lo establecido en la Sección 3.8.

3.7.2 Experimentos en continuo

Para los experimentos en continuo se emplearon reactores anaerobios de flujo ascendente (UASB, por sus siglas en inglés), con un volumen de trabajo de 1 L y un espacio de cabeza de 200 mL. A cada reactor se le incorporaron 1000 ppm del material seleccionado.

El experimento se realizó bajo las siguientes condiciones iniciales:

- Tiempo de retención hidráulico (TRH): 8 horas
- Temperatura: ambiente
- Inóculo: 333 mL de lodo granular anaerobio

- Sustrato: agua residual municipal proveniente de la planta de tratamiento de Santa Rosa Jáuregui, Juriquilla, Querétaro.

Los reactores se mantuvieron en operación por un periodo de 32 días, periodo en el cual se realizaron análisis del agua residual para evaluar el desempeño microbiano durante el proceso de la digestión anaerobia.

A partir del día 33, se realizaron los siguientes ajustes: el TRH se incrementó a 12 horas y la concentración de material se aumentó a 2000 ppm. La operación continuó bajo estas condiciones hasta el día 49.

La metodología específica de los análisis realizados al agua residual se describe en la Sección 3.8.

3.8 Caracterización del agua residual

El agua residual fue analizada antes y después del periodo experimental con la finalidad de evaluar las condiciones del proceso de digestión anaerobia. Se realizaron determinaciones de Demanda Química de Oxígeno (DQO), amonio (NH_4^+), ácidos grasos volátiles (AGVs) y sólidos, con el objetivo de comparar los resultados con los del influente. Asimismo, se analizó el biogás producido para determinar pureza y el porcentaje de CH_4 presente. A continuación, se describe la metodología empleada para cada uno de los análisis.

3.8.1 Sólidos totales, volátiles y fijos totales

Para la determinación de sólidos totales, se utilizó el siguiente procedimiento:

1. Preparación de crisoles:

Los crisoles se llevaron a peso constante introduciéndolos en una mufla a 550 °C durante 1 h. Posteriormente, se colocaron en una estufa a 105 °C durante 20 minutos. Finalmente, se dejaron enfriar en un desecador por aproximadamente 20 minutos y se pesaron (peso inicial, P_i). Este procedimiento se repitió hasta que no se observaran cambios en el peso.

2. Determinación de sólidos totales (ST):

Se tomaron 25 mL (V) de muestra de agua residual y se evaporaron sobre una parrilla para evitar derrames. El crisol con la muestra evaporada se colocó en la estufa a 105 °C por 2 h. Después del secado, se enfrió en el desecador y se pesó (peso final, P_f). Los sólidos totales se calcularon mediante la Ecuación 3.12:

$$ST = \frac{(P_f - P_i) * 1000}{V} \quad \text{Ec. 3.12}$$

El resultado se expresa en g/L.

3. Determinación de sólidos volátiles totales (SVT):

Se utilizó el crisol con la muestra seca previamente obtenida, el cual se introdujo en la mufla a 550 °C durante 1 h. Posteriormente, se colocó en la estufa a 105 °C durante 20 minutos, se enfrió en el desecador y se pesó (peso volatilizado, P_v). El cálculo se realizó con la Ecuación 3.13.

$$SVT = \frac{(P_f - P_v) * 1000}{V} \quad \text{Ec. 3.13}$$

El resultado se expresa en g/L.

4. Determinación de Sólidos fijos totales (SFT):

Se obtuvieron por diferencia entre ST y SVT , empleando la Ecuación 3.14:

$$SFT = ST - SVT \quad \text{Ec. 3.14}$$

3.8.2 DQO total y soluble

La Demanda Química de Oxígeno (DQO) se determinó mediante el método colorimétrico de reflujo cerrado, siguiendo la Norma Mexicana NMX-AA-030/2-SCFI-2011, que establece el procedimiento para la preparación y uso de tubos reactivos.

Para el análisis, se prepararon las siguientes soluciones:

- a) Solución de dicromato de potasio 0.1 M ($K_2Cr_2O_7$): se disolvieron 29.418 g de $K_2Cr_2O_7$ (previamente secado a 105 °C durante 2 h) en 600 mL de agua destilada en agitación constante. Posteriormente, se añadieron 160 mL de H_2SO_4 concentrado y se agitó hasta enfriar. Finalmente, se aforó a 1 L con agua destilada.
- b) Solución de sulfato de mercurio (II) 1.35 M ($HgSO_4$): se disolvieron 80 g de $HgSO_4$ en 200 mL de H_2SO_4 1.8 M. (ver preparación en inciso d).
- c) Solución de sulfato de plata (Ag_2SO_4) en H_2SO_4 0.038 M: se disolvieron 24 g de Ag_2SO_4 en 2 L de H_2SO_4 concentrado (98 %). La solución se almacenó en una botella de vidrio ámbar, siendo estable hasta por 12 meses.
- d) Solución de ácido sulfúrico 1.8 M (H_2SO_4): se agregaron 20 mL de ácido sulfúrico concentrado en 180 mL de agua destilada bajo agitación constante. La disolución se almacenó en un frasco ámbar y fue estable por 12 meses.
- e) Solución de ácido sulfúrico 4 M (H_2SO_4): se mezclaron 220 mL de H_2SO_4 concentrado con 500 mL de agua destilada bajo agitación constante. Tras enfriarse, se aforó a 1 L en un matraz volumétrico y se almacenó en frasco de vidrio ámbar, manteniéndose estable por 12 meses.

En cada tubo se adicionaron, en el siguiente orden los reactivos:

- 1. 0.5 mL de $K_2Cr_2O_7$ 0.1 M
- 2. 0.2 mL de $HgSO_4$ 1.35 M
- 3. 2.5 mL de Ag_2SO_4 en H_2SO_4 0.038 M

Para la DQO total, se incorporaron además 0.2 mL de H_2SO_4 4 M y 2 mL de la muestra. Para la DQO soluble, las muestras se filtraron previamente con membranas de nylon de 0.45 μm .

Los tubos se colocaron en una placa de digestión (Accublock TM Digital Dry Bath, Labnet International Inc.) a 150 °C durante 2 h. Posteriormente, se midió la absorbancia a 600 nm utilizando un espectrofotómetro UV-Vis (Hach DR 3900).

La curva de calibración se preparó a partir de una solución madre de ftalato de potasio ($C_8H_5KO_4$) a 10,000 ppm, preparada disolviendo 4.251 g de $C_8H_5KO_4$

(previamente secado a 105 °C durante 2 h), en 350 mL de agua destilada y aforando a 500 mL. A partir de esta solución se obtuvieron los puntos mostrados en la Tabla 4.

Tabla 4. Puntos para la curva de calibración de DQO

Concentración (mg/L)	Volumen de C ₈ H ₅ KO ₄ (mL)	Volumen de aforo (mL)
0	0	25
200	0.5	25
400	1	25
600	1.5	25
800	2	25
1000	2.5	25

La ecuación de la recta obtenida fue:

$$y = 0.0005x + 0.0145$$

con un coeficiente de correlación $R = 0.9986$.

3.8.3 Amonio

La concentración de ion amonio (NH₄⁺) se determinó mediante el método del fenol-hipoclorito, registrando la absorbancia a una longitud de onda 640 nm. Este procedimiento se basó en la metodología descrita en el *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*.

Las soluciones necesarias se prepararon de la siguiente manera:

- Solución de fenol: se mezclaron 11.1 g de fenol en alcohol etílico y se aforó a un volumen final de 100 mL. Esta solución debe prepararse semanalmente y almacenarse en condiciones adecuadas.
- Solución de nitroprusiato de sodio: se disolvieron 0.5 g de nitroprusiato de sodio (0.5 % w/v) en 100 mL de agua destilada. Se almacenó en botella de vidrio ámbar y se utilizó en un periodo no mayor a un mes.

- c) Solución de citrato alcalino: se disolvieron 200 g de citrato trisódico y 10 g de hidróxido de sodio en 100 mL de agua destilada. Posteriormente, la solución se aforó a 1000 mL con agua destilada.
- d) Solución oxidante: se mezclaron 100 mL de solución de citrato alcalino con 25 mL de hipoclorito de sodio. Esta solución debe prepararse el mismo día de su uso, dado que su vida útil es de 24 h.

Para el análisis, las muestras de agua residual municipal se diluyeron previamente en una proporción 1:250. En cada ensayo se tomaron 0.02 mL de muestra y se diluyeron con 4.98 mL de agua destilada para completar un volumen total de 5 mL. Posteriormente, se añadieron secuencialmente: 0.2 mL de la solución de fenol, 0.2 mL de la solución de nitroprusiato y 0.5 mL de la solución oxidante.

Las muestras se agitaron en vortex y se dejaron reaccionar en la oscuridad durante 1 h a temperatura ambiente. Finalmente, se midió la absorbancia a 640 nm en un espectrofotómetro UV-Vis (Hach DR 3900).

Para la curva de calibración, se preparó una solución madre de 1000 mg de NH_3^- -N/L disolviendo 3.819 g de cloruro de amonio (NH_4Cl) en 1 L de agua destilada. A partir de esta, se obtuvo una solución intermedia de 100 mg de NH_3^- -N/L diluyendo 25 mL de la solución madre a 250 mL con agua destilada. A partir de esta solución intermedia, se prepararon estándares en un intervalo de 0 – 1 mg de NH_3^- -N/L. La curva de calibración mostró buena linealidad en un intervalo de 0 a 6 mg de NH_3^- -N/L.

La ecuación de la recta obtenida fue:

$$y = 1.3413x - 0.0706$$

con un coeficiente correlación de $R = 0.9968$.

3.8.4 Ácidos Grasos Volátiles (AGVs)

El análisis de ácidos grasos volátiles (AGVs), se realizó mediante cromatografía de gases, utilizando un equipo modelo 7890 B (Agilent Technologies, Santa Clara, CA, EE. UU.) equipado con un detector de ionización de llama (FID) y una columna DB-FFAP de 15 m de longitud (Agilent Tech 6890N, Varian 330C). Las temperaturas del inyector y del detector se mantuvieron a 190 y 210 °C, respectivamente. Se utilizó nitrógeno como gas portador, con un flujo de 25 mL/min.

Para la preparación de la muestra, se tomaron 2 mL del líquido a analizar, los cuales se acidificaron con una gota de HCl 10 M. Posteriormente, se centrifugaron a 14 rpm durante 10 minutos y se filtraron a través de membranas de nylon de 0.45 µm antes del análisis cromatográfico.

3.8.5 Análisis de biogás

La composición del biogás se determinó mediante cromatografía de gases (modelo 8610C, SRI Instruments, Torrance, CA, EE.UU.). Para ello se recolectaron 5 mL de biogás del espacio de cabeza de cada reactor, utilizando una jeringa conectada a la salida de gas correspondiente.

El cromatógrafo estaba equipado con un detector de conductividad térmica y dos columnas de acero inoxidable (2 m × 0.79 mm). Las temperaturas del inyector y del detector se establecieron en 90 y 150 °C, respectivamente. Se empleó nitrógeno como gas portador, con un flujo de 20 mL/min.

La cuantificación de los principales componentes del biogás (CH₄ y CO₂) se realizó a partir del área de los picos obtenidos. Para la curva de calibración, se utilizó una mezcla estándar con un 60 % de CH₄ y 40 % de CO₂, cuyas áreas correspondientes fueron 4083 y 478 unidades, respectivamente.

Los porcentajes obtenidos en las muestras reales se ajustaron mediante las siguientes ecuaciones:

$$\text{Ajuste para \% CH}_4 = (\% \text{ CH}_4 * 100) / (\% \text{ CH}_4 + \% \text{ CO}_2) \quad \text{Ec. 3.15}$$

$$\text{Ajuste para \% CO}_2 = (\% \text{ CO}_2 * 100) / (\% \text{ CH}_4 + \% \text{ CO}_2) \quad \text{Ec. 3.16}$$

Estas fórmulas permiten normalizar los valores de CH₄ y CO₂ a un total del 100 %, considerando únicamente estos dos gases.

CAPÍTULO 4. RESULTADOS Y DISCUSIONES

CAPÍTULO

4

RESULTADOS Y DISCUSIONES

En este capítulo se presentan y discuten los resultados más relevantes obtenidos durante el desarrollo de la presente investigación.

4.1 Caracterización de la biomasa

4.1.1 Propiedades fisicoquímicas de la biomasa

Con el objetivo de caracterizar las biomásas seleccionadas, se determinaron la densidad, tamaño de partícula, porcentaje de humedad, contenido de cenizas y materia orgánica presente, así como el punto de carga cero (pH_{pzc}), que indica el pH en el que la superficie del material presenta un equilibrio entre cargas positivas y negativas.

La Tabla 5 muestra los resultados obtenidos para tres tipos de biomasa: semilla de guayaba, cáscara de nuez y bagazo de agave. Estos parámetros influyen directamente en el comportamiento térmico y adsorptivo del material.

La semilla de guayaba presentó la mayor densidad (0.68 g/mL), mientras que el bagazo de agave mostró la menor (0.56 g/mL). Una menor densidad puede favorecer la carbonización debido a una estructura más porosa, que facilita la difusión del calor. No obstante, materiales más densos, como la semilla de guayaba o la cáscara de nuez, pueden producir *biochar* con mayor estabilidad estructural.

Tabla 5. Características físicoquímicas de la biomasa

Parámetro	Biomasa		
	Semilla de guayaba	Cáscara de nuez	Bagazo de agave
Densidad (g/mL)	0.68 (± 0.01)	0.61 (± 0.00)	0.56 (± 0.10)
Tamaño de partícula (mm)	2.18	2.18	NA
% Humedad	4.44 (± 0.01)	1.55 (± 0.01)	4.38 (± 0.10)
% Ceniza	1.20 (± 0.01)	2.48 (± 0.01)	1.62 (± 0.20)
% Materia Orgánica	94.35 (± 0.01)	95.95 (± 0.10)	93.99 (± 0.30)
pH _{pzc}	3.00	4.10	4.90

En cuanto al tamaño de partícula, la cáscara de nuez y la semilla de guayaba presentaron un tamaño promedio de 2.18 mm. El bagazo de agave, por su naturaleza fibrosa, no posee un tamaño de partícula definido; sin embargo, se trabajó con fibras de aproximadamente 5 mm. Se ha reportado que partículas de mayor tamaño tienden a generar *biochar* con mayor área superficial y porosidad, características favorables en sistemas de digestión anaerobia (Khaledi et al., 2023).

El contenido de humedad fue menor en la cáscara de nuez (1.55 %), lo que representa una ventaja energética durante la carbonización, ya que se requiere menor energía para eliminar el agua.

Respecto al contenido de cenizas, indicador de la fracción inorgánica, la cáscara de nuez mostró el mayor valor (2.48 %), seguida del bagazo de agave (1.62 %) y la semilla de guayaba (1.20 %). Un alto contenido de cenizas puede afectar negativamente la estabilidad térmica del *biochar* y en su reactividad superficial (Mishra et al., 2025).

En cuanto a la materia orgánica, todas las biomásas superaron el 93%, destacando la cáscara de nuez (95.95 %) y la semilla de guayaba (94.35 %). Este parámetro es crucial, ya que un mayor contenido de materia orgánica implica más precursores para la formación de grupos funcionales oxigenados durante la carbonización (Chen, J. et al., 2024), lo que favorece la adsorción de compuestos durante la digestión anaerobia.

Finalmente, se observó que, a temperaturas superiores a 500 °C, la descomposición de estos compuestos orgánicos genera *biochar* con estructura más aromática y mayor conductividad eléctrica, características que mejoran la DIET en procesos anaerobios (Bartoli et al., 2022; Kane et al., 2021; Zheng, Y. et al., 2023).

4.1.2 FTIR

Con el objetivo de identificar los grupos funcionales presentes en la biomasa, se realizó un análisis mediante espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR). La Figura 14 muestra los espectros obtenidos para las biomásas analizadas donde se observan las principales bandas de absorción características de compuestos orgánicos presentes en las muestras.

Las bandas más relevantes corresponden a los grupos funcionales característicos de los componentes mayoritarios de la biomasa lignocelulósica, tales como celulosa (3363 cm^{-1}), hemicelulosa (1743 y 1247 cm^{-1}) y lignina (1610 cm^{-1}) (Chen, J. et al., 2024; Syrine et al., 2020; Wądrzyk et al., 2021). En particular, la banda a 3363 cm^{-1} se atribuye a vibraciones de estiramiento O-H de grupos hidroxilo (Elizalde-González & Hernández-Montoya, 2009), mientras que la señal a 2981 cm^{-1} corresponde a vibraciones de estiramiento asimétrico de enlaces C-H (Anisuzzaman et al., 2016b). Las bandas en 1743 y 1247 cm^{-1} representan vibraciones de estiramiento C=O de grupos carbonilo, característicos de la hemicelulosa (Elizalde-González & Hernández-Montoya, 2009).

Asimismo, la señal a 1376 cm^{-1} se asocia con vibraciones C-H de grupos alquilo (Anisuzzaman et al., 2016b); la banda a 1610 cm^{-1} corresponde a flexiones tipo tijera O-H-O, asociada a la lignina (Lazaro-Romero et al., 2024), y la absorción a 1041 cm^{-1} se asigna a vibraciones de estiramiento C-O de alcoholes y éteres (Anisuzzaman et al., 2016b; Elizalde-González & Hernández-Montoya, 2009).

La presencia de estas bandas confirma la naturaleza lignocelulósica de las muestras, lo que resulta relevante debido a su influencia directa en las propiedades del *biochar* generado tras la carbonización. En particular, los grupos funcionales oxigenados

pueden incrementar la reactividad superficial del *biochar*, favoreciendo su potencial en procesos como la digestión anaerobia.

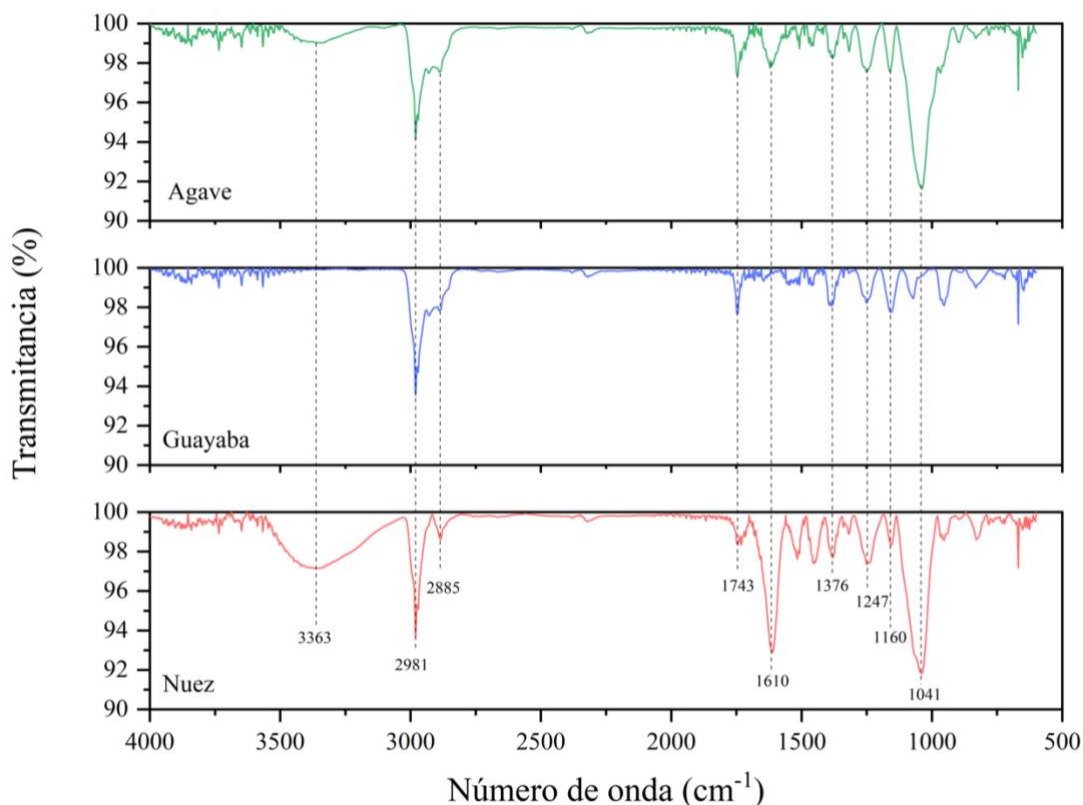


Figura 14. Espectros IR para los tres tipos de biomasa estudiados

4.1.3 Punto de Carga Cero (pH_{pzc})

El punto de carga cero (pH_{pzc}) de las biomásas utilizadas (bagazo de agave, semilla de guayaba y cáscara de nuez) se determinó mediante el método de desplazamiento de pH, que compara el pH inicial (pH_i) y el pH final (pH_f) de soluciones en contacto con cada biomasa. En la Figura 15 se muestra la variación de ΔpH ($\text{pH}_i - \text{pH}_f$) en función del pH_i . El valor de pH_{pzc} se identifica en el cruce de la curva con la línea de referencia ($\Delta\text{pH} = 0$).

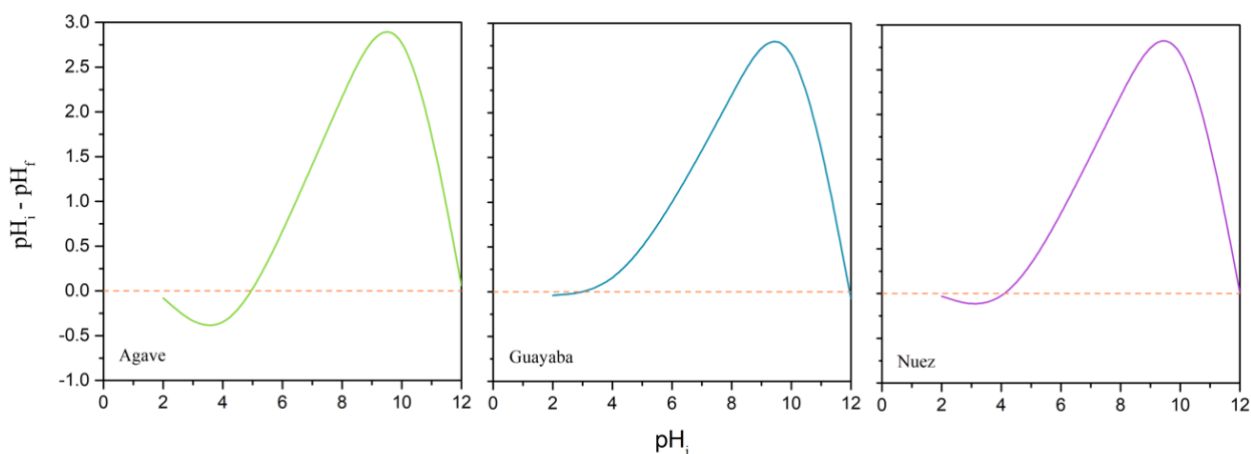


Figura 15. Punto de carga cero (pH_{pzc}) para las biomásas seleccionadas

Este parámetro es fundamental para comprender el comportamiento superficial en medio acuoso, ya que indica el pH al cual la superficie del material no presenta carga neta. Cuando el pH del medio es menor al pH_{pzc} , la superficie tiende a cargarse positivamente; en cambio, a pH mayores que el pH_{pzc} , predomina una carga negativa. Esta característica condiciona la afinidad por especies iónicas en solución y resulta especialmente relevante en aplicaciones de adsorción y en procesos de digestión anaerobia, donde las interacciones electrostáticas inciden en la retención de iones (Kosmulski, 2023).

Los valores obtenidos de pH_{pzc} son coherentes con los reportados en estudios previos para materiales lignocelulósicos similares, como se muestra en la Tabla 5. Por ejemplo, valores de pH_{pzc} entre 3.0 y 5.0 son típicos en biomásas naturales debido a la presencia de grupos funcionales ácidos (como carboxilos y fenólicos) en su superficie, provenientes principalmente de la lignina y la hemicelulosa (Amaringo Villa, 2013; Pezoti et al., 2016a). En este sentido, la semilla de guayaba, con un pH_{pzc} de 3.0, presenta el valor más bajo, lo que sugiere una mayor densidad de grupos funcionales ácidos ionizables, responsables de generar carga negativa incluso a valores bajos de pH. Por el contrario, el bagazo de agave, con un pH_{pzc} de 4.9, exhibe una menor acidez superficial,

lo que indica una menor concentración de grupos protonables o una mayor neutralidad de su superficie en un rango amplio de pH.

En cuanto a la carga superficial esperada en condiciones típicas de digestión anaerobia (pH entre 6.5 y 7.8), todos los materiales presentarían carga negativa neta, ya que el pH del medio es superior a sus respectivos valores de pH_{pzc} . Esta carga negativa favorece la atracción electrostática de cationes (como NH_4^+), lo cual puede tener implicaciones positivas en el proceso.

4.2 Diseño de Experimentos

La síntesis del *biochar* se realizó conforme a la matriz L₉ del método de Taguchi, cuyos factores y niveles se presentaron previamente en el Capítulo 3 (ver Tabla 2). En la Figura 16 se presentan los porcentajes de rendimiento obtenidos para las diferentes biomásas sin modificación previa, con el objetivo de evaluar el efecto de la temperatura de carbonización sobre dicho rendimiento.

Se observa una tendencia general decreciente conforme la temperatura de carbonización se incrementa de 300 °C a 700 °C. Este comportamiento se atribuye a la degradación térmica progresiva de los componentes lignocelulósicos: primero la hemicelulosa (200 – 260 °C), seguida de la celulosa (240 – 350 °C) y finalmente la lignina (280 – 500 °C) (Bardi et al., 2023).

Entre las tres biomásas evaluadas, la cáscara de nuez mostró el mayor rendimiento a todas las temperaturas ensayadas (58 ± 0.0 , 36.94 ± 0.40 , 31.53 ± 0.60 % respectivamente). Esto se relaciona con su elevado contenido de lignina (>35 %), según lo discutido en el Capítulo 2, Sección 2.7.4.1. La lignina, al ser más resistente a la degradación térmica, favorece la retención de masa sólida durante el proceso de carbonización.

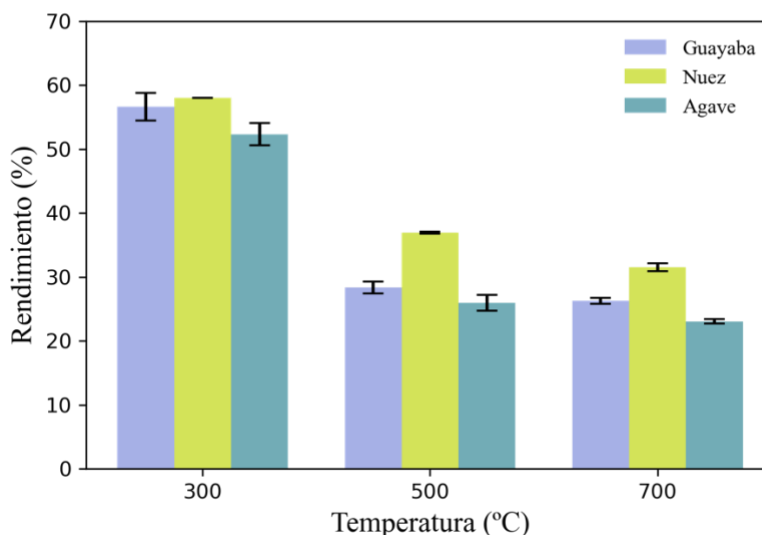


Figura 16. Porcentaje de rendimiento del *biochar* a partir de la biomasa seleccionada

La estructura rígida y densa de la cáscara de nuez, con paredes celulares gruesas, puede retardar la liberación de compuestos volátiles y propiciar una mayor retención de carbono en el sólido carbonizado. En contraste, el bagazo de agave, con mayor contenido de hemicelulosa y celulosa, presenta una degradación más rápida, lo que ocasiona una pérdida de masa acentuada a bajas temperaturas. En general, se obtuvieron rendimientos superiores al 50 % a 300 °C, entre 27–35 % a 500 °C, y menores al 32 % a 700 °C para todas las biomásas, en concordancia con lo reportado en la literatura (da Silva et al., 2025; Pezoti et al., 2016b; Zazycki et al., 2018).

Aunque la cáscara de nuez conserve un mayor rendimiento, sus propiedades texturales pueden diferir significativamente de las otras biomásas. La semilla de guayaba y el bagazo de agave podrían presentar mayor porosidad o área superficial específica, a pesar de sus menores rendimientos, aspecto que se analiza con mayor detalle en la Sección 4.3.4.

En la Tabla 6 se presentan los valores experimentales de rendimiento, pH y conductividad eléctrica del *biochar* obtenido en cada condición de la matriz de Taguchi.

Tabla 6. Rendimiento, pH y conductividad eléctrica del *biochar* sintetizado a partir de la matriz de Taguchi

Experimento	Código	Rendimiento (%)	Conductividad eléctrica (μScm^{-1})	pH
1	300-GFe	61.63 (± 0.00)	68.18 (± 1.00)	3.82 (± 0.00)
2	300-NMn	47.29 (± 2.50)	655.30 (± 9.00)	7.41 (± 0.02)
3	300-ACo	53.87 (± 2.36)	380.31 (± 2.62)	7.37 (± 0.04)
4	500-GMn	27.37 (± 7.50)	455.18 (± 5.50)	8.28 (± 0.01)
5	500-NCo	30.56 (± 4.40)	162.88 (± 1.00)	7.74 (± 0.02)
6	500-AFe	34.36 (± 0.34)	631.13 (± 20.31)	2.88 (± 0.01)
7	700-GCo	27.35 (± 0.80)	113.64 (± 6.00)	7.78 (± 0.02)
8	700-NFe	31.61 (± 0.20)	149.62 (± 3.50)	7.20 (± 0.08)
9	700-AMn	29.28 (± 2.93)	808.42 (± 10.49)	9.73 (± 0.03)

La temperatura de síntesis también influyó en el pH del *biochar*. A temperaturas bajas (300 °C), el material tendió a ser ligeramente ácido o neutro, mientras que a temperaturas elevadas (≥ 500 °C) se volvió progresivamente más alcalino. Asimismo, el agente modificante tuvo un efecto notable sobre este parámetro (Potnuri et al., 2023).

De igual forma, se observó un incremento de la conductividad eléctrica con el aumento de la temperatura de carbonización, lo que coincide con estudios previos que reportan valores más altos en *biochar* producidos a temperaturas superiores a 600 °C, en comparación con los obtenidos a 400 °C (Bartoli et al., 2022; Kane et al., 2021; Zheng, Y. et al., 2023). Este aumento en la conductividad es relevante en procesos de DIET, ya que puede favorecer la estabilización del proceso, acelerar la degradación de la materia orgánica y aumentar la producción de CH₄ (Martins et al., 2018; Masebinu et al., 2019).

4.2.1 Experimentos en lote

Los materiales sintetizados se evaluaron mediante experimentos en lote utilizando sistemas AMPTS, con el objetivo de analizar el efecto de los factores

establecidos en la Matriz de Taguchi (temperatura, densidad de la biomasa y conductividad eléctrica de la solución modificadora) sobre la velocidad y la producción total de metano.

Los resultados obtenidos en los experimentos AMPTS se presentan en la Tabla 7, donde se muestra la velocidad de producción de metano, el incremento respecto al control y la producción máxima de metano para cada condición, tanto en los *biochar* sin radiación de microondas como en los *biochar* irradiados.

Tabla 7. Parámetros cinéticos y mejora en la producción de metano durante la digestión anaerobia en experimentos en lote, incorporando *biochar*, *biochar* irradiado y un control sin material

<i>Biochar</i>	Velocidad de producción (mL/h)	Incremento (%)	Máxima producción (mL)	Velocidad de producción (mL/h)	Incremento (%)	Máxima producción (mL)
MW						
Control	1.40 ± 0.00	-	30.75 ± 2.55			
300-GFe	1.50 ± 0.30	7.14	30.70 ± 2.60	0.57 ± 0.57	-	33.85 ± 0.00
300-NMn	1.10 ± 0.62	-	28.25 ± 5.05	0.93 ± 0.02	-	33.58 ± 0.00
300-ACo	0.86 ± 0.06	-	28.20 ± 0.00	1.33 ± 0.02	-	33.56 ± 2.81
500-GMn	1.24 ± 0.24	-	33.30 ± 0.00	1.33 ± 0.29	-	28.05 ± 2.70
500-NCo	1.00 ± 0.20	-	30.70 ± 2.60	1.14 ± 0.23	-	30.75 ± 0.00
500-AFe	1.73 ± 0.18	23.81	28.47 ± 2.39	1.24 ± 0.00	-	30.75 ± 0.00
700-GCo	1.71 ± 0.20	22.22	28.31 ± 2.33	1.16 ± 0.29	-	36.36 ± 0.00
700-NFe	1.09 ± 0.02	-	28.42 ± 2.54	1.72 ± 0.18	22.64	30.87 ± 0.12
700-AMn	0.98 ± 0.00	-	28.47 ± 2.39	2.11 ± 0.26	50.94	30.75 ± 2.80

Se observó un efecto positivo al someter el material al tratamiento con radiación por microondas, evidenciado porcentajes más altos en la velocidad de producción, así como incrementos en el volumen máximo de metano en comparación con los materiales no irradiados (color azul) de los cuales el que destacó fue el 500-AFe, alcanzando una velocidad de producción de 1.73 ± 0.18 mL/h, lo que representa un incremento del 23.81 % respecto al control. En particular, el *biochar* 700-AMn (irradiado, color naranja) mostró los valores más altos entre todas las muestras evaluadas, alcanzando una velocidad de producción de 2.11 ± 0.26 mL/h, lo que representa un incremento del 50.94 % respecto al control. Las celdas sin valor, representado con un guion indica que no hubo incremento para ese material estudiado.

Este incremento se atribuyó a que la radiación por microondas, al penetrar en el material, induce un aumento en la porosidad y/o modificaciones estructurales del *biochar*, favoreciendo así la adhesión de los microorganismos a su superficie y mejorando la transferencia de electrones durante el proceso de digestión anaerobia (Foong et al., 2024; Satpati et al., 2024).

A partir de los resultados obtenidos para los materiales sin radiación por microondas, se realizó el análisis con la matriz de Taguchi, cuyos efectos principales se muestran en la Figura 17. En esta figura se aprecian las tendencias para las relaciones señal/ruido (S/N) y para las medias, lo que permite identificar los factores con mayor influencia sobre la velocidad de producción de metano.

El Factor A corresponde a la temperatura de síntesis, el Factor B a la densidad de la biomasa y el Factor C a la conductividad eléctrica de la solución modificante. El parámetro *Delta* refleja la diferencia entre el valor más alto y el más bajo registrado para cada factor; un valor *Delta* mayor indica una influencia más significativa sobre la variable respuesta.

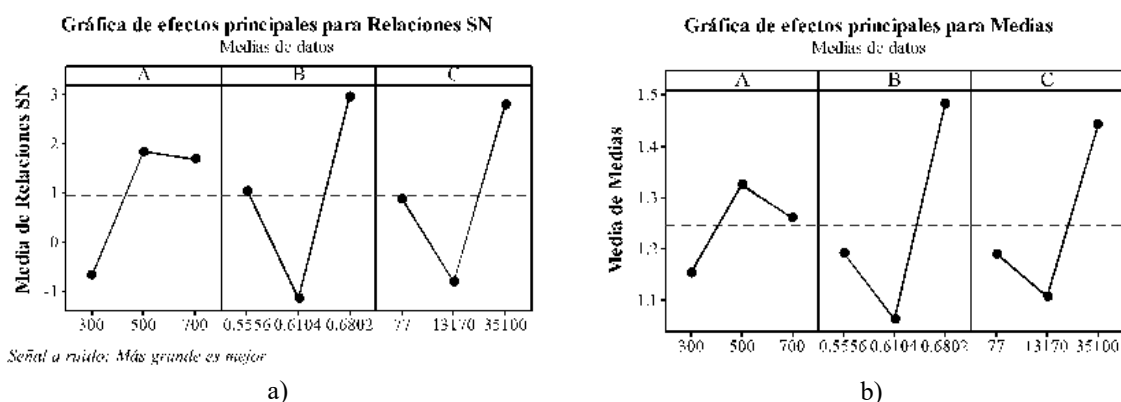


Figura 17. a) Gráfica de efectos principales para relaciones señal/ruido (S/N), b) Gráfica de efectos principales para medias, para los materiales sin radiación por microondas

Los resultados numéricos de este análisis se presentan en la Tabla 8, donde se observa que, para las relaciones S/N, el Factor B presenta el mayor efecto (4.11), seguido del Factor C (3.63) y finalmente el Factor A (2.52). Esta tendencia coincide con la observada en las gráficas de la Figura 17, confirmando que la densidad de la biomasa es el factor más determinante en la producción de metano.

Con base en este análisis, la combinación óptima de factores para maximizar la velocidad de producción de CH_4 corresponde a una temperatura de 500 °C, el uso de semilla de guayaba como biomasa (0.6802 g/cm³) y la modificación con FeCl_3 (35 100 $\mu\text{S/cm}$), lo que se asocia al código experimental 500-GFe.

Tabla 8. Tablas de respuesta del análisis Taguchi (Relacion S/N y medias) para los materiales sin radiación por microondas

Factor						
Nivel	A	B	C	A	B	C
Relaciones S/N				Medias		
1	-0.69	1.04	0.86	1.15	1.19	1.19
2	1.84	-1.16	-0.83	1.33	1.06	1.11
3	1.68	2.95	2.80	1.26	1.48	1.44
Delta	2.52	4.11	3.63	0.17	0.42	0.34
Clasificar	3	1	2	3	1	2

De igual forma, se realizó el análisis estadístico para los materiales sometidos a radiación por microondas. Los resultados se muestran en la Figura 18 y la Tabla 9.

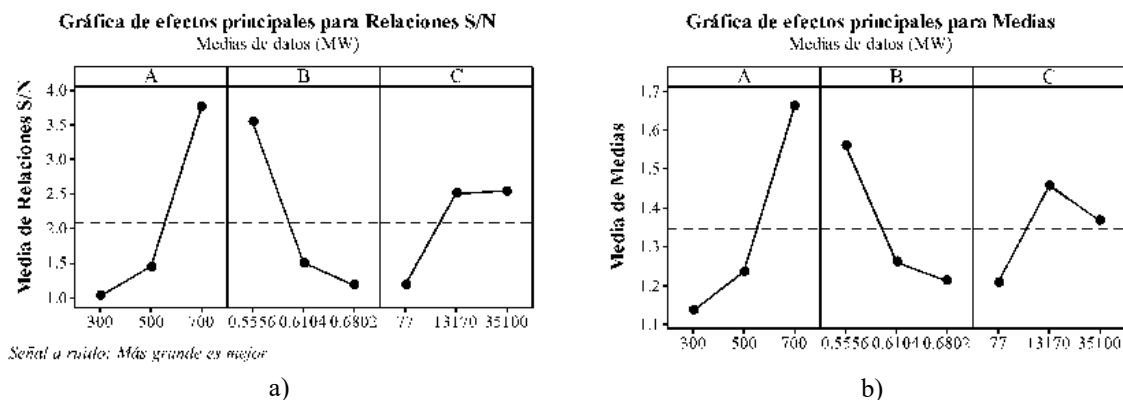


Figura 18. a) Gráfica de efectos principales para relaciones señal/ruido (S/N), b) Gráfica de efectos principales para medias, para los materiales con radiación por microondas

A diferencia de los materiales sin radiación por microondas, los datos de la Tabla 9 indican que, en este caso, el Factor A (temperatura de síntesis) presenta el mayor efecto sobre la variable respuesta ($\Delta = 2.75$), seguido del Factor B (densidad de la biomasa) con $\Delta = 2.37$ y del Factor C (conductividad eléctrica) $\Delta = 1.36$, considerando las relaciones S/N.

Tabla 9. Resumen del análisis Taguchi (Relacion S/N y medias) para los materiales con radiación por microondas

Factor						
Nivel	A	B	C	A	B	C
	Relaciones S/N			Medias		
1	1.02	3.55	1.18	1.14	1.56	1.21
2	1.44	1.50	2.51	1.24	1.26	1.46
3	3.77	1.18	2.54	1.66	1.21	1.37
Delta	2.75	2.37	1.36	0.53	0.35	0.25
Clasificar	1	2	3	1	2	3

Tomando como referencia las gráficas presentadas en la Figura 18, la combinación óptima de factores para maximizar la velocidad de producción de CH₄ con materiales irradiados es: temperatura de síntesis de 700 °C, uso de bagazo de agave (0.5556) como biomasa y modificando con KMnO₄ (13170), correspondiente al código 700-AMn.

Al realizar un análisis comparativo entre ambos casos (sin y con radiación por microondas), se observa que el orden de los factores cambia. Para los materiales sin irradiar, el orden de importancia es: $B > C > A$, y su combinación óptima con el código experimental: 500-GFe; mientras que en los materiales irradiados, cambia a: $A > B > C$, y su combinación óptima con el código experimental: 700-AMn.

Este cambio indica que la radiación por microondas modifica significativamente el impacto del Factor A, convirtiéndolo en el más influyente. Por lo tanto, cuando se emplea radiación por microondas, el control preciso de la temperatura de síntesis resulta esencial para maximizar la velocidad de producción de CH₄.

Asimismo, se analizaron parámetros físicoquímicos del agua residual cruda y posterior a los experimentos en lote, con el objetivo de verificar el funcionamiento adecuado del sistema y la actividad metabólica de los microorganismos. La Tabla 10 muestra la caracterización inicial del agua residual municipal recolectada de la Planta de Tratamiento de Agua Residual de Santa Rosa Jáuregui, Querétaro, México.

Tabla 10. Caracterización inicial del agua residual municipal de la planta de tratamiento de Santa Rosa Jáuregui, Juriquilla, Querétaro

Parámetros	Unidad	Valor medido
Sólidos Totales (ST)	mg/L	1034.67 (± 9.40)
Sólidos Volátiles Totales (SVT)	mg/L	389.33 (± 11.50)
Sólidos Fijos Totales (SFT)	mg/L	645.33 (± 19.90)
pH	-	7.62 (± 0.00)
DQO total	mg/L	759 (± 2.01)
DQO soluble	mg/L	459 (± 37.01)
NH ₄ ⁺	mg/L	114.83 (± 3.80)
Iones		
F ⁻	mg/L	5.48 (± 0.20)
Cl ⁻	mg/L	76.54 (± 1.90)
PO ₄ ²⁻	mg/L	35.37 (± 0.10)
SO ₄ ²⁻	mg/L	79.98 (± 2.20)

Los parámetros analizados son fundamentales para interpretar el potencial de producción de biogás. En particular, el pH cercano a la neutralidad favorece la actividad de los consorcios metanogénicos (Li, Y. et al., 2019), mientras que la DQO inicial refleja la cantidad de materia orgánica presente en el agua residual. A su vez, la concentración de sólidos totales suspendidos permiten inferir la presencia de microorganismos y partículas. Un valor elevado de DQO indica un mayor potencial para la producción de biogás, siempre que las condiciones operativas favorezcan la degradación de la materia orgánica por parte de los microorganismos.

La Tabla 11 presenta los resultados obtenidos al incorporar *biochar* sin radiación por microondas en sistemas en lote, evaluando la remoción total y soluble de DQO, la concentración de amonio y el pH. Por su parte, la Tabla 12 muestra los datos correspondientes a los materiales irradiados.

Tabla 11. Efecto del *biochar* sin radiación por microondas en la remoción de DQO, concentración de amonio y pH durante los experimentos por lotes de digestión anaerobia

<i>Biochar</i>	Remoción DQO total (%)	Remoción DQO soluble (%)	NH ₄ ⁺ (mg/L)	pH
Control	42.29 ± 1.71	47.38 ± 3.49	120.24 ± 0.09	7.63 ± 0.01
300-GFe	41.24 ± 1.98	37.12 ± 16.81	124.06 ± 8.39	7.66 ± 0.00
300-NMn	37.81 ± 8.56	41.48 ± 1.09	114.18 ± 7.46	7.69 ± 0.02
300-ACo	43.87 ± 1.45	48.25 ± 5.24	108.78 ± 11.18	7.65 ± 0.03
500-GMn	46.25 ± 1.45	52.84 ± 1.53	129.00 ± 3.26	7.75 ± 0.08
500-NCo	33.20 ± 5.27	56.99 ± 1.75	120.98 ± 4.94	7.63 ± 0.03
500-AFe	39.30 ± 2.11	51.14 ± 1.31	126.31 ± 5.22	7.52 ± 0.03
700-GCo	32.73 ± 7.77	46.79 ± 0.44	118.33 ± 0.75	7.66 ± 0.06
700-NFe	42.64 ± 0.92	56.68 ± 0.87	109.14 ± 3.91	7.47 ± 0.02
700-AMn	45.75 ± 4.22	52.72 ± 0.00	105.85 ± 9.98	7.79 ± 0.04

Es crucial monitorear el pH durante la digestión anaerobia, ya que en esta etapa se generan AGVs derivados de la degradación de materia orgánica, lo que puede ocasionar descensos de pH que afectan la actividad microbiana (Li, Y. et al., 2019). En este estudio, los valores registrados de pH no difirieron significativamente del valor inicial del agua residual cruda, lo que indica la capacidad amortiguadora del biochar cuando se incorpora al sistema (Wang, W. & Lee, 2021).

En el caso de los materiales sin radiación, el mayor porcentaje de remoción de DQO total respecto al control se obtuvo con el material 500-GMn (46.25 ± 1.45 %), mientras que la mayor remoción de DQO soluble correspondió al material 500-NCo (56.99 ± 1.75 %). Una elevada remoción de DQO total refleja una conversión eficiente de compuestos solubles y particulados, mientras que la reducción de la fracción soluble se asocia con la degradación de compuestos de fácil biodegradación.

Tabla 12. Efecto del *biochar* con radiación por microondas en la remoción de DQO, concentración de amonio y pH durante experimentos por lotes de digestión anaerobia

<i>Biochar</i>	Remoción DQO total (%)	Remoción DQO soluble (%)	NH ₄ ⁺ (mg/L)	pH
Control	42.29 ± 1.71	47.38 ± 3.49	120.24 ± 0.09	7.63 ± 0.01
300MW-GFe	42.93 ± 4.74	39.96 ± 5.02	124.07 ± 8.11	7.53 ± 0.02
300MW-NMn	29.98 ± 6.98	39.28 ± 3.71	118.93 ± 5.41	7.54 ± 0.01
300MW-ACo	38.78 ± 0.79	45.24 ± 2.18	126.99 ± 0.37	7.53 ± 0.02
500MW-GMn	35.45 ± 0.00	43.91 ± 2.40	137.34 ± 1.68	7.53 ± 0.03
500MW-NCo	43.96 ± 5.53	44.44 ± 6.77	138.71 ± 4.94	7.54 ± 0.05
500MW-AFe	31.93 ± 1.30	54.59 ± 4.59	144.83 ± 5.13	7.50 ± 0.0
700MW-GCo	38.78 ± 2.61	44.44 ± 2.84	125.41 ± 4.38	7.56 ± 0.0
700MW-NFe	50.10 ± 0.13	48.24 ± 2.84	113.54 ± 1.03	7.46 ± 0.04
700MW-AMn	46.88 ± 0.79	55.43 ± 0.87	107.53 ± 6.62	7.58 ± 0.04

El uso de un *biochar* con mayor área superficial favorece la adsorción de compuestos orgánicos, reduciendo la DQO soluble. Además, la superficie activa facilita la formación de microambientes adecuados para la actividad microbiana, acelerando la degradación de la materia orgánica (Foong et al., 2024; Satpati et al., 2024).

El análisis conjunto de pH y DQO antes y después de los ensayos, confirma la eficiencia de la digestión anaerobia y la estabilidad del sistema. La reducción de DQO, junto con un pH cercano a la neutralidad, refleja la actividad metabólica microbiana (Kawai et al., 2016). La comparación entre materiales con y sin radiación por microondas revela el potencial de este tratamiento para mejorar la degradación de la materia orgánica e incrementar la producción de CH₄.

En los materiales irradiados, algunos tratamientos superaron el 50 % de remoción. Destacan el 700MW-NFe con la mayor remoción de DQO total (50.10 ± 0.13 %) y el 700MW-AMn con la mayor remoción de DQO soluble (55.43 ± 0.87 %). La

temperatura de síntesis influye significativamente en sus propiedades estructurales y químicas del *biochar*; temperaturas iguales o superiores a 700 °C promueven estructuras más carbonizadas y conductivas, favoreciendo el transporte directo de electrones (DIET) entre microorganismos (Bardi et al., 2023; Jellali et al., 2021; Sun et al., 2022; Zhao, W. et al., 2021).

Asimismo, la presencia de metales de transición como Fe y Mn en el *biochar* irradiado puede facilitar reacciones de oxidación-reducción que promuevan la conversión de compuestos orgánicos, incrementando la producción de biogás (Qin et al., 2017; Zheng, Y. et al., 2023). Estos metales actúan como micronutrientes que estimulan el crecimiento y metabolismo microbiano durante la digestión anaerobia (Laiq Ur Rehman et al., 2019).

En cuanto a los AGVs, la Figura 19 muestra su producción durante la digestión anaerobia con *biochar* sin radiación. Se observa mayor concentración de acetato y propionato en el agua residual municipal, donde el acetato, sustrato principal de archaeas metanogénicas acetoclásticas, se mantiene en niveles moderados, lo que indica equilibrio entre producción y consumo (Chang, H. et al., 2024). El propionato, por su parte, tiende a acumularse ante el desequilibrio en la oxidación de ácidos grasos de cadena larga o inhibición de bacterias acetogénicas.

Se registró una reducción en AGVs para los materiales 300-NMn y 500-NCo, sugiriendo conversión más eficiente a metano. Esto coincide con estudios que reportan que Mn y Co en *biochar* disminuyen la acumulación de AGVs y mejoran la producción de biogás (Laiq Ur Rehman et al., 2019; Mussoline et al., 2013). La presencia de isómeros como isobutirato en bajas concentraciones indica rutas fermentativas específicas de degradación de aminoácidos y proteínas (Li, X. et al., 2024; Tong et al., 2021).

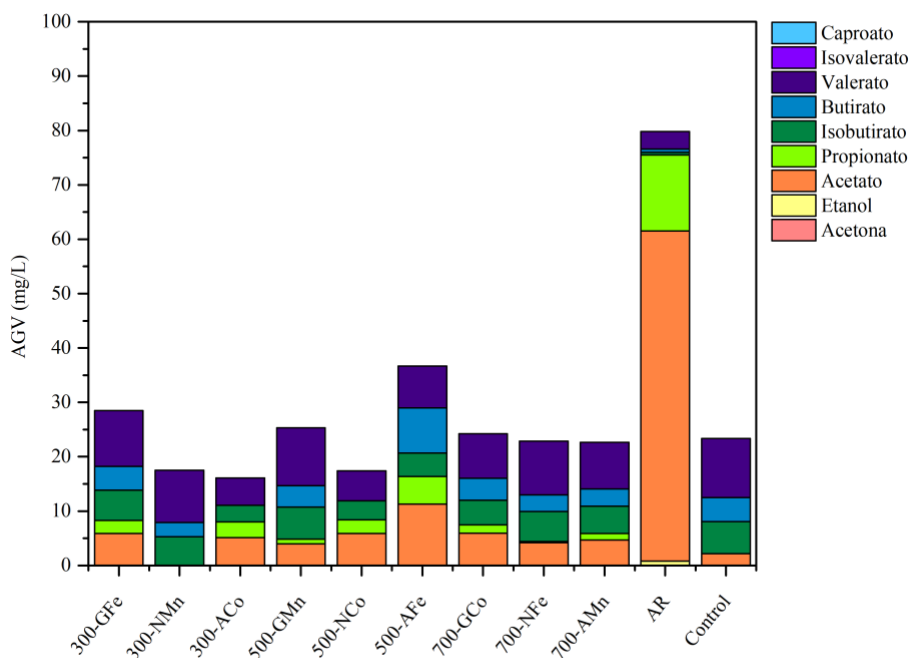


Figura 19. Consumo y producción de AGVs para el *biochar* sin radiación por microondas durante la digestión anaerobia en experimentos en lote

La Figura 20 muestra el comportamiento con *biochar* irradiado, evidenciando un mayor consumo de acetato y propionato en comparación con materiales sin radiación, lo que sugiere una mejor digestión de la DQO. Esto respalda que la radiación por microondas aumenta la disponibilidad de poros para la formación de biopelículas microbianas, potenciando la producción de biogás (He et al., 2020). La detección de etanol y acetona en bajas cantidades se asocia con rutas fermentativas alternas (Koul et al., 2022).

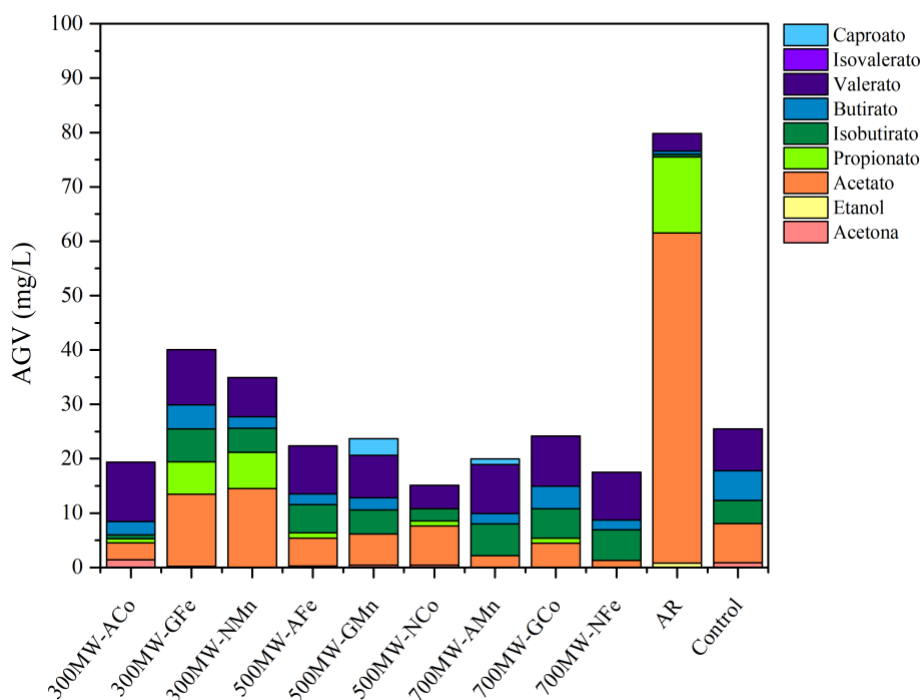


Figura 20. Consumo y producción de AGVs para el *biochar* con radiación por microondas durante la digestión anaerobia en experimentos en lote

Finalmente, el material óptimo identificado en el análisis de Taguchi (700MW-AMn) se evaluó en sistemas en continuo mediante reactores UASB, cuyos resultados se presentan en la siguiente Sección (4.2.2).

4.2.2 Experimentos en continuo

Con base en el análisis estadístico de la matriz de Taguchi, se identificó que el *biochar* con mejor desempeño en la variable respuesta (velocidad de producción de metano) fue el material 700MW-AMn. Este *biochar* se incorporó a reactores tipo UASB (Upflow Anaerobic Sludge Blanket), y se evaluó su desempeño en operación continua.

La Figura 21 presenta la producción acumulada de biogás y metano durante 49 días de operación para dos reactores con *biochar* y un reactor control (sin *biochar*). En la etapa inicial (TRH de 8 h) se observó un incremento sostenido en la producción de

biogás, particularmente en los reactores con *biochar*, lo cual indica una mejora en la actividad microbiológica.

Al aumentar el TRH a 12 h, la producción de biogás disminuyó en todos los reactores. Esta reducción podría deberse a la menor disponibilidad de sustrato, lo que limita la tasa metabólica del consorcio microbiano. Asimismo, el cambio abrupto en las condiciones operativas pudo haber provocado una desadaptación temporal de la comunidad microbiana. En términos operativos, un mayor TRH implica una menor carga orgánica aplicada, reduciendo la cantidad de sustrato disponible por unidad de tiempo y afectando la eficiencia de producción de biogás (Xu et al., 2021).

En cuanto a la producción de metano, durante el primer periodo (TRH = 8 h), el reactor con *biochar* 700-AMn registró la mayor producción de CH₄, alcanzando un pico superior a 5 mL/h entre los días 10 y 20, con una producción promedio de 4.03 ± 0.15 mL/h. En comparación, tanto el reactor control como el que contenía *biochar* irradiado (700MW-AMn) también presentaron incrementos en la producción de CH₄, aunque de menor magnitud y con mayor variabilidad.

Tras el incremento del TRH a 12 h, se observó una disminución general en la producción de metano en los tres reactores. No obstante, el reactor con 700-AMn mantuvo valores superiores respecto al control y al 700MW-AMn, lo que sugiere una mayor adaptabilidad y estabilidad operacional en presencia de este *biochar*. Este comportamiento podría estar asociado a una mejor retención microbiana en la matriz porosa del *biochar* y/o a su efecto buffer, que amortigua cambios en las condiciones del reactor, como variaciones de pH o acumulación de metabolitos intermedios.

A partir del día 32, se registró una caída abrupta en la producción de CH₄ en los tres sistemas. Aunque un TRH más prolongado suele favorecer la digestión anaerobia al aumentar el tiempo de contacto entre sustrato y microorganismos, la transición inmediata a las nuevas condiciones pudo haber afectado transitoriamente la eficiencia del sistema. Adicionalmente, la duplicación de la cantidad de *biochar* durante el cambio de TRH podría haber generado un efecto negativo, tal como reportaron Shen et al (2020),

quienes observaron que una sobredosificación de *biochar* puede alterar el equilibrio microbiano o modificar las propiedades fisicoquímicas del sistema de forma adversa.

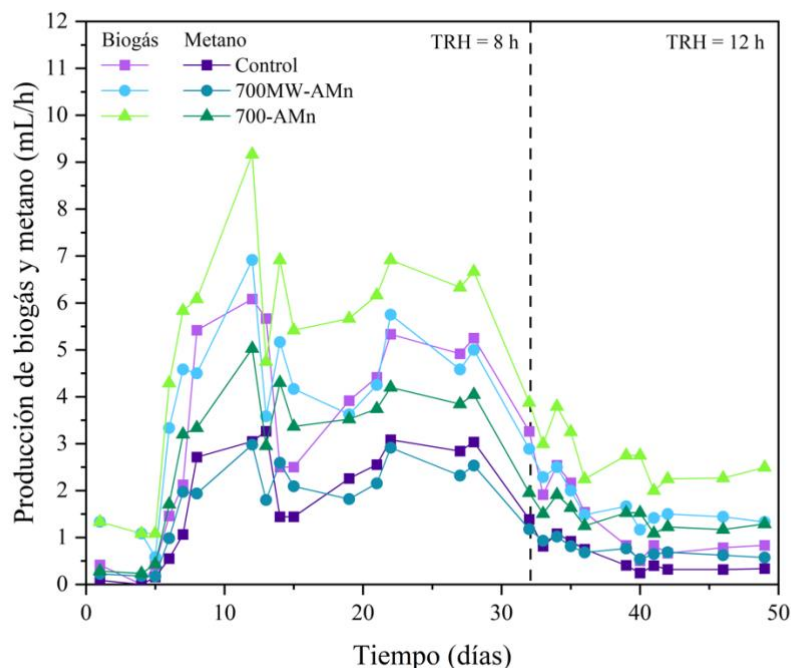


Figura 21. Producción de biogás y metano de los tres reactores para un TRH de 8 y 12 h durante 49 días de operación

En cuanto al rendimiento, el reactor que contenía el *biochar* 700-AMn (sin radiación por microondas) superó al que contenía el material irradiado 700MW-AMn. Aunque la radiación por microondas aumenta el área superficial del *biochar*, también puede provocar el colapso de microporos disminuyendo la accesibilidad de los sitios activos para los microorganismos. Además, el *biochar* sin irradiar podría haber favorecido de manera más eficiente los mecanismos de transferencia directa de electrones (DIET), lo que explicaría la mayor producción de biogás observada.

La Figura 22 presenta la concentración de DQO total registrada durante los 49 días de operación para los tres reactores, así como del agua residual utilizada como alimentación. En todos los casos se observa una disminución significativa en la DQO de

los efluentes, lo que evidencia una degradación efectiva de la materia orgánica. No obstante, los reactores que contenían *biochar*, tanto con tratamiento por microondas como sin él, mostraron una mayor eficiencia en la remoción de DQO respecto al reactor control, con porcentajes promedio de remoción de $54.75 \pm 12.88 \%$ y $55.09 \pm 13.61 \%$, respectivamente.

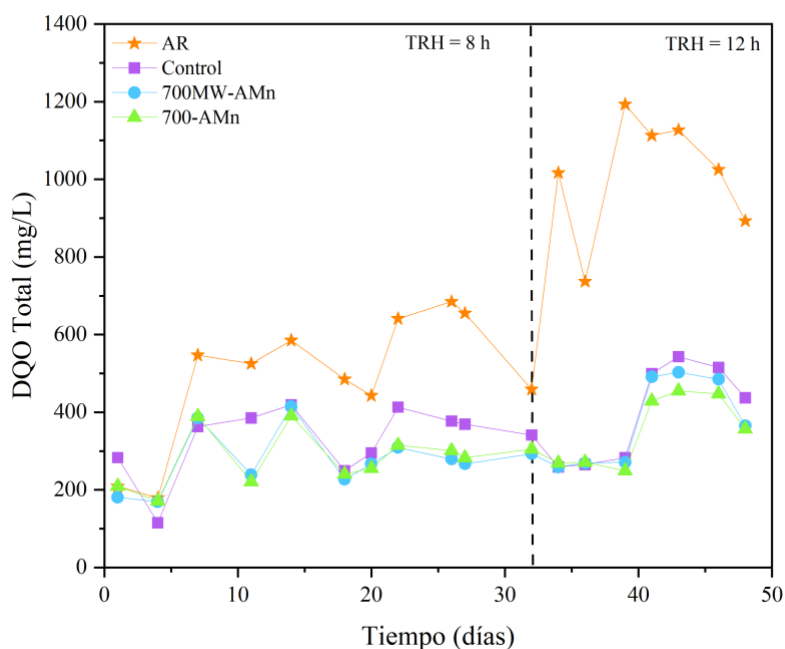


Figura 22. Concentración de DQO total durante los 49 días de operación, con TRH de 8 y 12 h, para muestras tomadas de los 3 reactores y el agua residual de alimentación

El mantenimiento de concentraciones bajas de DQO a lo largo del tiempo en los sistemas con *biochar* confirma el efecto positivo de su incorporación en el proceso de digestión anaerobia, ya que este material favorece la biodegradación de la materia orgánica. No obstante, la ausencia de diferencias significativas entre el *biochar* tratado y no tratado con microondas sugiere que este procedimiento no mejora sustancialmente la capacidad como soporte microbiano o para la adsorción de compuestos orgánicos. Este hallazgo coincide con lo observado en la Figura 21 en relación con la producción de biogás.

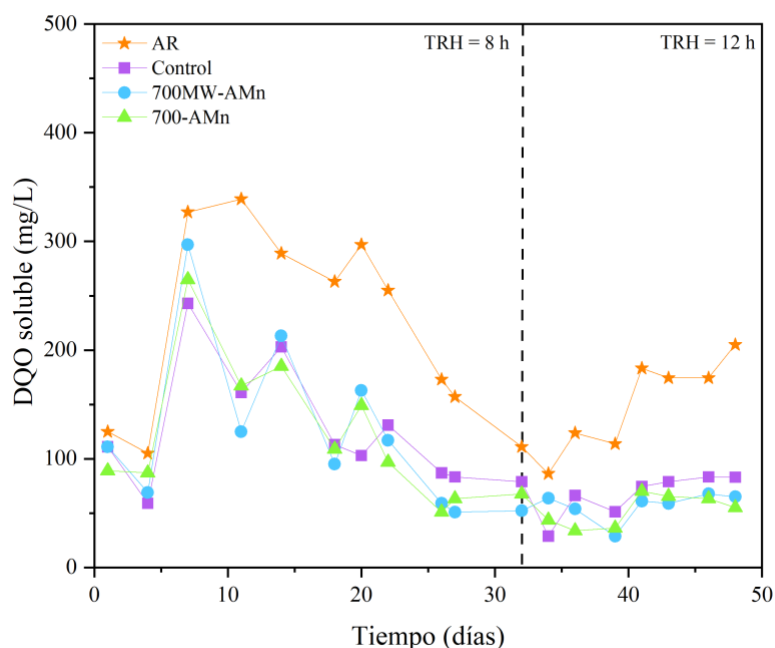


Figura 23. Concentración de DQO soluble durante los 49 días de operación para un TRH de 8 y 12 h, considerando muestras tomadas de los 3 reactores y del agua residual de alimentación

La Figura 23 muestra la evolución de la concentración de DQO soluble a lo largo de 49 días de operación para los tres reactores estudiados. En todos los sistemas se observa una disminución significativa de esta fracción, lo que evidencia una degradación eficaz de la materia orgánica soluble presente en el influente. Destaca el reactor que contenía el *biochar* denominado 700MW-AMn, el cual muestra una reducción más rápida y estable de la DQO soluble, particularmente durante los primeros 20 días de operación con un TRH de 8 h.

Tras el incremento del TRH a 12 h (posterior al día 25), las concentraciones de DQO soluble se estabilizan en niveles muy bajos, lo que refleja un desempeño eficiente de los reactores que contenían *biochar*. Este comportamiento sugiere que el incremento del TRH favorece una mayor eliminación de DQO, al permitir un contacto más prolongado del sustrato con los microorganismos con la superficie activa del *biochar*.

Aunque el reactor control también muestra una tendencia decreciente, sus valores no alcanzan los niveles mínimos observados en los sistemas con *biochar*. Esto indica que, la incorporación de *biochar*, en particular, el modificado por microondas, podría aportar sitios activos adicionales y mejorar la transferencia de electrones, promoviendo así una degradación más eficiente de la materia orgánica soluble.

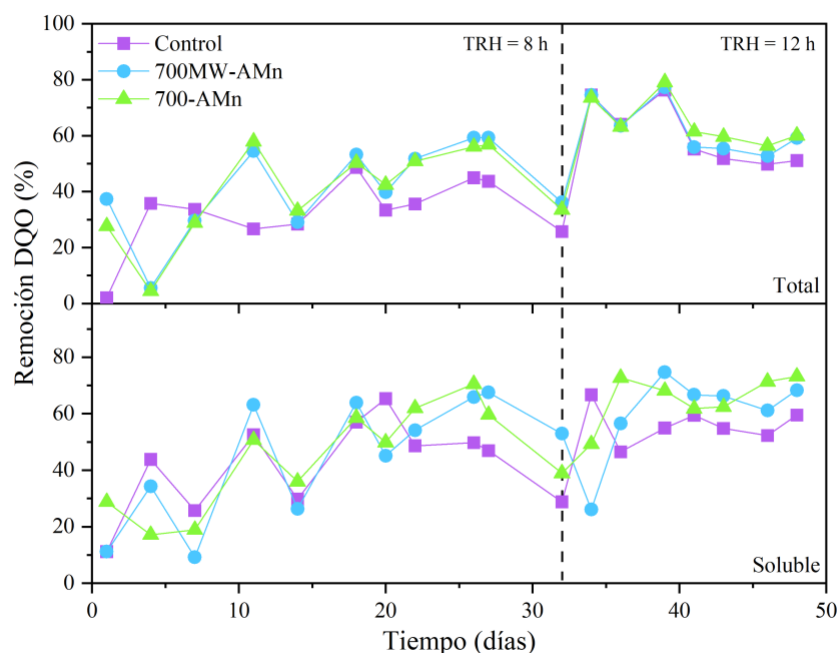


Figura 24. Porcentaje de remoción de DQO total y soluble para los tres reactores durante los 49 días de operación

La Figura 24 resume el porcentaje de remoción de la DQO total y soluble durante el periodo de operación. Se observa una remoción más eficiente en los reactores con *biochar*, tanto en su forma modificada como sin modificar, en comparación con el reactor control. Estos resultados refuerzan la hipótesis de que la adición de *biochar* mejora la capacidad del sistema anaerobio para eliminar la carga orgánica del efluente.

La variación en los valores de remoción de DQO lo largo del tiempo sugiere que factores como el pH, la carga orgánica y la composición del agua residual presentan fluctuaciones inherentes al sistema. No obstante, en promedio, los reactores con *biochar*,

particularmente el modificado mediante radiación por microondas (700MW-AMn), alcanzaron una mayor eficiencia en la eliminación de la fracción total de materia orgánica que el reactor control.

El incremento del TRH de 8 a 12 h, se asoció con una mayor estabilización de los valores de remoción de DQO total, lo cual puede atribuirse al aumento del tiempo de contacto entre los microorganismos y el sustrato, así como a una adsorción más efectiva de los compuestos orgánicos sobre la superficie del *biochar*. En la parte inferior de la Figura 24, se aprecia que los reactores con 700MW-AMn y 700-AMn presentan de forma consistente mayores porcentajes de remoción de DQO soluble en comparación con el control.

La elevada remoción de DQO soluble indica una adecuada asimilación microbiológica y una adsorción eficiente de compuestos más fácilmente biodegradables (Zhao, D. et al., 2021). Durante los primeros 20 a 25 días se detectan ligeros incrementos en la concentración de DQO soluble, probablemente asociados a la liberación de subproductos intermedios (como los AGVs) generados en la etapa de hidrólisis. Sin embargo, después del día 30, tras el cambio de TRH a 12 h, las fluctuaciones disminuyen y se mantiene una alta eficiencia de remoción en los reactores con *biochar*.

El *biochar* 700MW-AMn, en particular, presenta una disminución más rápida y sostenida de la DQO total y soluble, lo que sugiere que su estructura microporosa y los grupos funcionales generados durante el tratamiento con microondas favorecen tanto la adsorción como la degradación de la materia orgánica (Yan et al., 2020). Adicionalmente, la presencia de Mn en su estructura puede inducir reacciones redox que aceleran el metabolismo de ciertos grupos microbianos, especialmente durante las etapas acidogénica y metanogénica, incrementando así la eficiencia global del sistema (Qin et al., 2017; Zheng, Y. et al., 2023).

Esta estabilización en la remoción de DQO se ve reflejada también en otros parámetros de control, como el pH. La Figura 25 muestra el comportamiento del pH durante los 49 días de operación, mostrando que los valores registrados para los tres

reactores y el agua residual de alimentación se mantuvieron dentro del intervalo óptimo para la digestión anaerobia (6.5 - 8.5). Esto refleja la estabilidad del sistema y la ausencia de acidificación, incluso después del ajuste en el TRH, lo que indica que no hubo acumulación significativa de AGVs y que el sistema se mantuvo favorable para la actividad microbiana.

Los *biochars* 700-AMn y 700MW-AMn contribuyeron a una mejor estabilidad del pH, especialmente entre los días 10 y 30, gracias a su capacidad buffer para amortiguar cambios de acidez y mantener un medio estable, promoviendo así la actividad del consorcio microbiano (He et al., 2020; Khalid et al., 2021). Incluso tras el aumento del TRH, no se observó una desestabilización crítica, lo que demuestra una buena capacidad de adaptación microbiana ante variaciones operativas. Estos resultados respaldan que la incorporación de *biochar* contribuye a mantener condiciones óptimas para la producción de metano, aun bajo condiciones variables.

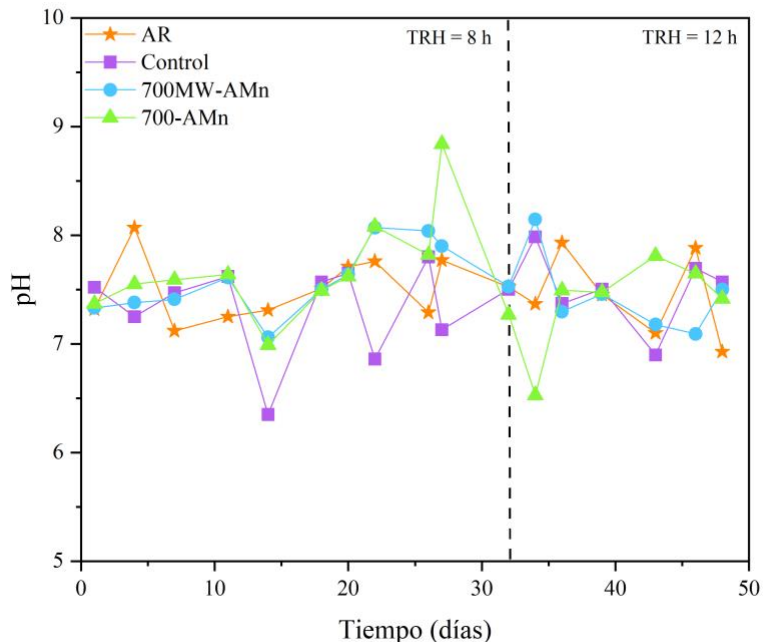


Figura 25. Comportamiento del pH durante los 49 días de operación para un TRH de 8 y 12 h para los 3 reactores y el agua residual de alimentación

La Figura 26 presenta la evolución de la concentración de NH_4^+ a lo largo de los 49 días de operación, considerando ambos TRH (8 y 12 h). Este parámetro es clave en los sistemas de digestión anaerobia, ya que su acumulación en concentraciones elevadas puede generar efectos tóxicos sobre las poblaciones metanogénicas e inhibir la producción de metano (Chen, Y. et al., 2008; Laiq Ur Rehman et al., 2019).

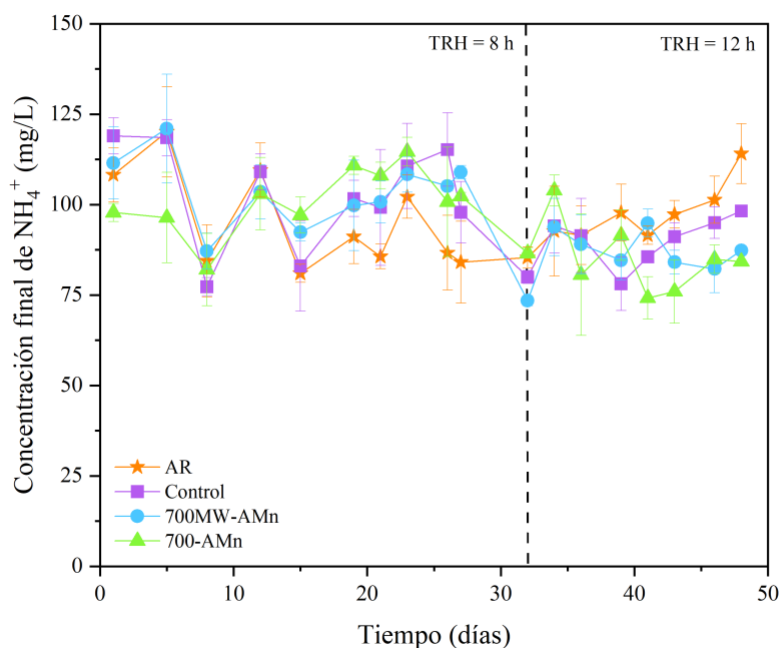


Figura 26. Concentración de NH_4^+ durante los 49 días de operación para un TRH de 8 y 12 h en los 3 reactores y el agua residual de alimentación

En general, los reactores que incorporan *biochar* (700-AMn y 700MW-AMn) presentaron concentraciones finales de NH_4^+ ligeramente menores que el reactor control, especialmente tras el incremento del TRH a 12 h. Este comportamiento sugiere una posible interacción entre el *biochar* y los compuestos nitrogenados presentes en el sistema, ya sea mediante adsorción directa de amonio o por una influencia indirecta en los procesos biológicos de transformación del nitrógeno.

La capacidad del *biochar* para reducir la concentración de NH_4^+ puede atribuirse a sus propiedades fisicoquímicas, como su elevada superficie específica, la presencia de

grupos funcionales oxigenados y su potencial para actuar como soporte microbiano, favoreciendo la actividad biológica y contribuyendo a estabilizar el pH del sistema (He et al., 2020; Khalid et al., 2021). Sin embargo, el *biochar* modificado por microondas (700MW-AMn) no mostró diferencias estadísticamente significativas respecto al *biochar* sin radiación (700-AMn) en cuanto a la reducción de NH_4^+ , lo que podría indicar que, bajo las condiciones experimentales evaluadas, las modificaciones estructurales inducidas por la radiación no incrementaron sustancialmente la capacidad de adsorción de amonio.

Por otro lado, el agua residual (AR) de alimentación presentó un aumento progresivo de la concentración NH_4^+ particularmente durante la operación con TRH de 12 h. En contraste, los reactores con *biochar* mantuvieron concentraciones relativamente estables o con incrementos menos pronunciados, lo que sugiere que la incorporación del *biochar* contribuye a mitigar la acumulación de NH_4^+ en condiciones de mayor tiempo de residencia. Esta mitigación podría deberse a una mayor eficiencia en la transformación biológica de compuestos nitrogenados o a su retención física o química en la matriz porosa del *biochar*.

Estos resultados respaldan el potencial del *biochar* como agente estabilizador en procesos anaerobios, especialmente en lo que respecta al control de compuestos inhibidores como el amonio, sin que se observe un efecto negativo al aumentar el TRH.

La Figura 27 muestra la composición del biogás generado por los tres reactores a lo largo de los 49 días de operación, considerando ambos TRH (8 y 12 h). La producción y composición del biogás son parámetros clave para evaluar el rendimiento de la digestión anaerobia, ya que reflejan tanto la eficiencia metabólica del consorcio microbiano como la estabilidad del sistema.

Los resultados indican que el reactor con *biochar* 700-AMn alcanzó una mayor proporción de CH_4 , superando el 60 % de contenido volumétrico, mientras que el reactor control y el que contenía *biochar* irradiado (700MW-AMn) se mantuvieron por debajo de dicho valor en ambos TRH evaluados. Esto sugiere que la adición de *biochar* sin

tratamiento por microondas genera condiciones más favorables para la metanogénesis, posiblemente mediante mecanismos como la DIET entre bacterias acetogénicas y archaeas metanogénicas, favorecida por la conductividad del *biochar* (Barua & Dhar, 2017).

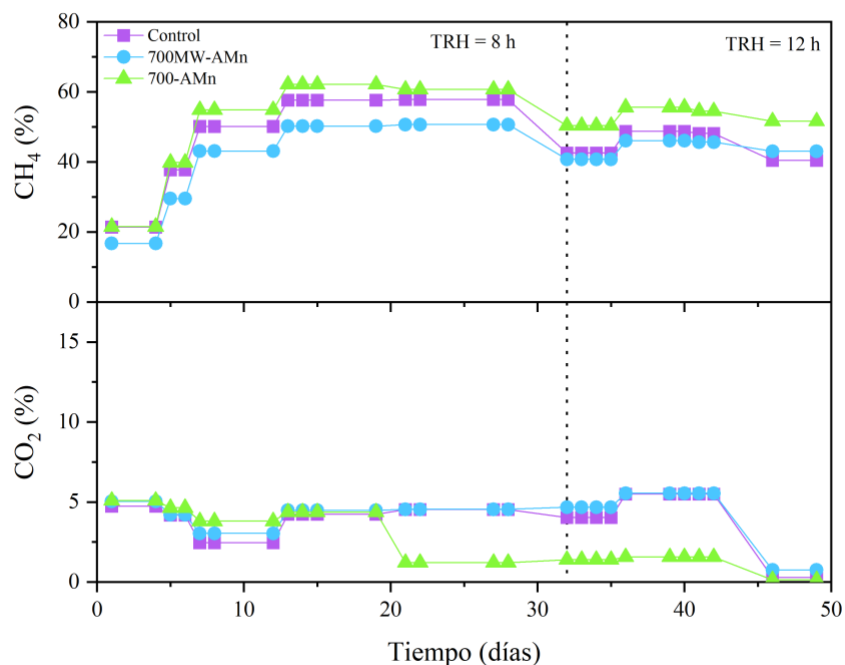


Figura 27. Composición del biogás durante los 49 días de operación para un TRH de 8 y 12 h en los 3 reactores

La estructura porosa y la superficie activa del *biochar* sin radiación probablemente proporcionaron un entorno más estable para el desarrollo del consorcio microbiano en comparación con el *biochar* modificado. Aunque el tratamiento con microondas puede incrementar el área superficial y modificar la red porosa, también podría alterar propiedades fisicoquímicas relevantes como la conductividad, la distribución de grupos funcionales o la estabilidad térmica, que afectan la interacción con los microorganismos (Chen, S. et al., 2014).

En cuanto al CO₂, se observó una disminución más notable en el reactor con 700-AMn, especialmente tras el aumento del TRH a 12 h. Esto podría estar asociado a una

mayor asimilación del carbono inorgánico por las archaeas metanogénicas, así como al efecto buffer del *biochar*, que limita la producción excesiva de AGVs y reduce la acidogénesis, favoreciendo la conversión de carbono hacia metano (Shen et al., 2020).

Finalmente, los reactores control y con 700MW-AMn presentaron una ligera disminución en el contenido de CH₄ tras el cambio de TRH, posiblemente debido a inestabilidades operativas asociadas al aumento del volumen de alimentación. En contraste, el reactor con 700-AMn mantuvo altos niveles de CH₄, demostrando un mejor desempeño y mayor adaptabilidad ante cambios en las condiciones de operación.

La Figura 28 muestra la evolución de la concentración de AGVs en función del tiempo para los tres reactores y el agua residual de alimentación. En el AR se registraron concentraciones elevadas de AGVs, particularmente acetato y propionato, con valores cercanos a 500 mg/L.

En el reactor control se observó una acumulación significativa de AGVs, predominando el acetato, aunque en niveles ligeramente inferiores a los del AR, lo que indica una actividad microbiana parcialmente estabilizada. En el reactor con 700MW-AMn, la acumulación de AGVs fue más moderada y con menor diversidad de metabolitos, predominando el acetato sin alcanzar concentraciones críticas, lo que refleja una estabilización parcial del sistema.

Por su parte, el reactor con 700-AMn, presentó menores concentraciones de AGVs durante todo el periodo de operación, incluso después del cambio en el TRH, lo que indica una conversión más eficiente de intermediarios hacia CH₄ y una acidogénesis más controlada. Esta menor acumulación indica que el *biochar* 700-AMn no solo mitiga la acidificación del sistema, sino que también favorece condiciones más estables para la metanogénesis.

El cambio de TRH de 8 a 12 h provocó un aumento generalizado en las concentraciones de AGVs en todos los reactores; sin embargo, este incremento fue notablemente menos pronunciado en el reactor con 700-AMn, lo que pone de manifiesto su mayor capacidad de adaptación ante variaciones operacionales.

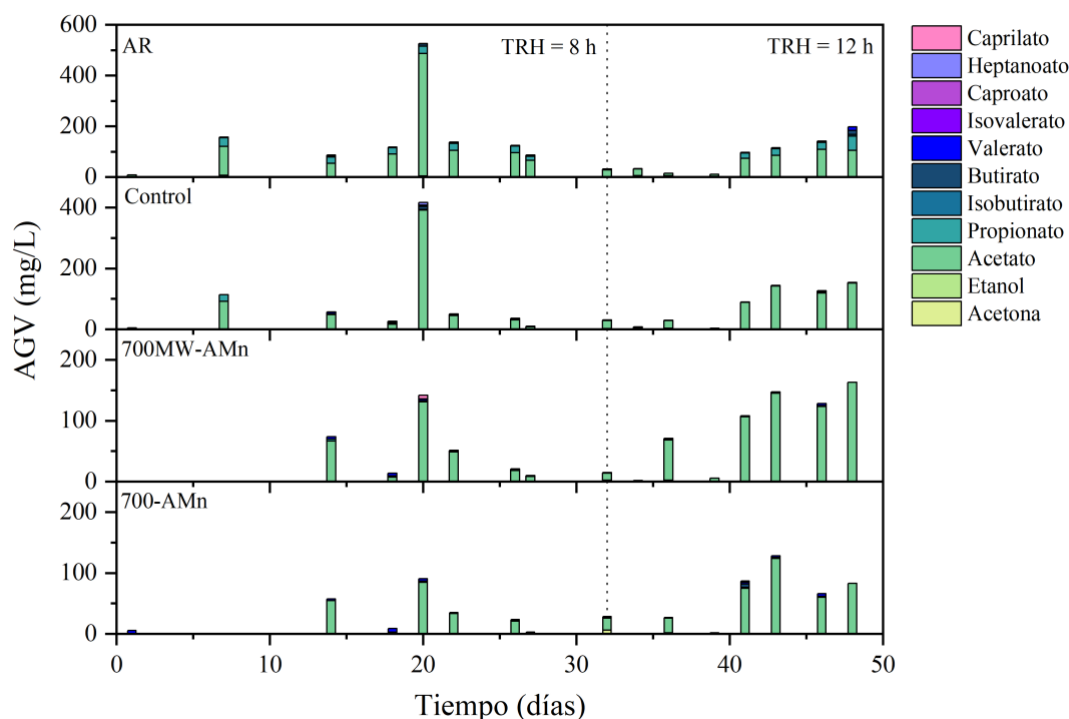


Figura 28. Concentración de AGVs en los 3 reactores y el agua residual de alimentación con TRH de 8 y 12 h durante 49 días de operación

4.3 Caracterización del material seleccionado

4.3.1 FTIR

Con el objetivo de identificar los grupos funcionales presentes en el *biochar* seleccionado como óptimo en la matriz de Taguchi y evaluado en los reactores UASB, se realizó espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR).

En la Figura 29 se presentan los espectros obtenidos para el *biochar* óptimo (700MW-AMn) y su material de referencia sin radiación (700-AMn), en los que se observan las principales bandas de absorción características de los compuestos orgánicos. Entre las bandas destacan: una banda a 2640 cm^{-1} , atribuida a vibraciones de estiramiento simétrico y asimétrico de enlaces C-H (Anisuzzaman et al., 2016b; Isaacs-Páez et al., 2022); a 1692 cm^{-1} , vibraciones de estiramiento de enlaces C=O de grupos

carbonilo (Elizalde-González & Hernández-Montoya, 2009; Fan et al., 2025; Mahmoud et al., 2024); a 1519 cm^{-1} , vibraciones N-H de grupos alquilo (Li, N. et al., 2023); a 1413 cm^{-1} , vibraciones O-H asociadas a lignina o grupos fenólicos (Lazaro-Romero et al., 2024; Matin & Aydin, 2022); a 1200 cm^{-1} , vibraciones C-O (Mahmoud et al., 2024); a 1139 cm^{-1} , enlaces C-O-C (Cole et al., 2019; Wang, L. et al., 2025); a 870 cm^{-1} flexión fuera del plano de enlaces C-H (Cole et al., 2019); y, finalmente bandas a 591 y 566 cm^{-1} correspondientes a vibraciones de estiramiento Mn-O y Mn-O-Mn (Chang, F. & Li, 2024a).

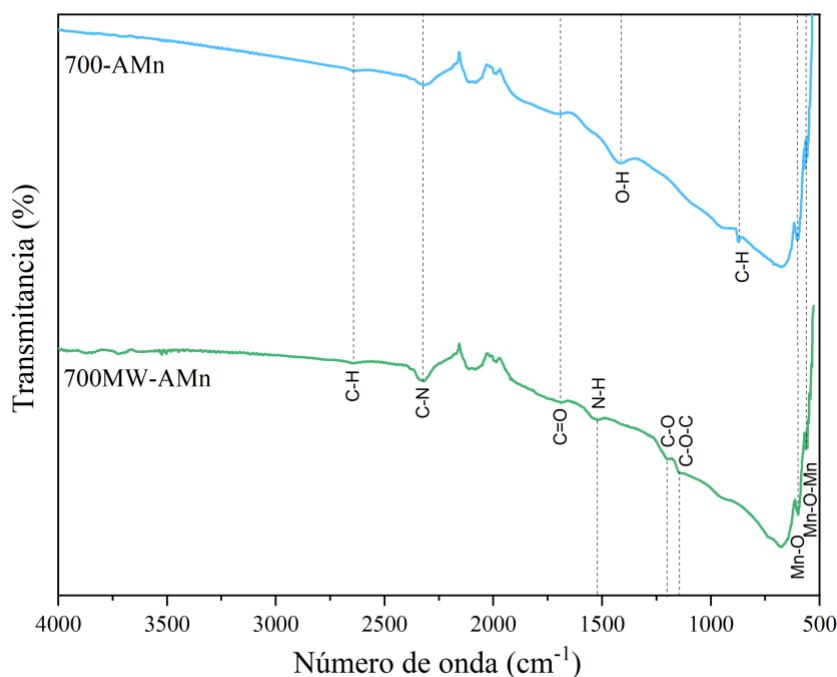


Figura 29. Espectros IR para el material como óptimo (700MW-AMn) y su referencia sin radiación (700-AMn)

La **Error! Reference source not found.** compara los espectros de los materiales utilizados en los experimentos en continuo (700MW-AMn y 700-AMn) con dos materiales sintetizados a distintas temperaturas y sin modificaciones químicas (700-A y 300-A), con el fin de observar la variación en los grupos funcionales.

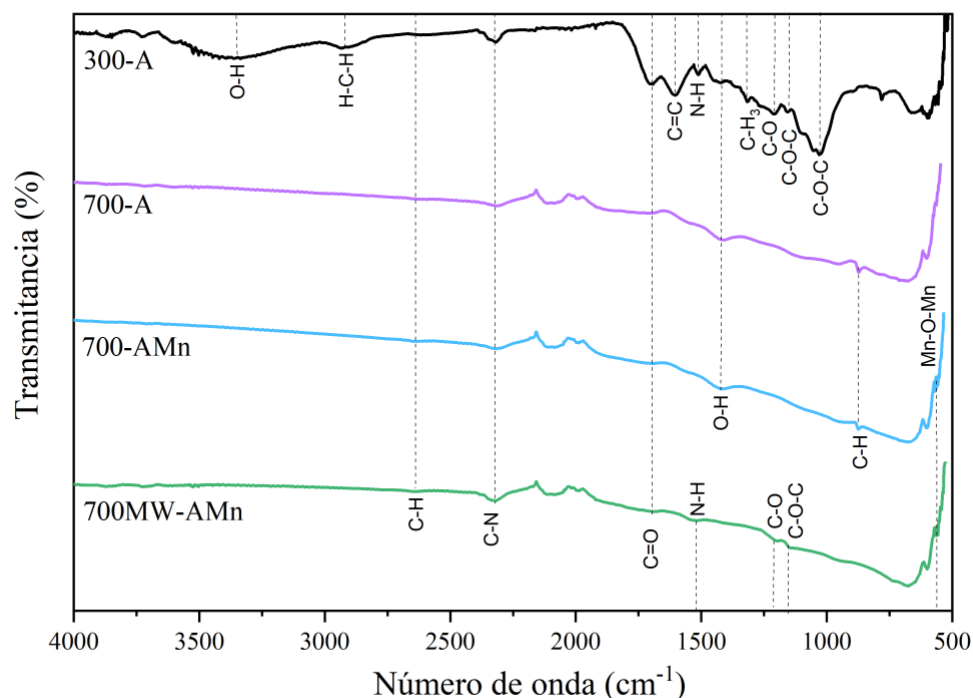


Figura 30. Comparación de espectros IR del *biochar* con y sin radiación (700-AMn) y de materiales de referencia sintetizados a 300 y 700 °C

En el material 300-A se detecta una banda a 3344 cm^{-1} , atribuida a vibraciones de estiramiento O-H asociadas a celulosa (Chen, J. et al., 2024; Syrine et al., 2020) y grupos hidroxilo (Elizalde-González & Hernández-Montoya, 2009). Al incrementar la temperatura a 700 °C (700-A, 700-AMn, 700MW-AMn), este grupo desaparece debido a la degradación térmica de los componentes lignocelulósicos. En los cuatro espectros se observan bandas a 2638, 2322 y 1691 cm^{-1} correspondientes a vibraciones de estiramiento asimétrico y simétrico para enlaces C-H, vibraciones de flexión para enlaces C-N asociados a la conversión de celulosa y hemicelulosa en grupos aromáticos derivados de la deshidratación y la reacción de Maillard (Wang, H. et al., 2025) así como vibraciones de estiramiento para enlaces C=O de cetonas conjugadas y quinonas, respectivamente (Isaacs-Páez et al., 2022; Janu et al., 2021; Li, N. et al., 2023; Mahmoud et al., 2024; Smith, 1998).

En el *biochar* 300-A también se observan: una banda a 1603 cm^{-1} correspondiente a vibraciones de estiramiento C=C (Fan et al., 2025); una a 1509 cm^{-1} correspondiente al enlace N-H asociado a una vibración de estiramiento de los anillos aromáticos posiblemente derivado de una reacción de Maillard (Smith, 1998; Wang, H. et al., 2025), a 1319 cm^{-1} una banda característica de enlaces C-H₃ correspondiente a una deformación alifática (Matin & Aydin, 2022) y bandas a 1203 , 1152 y 1027 cm^{-1} correspondientes a enlaces de estiramiento simétricos C-O y C-O-C respectivamente asociados a grupos éster de celulosa y hemicelulosa (Cole et al., 2019; Janu et al., 2021; Mahmoud et al., 2024; Wang, L. et al., 2025). En los *biochar* modificados con KMnO₄ se confirma la incorporación del Mn mediante la presencia de bandas a 558 cm^{-1} corresponden a enlaces Mn-O-Mn (Chang, F. & Li, 2024a).

En general, las muestras 700-A, 700-AMn y 700MW-AMn muestran una disminución en las bandas O-H, C=O y C-H debido al incremento en la temperatura de síntesis. Este aumento térmico elimina progresivamente grupos oxigenados y cadenas alifáticas por deshidratación y descarboxilación (Matin & Aydin, 2022), generando una superficie más hidrofóbica y menos polar. Asimismo, la radiación por microondas induce la aparición de nuevos grupos funcionales (N-H, C-O y C-O-C), en concordancia con lo reportado en la literatura (Foong et al., 2024; Satpati et al., 2024).

4.3.2 SEM-EDS

La Figura 31 presenta micrografías obtenidas por SEM del *biochar* 700-AMn (a) y del mismo material sometido a radiación por microondas, 700MW-AMn (b). En el *biochar* 700-AMn (a), se observa una superficie relativamente densa y compacta, con estructuras laminares y canales parcialmente definidos, característicos de las fibras de agave. Estas morfologías facilitan la difusión del oxígeno en las fibras durante la carbonización, favoreciendo la liberación de material volátil (Canales-Flores et al., 2022). Sin embargo, no se evidencia una porosidad profunda o altamente desarrollada, lo que sugiere que el KMnO₄ actuó principalmente sobre la superficie sin inducir una reorganización estructural significativa.

Por otro lado, el *biochar* que fue irradiado por microondas (b), muestra un cambio morfológico notable: la superficie presenta fracturas, cavidades y poros distribuidos heterogéneamente. Este comportamiento concuerda con reportes que indican que la radiación por microondas puede inducir cambios estructurales y químicos, incrementando la porosidad y alterando la morfología (Foong et al., 2024; Satpati et al., 2024). El rápido calentamiento volumétrico genera tensiones internas que favorecen el desprendimiento de capas superficiales y la apertura de canales previamente colapsados. Como resultado, el *biochar* 700MW-AMn muestra una superficie más rugosa y porosa, lo que podría mejorar considerablemente el área superficial y la accesibilidad a sitios activos funcionales.

Estos resultados sugieren que la combinación de una modificación química con KMnO_4 , temperaturas de síntesis elevadas que favorecen la descomposición térmica de la lignina y la irradiación por microondas constituye una estrategia eficaz para aumentar la porosidad y la complejidad superficial del *biochar*, facilitando así las condiciones para la DIET durante la digestión anaerobia (Barua & Dhar, 2017; Thomas et al., 2024).

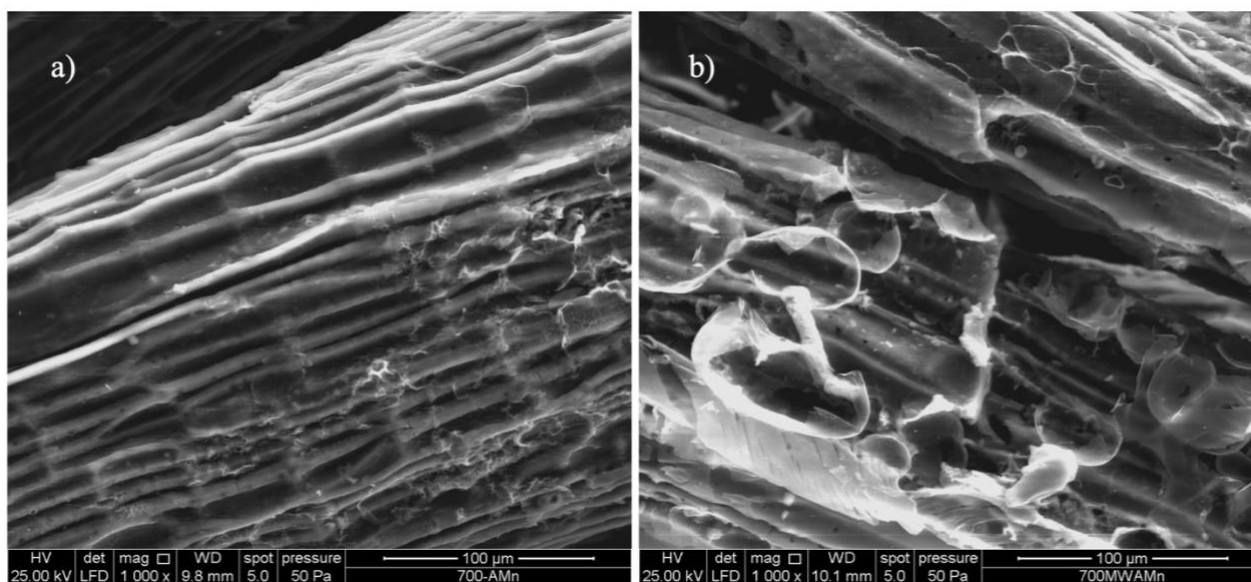


Figura 31. Micrografías SEM del *biochar* obtenido del bagazo de agave a 700 °C modificado con KMnO_4 : a) sin radiación, b) con radiación por microondas

La Figura 32 se muestra la ampliación de una zona del *biochar* 700-AMn. En la imagen de menor aumento (10 μm), se aprecia una superficie porosa con morfología irregular, característica de materiales carbonosos, junto con zonas blancas asociadas a grupos oxigenados derivados de la oxidación con KMnO_4 (Zheng, Y. et al., 2023). En la imagen de mayor aumento (2 μm), se observan estructuras cristalinas alargadas y radiales, atribuidas a compuestos de manganeso precipitados sobre la superficie del *biochar* como resultado de la impregnación con KMnO_4 tal como se muestran en estudios previos (Chang, F. & Li, 2024b; Deng, 2023; Huang, Z. et al., 2023; Wen et al., 2025). La distribución localizada de estos cristales sugiere que el Mn no solo se incorporó superficialmente, sino que también interactuó con los grupos funcionales oxigenados durante la activación térmica (Arcibar-Orozco et al., 2019).

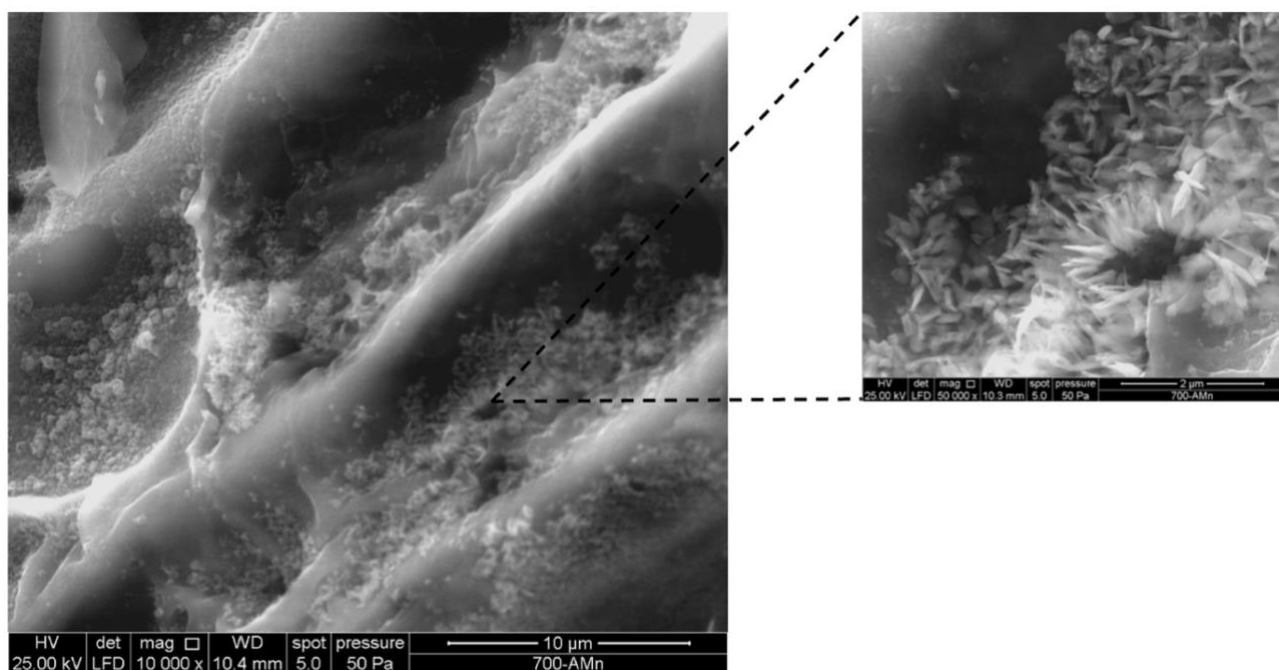


Figura 32. Ampliación de micrografía SEM del *biochar* 700-AMn

La Figura 33 muestra la micrografía y el análisis EDS del *biochar* 700MW-AMn. Se observan estructuras fibrosas y rugosas; el análisis elemental en la región indicada (recuadro rojo) revela un alto contenido C (43.53 %) y Mn (44.87 %), confirmando la naturaleza carbonosa del material y la incorporación efectiva de Mn, atribuida a la modificación con KMnO_4 . La presencia de O se asocia a grupos oxigenados inducidos durante la oxidación, mientras que Ca y K provienen de minerales inherentes al sustrato de agave (Bardi et al., 2023; Warren-Vega et al., 2025).

Por su parte, la Figura 34 muestra el *biochar* 700-AMn y su análisis EDS. La composición elemental indica un mayor contenido de C (54.81 %) y O (17.66 %) que en la muestra irradiada, junto con Mn (25.69 %), Ca y K. La comparación directa entre ambas muestras evidencia que el tratamiento con microondas genera una superficie más porosa y rugosa, además de un mayor contenido de Mn, posiblemente relacionado con cambios estructurales inducidos por la radiación (Foong et al., 2024; Satpati et al., 2024).

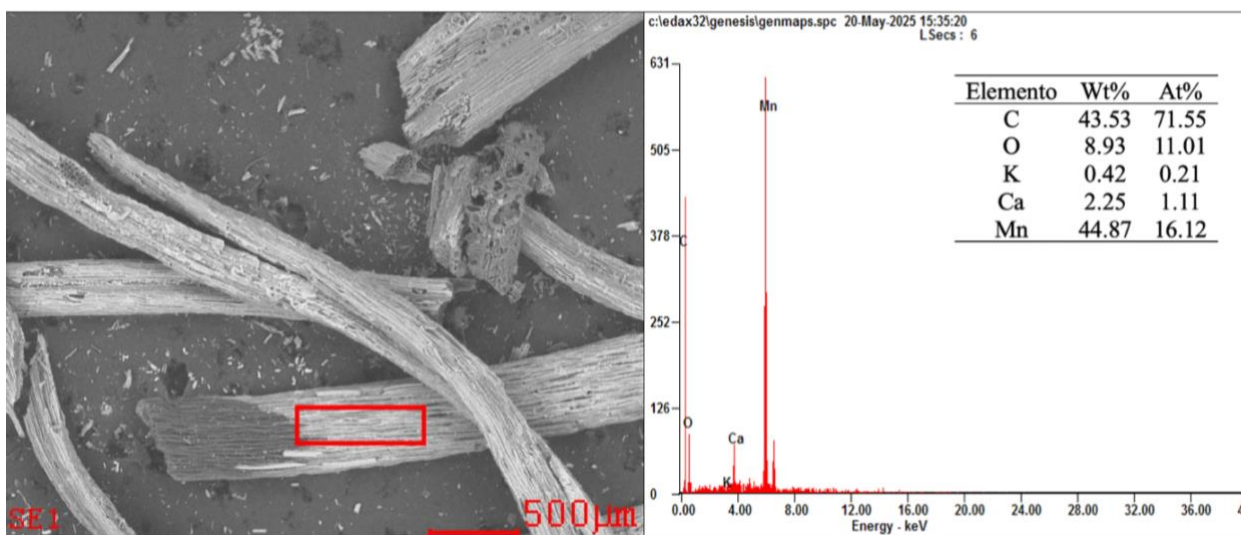


Figura 33. Micrografía SEM y composición elemental (EDS) del *biochar* 700MW-AMn

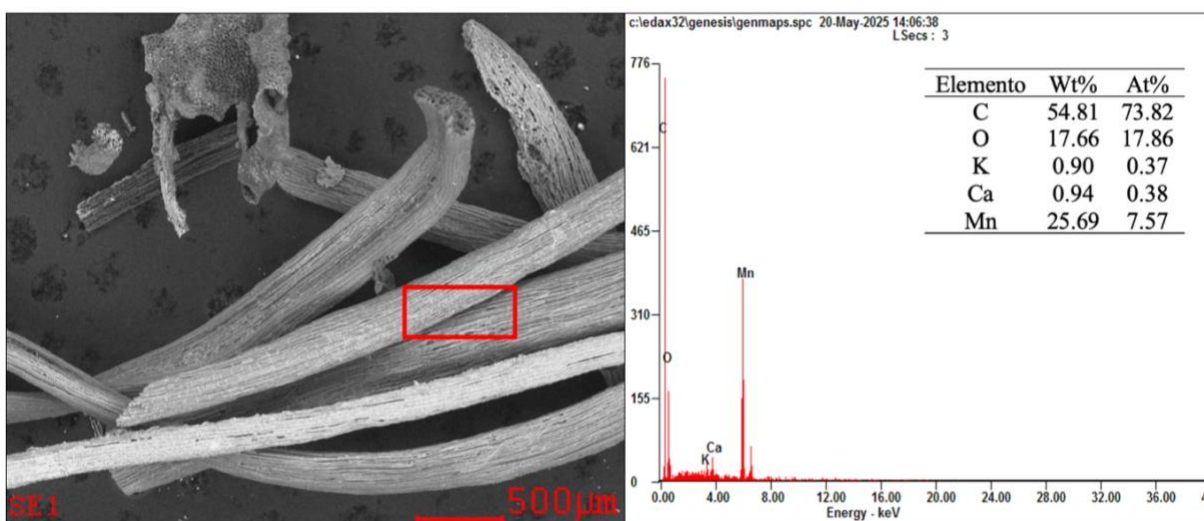


Figura 34. Micrografía SEM y composición elemental (EDS) del *biochar* 700-AMn

4.3.3 Microscopio óptico digital

Para el análisis morfológico del *biochar* sintetizado, se empleó un microscopio óptico digital modelo VXH-600 de la marca KEYENCE. Se obtuvieron imágenes de la superficie de las muestras con el objetivo de identificar características estructurales como grietas, aglomeraciones y porosidad, factores que pueden influir significativamente en la capacidad de adsorción del *biochar* y en su interacción con los microorganismos durante la digestión anaerobia.

La Figura 35 presenta la morfología de las tres biomásas empleadas como precursoras, antes y después de la carbonización:

- a) Fibra de bagazo de agave: estructura fibrosa con apariencia translúcida, característica de su composición lignocelulósica.
- b) Semillas de guayaba: forma ovalada o ligeramente angular, color claro y superficie lisa. Su estructura interna es más compacta que la del agave, con menor porosidad visible.
- c) Cáscara de nuez: material rígido con superficie irregular y tonalidades marrón claro; presenta paredes celulares gruesas que le confieren alta resistencia mecánica.

Tras el proceso de carbonización, se observa un marcado oscurecimiento de los materiales, así como la formación de cavidades porosas en la superficie, resultado de la eliminación de compuestos volátiles como lignina y hemicelulosa. Este tratamiento térmico genera una estructura carbonosa más estable, con mayor área superficial y abundancia de sitios activos. La textura obtenida, de aspecto áspero y quebradizo, refleja la presencia de una red de macro, meso y microporos, la cual mejora la capacidad de retención de compuestos. Estas características hacen del *biochar* un material potencialmente adecuado como soporte microbiano o adsorbente en sistemas de digestión anaerobia.

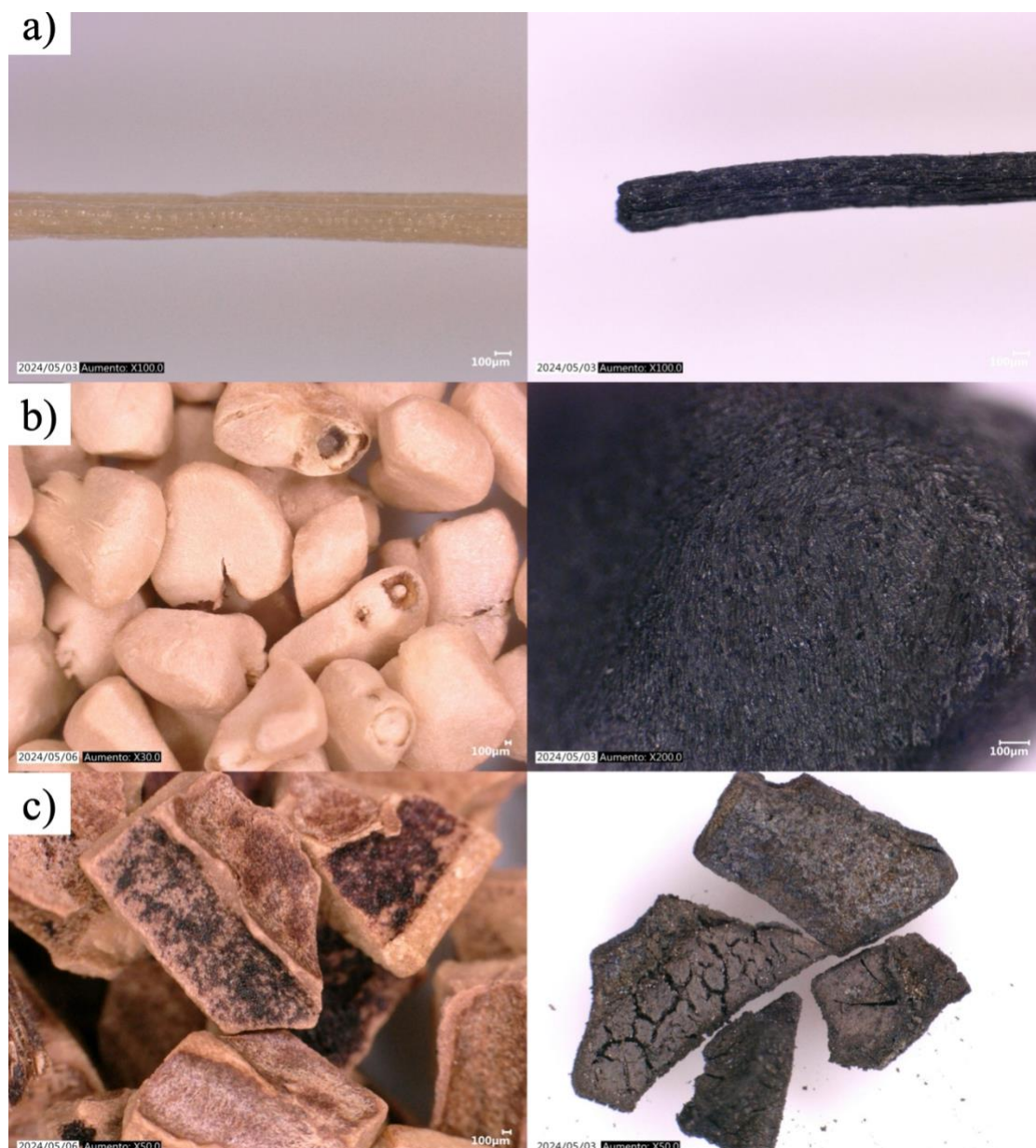


Figura 35. Morfología estructural del *biochar* sítetizado a partir de los tres tipos de biomasa: a) bagazo de agave, b) semilla de guayaba y c) cáscara de nuez

4.3.4 Isotermas de adsorción

Con el objetivo de determinar las características texturales del *biochar* sintetizado, se realizó el análisis de isotermas de adsorción de N_2 (ver Tabla 13).

Tabla 13. Principales parámetros texturales del *biochar* sintetizado antes y después del tratamiento con microondas (MW)

<i>Biochar</i>	S_{BET} (m^2/g)	V_{micro} (cm^3/g)	V_{meso} (cm^3/g)	V_{t} (cm^3/g)	S_{BET} (m^2/g)	V_{micro} (cm^3/g)	V_{meso} (cm^3/g)	V_{t} (cm^3/g)
MW								
300-GFe	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
300-NMn	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	1	0.001	0.001	0.002
300-ACo	1	0.001	0.002	0.003	2	0.001	0.004	0.005
500-GMn	3	0.002	0.002	0.004	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
500-NCo	15	0.007	0.017	0.024	70	0.029	0.012	0.041
500-AFe	17	0.007	0.008	0.015	51	0.023	0.005	0.028
700-GCo	171	0.072	0.009	0.081	212	0.076	0.010	0.086
700-NFe	209	0.085	0.012	0.097	338	0.132	0.011	0.143
700-AMn	121	0.049	0.011	0.060	165	0.097	0.008	0.105

N.D. no detectable

Se observa un efecto marcado de la temperatura de síntesis sobre el desarrollo de la superficie específica (S_{BET}). En general, el incremento de la temperatura favoreció el aumento del área superficial, como se ha documentado en estudios previos (Kumar, M. et al., 2021; Lima et al., 2009; Tomczyk et al., 2020).

En el *biochar* de cáscara de nuez, el área superficial aumentó progresivamente de $15 \text{ m}^2/\text{g}$ a 500°C hasta $209 \text{ m}^2/\text{g}$ a 700°C , mientras que a 300°C no se detectó valor apreciable. En el caso del *biochar* derivado del bagazo de agave, S_{BET} pasó de $1 \text{ m}^2/\text{g}$ a 300°C a $121 \text{ m}^2/\text{g}$ a 700°C . El *biochar* de semillas de guayaba mostró un incremento alcanzando $171 \text{ m}^2/\text{g}$ a 700°C , valor menor que el de la cáscara de nuez, pero con un volumen microporoso relevante ($0.072 \text{ cm}^3/\text{g}$), lo que puede favorecer la adsorción de moléculas pequeñas. Estos resultados indican que el precursor influye no solo en el área

superficial, sino también en la distribución de tamaños de poro, promoviendo la formación de microporos a altas temperaturas, particularmente en el caso de la cáscara de nuez.

La radiación por microondas produjo incrementos significativos en casi todos los materiales. El *biochar* 700-NFe presentó un aumento de 61.72 % respecto al *biochar* sin radiación; el 700-GCo, un incremento del 23.98 % y el 700-AMn, del 36.36 %. Este último alcanzó un volumen de poros de 0.105 cm³/g, lo que sugiere una superficie activa favorable para la adhesión microbiana, y el favorecimiento de la DIET durante la digestión anaerobia. El *biochar* señalado en azul en la Tabla 13 presentó el mejor desempeño en las pruebas en lote y fue seleccionado para su evaluación en reactores UASB. Sin embargo, el material señalado en color gris muestra una mayor área superficial comparado con el material 700-AMn.

En la Figura 36 se observa que el tratamiento con microondas incrementó la superficie específica del *biochar* en un 36.36 %. Ambas isotermas corresponden al tipo I de la clasificación de la IUPAC, característico de materiales microporosos, identificado por el aumento abrupto del volumen adsorbido a bajas presiones relativas (Bafys et al., 2024; Chakraborty & Sun, 2014; Saren et al., 2024).

La muestra 700MW-AMn presentó una capacidad de adsorción aproximada de 60 cm³/g STP, en contraste con los ~30 cm³/g STP del 700-AMn sin microondas. Estos resultados confirman lo discutido en el marco teórico: el tratamiento por microondas potencia el desarrollo del área superficial, incrementa la porosidad y la cantidad de sitios activos, así como la formación de nuevos grupos funcionales, mejorando la interacción con los microorganismos y favoreciendo la digestión anaerobia (Foong et al., 2024; Satpati et al., 2024).

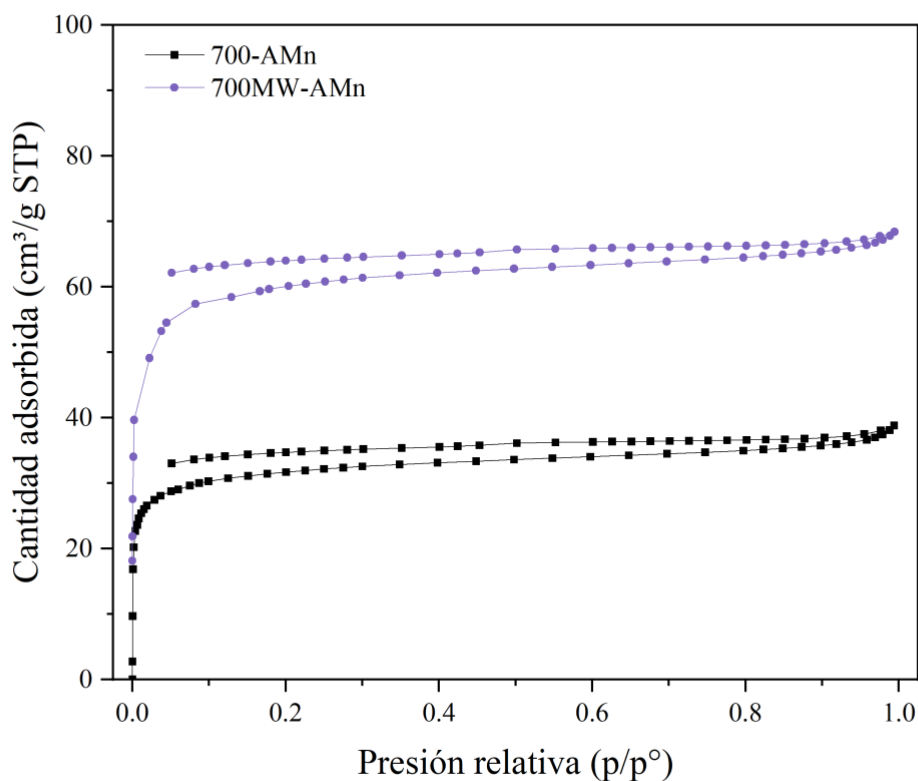


Figura 36. Isotermas de adsorción-desorción de N_2 para el *biochar* óptimo según la matriz de Taguchi

4.4 Análisis energético

Además de evaluar la calidad y el rendimiento del *biochar*, es fundamental analizar el consumo energético asociado a su producción. La cuantificación de la energía requerida para alcanzar y mantener las temperaturas de carbonización permite estimar la viabilidad económica del proceso, así como su impacto ambiental. En esta sección se presenta el consumo energético, el costo de producción y la huella de carbono generada durante la síntesis, considerando variables la temperatura de carbonización, el tiempo de residencia y el tipo de biomasa utilizada. La Tabla 14 resume el consumo energético de los equipos utilizados para la producción de *biochar*.

Tabla 14. Consumo energético de la síntesis de *biochar*

Consumo energético				
Equipo		Temperatura (°C)	Tiempo de síntesis (h)	Consumo energético (kWh)
Horno tubular (Potencia 1.978 kW)		300	2.92	5.77
		500	3.58	7.09
		700	4.25	8.41
Horno de microondas		-	1.00	2.00
*(Potencia 2 kW)				

*Potencia considerada únicamente para el tratamiento de radiación por microondas

Se observa que, al aumentar la temperatura de carbonización, el tiempo total de síntesis se incrementa debido tanto al tiempo de calentamiento como al de residencia. En consecuencia, el consumo energético del horno tubular asciende de 5.77 kWh a 300 °C hasta 8.41 kWh a 700 °C. En el horno de microondas, el consumo permanece constante (2.00 kWh), ya que se utiliza exclusivamente para la etapa de radiación posterior a la síntesis térmica.

Adicionalmente, se calcularon el costo energético (MXN) y la huella de carbono (KgCO_{2e}) para los procesos a 300, 500 y 700 °C, con y sin radiación por microondas (Tabla 15).

Tabla 15. Costo energético y huella de carbono estimados para la síntesis de *biochar*

Parámetro	300 °C	500 °C	700 °C	300 °C	500 °C	700 °C
	Sin radiación			Con radiación		
Consumo energético (kWh)	5.77	7.09	8.41	7.77	9.09	10.41
Costo energético (MXN)	11.19	13.75	16.31	15.07	17.63	20.19
Huella de carbono (KgCO _{2e})	2.53	3.10	3.68	3.40	3.98	4.56

Los resultados muestran que la incorporación del tratamiento con microondas incrementa el consumo energético y el costo de producción debido a la energía eléctrica adicional requerida (Selvam S & Paramasivan, 2022). No obstante, este aumento se compensa parcialmente por las mejoras estructurales obtenidas en el *biochar*, como se discutió

previamente. El incremento en la huella de carbono, aunque presente, se mantiene dentro de valores moderados, aspecto relevante para tecnologías ambientalmente sostenibles.

La Figura 37 muestra la relación entre el consumo energético total asociado a la producción de los distintos tipos de *biochar* y la velocidad de producción de CH₄. En general, se observa que los materiales tratados con radiación por microondas presentan un mayor consumo energético, sin que esto se traduzca necesariamente en un incremento proporcional en la velocidad de producción de CH₄. Por ejemplo, el *biochar* 700-GCo alcanza una velocidad de producción de 1.71 mL/h con un consumo energético total de aproximadamente 8.50 kWh. En contraste, el *biochar* 700MW-AMn, aunque alcanza una velocidad superior a 2.10 mL/h, requiere un consumo energético cercano a 11 kWh. Esto representa un incremento del 25 % en la velocidad de producción acompañado de un incremento energético del 23.78 %, sin que se observe una mejora significativa en términos de rendimiento funcional que justifique plenamente el consumo adicional.

La Figura 38 presenta la eficiencia energética de los distintos materiales, expresada como la energía consumida por gramo de *biochar* producido en función de la velocidad de producción de CH₄. De manera general, se observa que los materiales obtenidos a partir de la matriz de Taguchi presentan un menor consumo energético por unidad de masa en comparación con aquellos irradiados con microondas, lo que indica una mayor eficiencia energética global en los primeros. Un caso destacado es el *biochar* 300-GFe, que alcanzó una velocidad de producción de metano superior a 1.40 mL/h con una energía de síntesis inferior a 0.50 kWh/g, evidenciando un adecuado balance entre eficiencia energética y rendimiento funcional. En contraste, el *biochar* 700MW-AMn requirió más de 3.50 kWh/g para alcanzar velocidades superiores a 2.10 mL/h, lo que pone de manifiesto una ineficiencia energética considerable al aplicar radiación por microondas en ciertas condiciones.

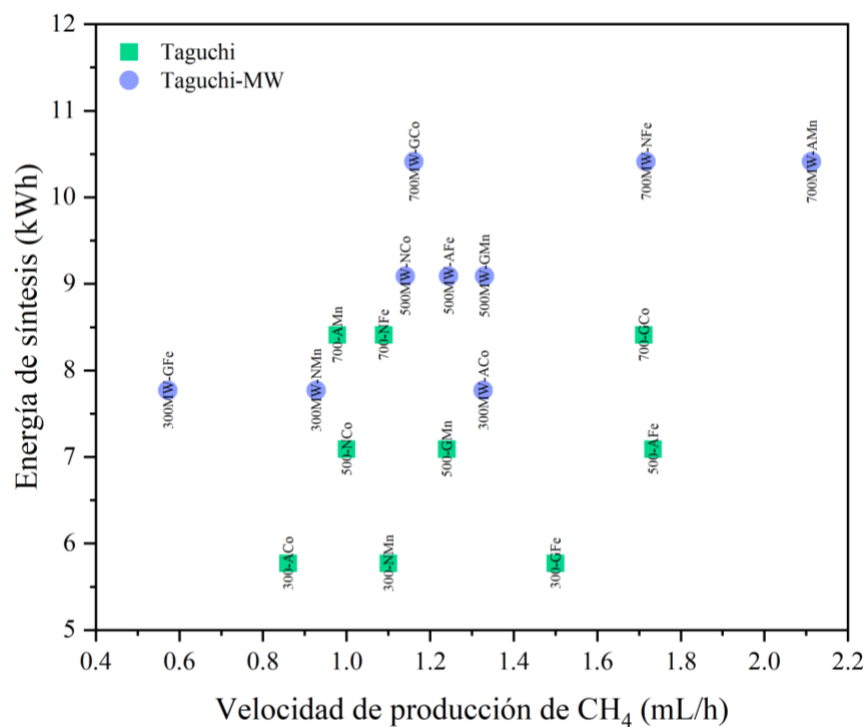


Figura 37. Relación entre consumo energético total y velocidad de producción de CH₄

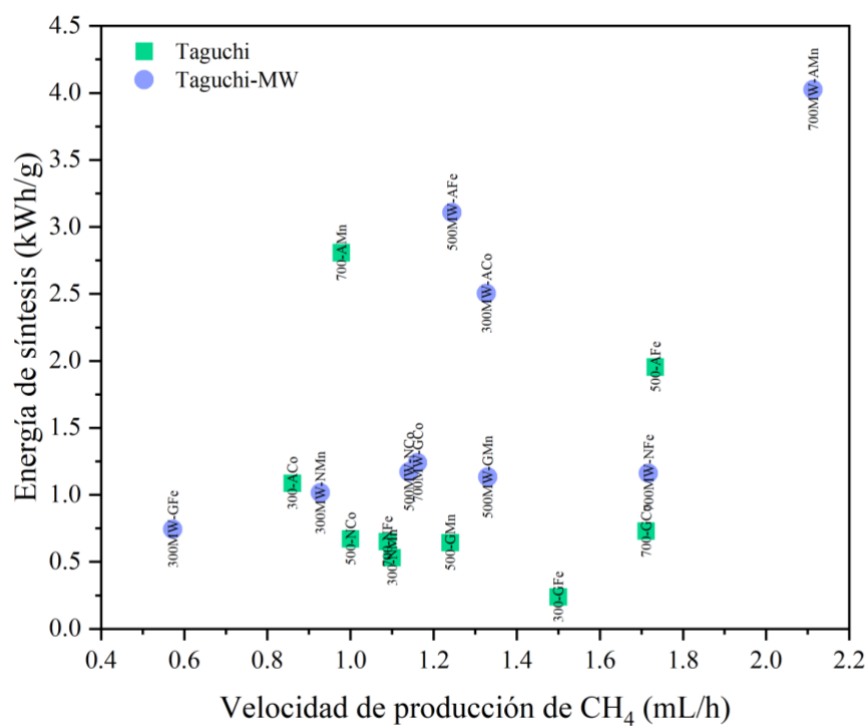


Figura 38. Energía consumida por cada gramo de *biochar* vs velocidad de producción de CH₄

El análisis del frente de Pareto, mostrado en la Figura 39, presenta las compensaciones más eficientes entre la energía de síntesis y el rendimiento de metano para todos los *biochar* evaluados. En el extremo inferior izquierdo, el material 300-GFe destaca por ser el más eficiente energéticamente, consumiendo solo 0.23 kWh/g y manteniendo una velocidad de producción de CH₄ de 1.50 mL/h. Avanzando a lo largo del frente de Pareto, 700-GCo marca el punto de inflexión de la curva: aquí, un aumento pequeño de energía (0.73 kWh/g) conlleva un incremento sustancial en la producción (1.71 mL/h), evidenciando que un ligero incremento de energía ofrece grandes beneficios. Continuando hacia arriba, aparecen dos opciones de mayor consumo energético: 700MW-NFe (1.15 kWh/g para 1.72 mL/h) y 500-AFe (1.95 kWh/g para 1.73 mL/h). Aunque ambas alcanzan tasas de metano similares, 700MW-NFe emplea notablemente menos energía que 500-AFe, lo que indica que el *biochar* irradiado puede competir o incluso superar a un *biochar* sin radiación con rendimientos comparables. Finalmente, 700MW-AMn ocupa el extremo superior derecho, alcanzando la producción más alta (2.11 mL/h) empleando una mayor demanda energética (4.02 kWh/g).

La Figura 40 presenta la energía útil acumulada generada a lo largo de los 49 días de operación de los tres reactores, considerando dos TRH distintos: 8 y 12 h. Durante la primera etapa, con un TRH de 8 h, se observa una mejora significativa en la producción de energía respecto al reactor control, siendo el *biochar* sintetizado sin radiación por microondas el que presenta la mayor generación de energía acumulada. Al aumentar el TRH a 12 h, se registra una disminución generalizada en la producción de energía para todos los reactores. Esta reducción puede explicarse por una menor carga orgánica alimentada al sistema por unidad de tiempo, lo que limita la producción de biogás. No obstante, el *biochar* 700-AMn mantiene un rendimiento superior al de su contraparte irradiada, lo que sugiere que su estructura es más adecuada para sostener la actividad metanogénica en condiciones operativas variables.

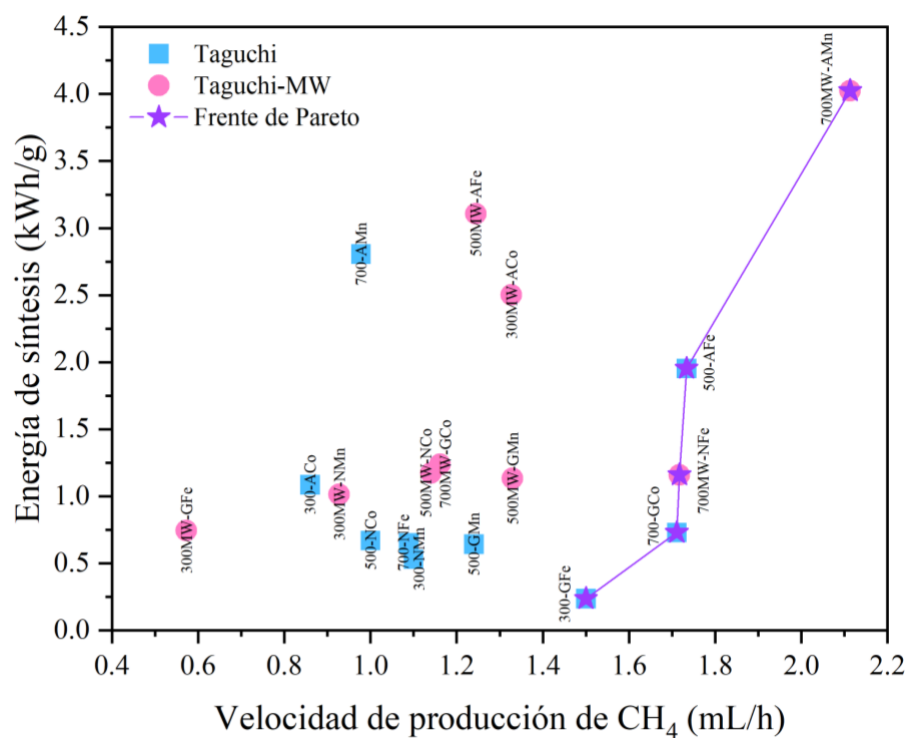


Figura 39. Frente de Pareto energía – rendimiento de CH_4

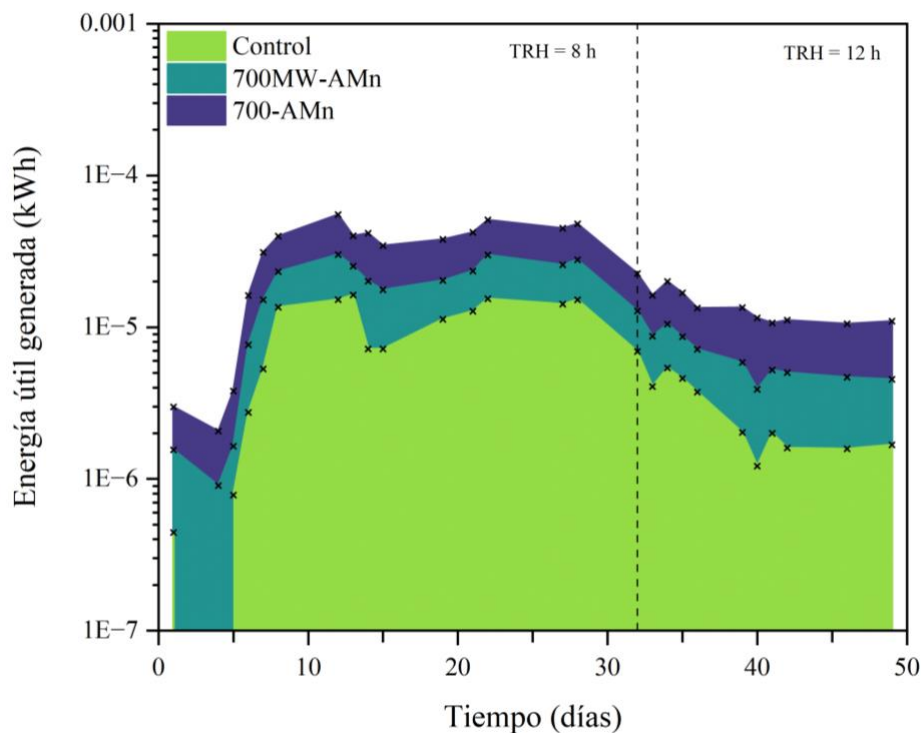


Figura 40. Energía útil generada (kWh) durante el tiempo de operación de los reactores para un TRH de 8 y 12 h

CAPÍTULO 5. CONCLUSIONES

CAPÍTULO

5

CONCLUSIONES

La presente investigación evaluó el efecto del *biochar* sintetizado a partir de tres tipos de biomasa (cáscara de nuez, semilla de guayaba y bagazo de agave) sobre la producción de biogás en sistemas de digestión anaerobia durante el tratamiento de agua residual municipal. A través de una metodología estructurada que incluyó el diseño experimental mediante el método de Taguchi y la caracterización fisicoquímica de los materiales, se analizó cómo los diferentes *biochar*, modificados con y sin radiación por microondas, influyen en la eficiencia del proceso y en la producción de metano.

Los resultados confirmaron que la incorporación de *biochar* en los sistemas de digestión anaerobia mejora significativamente la producción de CH₄. En particular, los *biochar* obtenidos a partir de semillas de guayaba y cáscara de nuez, modificados con compuestos como FeCl₃ y Co₃O₄, mostraron un excelente rendimiento en la generación de biogás. Sin embargo, el bagazo de agave modificado con KMnO₄ e irradiado con microondas alcanzó la mayor velocidad de producción de CH₄. Estos materiales favorecieron la DIET, fortaleciendo la interacción sintrófica entre las archaeas metanogénicas y las bacterias acetogénicas.

El tratamiento del *biochar* mediante radiación por microondas mejoró ciertas propiedades estructurales, favoreciendo la adhesión microbiana y la formación de biopelículas. Sin embargo, el calentamiento convencional, aunque menos eficiente energéticamente, sigue

siendo un método de síntesis viable desde el punto de vista económico y de desempeño del material.

Tanto los ensayos en lote como en continuo evidenciaron que la incorporación del *biochar*, no solo incrementa la producción de biogás, sino que también estabiliza parámetros operacionales como el pH, reduce inhibidores (como el amoníaco) y mantiene la eficiencia global del proceso anaerobio.

Desde la perspectiva energética, el análisis del frente de Pareto permitió identificar los materiales más eficientes capaces de alcanzar mayores velocidades de producción de CH₄ con un consumo energético reducido. Esto demuestra que dicho enfoque constituye una herramienta valiosa para la toma de decisiones orientadas a optimizar la sostenibilidad económica y ambiental de los sistemas de digestión anaerobia en el tratamiento de aguas residuales municipales.

En síntesis, el uso del *biochar* en la digestión anaerobia de aguas residuales municipales representa una estrategia prometedora: mejora significativamente la producción de biogás, es económicamente factible y contribuye a la economía circular al valorizar residuos orgánicos.

En futuras investigaciones, será relevante evaluar el comportamiento del *biochar* bajo diferentes condiciones operativas, así como su efecto en otras etapas del proceso anaerobio. también se recomienda estudiar la viabilidad de escalar el proceso y su aplicación en PTAR a gran escala, especialmente en aguas residuales con alta carga orgánica. Finalmente, la exploración de nuevos agentes modificantes y la optimización de la síntesis podrían potenciar aún más la eficiencia en la producción de metano y la sostenibilidad global del sistema.

REFERENCIAS

- Amaringo Villa, F. A. (2013). Determinación del punto de carga cero y punto isoelectrico de dos residuos agrícolas y su aplicación en la remoción de colorantes. *Revista de Investigación Agraria y Ambiental*, 4(2), 27. <https://doi.org/10.22490/21456453.982>
- Anisuzzaman, S. M., Joseph, C. G., Krishnaiah, D., Bono, A., Suali, E., Abang, S., & Fai, L. M. (2016a). Removal of chlorinated phenol from aqueous media by guava seed (*Psidium guajava*) tailored activated carbon. *Water Resources and Industry*, 16, 29–36. <https://doi.org/10.1016/j.wri.2016.10.001>
- Anisuzzaman, S. M., Joseph, C. G., Krishnaiah, D., Bono, A., Suali, E., Abang, S., & Fai, L. M. (2016b). Removal of chlorinated phenol from aqueous media by guava seed (*Psidium guajava*) tailored activated carbon. *Water Resources and Industry*, 16, 29–36. <https://doi.org/10.1016/j.wri.2016.10.001>
- Antônio da Silva, M., Sampaio de Mello, B., Gomes Rodrigues, B. C., Ribeiro, C. A., Pastre Fertonani, I. A., & Sarti, A. (2025). Combination of anaerobic digestion and sludge biochar for bioenergy conversion: Estimation and evaluation of energy production, CO₂ emission, and cost analysis. *Journal of Environmental Management*, 374. <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2024.123974>
- Arcibar-Orozco, J. A., Acosta-Herrera, A. A., & Rangel-Mendez, J. R. (2019). Simultaneous desulfuration and denitrogenation of model diesel fuel by Fe-Mn microwave modified activated carbon: Iron crystalline habit influence on adsorption capacity. *Journal of Cleaner Production*, 218, 69–82. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2019.01.202>
- Bałys, M., Brodawka, E., & Jagiello, J. (2024). Evaluation of methane adsorption isotherms at ambient temperature on carbon materials from NLDFT pore size analysis derived from standard N₂ and CO₂ adsorption isotherms. *Chemical Engineering Research and Design*, 207, 320–330. <https://doi.org/10.1016/j.cherd.2024.06.021>
- Bardi, M. J., Mutunga, J. M., Ndiritu, H., & Koch, K. (2023). Effect of pyrolysis temperature on the physiochemical properties of biochar and its potential use in anaerobic digestion: A critical review. *Environmental Technology and Innovation*, 32. <https://doi.org/10.1016/j.eti.2023.103349>
- Bartoli, M., Troiano, M., Giudicianni, P., Amato, D., Giorcelli, M., Solimene, R., & Tagliaferro, A. (2022). Effect of heating rate and feedstock nature on electrical conductivity of biochar and biochar-based composites. *Applications in Energy and Combustion Science*, 12. <https://doi.org/10.1016/j.jaecs.2022.100089>
- Barua, S., & Dhar, B. R. (2017). Advances towards understanding and engineering direct interspecies electron transfer in anaerobic digestion. In *Bioresource Technology* (Vol. 244, pp. 698–707). Elsevier Ltd. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2017.08.023>

Canales-Flores, R. A., Prieto-García, F., Prieto-Méndez, J., Acevedo-Sandoval, O. A., & Otazo-Sánchez, E. M. (2022). EVALUATION OF THREE LIGNOCELLULOSE BIOMASS MATERIALS (BARLEY HUSK, CORN COBS, AGAVE LEAVES) AS PRECURSORS OF ACTIVATED CARBON. *Revista de La Facultad de Ciencias*, 11(1), 17–39. <https://doi.org/10.15446/rev.fac.cienc.v11n1.97719>

Chakraborty, A., & Sun, B. (2014). An adsorption isotherm equation for multi-types adsorption with thermodynamic correctness. *Applied Thermal Engineering*, 72(2), 190–199. <https://doi.org/10.1016/j.applthermaleng.2014.04.024>

Chang, F., & Li, H. (2024a). Preparation of high-efficient KMnO₄ modified biochar for heavy metal removal from municipal wastewater. *Arabian Journal of Chemistry*, 17(5). <https://doi.org/10.1016/j.arabjc.2024.105756>

Chang, F., & Li, H. (2024b). Preparation of high-efficient KMnO₄ modified biochar for heavy metal removal from municipal wastewater. *Arabian Journal of Chemistry*, 17(5). <https://doi.org/10.1016/j.arabjc.2024.105756>

Chang, H., Du, B., He, K., Yin, Q., & Wu, G. (2024). Mechanistic understanding of acclimation and energy metabolism of acetoclastic methanogens under different substrate to microorganism ratios. *Environmental Research*, 252. <https://doi.org/10.1016/j.envres.2024.118911>

Chen, D., Cen, K., Zhuang, X., Gan, Z., Zhou, J., Zhang, Y., & Zhang, H. (2022). Insight into biomass pyrolysis mechanism based on cellulose, hemicellulose, and lignin: Evolution of volatiles and kinetics, elucidation of reaction pathways, and characterization of gas, biochar and bio-oil. *Combustion and Flame*, 242. <https://doi.org/10.1016/j.combustflame.2022.112142>

Chen, J., Zhou, J., Zheng, W., Leng, S., Ai, Z., Zhang, W., Yang, Z., Yang, J., Xu, Z., Cao, J., Zhang, M., Leng, L., & Li, H. (2024). A complete review on the oxygen-containing functional groups of biochar: Formation mechanisms, detection methods, engineering, and applications. In *Science of the Total Environment* (Vol. 946). Elsevier B.V. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2024.174081>

Chen, S., Rotaru, A. E., Liu, F., Philips, J., Woodard, T. L., Nevin, K. P., & Lovley, D. R. (2014). Carbon cloth stimulates direct interspecies electron transfer in syntrophic co-cultures. *Bioresource Technology*, 173, 82–86. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2014.09.009>

Chen, Y., Cheng, J. J., & Creamer, K. S. (2008). Inhibition of anaerobic digestion process: A review. In *Bioresource Technology* (Vol. 99, Issue 10, pp. 4044–4064). <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2007.01.057>

Cole, E. J., Zandvakili, O. R., Xing, B., Hashemi, M., Herbert, S., & Mashayekhi, H. H. (2019). Dataset on the effect of hardwood biochar on soil gravimetric moisture content and nitrate dynamics at different soil depths with FTIR analysis of fresh and aged biochar. *Data in Brief*, 25. <https://doi.org/10.1016/j.dib.2019.104073>

da Silva, J. C. G., Arias, S., Pacheco, J. G. A., Raya, F. T., Pereira, G. A. G., & Mockaitis, G. (2025). Exploring the pyrolysis of Agave species as a novel bioenergy source: Thermo-kinetics, modeling, and product composition insights. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 188. <https://doi.org/10.1016/j.jaap.2025.107053>

De Velasco-Maldonado, P. S., Pat-Espadas, A. M., Cházaro-Ruíz, L. F., Cervantes, F. J., & Hernández-Montoya, V. (2019). Cold oxygen plasma induces changes on the surface of carbon materials enhancing methanogenesis and N₂O reduction in anaerobic sludge incubations. *Journal of Chemical Technology and Biotechnology*, 94(10), 3367–3374. <https://doi.org/10.1002/jctb.6149>

Deng, W. (2023). Strengthening the adsorption performance of Cd(II) on sludge biochar by KMnO₄-modification. *Desalination and Water Treatment*, 311, 76–84. <https://doi.org/10.5004/dwt.2023.29995>

Draa, K. C., Zemouche, A., Alma, M., Voos, H., & Darouach, M. (2019). Control of Anaerobic Digestion Process. In *New Trends in Observer-based Control: A Practical Guide to Process and Engineering Applications* (pp. 99–135). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-817034-2.00017-4>

Dubinin, M. M. (1989). *FUNDAMENTALS OF THE THEORY OF ADSORPTION IN MICROPORES OF CARBON ADSORBENTS: CHARACTERISTICS OF THEIR ADSORPTION PROPERTIES AND MICROPOROUS STRUCTURES* (Vol. 27, Issue 3).

Durán-Jiménez, G., Hernández-Montoya, V., Montes-Morán, M. A., & Teutli-León, M. (2015). New oxygenated carbonaceous adsorbents prepared by combined radiant/microwave heating for the removal of Pb²⁺ in aqueous solution. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 113, 599–605. <https://doi.org/10.1016/j.jaap.2015.04.001>

Elizalde-González, M. P., & Hernández-Montoya, V. (2007). Characterization of mango pit as raw material in the preparation of activated carbon for wastewater treatment. *Biochemical Engineering Journal*, 36(3), 230–238. <https://doi.org/10.1016/j.bej.2007.02.025>

Elizalde-González, M. P., & Hernández-Montoya, V. (2009). Guava seed as an adsorbent and as a precursor of carbon for the adsorption of acid dyes. *Bioresource Technology*, 100(7), 2111–2117. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2008.10.056>

Elmahdy, A. M., Farahat, M., & Hirajima, T. (2016). Comparison between the effect of microwave irradiation and conventional heat treatments on the magnetic properties of chalcopyrite and pyrite. *Advanced Powder Technology*, 27(6), 2424–2431. <https://doi.org/10.1016/j.appt.2016.08.020>

Fan, S., Zhao, M., Luo, J., Li, W., Fan, X., Zhou, N., Xu, H., & Shi, Y. (2025). Facile preparation of N/P co-doped mesoporous biochar for efficient removal of methylene blue from aqueous solutions: A 2D-FTIR-COS, adsorption mechanism analysis, and fixed-

bed column study. *Journal of Water Process Engineering*, 72. <https://doi.org/10.1016/j.jwpe.2025.107479>

Feng, L., He, S., Gao, Z., Zhao, W., Jiang, J., Zhao, Q., & Wei, L. (2023). Mechanisms, performance, and the impact on microbial structure of direct interspecies electron transfer for enhancing anaerobic digestion-A review. In *Science of the Total Environment* (Vol. 862). Elsevier B.V. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2022.160813>

Foong, S. Y., Chin, B. L. F., Lock, S. S. M., Yiin, C. L., Tan, Y. H., Zheng, G., Ge, S., Liew, R. K., & Lam, S. S. (2024). Enhancing wastewater treatment with engineered biochar from microwave-assisted approach - A comprehensive review. In *Environmental Technology and Innovation* (Vol. 36). Elsevier B.V. <https://doi.org/10.1016/j.eti.2024.103835>

Gahlot, P., Ahmed, B., Tiwari, S. B., Aryal, N., Khursheed, A., Kazmi, A. A., & Tyagi, V. K. (2020). Conductive material engineered direct interspecies electron transfer (DIET) in anaerobic digestion: Mechanism and application. In *Environmental Technology and Innovation* (Vol. 20). Elsevier B.V. <https://doi.org/10.1016/j.eti.2020.101056>

Güven, H., Ersahin, M. E., Dereli, R. K., Özgün, H., Isik, I., & Öztürk, I. (2019). Energy recovery potential of anaerobic digestion of excess sludge from high-rate activated sludge systems co-treating municipal wastewater and food waste. *Energy*, 172, 1027–1036. <https://doi.org/10.1016/j.energy.2019.01.150>

Hamissou, I. G. M., Appiah, K. E. K., Sylvie, K. A. T., Ousmaila, S. M., Casimir, B. Y., & Benjamin, Y. kouassi. (2023). Valorization of cassava peelings into biochar: Physical and chemical characterizations of biochar prepared for agricultural purposes. *Scientific African*, 20. <https://doi.org/10.1016/j.sciaf.2023.e01737>

He, P., Zhang, H., Duan, H., Shao, L., & Lü, F. (2020). Continuity of biochar-associated biofilm in anaerobic digestion. *Chemical Engineering Journal*, 390. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2020.124605>

Hernández-Vázquez, A., Hernández, S., & Ortiz, I. (2020). Hydrothermal pretreatment of agave bagasse for biomethane production: Operating conditions and energy balance. *Biomass and Bioenergy*, 142. <https://doi.org/10.1016/j.biombioe.2020.105753>

Hu, Q., & Zhang, Z. (2019). Application of Dubinin–Radushkevich isotherm model at the solid/solution interface: A theoretical analysis. *Journal of Molecular Liquids*, 277, 646–648. <https://doi.org/10.1016/j.molliq.2019.01.005>

Huang, W., Zhou, J., Hu, Q., Qiu, B., Huang, M., Murugadoss, V., & Guo, Z. (2022). Improved methanogenesis in anaerobic wastewater treatment by magnetite@polyaniline (Fe₃O₄@PANI) composites. *Chemosphere*, 296. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2022.133953>

Huang, Z., Fang, X., Wang, S., Zhou, N., & Fan, S. (2023). Effects of KMnO₄ pre- and post-treatments on biochar properties and its adsorption of tetracycline. *Journal of Molecular Liquids*, 373. <https://doi.org/10.1016/j.molliq.2023.121257>

Isaacs-Páez, E. D., García-Pérez, A. J., Nieto-Delgado, C., Chazaro-Ruiz, L. F., & Rangel-Mendez, J. R. (2022). Enhanced CO₂ capture kinetics by using macroporous carbonized natural fibers impregnated with an ionic liquid. *Journal of Molecular Liquids*, 350. <https://doi.org/10.1016/j.molliq.2022.118602>

Janu, R., Mrlik, V., Ribitsch, D., Hofman, J., Sedláček, P., Bielská, L., & Soja, G. (2021). Biochar surface functional groups as affected by biomass feedstock, biochar composition and pyrolysis temperature. *Carbon Resources Conversion*, 4, 36–46. <https://doi.org/10.1016/j.crcon.2021.01.003>

Jellali, S., Khiari, B., Usman, M., Hamdi, H., Charabi, Y., & Jeguirim, M. (2021). Sludge-derived biochars: A review on the influence of synthesis conditions on pollutants removal efficiency from wastewaters. In *Renewable and Sustainable Energy Reviews* (Vol. 144). Elsevier Ltd. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2021.111068>

Johnravindar, D., Liang, B., Fu, R., Luo, G., Meruvu, H., Yang, S., Yuan, B., & Fei, Q. (2020). Supplementing granular activated carbon for enhanced methane production in anaerobic co-digestion of post-consumer substrates. *Biomass and Bioenergy*, 136. <https://doi.org/10.1016/j.biombioe.2020.105543>

Johnravindar, D., Patria, R. D., Lee, J. T. E., Zhang, L., Tong, Y. W., Wang, C. H., Ok, Y. S., & Kaur, G. (2021). Syntrophic interactions in anaerobic digestion: how biochar properties affect them? In *Sustainable Environment* (Vol. 7, Issue 1). Taylor and Francis Ltd. <https://doi.org/10.1080/27658511.2021.1945282>

Kane, S., Ulrich, R., Harrington, A., Stadie, N. P., & Ryan, C. (2021). Physical and chemical mechanisms that influence the electrical conductivity of lignin-derived biochar. *Carbon Trends*, 5, 88. <https://doi.org/10.1016/j.cartre.2021.10>

Kawai, M., Nagao, N., Kawasaki, N., Imai, A., & Toda, T. (2016). Improvement of COD removal by controlling the substrate degradability during the anaerobic digestion of recalcitrant wastewater. *Journal of Environmental Management*, 181, 838–846. <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2016.06.057>

Khaledi, S., Delbari, M., Galavi, H., Bagheri, H., & Chari, M. M. (2023). Effects of biochar particle size, biochar application rate, and moisture content on thermal properties of an unsaturated sandy loam soil. *Soil and Tillage Research*, 226. <https://doi.org/10.1016/j.still.2022.105579>

Khalid, Z. Bin, Siddique, M. N. I., Nayeem, A., Adyel, T. M., Ismail, S. Bin, & Ibrahim, M. Z. (2021). Biochar application as sustainable precursors for enhanced anaerobic digestion: A systematic review. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 9(4). <https://doi.org/10.1016/j.jece.2021.105489>

Kosmulski, M. (2023). The pH dependent surface charging and points of zero charge. X. Update. In *Advances in Colloid and Interface Science* (Vol. 319). Elsevier B.V. <https://doi.org/10.1016/j.cis.2023.102973>

Koul, B., Yakoob, M., & Shah, M. P. (2022). Agricultural waste management strategies for environmental sustainability. *Environmental Research*, 206. <https://doi.org/10.1016/j.envres.2021.112285>

Kumar, J., Choudhary, M., Dikshit, P. K., & Kumar, S. (2024). Recent advancements in utilizing plant-based approaches for water and wastewater treatment technologies. *Cleaner Water*, 2, 100030. <https://doi.org/10.1016/j.clwat.2024.100030>

Kumar, M., Dutta, S., You, S., Luo, G., Zhang, S., Show, P. L., Sawarkar, A. D., Singh, L., & Tsang, D. C. W. (2021). A critical review on biochar for enhancing biogas production from anaerobic digestion of food waste and sludge. In *Journal of Cleaner Production* (Vol. 305). Elsevier Ltd. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2021.127143>

Kumar, V., Nabaterega, R., Khoei, S., & Eskicioglu, C. (2021). Insight into interactions between syntrophic bacteria and archaea in anaerobic digestion amended with conductive materials. In *Renewable and Sustainable Energy Reviews* (Vol. 144). Elsevier Ltd. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2021.110965>

Laiq Ur Rehman, M., Iqbal, A., Chang, C. C., Li, W., & Ju, M. (2019). Anaerobic digestion. In *Water Environment Research* (Vol. 91, Issue 10, pp. 1253–1271). John Wiley and Sons Inc. <https://doi.org/10.1002/wer.1219>

Landers, J., Gor, G. Y., & Neimark, A. V. (2013). Density functional theory methods for characterization of porous materials. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 437, 3–32. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2013.01.007>

Lazaro-Romero, A., Contreras-Ramos, S. M., Dehonor-Gómez, M., Rojas-García, J. M., & Amaya-Delgado, L. (2024). Optimizing cellulose fraction for enhanced utility: Comparative pre-treatment of Agave tequilana Weber var. blue bagasse fiber for sustainable applications. *Heliyon*, 10(8). <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2024.e29149>

Li, N., Liu, Y., Du, C., Wang, Y., Wang, L., & Li, X. (2023). A novel role of various hydrogen bonds in adsorption, desorption and co-adsorption of PPCPs on corn straw-derived biochars. *Science of the Total Environment*, 861. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2022.160623>

Li, X., Wang, Y., Jiang, Y., Liu, C., Zhang, W., Chen, W., Tian, L., Sun, J., Lai, C., & Bai, W. (2024). Microencapsulation with fructooligosaccharides and whey protein enhances the antioxidant activity of anthocyanins and their ability to modulate gut microbiota in vitro. *Food Research International*, 181. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2024.114082>

Li, Y., Chen, Y., & Wu, J. (2019). Enhancement of methane production in anaerobic digestion process: A review. In *Applied Energy* (Vol. 240, pp. 120–137). Elsevier Ltd. <https://doi.org/10.1016/j.apenergy.2019.01.243>

Lima, I., Steiner, C., Profile, S., Das, K. C., Novak¹, J. M., Lima², I., Xing³, B., Gaskin, J. W., Ahmedna, M., Rehrah, D., Watts¹, D. W., Busscher¹, W. J., & Schomberg, H. (2009). Characterization of Designer Biochar Produced at Different Temperatures and

Their Effects on a Loamy Sand. *Annals of Environmental Science*, 3, 195–206. www.aes.northeastern.edu,

Liu, G., Xu, J., Chen, T., & Wang, K. (2022). Progress in thermoplasmonics for solar energy applications. In *Physics Reports* (Vol. 981, pp. 1–50). Elsevier B.V. <https://doi.org/10.1016/j.physrep.2022.07.002>

Liu, M., Li, Z., Qi, X. e., Chen, Z., Ni, H., Gao, Y., & Liu, X. (2023). Improvement of cow manure anaerobic digestion performance by three different crop straw biochars. *Environmental Technology and Innovation*, 31. <https://doi.org/10.1016/j.eti.2023.103233>

Liu, Y., Li, X., Wu, S., Tan, Z., & Yang, C. (2021). Enhancing anaerobic digestion process with addition of conductive materials. *Chemosphere*, 278. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2021.130449>

Lü, F., Liu, Y., Shao, L., & He, P. (2019). Powdered biochar doubled microbial growth in anaerobic digestion of oil. *Applied Energy*, 247, 605–614. <https://doi.org/10.1016/j.apenergy.2019.04.052>

Mahmoud, M. E., Kamel, N. K., Amira, M. F., & Fekry, N. A. (2024). Nitrate removal from wastewater by a novel co-biochar from guava seeds/beetroot peels-functionalized-Mg/Al double-layered hydroxide. *Separation and Purification Technology*, 344. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2024.127067>

Mari Selvam, S., & Balasubramanian, P. (2023). Emerging trends and research frontiers of biochar derived through microwave assisted pyrolysis: A scientometric review. In *Bioresource Technology Reports* (Vol. 24). Elsevier Ltd. <https://doi.org/10.1016/j.biteb.2023.101601>

Martins, G., Salvador, A. F., Pereira, L., & Alves, M. M. (2018). Methane Production and Conductive Materials: A Critical Review. In *Environmental Science and Technology* (Vol. 52, Issue 18, pp. 10241–10253). American Chemical Society. <https://doi.org/10.1021/acs.est.8b01913>

Masebinu, S. O., Akinlabi, E. T., Muzenda, E., & Aboyade, A. O. (2019). A review of biochar properties and their roles in mitigating challenges with anaerobic digestion. In *Renewable and Sustainable Energy Reviews* (Vol. 103, pp. 291–307). Elsevier Ltd. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2018.12.048>

Matin, N. H., & Aydin, E. (2022). Reviewing the effect of pyrolysis temperature on the fourier-transform infrared spectra of biochars. *Acta Horticulturae et Regiotecturae*, 25(2), 160–173. <https://doi.org/10.2478/ahr-2022-0020>

Mishra, R. K., Chinnam, S., & Sharma, A. (2025). Thermocatalytic pyrolysis of low-value waste biomass: Thermal decomposition, kinetics behaviour, and biochar characterization. *Results in Engineering*, 25. <https://doi.org/10.1016/j.rineng.2025.104210>

Morales, A., Labidi, J., & Gullón, P. (2022). Integral valorisation of walnut shells based on a three-step sequential delignification. *Journal of Environmental Management*, 310. <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2022.114730>

Mussoline, W., Esposito, G., Lens, P., Spagni, A., & Giordano, A. (2013). Enhanced methane production from rice straw co-digested with anaerobic sludge from pulp and paper mill treatment process. *Bioresource Technology*, 148, 135–143. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2013.08.107>

Nasrollahzadeh, M., Atarod, M., Sajjadi, M., Sajadi, S. M., & Issaabadi, Z. (2019). Plant-Mediated Green Synthesis of Nanostructures: Mechanisms, Characterization, and Applications. In *Interface Science and Technology* (Vol. 28, pp. 199–322). Elsevier B.V. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-813586-0.00006-7>

Nazari, M., Aguilar, M. M., Ghislain, T., & Lavoie, J. M. (2024). Microwave-assisted pyrolysis of biomass waste for production of high-quality biochar: Corn stover and hemp stem case studies. *Biomass and Bioenergy*, 187. <https://doi.org/10.1016/j.biombioe.2024.107302>

Nehal, N., Lounis, Z., Bouhadiba, B., & Lounis, Z. (2023). Modelling of heating furnace fire scenarios using fault tree analysis, a bayesian network, and a thermal transfer method for system reliability analysis. *Journal of Loss Prevention in the Process Industries*, 83. <https://doi.org/10.1016/j.jlp.2023.104995>

Ngo, T., Khudur, L. S., Krohn, C., Hassan, S., Jansriphibul, K., Hakeem, I. G., Shah, K., Surapaneni, A., & Ball, A. S. (2023). Wood biochar enhances methanogenesis in the anaerobic digestion of chicken manure under ammonia inhibition conditions. *Heliyon*, 9(11). <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2023.e21100>

Ometto, F., Karlsson, A., Ejlerstson, J., Björn, A. V., & Shakeri, S. Y. (2019). Anaerobic digestion: An engineered biological process. In *Substitute Natural Gas from Waste: Technical Assessment and Industrial Applications of Biochemical and Thermochemical Processes* (pp. 63–74). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-815554-7.00005-2>

Pan, T., Yu, F., Li, K., Zhu, Z., Wei, F., Dai, W., & Shen, J. (2024). A modified dubinin-radushkevich model describing the cryogenic adsorption of 4He on carbon materials. *Cryogenics*, 144. <https://doi.org/10.1016/j.cryogenics.2024.103977>

Patra, B. R., Nanda, S., Dalai, A. K., & Meda, V. (2021). Taguchi-based process optimization for activation of agro-food waste biochar and performance test for dye adsorption. *Chemosphere*, 285. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2021.131531>

Pezoti, O., Cazetta, A. L., Bedin, K. C., Souza, L. S., Martins, A. C., Silva, T. L., Santos Júnior, O. O., Visentainer, J. V., & Almeida, V. C. (2016a). NaOH-activated carbon of high surface area produced from guava seeds as a high-efficiency adsorbent for amoxicillin removal: Kinetic, isotherm and thermodynamic studies. *Chemical Engineering Journal*, 288, 778–788. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2015.12.042>

Pezoti, O., Cazetta, A. L., Bedin, K. C., Souza, L. S., Martins, A. C., Silva, T. L., Santos Júnior, O. O., Visentainer, J. V., & Almeida, V. C. (2016b). NaOH-activated carbon of high surface area produced from guava seeds as a high-efficiency adsorbent for amoxicillin removal: Kinetic, isotherm and thermodynamic studies. *Chemical Engineering Journal*, 288, 778–788. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2015.12.042>

Ponce Ernesto. (2016). Simple methods for obtaining rural biogas and its conversion into electricity. *Scientific Notes*, 34, 1–20. <https://www.scielo.cl/pdf/idesia/2016nahead/aop1116.pdf>

Potnuri, R., Surya, D. V., Rao, C. S., Yadav, A., Sridevi, V., & Remya, N. (2023). A review on analysis of biochar produced from microwave-assisted pyrolysis of agricultural waste biomass. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 173. <https://doi.org/10.1016/j.jaap.2023.106094>

Qi, Q., Sun, C., Cristhian, C., Zhang, T., Zhang, J., Tian, H., He, Y., & Tong, Y. W. (2021). Enhancement of methanogenic performance by gasification biochar on anaerobic digestion. *Bioresource Technology*, 330. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2021.124993>

Qin, Y., Wang, H., Li, X., Cheng, J. J., & Wu, W. (2017). Improving methane yield from organic fraction of municipal solid waste (OFMSW) with magnetic rice-straw biochar. *Bioresource Technology*, 245, 1058–1066. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2017.09.047>

Ramírez-Montoya, L. A., Concheso, A., Alonso-Buenaposada, I. D., García, H., Angel Menéndez, J., Arenillas, A., & Montes-Morán, M. A. (2017). Protein adsorption and activity on carbon xerogels with narrow pore size distributions covering a wide mesoporous range. *Carbon*, 118, 743–751. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2017.04.009>

Rasapoor, M., Young, B., Brar, R., Sarmah, A., Zhuang, W. Q., & Baroutian, S. (2020). Recognizing the challenges of anaerobic digestion: Critical steps toward improving biogas generation. In *Fuel* (Vol. 261). Elsevier Ltd. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2019.116497>

Ridha, H. M., Gomes, C., Hizam, H., Ahmadipour, M., Heidari, A. A., & Chen, H. (2021). Multi-objective optimization and multi-criteria decision-making methods for optimal design of standalone photovoltaic system: A comprehensive review. In *Renewable and Sustainable Energy Reviews* (Vol. 135). Elsevier Ltd. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2020.110202>

Romero, R. M., Valenzuela, E. I., Cervantes, F. J., Garcia-Reyes, R. B., Serrano, D., & Alvarez, L. H. (2020). Improved methane production from anaerobic digestion of liquid and raw fractions of swine manure effluent using activated carbon. *Journal of Water Process Engineering*, 38. <https://doi.org/10.1016/j.jwpe.2020.101576>

Saren, S., Mitra, S., Miksik, F., Miyazaki, T., Ng, K. C., & Thu, K. (2024). Investigating maximum temperature lift potential of the adsorption heat transformer cycle

using IUPAC classified isotherms. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 225. <https://doi.org/10.1016/j.ijheatmasstransfer.2024.125384>

Satpati, G. G., Devi, A., Kundu, D., Dikshit, P. K., Saravanabhupathy, S., Rajlakshmi, Banerjee, R., Chandra Rajak, R., Kamli, M. R., Lee, S. Y., Kim, J. W., & Davoodbasha, M. A. (2024). Synthesis, delineation and technological advancements of algae biochar for sustainable remediation of the emerging pollutants from wastewater-a review. In *Environmental Research* (Vol. 258). Academic Press Inc. <https://doi.org/10.1016/j.envres.2024.119408>

Secretaría de Agricultura y Desarrollo Rural. (2022, December 13). *Garantiza Agricultura producción y abasto de guayaba para esta temporada decembrina*. <https://www.gob.mx/agricultura/prensa/garantiza-agricultura-produccion-y-abasto-de-guayaba-para-esta-temporada-decembrina?idiom=es>

Selvam S, M., & Paramasivan, B. (2022). Microwave assisted carbonization and activation of biochar for energy-environment nexus: A review. *Chemosphere*, 286. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2021.131631>

Servicio Nacional de Inspección y Certificación de Semillas. (2017, August 1). *Nogal (Carya illinoensis W.)*. Generalidades de La Red Nogal.

Shen, R., Jing, Y., Feng, J., Luo, J., Yu, J., & Zhao, L. (2020). Performance of enhanced anaerobic digestion with different pyrolysis biochars and microbial communities. *Bioresource Technology*, 296. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2019.122354>

Sherin, A. J., Sunil, C. K., & Venkatachalapathy, N. (2024). Effect of microwave irradiation and conventional heating on high pressure modified white finger millet starch hydrogel properties. *Food and Humanity*, 3, 100380. <https://doi.org/10.1016/j.foohum.2024.100380>

Silos-Llamas, A. K., Sudiby, H., Hernández-Montoya, V., Meredith, W., & Durán-Jiménez, G. (2023). Fast pyrolysis of agricultural residues: Reaction mechanisms and effects of feedstock properties and microwave operating conditions on the yield and product composition. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 175. <https://doi.org/10.1016/j.jaap.2023.106217>

Singh, A., Srivastava, A., Saidulu, D., & Gupta, A. K. (2022). Advancements of sequencing batch reactor for industrial wastewater treatment: Major focus on modifications, critical operational parameters, and future perspectives. In *Journal of Environmental Management* (Vol. 317). Academic Press. <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2022.115305>

Singh, G., Thakur, N., & Kumar, R. (2024). Nanoparticles in drinking water: Assessing health risks and regulatory challenges. In *Science of the Total Environment* (Vol. 949). Elsevier B.V. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2024.174940>

Smith, B. (1998). *Infrared spectral interpretation-Brian Smith*.

Sun, Y., Li, C., Fan, M., Zhang, L., Zhang, S., Hu, G., & Hu, X. (2022). Distinct nature of biochar and activated carbon from pyrolysis-activation of vegetable (lettuce) and staple food (noodles) in food waste. *Resources, Conservation and Recycling Advances*, 15. <https://doi.org/10.1016/j.rcradv.2022.200118>

Sunyoto, N. M. S., Zhu, M., Zhang, Z., & Zhang, D. (2016). Effect of biochar addition on hydrogen and methane production in two-phase anaerobic digestion of aqueous carbohydrates food waste. *Bioresource Technology*, 219, 29–36. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2016.07.089>

Syrine, L., Jabli, M., Abdessalem, S. Ben, & Almalki, S. G. (2020). FT-IR spectroscopy and morphological study of functionalized cellulosic fibers: Evaluation of their dyeing properties using biological Pistacia vera hulls by-product extract. *International Journal of Biological Macromolecules*, 145, 1106–1114. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2019.09.204>

Thomas, H. Y., Cavalcante, J. D. N., de Araújo Padilha, C. E., dos Santos, E. S., Gasparin, F. P., da Silva Ries, L. A., Sales, A. T., Menezes, R. S. C., & Dutra, E. D. (2024). Valorization of lignocellulosic agave residues via pyrolysis and its use as adsorbent for methylene blue removal. *Biomass Conversion and Biorefinery*. <https://doi.org/10.1007/s13399-024-05687-y>

Tian, T., Qiao, S., Li, X., Zhang, M., & Zhou, J. (2017). Nano-graphene induced positive effects on methanogenesis in anaerobic digestion. *Bioresource Technology*, 224, 41–47. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2016.10.058>

Tomczyk, A., Sokołowska, Z., & Boguta, P. (2020). Biochar physicochemical properties: pyrolysis temperature and feedstock kind effects. In *Reviews in Environmental Science and Biotechnology* (Vol. 19, Issue 1, pp. 191–215). Springer. <https://doi.org/10.1007/s11157-020-09523-3>

Tong, Y., Liao, Z., Yang, Q., Chen, X., Zeng, D., Yang, C., Ma, H., Hu, T., & Lv, M. (2021). Effect of a prawn (*Macrobrachium rosenbergii*)-plant eco-symbiotic culture system (PECS) on intestinal microbiota, organic acids, and ammonia. *Aquaculture Reports*, 20. <https://doi.org/10.1016/j.aqrep.2021.100647>

van Lier Jules B., Mahmoud Nidal, & Zeeman Grietje. (2020). Anaerobic wastewater treatment. In J. B. van Lier, N. Mahmoud, & G. Zeeman (Eds.), *Biological Wastewater Treatment: Principles, Modeling and Design* (pp. 701–756). IWA Publishing. https://doi.org/10.2166/9781789060362_0701

Velazquez-Jimenez, L. H., Pavlick, A., & Rangel-Mendez, J. R. (2013). Chemical characterization of raw and treated agave bagasse and its potential as adsorbent of metal cations from water. *Industrial Crops and Products*, 43(1), 200–206. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2012.06.049>

Wądrzyk, M., Janus, R., Lewandowski, M., & Magdziarz, A. (2021). On mechanism of lignin decomposition – Investigation using microscale techniques: Py-GC-

MS, Py-FT-IR and TGA. *Renewable Energy*, 177, 942–952. <https://doi.org/10.1016/j.renene.2021.06.006>

Wan, J., Liu, L., Ayub, K. S., Zhang, W., Shen, G., Hu, S., & Qian, X. (2020). Characterization and adsorption performance of biochars derived from three key biomass constituents. *Fuel*, 269. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2020.117142>

Wang, H., Xue, Y., Hou, D., Lu, Y., Yang, F., Liu, C., Lin, X., Liu, C., Zheng, Z., & Zheng, Y. (2025). Hydrothermal co-carbonization of medium-density fiberboard with N-rich compounds to produce N-containing compounds and N-doped biochar: Product distribution, nitrogen transformation pathway and electrochemical performance. *Fuel*, 381. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2024.133584>

Wang, L., Gui, H., Ni, Z., Jiao, B., Hu, Y., Sun, Z., Han, Y., Cui, X., & Yuan, Q. (2025). Synthesis of a novel nitrogen-doped biochar co-immobilized enzymes for xylan hydrolysis. *International Journal of Biological Macromolecules*, 144276. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2025.144276>

Wang, W., & Lee, D. J. (2021). Direct interspecies electron transfer mechanism in enhanced methanogenesis: A mini-review. In *Bioresource Technology* (Vol. 330). Elsevier Ltd. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2021.124980>

Wen, Y., Huang, L., Yan, J., & Feng, B. (2025). Efficient recovery of Nd(III) from aqueous solution by KMnO₄-modified corn cob biochar. *Journal of Water Process Engineering*, 70. <https://doi.org/10.1016/j.jwpe.2025.107010>

White, S. E., Witing, F., Wittekind, C. I. H., Volk, M., & Strauch, M. (2025). Distilling the Pareto optimal front into actionable insights. *Environmental Modelling and Software*, 191. <https://doi.org/10.1016/j.envsoft.2025.106508>

Xu, R. ze, Fang, S., Zhang, L., Huang, W., Shao, Q., Fang, F., Feng, Q., Cao, J., & Luo, J. (2021). Distribution patterns of functional microbial community in anaerobic digesters under different operational circumstances: A review. In *Bioresource Technology* (Vol. 341). Elsevier Ltd. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2021.125823>

Yan, P., Zhao, Y., Zhang, H., Chen, S., Zhu, W., Yuan, X., & Cui, Z. (2020). A comparison and evaluation of the effects of biochar on the anaerobic digestion of excess and anaerobic sludge. *Science of the Total Environment*, 736. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2020.139159>

Yang, S., Chen, Z., & Wen, Q. (2021). Impacts of biochar on anaerobic digestion of swine manure: Methanogenesis and antibiotic resistance genes dissemination. *Bioresource Technology*, 324. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2021.124679>

Zazycki, M. A., Godinho, M., Perondi, D., Foletto, E. L., Collazzo, G. C., & Dotto, G. L. (2018). New biochar from pecan nutshells as an alternative adsorbent for removing reactive red 141 from aqueous solutions. *Journal of Cleaner Production*, 171, 57–65. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2017.10.007>

Zhang, C., Yang, R., Sun, M., Zhang, S., He, M., Tsang, D. C. W., & Luo, G. (2022). Wood waste biochar promoted anaerobic digestion of food waste: focusing on the characteristics of biochar and microbial community analysis. *Biochar*, 4(1). <https://doi.org/10.1007/s42773-022-00187-6>

Zhang, J., Zhang, H., Li, F., & Wang, H. (2024). Synthesis of porous functional biochar through template method and plasma modification for Pb²⁺ removal: Performance and mechanism. *Energy*, 312. <https://doi.org/10.1016/j.energy.2024.133549>

Zhang, L., Lim, E. Y., Loh, K. C., Ok, Y. S., Lee, J. T. E., Shen, Y., Wang, C. H., Dai, Y., & Tong, Y. W. (2020). Biochar enhanced thermophilic anaerobic digestion of food waste: Focusing on biochar particle size, microbial community analysis and pilot-scale application. *Energy Conversion and Management*, 209. <https://doi.org/10.1016/j.enconman.2020.112654>

Zhao, D., Yan, B., Liu, C., Yao, B., Luo, L., Yang, Y., Liu, L., Wu, F., & Zhou, Y. (2021). Mitigation of acidogenic product inhibition and elevated mass transfer by biochar during anaerobic digestion of food waste. In *Bioresource Technology* (Vol. 338). Elsevier Ltd. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2021.125531>

Zhao, W., Yang, H., He, S., Zhao, Q., & Wei, L. (2021). A review of biochar in anaerobic digestion to improve biogas production: Performances, mechanisms and economic assessments. In *Bioresource Technology* (Vol. 341). Elsevier Ltd. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2021.125797>

Zheng, R., Hu, K., Wu, Y., Li, X., & Li, G. (2025). Assessment of hydrogen adsorption capacities on low-maturity shales for geological storage applications: a lattice density functional theory approach. *Fuel*, 401. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2025.135805>

Zheng, Y., Yu, C., & Fu, L. (2023). Biochar-based materials for electroanalytical applications: An overview. *Green Analytical Chemistry*, 7. <https://doi.org/10.1016/j.greeac.2023.100081>