



Departamento de Enxeñaría Química

Estratexias de posta en marcha, operación
e control de dixestores anaerobios

Ana Puñal Fariña

ESTRATEGIAS DE POSTA EN MARCHA OPERACIÓN E CONTROL DE DIXESTORES ANAEROBIOS

Ana Puñal Fariña
Tese Doutoral

Santiago de Compostela
Maio de 1999







UNIVERSIDADE DE SANTIAGO DE COMPOSTELA
Departamento de Enxeñaría Química

***ESTRATEGIAS PARA A POSTA EN MARCHA,
OPERACIÓN E CONTROL DE DIXESTORES
ANAEROBIOS***

Memoria presentada por:

Ana M. Puñal Fariña

*Para optar ó grao de Doutor pola
Universidade de Santiago de Compostela*

Santiago de Compostela, Maio de 1999



UNIVERSIDADE DE SANTIAGO DE COMPOSTELA

Departamento de Enxeñería Química

Juan Manuel Lema Rodicio, Catedrático de Enxeñería Química da Universidade de Santiago de Compostela,

Informa:

Que esta memoria titulada “Estratexias para a posta en marcha, operación e control de dixestores anaerobios”, que para optar ó grao de Doutor presenta Ana M. Puñal Fariña, se realizou baixo a miña dirección no Departamento de Enxeñería Química da Universidade de Santiago de Compostela.

E para que así conste, expide o seguinte informe en Santiago de Compostela, maio de 1999.

Juan M. Lema Rodicio

Esta memoria foi presentada o día 24 de Maio de 1999 fronte ó Tribunal composto por:

Dr. Alberto Rozzi do Politécnico de Milán (Italia)

Dra. Inmaculada Ortiz Uribe da Universidade de Cantabria

Dr. Rafael Font Montesinos da Universidade de Alicante

Dr. Fco. Javier Lafuente Sancho da Universidade Autónoma de Barcelona

Dr. Enrique Roca Bordello da Universidade de Santiago de Compostela

Coa calificación de *Sobresaliente Cum Laude*

a meus pais

a Marc

Agradecimentos

Chegados a este punto, que como todo, sexa máis cedo ou máis tarde, sempre chega, compre recordar a tódolos que, dunha maneira ou doutra, contribuíron a que esto ocorrera.

Primeiro, e como *alma mater*, doulle-las gracias a Juan, que aínda que sempre lle toca a primeira posición e quizais por eso a máis formal, meréceas en tódo-los sentidos, e non somentes no profesional ou de traballo, por se-lo que me brindou a oportunidade de empezar un camiño que ó fin e ó cabo, é fundamentalmente persoal.

Á Comunidade Europea, pola financiación mediante o proxecto ERB-FAIR-CT96-1198.

A Kike, porque sempre lle tocou o papel de quedar máis cerca para a solución dos pequenos problemas que surxen día a día, polas charlas, as veces tan constructivas, e pola proximidade.

A José Manuel, que me axudou nos primeiros pasos, un pouco de novela negra, na planta piloto. Aquelo non sería o mesmo de ter que levalo un só, e o ir e vir fixose máis fácil con Julián, que tamén me iniciou no que sería a curiosidade e as pelexas cos ordenadores. A Alfonso e Diego como continuadores da tarefa e como parte deste traballo. A Beni, a quen teño que agradecerlle tanta dedicación, aínda que para el fora, en certo modo, un servicio patriótico, pero a implicación persoal foi total e a súa axuda moi importante en momentos de calma e de pánico, ata convertirla en fácil o difícil. A David e ó persoal de mantemento de Tafisa, pola participación directa para que as cousas marcharan, porque a pesar de que se deran tóda-las diferentes variantes da probabilidade de fallo, sempre conseguiron saír, como pouco, airosos.

A Marco e a Paolo, que aínda que é un pouco difícil xuntar nunha frase a dúas almas tan diferentes, cos dous resultou realmente fácil traballar e ó mesmo tempo disfrutalo. Pola terapia da palabra, pola música e polas risas.

A Amaya, polo cuidado dos pequenos gracias e a pesares do “software”.

Ós compañeiros do grupo, que co andar do tempo foron cambiando tanto; as rapazas do laboratorio, pola pacencia e por tantas análises; e a Rosa tan eficiente.

Ó Avni, sempre nalgún punto do espacio, e sempre coas súas filosofías da vida, tan constructivas ou tan destructivas, dependendo do momento, pero sempre tan no punto de arrincar un sorriso e cambia-la cor do aire.

A Belén polo longo camiño compartido.

A Ana, a alma boa que anda sempre a repartir comprensión, ánimo, ganas de escoitar e todo o que faga falla, aínda que a ela non lle sobre. Por todo o que me ten tocado.

Ó Deutsche Gruppe, Andrea, Sabine, Sandra...e Florence, claro!, por tantas charlas, almorzos, ceas, paseos, ou calquera cousa que se pudiera plantexar. Polas ideas, a aprendizaxe, a complicidade,...pola amizade.

A Sara, polo "love and peace" e as frores no pelo, que tan ben retratara Paolo, polo mundo de color que leva dentro, que é tan fácil de ver e de disfrutar para os que a rodean.

An Marc, für die Lieder, die in alle Dingen schlafen, die da fort und fortträumen, und für die Welt, die zu singen anhebt, weil nur Du das Zauberwort triffst.....und den Mikrokosmos.

A meus pais, como primeiros artifices de que puidera chegar ata aquí.

A visión dun home non presta as súas ás a outro home

Gibran Khalil Gibran

Índice

Índice

Resumo	R-16
Abstract	A-19
Capítulo 1. Introducción	
Resumo	1-22
1 Dixestión anaerobia	1-23
1.1 Aspectos biolóxicos	1-24
1.2 Aspectos químicos	1-27
1.2.2 <i>Estequiometría e balances</i>	1-27
1.2.2 <i>Termodinámica</i>	1-28
1.2.3 <i>Condições ambientais</i>	1-28
1.2.4 <i>Cinética</i>	1-31
1.3 Vantaxes e limitacións	1-31
1.4 Características dos tipos de reactores fundamentais	1-33
1.4.1 <i>Reactor de contacto anaerobio (CA)</i>	1-34
1.4.2 <i>Filtro anaerobio (FA)</i>	1-34
1.4.3 <i>Upflow Anaerobic Sludge Blanket (UASB) / Expanded Granular Sludge Bed (EGSB)</i>	1-35
1.4.4 <i>Reactores de leito expandido / fluidizado (EB/FB)</i>	1-35
2 Control e modelización da posta en marcha de equipos de tratamento anaerobio de alta carga	1-36
2.1 Control da dixestion anaerobia	1-36
2.2 Modelización da dixestión anaerobia	1-37
2.3 Parámetros de control	1-38
2.3.1 <i>Fase sólida</i>	1-38
2.3.2 <i>Fase líquida</i>	1-38
2.3.3 <i>Fase gasosa</i>	1-39
2.3.4 <i>Gases traza</i>	1-40
2.4 Posta en marcha	1-41
2.4.1 <i>Factores que afectan ó desenvolvemento da biomasa</i>	1-42
2.4.1.2 <i>Natureza do soporte</i>	1-42
2.4.1.3 <i>Inóculo</i>	1-43
2.4.1.4 <i>Auga residual</i>	1-45
2.4.1.5 <i>Nutrientes e factores ambientais</i>	1-45
2.4.1.5 <i>Parámetros operacionais</i>	1-46
3 Hidrodinámica de reactores	1-48

3.1 Distribución do Tempo de Residencia (DTR)	1-48
3.2 Sinal de impulso	1-49
3.3 Datos de interese	1-50
3.4 Modelos de fluxo	1-50
3.4.1 Modelo de dispersión	1-51
3.4.2 Modelo de tanques en serie	1-52
3.4.3 Modelo de compartimentos	1-53
3.5 Estudos de mestura en filtros anaerobios	1-54
3.5.1 Importancia do grao de mestura	1-54
3.5.2 Realización experimental. Trazadores	1-55
4 Referencias	1-56

Capítulo 2. Métodos analíticos

Resumo	2-65
1 pH	2-66
1.1 Introducción	2-66
1.2 Materiais e métodos	2-66
2 DQO (Demanda Química de Osíxeno)	2-66
2.1 Introducción	2-66
2.2 Materiais e métodos	2-67
3 COT (Carbono Orgánico Total)	2-68
3.1 Introducción	2-68
3.2 Materiais e métodos	2-68
4 Alcalinidade	2-69
4.1 Introducción	2-69
4.2 Materiais e métodos	2-70
5 AGV (Ácidos Graxos Volátiles)	2-70
5.1 Introducción	2-70
5.2 Materiais e métodos	2-70
6 Nitróxeno	2-71
6.1 Introducción	2-71
6.2 NTK (Nitróxeno Total Kjeldahl)	2-71
6.3 Nitróxeno amoniacal por medio dun electrodo selectivo	2-72
7 Sólidos en Suspensión Totais (SST) e Volátiles (SSV)	2-72
7.1 Introducción	2-72
7.2 Materiais e métodos	2-72
8 Ensaio anaerobios	2-73
9 Composición do biogás	2-74
9.1 Introducción	2-74
9.2 Materiais e métodos	2-74
10 Sedimentación	2-75

10.1	Introducción	2-75
10.2	Materiais e métodos	2-76
11	Azucres totais	2-76
11.1	Introducción	2-76
11.2	Materiais e métodos	2-76
12	Proteína soluble	2-77
12.1	Introducción	2-77
12.2	Materiais e métodos	2-77
13	Fosfatos	2-78
13.1	Introducción	2-78
13.2	Materiais e métodos	2-78
14	Modelo de fluxo	2-78
15	Referencias	2-79

Capítulo 3. Filtro anaerobio multialimentado

Resumo		3-83
1	Introducción	3-84
1.1	Filtros anaerobios de fluxo ascendente	3-84
2	Material e métodos	3-89
2.1	Equipo experimental	3-89
2.2	Substrato	3-91
2.3	Inóculo	3-93
2.4	Determinación do modelo de fluxo	3-94
3	Resultados e discusión	3-95
3.1	Posta en marcha	3-95
3.2	Aumentos de carga	3-95
3.3	Probas de desestabilización	3-99
3.4	Velocidade de carga orgánica máxima	3-101
3.5	Obtención do modelo de fluxo	3-104
3.6	Caracterización e comparación da biomasa dos dous reactores	3-106
3.6.1	<i>Concentración e actividade da biomasa</i>	3-107
3.6.1.1	Separación da biomasa	3-107
3.6.1.2	Concentración da biomasa	3-109
3.6.1.3	Actividade da biomasa	3-109
3.6.1.4	Acidos Graxos Volátiles	3-111
4	Conclusiones	3-113
5	Referencias	3-115

Capítulo 4. Influencia da relación C/N na adhesión da biomasa sobre soportes en filtros anaerobios

Resumo	4-122
1 Introducción	4-123
1.1 Polímeros extracelulares	4-126
2 Materiais e métodos	4-130
2.1 Substrato	4-130
2.2 Inóculo	4-130
2.3 Sustancias Poliméricas Extracelulares (SPE)	4-131
2.4 Observación microscópica	4-131
2.5 Experimentos en discontinuo	4-131
2.6 Experimentos en continuo	4-132
3 Resultados e discusión	4-133
3.1 Experimentos en discontinuo	4-133
3.2 Experimentos en continuo	4-137
4 Conclusións	4-143
5 Referencias	4-144

Capítulo 5. Estratexias de posta en marcha automática aplicadas a reactores UASB

Resumo	5-149
1 Introducción	5-150
1.1 Reactor UASB (Upflow Anaerobic Sludge Blanket)	5-150
1.2 Deseño do proceso UASB	5-150
1.2.1 <i>Separador gas-sólido</i>	5-151
1.2.2 <i>Retención de biomasa</i>	5-153
1.3 Granulación	5-154
2 Materiais e métodos	5-161
2.1 Montaxe experimental	5-161
2.2 Software de arranque en discontinuo	5-163
2.3 Software de arranque en continuo	5-166
2.4 Inóculo	5-169
2.5 Caracterización da alimentación	5-169
2.6 Extratexia de posta en marcha en discontinuo	5-170
2.6.1 <i>Reactor RA</i>	5-170
2.6.2 <i>Reactor RM</i>	5-173
2.7 Estratexia de posta en marcha en continuo	5-174
3 Resultados	5-176
3.1 Posta en marcha en discontinuo	5-176
3.1.1 <i>Reactor RA</i>	5-176
3.1.1.1 Experimento 1 (DQO = 1,2 g/l)	5-176
3.1.1.2 Experimento 2 (DQO = 3,6 g/l)	5-179
3.1.1.3 Experimento 3 (DQO = 7,3 g/l)	5-182

3.1.1.4 Experimento 4 (DQO = 22 g/l)	5-184
3.1.2 <i>Reactor RM</i>	5-187
3.1.2.1 Experimento 1 (DQO =22 g/l)	5-187
3.2 Posta en marcha en continuo (DQO = 8 g/l)	5-188
4. Conclusións	5-192
5 Referencias	5-194

Capítulo 6. Monitorización e diagnose dunha planta piloto anaerobia para tratamento de augas residuais de alta carga

Resumo	6-201
1. Introducción	6-202
1.1 Métodos de control avanzados	6-202
1.1.1 <i>Control adaptativo</i>	6-203
1.1.2 <i>Estimación do estado</i>	6-205
1.1.3 <i>Modelización baseada en redes neuronais</i>	6-206
1.1.4 <i>Control fuzzy</i>	6-208
1.1.5 <i>Sistemas expertos</i>	6-210
2 Materiais e métodos	6-214
2.1 Software e hardware	6-215
2.1.1 <i>Módulo de adquisición e almacenamento de sinal</i>	6-217
2.1.2 <i>Módulo de filtración</i>	6-219
2.1.2.1 <i>Filtros de sinal</i>	6-220
Eliminación de valores aberrantes (AB)	6-220
Eliminación de grandes variacións (COR)	6-220
Filtro pasabaixos de primeira orde limitada en magnitude (POLM)	6-221
Filtro Winsorizing	6-221
2.1.3 <i>Módulo de diagnose</i>	6-222
2.1.4 <i>Módulo de saída de diagnóstico e de interacción co operador</i>	6-222
2.1.5 <i>Módulo de interface gráfico</i>	6-222
2.1.6 <i>Módulo de utilidades e configuración do sistema</i>	6-222
2.2 <i>Planta piloto</i>	6-223
3 Resultados	6-227
3.1 <i>Filtrado de sinal</i>	6-227
3.2 <i>Base de regras</i>	6-227
3.2.1 <i>Valores cualitativos seleccionados</i>	6-229
3.2.2 <i>Regras de acidificación e toxicidade</i>	6-230
3.2.3 <i>Regras do sistema de control de temperatura</i>	6-232
3.2.4 <i>Regras de caudal</i>	6-233
3.2.5 <i>Regras sobre a tendencia do sistema</i>	6-233
3.2.6 <i>Observacións</i>	6-235
3.3 <i>Diagnose da operación</i>	6-235

<i>3.3.1 Fallo de equipos</i>	6-236
<i>3.3.2 Sobrecarga hidráulica</i>	6-240
<i>3.3.3 Sobrecarga orgánica</i>	6-243
<i>3.3.4 Perspectivas</i>	6-246
4 Conclusiones	6-250
5 Referencias	6-251
Conclusiones	C-257
Conclusions	CC-263
Apéndice	
1 Listado do programa de arranque en descontinuo	a-268
2 Listado do programa de arranque en continuo	a-279
Publicaciones	P-249

Resumo

Resumo

Neste traballo preténdese, como obxectivo, a aplicación de diferentes estratexias para a posta en marcha, operación e control de reactores anaerobios de tratamento de augas residuais.

No primeiro capítulo faise unha introducción ó proceso de tratamento anaerobio de augas residuais, analizando os diferentes aspectos que inflúen no proceso, os diferentes equipos empregados para levalo a cabo, e as posibles estratexias de control. Tendo en conta que unha das etapas máis delicadas do proceso é a posta en marcha do equipo, faise unha descrición detallada dos factores e condicións que afectan a esta fase, nun intento de acurta-lo tempo empregado para acadar-la operación en estado estacionario do equipo. Finalmente, realízase unha introducción ó estudo das características hidrodinámicas dos reactores, xa que se trata de aspectos esenciais para coñece-lo comportamento do fluído no sistema, e poder así determina-la existencia de zonas mortas, canles preferenciais ou outras anomalías, que poden exercer un efecto negativo sobre o funcionamento do equipo.

No segundo capítulo, describíense os procedementos analíticos seguidos no traballo, presentando unha breve explicación de cada parámetro antes da descrición do procedemento. Os métodos específicos utilizados en cada experimento describíense nos capítulos correspondentes, así coma as montaxes experimentais que se empregaron en cada caso.

No capítulo terceiro estúdiase comparativamente o comportamento de dous equipos: un máis coñecido, o filtro anaerobio monoalimentado, e outro que só presenta como variante respecto ó anterior a entrada de alimentación repartida en diferentes tomas ó longo do reactor, o filtro multialimentado. En particular o equipo estudiado presenta catro entradas de alimentación repartidas ó seu longo. O que se pretende con esa distribución de alimentación é acadar unha maior homoxeneidade na distribución de biomasa no reactor e que desa maneira a actividade dos microorganismos non estea localizada maioritariamente na zona de entrada do influente. É importante no seguimento do funcionamento destes equipos estudia-los perfís de biomasa e o modelo de fluxo, pois son indicadores do grao de mestura na biomasa do reactor.

No capítulo catro preténdese determina-lo efecto da relación Carbono/Nitróxeno na eficacia de retención da biomasa en filtros anaerobios de fluxo ascendente. Para eso leváronse a cabo ensaios en descontinuo, nos que se comprobou que a limitación de nitróxeno na primeira fase de posta en marcha dun reactor, parece mellorar de forma apreciable a adhesión da biomasa sobre aneis

Raschig de PVC, un dos soportes empregados de forma máis extensiva. Posteriormente, puxéronse en marcha dous reactores FA, usando aneis Raschig de PVC como soporte. Para alimenta-los reactores empregáronse dous substratos con dúas relacións C/N, 100:1 (limitada en nitróxeno, NL) e 100:7 (balanceada en nitróxeno, NB). A estratexia de alimentación aplicada consistiu en mante-la limitación de nitróxeno durante as dúas primeiras semanas de operación, alimentando posteriormente con substrato balanceado en nitróxeno.

No capítulo cinco preséntase o desenvolvemento dun sistema que permite levar a cabo a posta en marcha automática dun reactor anaerobio, neste caso un UASB, tratando auga residual sintética con diferentes concentracións de materia orgánica. O caudal de biogás producido foi a variable empregada para levar a cabo o control do sistema no que o substrato é alimentado en pulsos. O software implementado presenta a vantaxe de empregar soamente a devandita variable (adquirida de forma *on-line*), aínda que para realiza-lo balance que determina a actuación precisa doutras variables adquiridas de forma *off-line*; ese sería o caso da porcentaxe de metano no biogás ou da DQO da alimentación. Os parámetros empregados como criterio de actuación foron a porcentaxe de carga orgánica residual que permanece no reactor sen metanizar (% CO_{res}), e o múltiplo do tempo de espera mínimo entre dous pulsos de gas consecutivos, *k*. A maior desvantaxe do sistema desenvolvido era o feito de ter que asumir un valor de % CO_{res} como parámetro de actuación, polo que se decidiu operar con alimentación en continuo, xa que eso permite establecer un intervalo da porcentaxe de VCO_{res} de actuación no lugar dun valor único, co que se lle estaba a dar maior flexibilidade ó sistema.

No capítulo sexto desenvolveuse un sistema de monitorización e diagnose aplicado ó tratamento de auga residual a escala piloto ou industrial. Estas tarefas foron levadas a cabo combinando tecnoloxía PLC-PC. A obtención de datos dende os dispositivos de medida e o establecemento dos parámetros de operación faise a través do PLC, que é o responsable de enviar toda a información ó PC mediante un protocolo estándar de comunicacións RS-232. O propio PLC controla unha serie de procesos que non inflúen directamente na eficacia do dixestor e que representan lazos de control pechados, como o pretratamento físico-químico da auga residual, así como os avisos de alarma sobre os fallos dos equipos. Os datos do proceso foron validados e filtrados mediante diferentes técnicas para eliminar ruídos, e poder así levar a cabo o diagnóstico dos estados do proceso de forma máis eficaz. Para realizar esta tarefa empregouse unha base de regras implementada en MATLAB, que constituía a base do sistema experto, dentro do programa global, desenvolvido en Visual Basic. Dispoñíase, así mesmo, dun xestor de datos en MS Access, onde se almacenaba toda a información do proceso. O sistema foi probado nun equipo híbrido UASBF de 1,1 m³, nun entorno industrial, para o tratamento de augas residuais procedentes da fabricación de taboleiro de fibra.

Abstract

Abstract

The objectives of this work were the development and application of different start-up, operational and control strategies in order to be applied to anaerobic wastewater treatment.

In chapter one an introduction to anaerobic wastewater treatment is presented, analysing the different issues affecting the process, the different technologies that can be applied, as well as possible control parameters. As the start-up is one of the most delicate phases of the process, a detailed description of the factors and conditions, which affect this period, is presented. The focus is on shortening the time needed to achieve steady-state operation. Finally, an introduction to reactor hydrodynamics is presented, as it is one of the main aspects to obtain a deeper knowledge about the liquid behaviour. It will allow determining the presence of dead zones, preferential paths or any other anomalies, which could exert negative effect on the performance of the reactor.

In chapter two the analytical procedures used in this work are presented, giving a brief explanation of each parameter before the method description. The specific methods applied in each experiment, as well as the experimental set-up, are described in the corresponding chapter.

In chapter three the behaviour of two upflow anaerobic filters is studied. It concerns a single-fed UAF reactor and a multi-fed UAF reactor, in which the influent is introduced in four different points distributed along the height of the reactor. Feed distribution tries to achieve a more homogeneous biomass distribution, avoiding microorganism activity to be located mainly in the lower part of the reactor. It is important to determine biomass profiles as well as hydrodynamics in order to analyse the performance of these digesters, as they are very good indicators of the mixing properties.

Chapter four deals with the effect of C/N ratio on the efficiency of biomass retention in upflow anaerobic filters. Fed-batch assays were carried out, showing that nitrogen limitation in the very first phase of reactor start-up seemed to appreciably enhance biomass adhesion on PVC Raschig rings, one of the more widely used supports. Subsequently, two upflow anaerobic filter reactors filled with PVC Raschig rings were fed with two substrates of two different C/N ratios, 100:1 (Nitrogen limited, NL) and 100:7 (Nitrogen balanced, NB). The applied feeding strategy consisted of maintaining N limitation during the first two weeks and next changing to the nitrogen balanced substrate. This feeding strategy resulted in a 20 % higher total methanogenic capacity after four weeks of operation, compared to the system fed with the nitrogen balanced substrate from the start of

operation. The higher biomass retention is probably related to the production of extra-cellular polymeric substances in the first stages of support colonisation and aggregation.

In chapter five the software for automatic start up of an anaerobic reactor, in this case an UASB, is presented. The digester was fed in a fed-batch way with synthetic wastewater at different COD concentrations. The biogas flow rate was the main measured variable of the control system, which acts directly on the feed pump. The developed software only used the biogas flow rate as on-line variable, although it was necessary to supply other off-line variables in order to be able to calculate the mass balance. These variables are methane percentage in the biogas and influent COD. The parameters used as action criteria are the fraction of residual organic load (% OL_{res}), which was not degraded; and the waiting time multiple between two consecutive gas pulses, k . The most important disadvantage of this system was the need of an assumed value for % OL_{res} as actuation parameter. In order to overcome this problem, it was decided to operate the system with continuous feed flow rate. This feeding mode allowed for establishment a range for % OL_{res} as actuation parameter, instead of a unique value, which provided higher flexibility to the software.

In chapter six, the development of a monitoring and diagnosis system for the anaerobic wastewater treatment at pilot scale in an industrial environment is described. These tasks were carried out by combining PLC-PC technology, managed from a Windows'95 program on the PC. The PLC was responsible for data acquisition from the different measurement devices, as well as for the regulation of the final control elements of the plant. The set points for the control elements were defined by the PC. The PLC controlled the tasks, which did not directly depend on or affect the performance of the digester, such as pre-treatment, stirrer on/off, purges, tank levels, etc. The PC received all process data from the PLC by means of a standard communication protocol RS-232. These data were validated and filtered using different techniques, in order to avoid noise and artefacts, that lead to a wrong diagnosis of the state of the plant. The diagnosis task was performed with the help of a rule base. This rule base was implemented in MATLAB and formed the foundation of the expert system. The main program-written in Visual Basic-also disposed of a Data Manager in MS Access, where all process information was recorded. The whole system was tested in a pilot plant located in an industrial environment, which treated wastewater from a fibreboard production factory. The reactor was a hybrid of 1.1 m³ combining an UASB (Upflow Anaerobic Sludge Blanket) in the lower part and an UAF (Upflow Anaerobic Filter) at the top.

Capítulo 1

Capítulo 1

Introducción

Resumo

Neste capítulo faise unha presentación do proceso de tratamento anaerobio de augas, analizando os diferentes aspectos que inflúen no proceso, os diferentes equipos empregados para levalo a cabo, e as posibles estratexias de control.

Tendo en conta que unha das etapas máis delicadas do proceso é a posta en marcha do equipo, faise unha descrición detallada dos factores e condicións que afectan a esta fase, nun intento de acurta-lo tempo empregado para acadar a operación en estado estacionario do equipo, nas condicións de deseño.

Finalmente, realízase unha introducción ó estudio das características hidrodinámicas dos reactores, xa que se trata de aspectos esenciais para coñece-lo comportamento do fluído no sistema, e poder así determina-la existencia de zonas mortas, canles preferenciais ou outras anomalías, que poden exercer un efecto negativo sobre o funcionamento do equipo.

1 Dixestión anaerobia

O proceso anaerobio de fermentación metánica, ou tratamento anaerobio, é o uso dun fenómeno biolóxico que resulta da conversión da materia orgánica a metano e dióxido de carbono en ausencia de osíxeno molecular (Switzenbaum, 1995). O gas producido pode recollerse e empregarse como fonte de enerxía, sendo así que a dixestión anaerobia permite a depuración da auga e a produción de enerxía de forma simultánea (Lema e Méndez, 1997).

Historicamente, os sistemas anaerobios foron empregados para estabilizar materiais de alta carga orgánica, principalmente os lodos producidos e eliminados dos tanques de sedimentación das plantas de tratamento de augas residuais urbanas. Os sistemas convencionais requirían tempos moi longos para acadar estados estables e resultaban, polo xeral, economicamente contraindicados para o tratamento de augas con cargas orgánicas baixas, inferiores aproximadamente ó 1 % da materia orgánica bioloxicamente degradable (Young e McCarty, 1969).

Durante os anos 50 e 60, os sistemas para o tratamento anaerobio foron considerados equipos de construción moi custosa debido ás relativamente baixas cargas orgánicas que podían tratar e á dificultade de operación, polos frecuentes fallos de funcionamento (Young e Yang, 1989). Houbo un maior progreso cando se comezou a entender a importancia do deseño de reactores anaerobios capaces de operaren a elevados tempos de retención de sólidos (cunha zona destinada a reter grandes concentracións de biomasa activa para obter elevadas eficacias de proceso e maior estabilidade), e asemade con baixos tempos de retención hidráulicos, para así favorecer a economía do sistema (Switzenbaum *et al.*, 1990).

Nos chamados reactores de alta carga conséguese unha separación efectiva entre os tempos de retención hidráulicos (TRH) e os tempos de retención de sólidos (TRS), permitindo así que os organismos con crecemento lento permanezan dentro do reactor, independentemente do fluxo de auga; de aí que permitan a aplicación de velocidades de carga volumétrica significativas (Iza *et al.*, 1991), permitindo reduci-los tempos de tratamento de días a horas (Hickey *et al.*, 1991).

Estes reactores son capaces de chegar a velocidades de carga orgánica no rango de 15-30 kg DQO/m³·d, e foron aplicados para tratar moitos tipos de augas residuais, de diferentes naturezas e concentracións de substratos e presenza de elementos tóxicos/inhibitorios (Lema *et al.*, 1991).

Switzenbaum (1995) presentou datos de máis de 500 plantas a escala industrial, na maioría dos casos en Europa, que trataban augas industriais. Hulshoff Pol *et al.* (1997) referiron a implantación da tecnoloxía anaerobia en países en desenvolvemento con máis de 300 plantas en funcionamento, aplicadas para o

tratamento de augas urbanas e industriais. Os mesmos autores (Hulshoff Pol *et al.*, 1997) presentaron datos sobre a aplicación desta tecnoloxía en países desenvolvidos (máis de 400 casos), nos que se limita unicamente a augas industriais. Estímase que hai uns 2500 dixestores anaerobios operando en Europa, e uns 400 tratando efluentes industriais, fundamentalmente na industria agroalimentaria, nos que se procesan anualmente 10^9 toneladas de residuos (Wheatley *et al.*, 1997).

O tratamento anaerobio de auga residual supón unha alternativa para o tratamento aerobio e está considerado economicamente favorable cando se trata de efluentes con concentracións de DQO por encima de 1000 mg/l (Lema *et al.*, 1991). Algúns autores (Lema *et al.*, 1991; Lettinga *et al.*, 1997) considérano pertinente, incluso para o tratamento de augas urbanas, mentres que outros (Switzenbaum, 1995) soamente o consideran aplicable nese campo cando se trata de climas cálidos.

1.1 Aspectos biolóxicos

A dixestión anaerobia é un proceso biolóxico por medio do cal a materia é descomposta en produtos gasosos (CH_4 , CO_2 , H_2 , H_2S) e nunha corrente de compostos reducidos que conteñen a maior parte do nitróxeno e do fósforo, as substancias que resultaron máis difíciles de degradar, e os compostos minerais (K, Ca, Mg, etc.) (Lema, 1986).

Suxeríronse diversos esquemas co fin de simplificar e sistematiza-la análise microbiolóxica, química, enerxética e cinética do proceso, facendo unha división do proceso completo en varias etapas ou fases, caracterizadas polos diferentes grupos bacterianos. O esquema máis aceptado (Lema, 1986) contempla tres pasos, que serían os seguintes:

- Hidrólise da materia orgánica suspendida e soluble de alto peso molecular.
- Degradación das moléculas orgánicas pequenas a varios ácidos graxos moleculares, e en último caso, ácido acético.
- Producción de metano, fundamentalmente a partir de ácido acético e hidróxeno e dióxido de carbono.

Na Figura 1.1 (adaptada de Henze e Harremões, 1983) móstrase un esquema máis detallado, incluíndo as etapas indicadas, onde se poden distinguir seis procesos – o valor da porcentaxe indica o fluxo de materia expresada en termos de DQO.

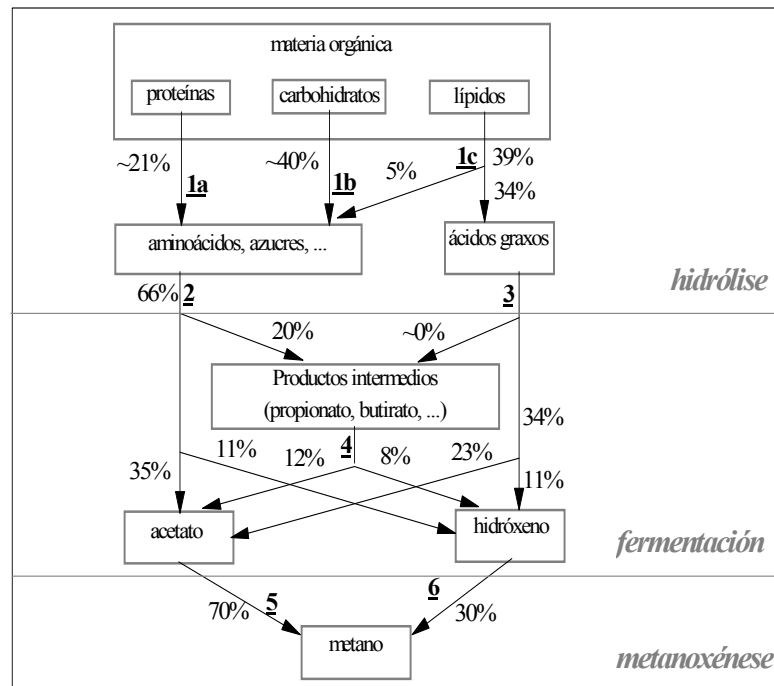


Figura 1.1. Esquema da dixestión anaerobia

A hidrólise da materia orgánica é un proceso levado a cabo por enzimas extracelulares e por procesos químicos, dependentes do pH do líquido. A maioría dos compostos poliméricos son hidrolizados en forma lenta. Os biopolímeros, coma as proteínas, carbohidratos e lípidos son hidrolizados (procesos 1a, 1b, 1c) a monómeros orgánicos, que poden ser utilizados polos organismos fermentativos – coma os aminoácidos ou azúcares (proceso 2) – ou ser oxidados (anaerobicamente) – coma os ácidos graxos (proceso 3). Os produtos resultantes poden ser acetato, hidróxeno ou produtos intermedios, coma os Ácidos Graxos Volátiles (AGV), transformados (proceso 4) a acetato e a unha mestura H_2/CO_2 polas bacterias produtoras de hidróxeno. A partir do hidróxeno (proceso 5) e do acetato (proceso 6) as bacterias metanoxénicas hidroxenófilas e acetoclásticas, respectivamente, producen metano.

A produción de ácido dá lugar ós ácidos acético, propiónico, n-butírico, iso-butírico, n-valérico e iso-valérico (Henze e Harremões, 1983). A velocidade de produción de ácido é elevada cando se compara coa velocidade de produción de metano, o que significa que unha achega repentina dos compostos facilmente degradables dará lugar a un incremento na produción de ácidos coa subseguinte acumulación. Paralelamente á produción de ácidos, fórmase amonio a partir da degradación de proteínas e aminoácidos.

A produción de metano a partir do ácido acético ou do hidróxeno e o dióxido de carbono é un proceso lento. Aproximadamente unha terceira parte do metano ten a súa orixe no hidróxeno molecular, de acordo co proposto por Jeris e McCarty (1965).

Lema *et al.* (1992) fixeron unha descrición máis precisa (9 etapas, que incluía as transformacións de N e S) das reaccións biolóxicas implicadas no proceso.

É importante sinalar que a velocidade global de todo o proceso de transformación está gobernada pola do proceso máis lento. Se o substrato é facilmente hidrolizable, a etapa máis lenta será a metanoxénica, debido ó baixo tempo de duplicación das especies implicadas. Polo contrario, se a materia que se trata é rica en polímeros complexos, como lignina e celulosa, a hidrólise podería estar dificultada pola baixa accesibilidade do substrato, e polo tanto, podería controla-la velocidade global do proceso.

A velocidade relativa dos diferentes procesos é moi distinta, tal e como se amosa na Táboa 1.1, xunto cos parámetros estequiométricos e cinéticos correspondentes a un modelo tipo Monod (Lema *et al.*, 1992).

Táboa 1.1. Valores típicos dos parámetros cinéticos das bacterias anaerobias de acordo co modelo de Monod

	¹ μ_{max}	² Y_b	³ K_s	⁴ r_s
	d^{-1}	g SSV/g DQO	g DQO/l	g DQO/g SSV·d
<i>Bacterias Acidoxénicas</i> (APOH)	2,0	0,15	0,2	13,0
<i>Bacterias Metanoxénicas</i> (<i>Methanosaeta sp.</i>)	0,16	0,05	0,037	2,0
<i>Bacterias Metanoxénicas</i> (<i>Methanosarcina sp.</i>)	0,45	0,05	0,35	9,0
<i>Biomasa Anaerobia</i> (valor global no dixestor)	0,1-0,45	0,18	0,1-1,4	0,5-2,5

¹ μ_{max} velocidade específica máxima de crecemento

² Y_b rendemento de biomasa

³ K_s constante de afinidade polo substrato

⁴ r_s velocidade de degradación de substrato

Se un dos produtos intermedios, é dicir, o substrato para a etapa seguinte, se acumula por algunha razón, podería haber efectos inhibitorios, ben coma produto na súa reacción de formación, ou coma substrato na seguinte.

Cabe destacar que a degradación aerobia predomina sobre a fermentación anaerobia cando hai osíxeno presente. Isto é debido ós altos rendementos enerxéticos asociados ó metabolismo aerobio (Switzenbaum, 1995), motivo polo

que a descomposición de carbono con osíxeno prevalece sobre a degradación sen aceptadores externos de electróns.

1.2 Aspectos químicos

Un dixestor anaerobio pode ser considerado como un reactor químico con tódalas súas peculiaridades, onde teñen lugar unha serie de procesos de transformación, que poden ser considerados como un grupo de reaccións químicas. O proceso global segue un esquema moi complexo de reaccións múltiples, que pode ser considerado como un proceso en serie, aínda que algunhas etapas poderían representarse mellor como proceso en serie/paralelo ou en paralelo (Lema *et al.*, 1991).

1.2.1 Estequiometría e balances

Dende un punto de vista estequiométrico, a transformación en metano dunha materia orgánica pode considerarse como unha transmutación completa en CH₄ e CO₂, respectivamente os compostos máis reducido e máis oxidado do carbono. Teoricamente, un coñecemento detallado da materia que se vai degradar permite determina-la cantidade e composición do biogás producido. De feito, debido á natureza da auga residual – con substancias que van variando no tempo – é imposible facer unha predicción precisa de ámbolos valores (composición e produción).

Fixéronse algúns intentos para relaciona-la produción de metano e a composición do biogás a partir da DQO ou do COT da alimentación. Asumindo que toda a DQO se transforma, pódese calcula-la produción de metano a partir do balance de DQO (Lema *et al.*, 1992), que, en estado estacionario, sería:

$$DQO_{in} = DQO_{out} = DQO_{CH_4}$$

Tendo en conta que a DQO do metano é de 4g O₂/g CH₄, produciranse 0,25 kg de metano a partir de cada kg de DQO alimentada. Eso corresponde a 1 atm de presión e 25 °C, a 0,382 m³ de metano. De feito, o 5-10 % da DQO degradada transfírese á nova biomasa sintetizada, polo tanto a produción de metano real pódese estimar en 0,34-0,36 m³ por cada kg de DQO degradada (Lema *et al.*, 1992).

En realidade a produción de metano non ten en conta toda a DQO procesada debido á presenza eventual de compostos lentamente biodegradables e á necesidade de manter un TRH razoable; de aí que o valor estimado, correspondente

a un rendemento dun 100 %, debe ser axustado ó rendemento real do reactor, que depende da auga residual, do tipo de reactor e das condicións de operación.

A composición do metano no biogás producido pode estimarse aproximadamente a partir da seguinte fórmula, tomada de Lema *et al.* (1992):

$$\% \text{CH}_4 = \{0,5 - [4 - 1,5 \cdot (\text{DQO}/\text{CT})] / 8\} \cdot 100$$

Sen embargo, os valores reais poden diferir dos calculados debido a que o pH afecta de forma decisiva á solubilidade do CO₂ e con iso, a composición do biogás.

1.2.2 Termodinámica

Dende un punto de vista termodinámico, pódese observar que, aínda que o proceso é globalmente exotérmico, unha grande fracción do contido enerxético dos reactivos permanece nos produtos, maiormente no metano. É por iso que soamente unha pequena cantidade de enerxía está dispoñible para o crecemento bacteriano, polo que é necesario contar cun sistema que permita a retención bacteriana cando se traballa con reactores anaerobios. Esta é unha das grandes diferencias cos sistemas aerobios.

Tamén se pode apreciar que algunhas das reaccións clave son termodinamicamente imposibles a non ser que a concentración dun dos produtos (por exemplo, o hidróxeno na degradación de compostos de alto peso molecular para producir AGV polas bacterias-productoras-obrigadas-de-hidróxeno) se manteña nun nivel extremadamente baixo (Thauer *et al.*, 1977; Harper e Pohland, 1986).

1.2.3 Condicións ambientais

As condicións ambientais fisico-químicas (pH, P, T) poden afectar de forma moi importante ó proceso (Lema *et al.*, 1991). Por exemplo o pH é o factor clave no equilibrio de disociación dalgúns produtos intermedios (AGV) que dan lugar a efectos inhibitorios nalgúns casos. A solubilidade do dióxido de carbono, que afecta á capacidade tampón do medio, depende tamén de forma moi importante das condicións fisico-químicas do ambiente.

Pódense distinguir tres rangos de temperatura con respecto á actividade da biomasa: psicrófilo (5-20°C), mesófilo (20-40°C) e termófilo (50-70°C). As temperaturas de operación óptimas, dende un punto de vista enerxético, están entre 35 °C e 55 °C (Nyns, 1986); a maioría dos reactores industriais existentes operan no rango mesófilo. Lettinga (1995) observou que os rangos mesófilo e termófilo son os mellores para favorece-la granulación da biomasa e Weiland e Rozzi (1991)

fixaron os rangos de temperatura 33-37 °C e 50-55 °C, respectivamente, para os procesos mesófilo e termófilo.

Na Figura 1.2 móstrase a influencia da temperatura na actividade dos diferentes organismos mesófilos e termotolerantes no rango mesófilo.

Os organismos metanoxénicos en particular, son moi sensibles ós cambios de temperatura, como pode verse na Figura 1.2 e recoméndase operar entre 35 °C e 37 °C, definidos como os valores óptimos para o desenvolvemento das bacterias metanoxénicas mesófilas (van den Berg, 1977).

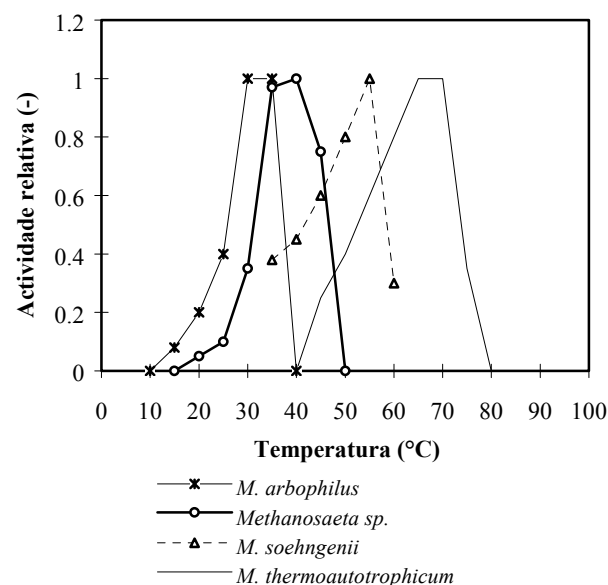


Figura 1.2. Influencia da temperatura na actividade dos diferentes microorganismos no rango mesófilo, termo-tolerante e termófilo

Cando a temperatura é menor que 20 °C, a dixestión dos substratos complexos está, normalmente, limitada pola velocidade da etapa hidrolítica. No rango psicrófilo, e debido á baixa velocidade de crecemento anaerobio a baixas temperaturas, é necesario face-la posta en marcha do reactor a valores superiores a 35 °C (Salkinoja-Salonen *et al.*, 1983).

Por motivos de aforro enerxético, só se considera a operación no rango termófilo cando o efluente presenta unha temperatura superior a 50 °C.

De acordo co modelo proposto por Young e Yang (1989) para o rango mesófilo, a eficacia de tratamento do reactor pódese calcular como unha función da temperatura.

$$E_{(T)} = E_{(30)} \cdot t^{(T-30)} \quad 30\text{ }^{\circ}\text{C} < T < 40\text{ }^{\circ}\text{C}$$

onde:

$E_{(T)}$ Eficacia a T (°C)

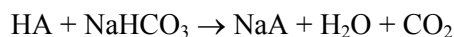
$E_{(30)}$ Eficacia a 30 C

t coeficiente de temperatura (1,01-1,02)

De acordo con esta ecuación, variacións de temperatura de 5 °C dan lugar a cambios na porcentaxe de eliminación de DQO dun 10 %.

Da mesma maneira, tódolos grupos tróficos implicados no proceso teñen un valor óptimo de pH, que corresponde a 7,2-7,4 para as bacterias hidrolíticas, 6,0-6,2 para as acidoxénicas e 6,5-7,5 para as metanoxénicas. Cando o pH descende por debaixo de 6,5, a actividade metanoxénica descende (de feito para totalmente a pH 5,5). Baixo esas condicións de operación o pH podería seguir baixando, debido á limitada actividade dos outros grupos bacterianos, que pararían finalmente a pH 4,5.

A alcalinidade, en concreto a alcalinidade parcial, pode axudar a mante-los valores óptimos de pH, subministrando a capacidade tampón necesaria. De feito a presenza de bicarbonato – o tampón máis activo na dixestión anaerobia – pode axudar a neutraliza-los AGV formados durante a fase de fermentación, de acordo coa seguinte reacción (Rozzi, 1986):



onde HA representa un ácido xenérico que se disocia nos ións A^- e H^+ . Segundo esto, é necesario dispoñer dunha alcalinidade suficiente, estimada en 1,5 g/l (Lema e Méndez, 1997), para o funcionamento adecuado dos sistemas anaerobios. A alcalinidade total, debida ó bicarbonato e ós AGV, non ten por si mesma unha influencia directa sobre a actividade bacteriana, pero pode achegar información sobre as condicións do proceso.

Os rendementos bacterianos son bastante baixos na dixestión anaerobia, así que a necesidade de nutrientes é tamén relativamente baixa; sen embargo é preciso adicionar algúns nutrientes, fundamentalmente nitróxeno e fósforo. Unha fórmula adoptada frecuentemente para a composición bacteriana é $\text{C}_5\text{H}_9\text{O}_3\text{N}$ a partir da que se pode asumir unha relación DQO/N de 11,4, mentres que o contido en fósforo está xeralmente relacionado con nitróxeno nunha proporción entre 1:5 e 1:7. Considerando o rendimento bacteriano coma o mostrado na Táboa 1.1, dedúcese unha necesidade de 443/7/1 para a proporción DQO/N/P (Lema *et al.*, 1992). Na literatura pódense encontrar outros valores similares, coma o proposto por Henze e Harremöes (1983) de 350/7/1.

1.2.4 Cinética

Dende un punto de vista cinético, debe sinalarse que os tempos de reacción son bastante longos (Lema *et al.*, 1992) – os tempos de operación mídense en horas, ou incluso en días. Na Táboa 1.1, pódese observar que as velocidades de crecemento máximo (μ_{\max}) son baixas en comparación con outros procesos biolóxicos. As constantes de afinidade (K_s) son pequenas, especialmente no caso das bacterias consumidoras de hidróxeno, e permiten a operación a concentracións de substrato moi baixas (Lema *et al.*, 1992). Tamén se poden apreciar as diferencias significativas nos parámetros de cada etapa, explicando isto a facilidade coa que se pode producir acumulación de produtos intermedios e os problemas de estabilidade que eso implica.

Algunha das etapas de reacción pode ser retardada ou incluso parada (inhibición total ou parcial) debido a substancias químicas que acompañan ó substrato ou que son producidas durante o proceso e non se eliminan na cantidade ou á velocidade necesarias, coma os AGV, H_2S , NH_4^+ (Lema *et al.*, 1992).

1.3 Vantaxes e limitacións

O tratamento anaerobio de augas residuais ofrece varias vantaxes, que consisten fundamentalmente no baixo consumo enerxético, na baixa produción de lodo e na baixa necesidade de nutrientes (Rintala, 1991). Speece (1996) presenta unha lista completa das vantaxes, das que se extraeron as seguintes.

- Os requirimentos enerxéticos son menores que no caso da dixestión aerobia. De feito, no caso do tratamento aerobio hai que facer unha achega constante de osíxeno, que resulta nun consumo de 0,5-2,0 kWh/kg DQO eliminado (Lema, 1986); na dixestión anaerobia, nalgúns casos, requírese da achega de enerxía en función das condicións climáticas para manter unha temperatura mínima no reactor, que no caso dos sistemas de alta carga está arredor de 25 °C (Hickey *et al.*, 1991), pero este consumo vese compensado pola produción de metano, que potencialmente supón arredor de 3,5 kWh/kg DQO (Speece, 1996).
- O exceso na produción de lodo é menor que no caso dos procesos aerobios: a biomasa xerada supón do 5 ó 20 %, como moito, da que se produce nun proceso aerobio. Evidentemente, isto significa que se manexan volumes de biomasa menores e que se precisan menores espazos para as instalacións.

- A demanda de nutrientes é inferior que nos procesos aerobios, sendo esta unha consecuencia directa da menor síntese bacteriana.
- Os custos vense reducidos en función dos requirimentos enerxéticos. De acordo cos prezos US, o aforro económico asociado á biodegradación anaerobia (vs. aerobia) supón da orde de 200 \$/kg DQO eliminada.
- A grande estabilidade do proceso, unha vez que se acadaron as condicións de operación, é outro dos puntos vantaxosos da biotecnoloxía anaerobia. Young e Young (1991) establecen que a alta estabilidade do proceso baixo diferentes condicións de operación está amplamente demostrada. Por outro lado, o reducido descenso da capacidade endóxena durante os procesos de non operación permite a aplicación deste proceso a augas producidas de forma estacional.
- Recentemente descubriuse que o tratamento anaerobio se pode aplicar para degradar compostos recalcitrantes, como compostos aromáticos ou hidrocarburos clorados (Switzenbaum, 1995).

Outros beneficios asociados coa biotecnoloxía anaerobia son as altas cargas orgánicas (de 5 a 10 veces maiores) debido a que non existe o problema da limitación na transferencia de osíxeno, menor formación de espuma, menor requirimento de atención sobre a operación e a posibilidade de evita-la polución pola saída de gas.

As limitacións da biotecnoloxía anaerobia tamén foron sinaladas por Speece (1996):

- A longa duración do período de start-up debido ó lento crecemento da biomasa.
- A necesidade de adición externa de alcalinidade cando se traballa con augas diluídas ou con augas ricas en carbohidratos, co fin de neutraliza-lo CO₂ e os AGV. De feito, este punto está considerado como o de maior custo operacional (Hickey *et al.*, 1991);
- En xeral, a calidade do efluente é peor que a equivalente nun tratamento aerobio, o que limita o uso da tecnoloxía anaerobia como tratamento único ós casos nos que non hai requirimentos moi estrictos de vertido.
- Cando se traballa con pequenas cantidades de auga diluída, o almacenamento de metano podería non ser vantaxoso economicamente, xa que se necesita dunha grande inversión de capital, e nese caso o balance económico do proceso podería non ser favorable.

- A xeración de olores, especialmente no caso de augas ricas en sulfatos, pode ser un problema aínda que normalmente os sistemas anaerobios están sempre pechados e dispoñen de dispositivos para captura-lo biogás
- Non é posible a nitrificación.
- Os compostos alifáticos clorados son máis tóxicos para os metanóxenos que para as bacterias heterótrofas aerobias.

A maioría das desvantaxes mencionadas poden evitarse, e pódese obter bos resultados explotando a complementación dos procesos aerobios e anaerobios nunha aplicación en serie con dous tratamentos, na que o sistema aerobio se empregaría na segunda etapa de tratamento (Lema e Méndez, 1997).

1.4 Características dos tipos de reactores fundamentais

Téñense implementado diferentes esquemas de reactores dende a primeira aplicación da biotecnoloxía anaerobia. A multiplicidade pode afastar do concepto básico de reactor, presentado na Figura 1.3. O obxectivo é acadar unha separación clara de Tempo de Retención Hidráulico (TRH) e Tempo de Retención Celular (TRC), e dende este punto de vista os chamados reactores de alta carga son particularmente interesantes, xa que son máis efectivos que os reactores de primeira xeración onde a separación da biomasa se obtiña por sedimentación. Nos filtros anaerobios e nos leitos expandidos/fluidizados a acumulación de biomasa é debida ó desenvolvemento dun biofilme sobre a superficie dun soporte, mentres que nos UASB (Upflow Anaerobic Sludge Blanket) isto sucede polo desenvolvemento de gránulos cunhas propiedades de sedimentación moi boas. Por outro lado, probáronse e implementáronse diferentes configuracións híbridas baseadas nas básicas que se describen a continuación.

Táboa 1.2. Parámetros de operación típica para os diferentes tipos de reactores anaerobios (Weiland e Rozzi, 1991; Lema e Méndez, 1997)

	<i>CA</i>	<i>FA</i>	<i>UASB</i>	<i>EB/FB</i>
<i>VCO (kg COD/m³·d)</i>	2-7	20	16	33
<i>Conc. influente (kg DQO/m³)</i>	18	40	20	10
<i>Conc. biomasa (kg VSS/m³)</i>	5-10	5-20	30-50	10-40

Na Táboa 1.2 preséntanse resumidos algúns valores típicos para os diversos tipos de reactores (Weiland e Rozzi 1991).

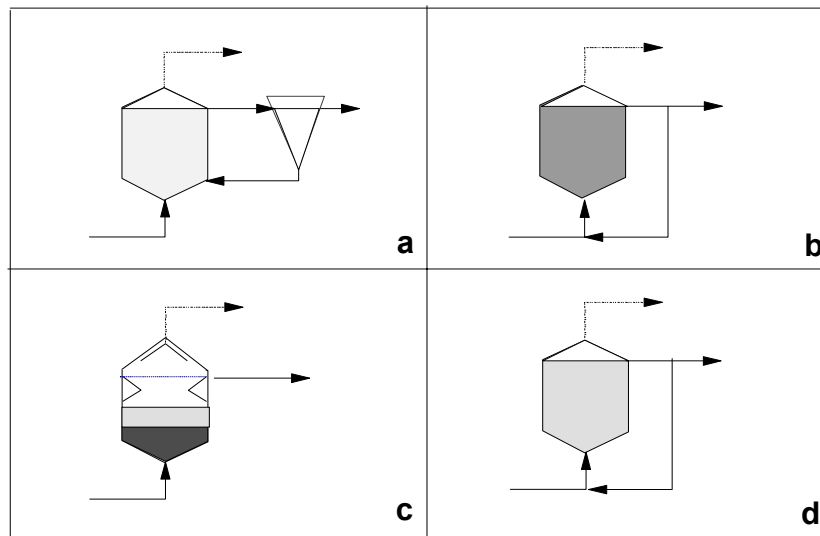


Figura 1.3. Esquema dos tipos de reactores básicos: a) contacto anaerobio; b) filtro anaerobio - FA (UAF - upflow anaerobic filter); c) UASB/EGSB (Upflow Anaerobic Sludge Blanket/Expanded Granular Sludge Bed); d) reactor de leito expandido/fluidizado (EB/FB - Expanded Bed/Fluidized Bed)

1.4.1 Reactor de Contacto Anaerobio (CA)

Tamén se denomina “proceso anaerobio de lodos activos” xa que de feito é moi similar ó proceso aerobio de lodos activos (Figura 1.3 a). A acumulación de biomasa conséguese mediante a sedimentación, pero a súa separación non é sempre efectiva debido a que o biogás pode arrastrar partículas de biomasa, dando lugar a problemas de bulking, ou debido á baixa sedimentabilidade do lodo.

1.4.2 Filtro Anaerobio (FA)

Trátase de sistemas similares ós filtros aerobios de escorregamento. Este sistema consegue a acumulación de biomasa no material de recheo, como poden ser aneis. O fin deste material é aportar unha grande superficie para a adhesión da biomasa. A rugosidade, porosidade e accesibilidade dos nutrientes son os factores que se cre que teñen unha maior influencia na adhesión da biomasa (Hickey *et al.*, 1991). O tipo de auga residual pode ser tamén un factor relevante. Materias coma PVC, barro ou cerámica son os máis empregados como recheo.

Os filtros anaerobios (FA) poden ser de fluxo ascendente (Figura 1.3 b) ou de fluxo descendente. O primeiro é máis indicado cando o contido en sólidos suspendidos é

baixo e o último non é tan sensible ó contido de sólidos xa que se descargan co efluente.

1.4.3 Upflow Anaerobic Sludge Blanket (UASB/EGSB)

Este sistema foi desenvolvido a principios dos anos oitenta (Lettinga *et al.*, 1980, 1984) e trátase indubidablemente do sistema de alta carga máis amplamente empregado (Weiland e Rozzi, 1991; Driessen e Yspeert, 1998). A auga residual entra na base do reactor a través dun primeiro estrato de lodo expandido (leito) e logo a través dun segundo que será o blanket onde se separa o biogás dos gránulos, que caen de novo no leito (Figura 1.3 c). O lodo mantense expandido polo caudal de influente e polo gas producido. Non se require da presenza dun soporte xa que a biomasa forma gránulos (de aprox. 1 mm de diámetro) que se manteñen dentro do sistema debido ás súas propiedades de sedimentación, permitindo esta selección continua da biomasa. Un separador de biogás no tope do reactor permite a recollida do biogás.

O reactor EGSB (Expanded Granular Sludge Bed) ou reactor de leito de lodos expandido, supón unha versión moi prometedora dos reactores UASB nos que se opera a elevadas velocidades ascensionais. Nestes sistemas emprégase lodo granular adaptado e pódense aplicar ó tratamento de augas residuais de baixa carga (Kato *et al.*, 1994) incluso a temperaturas inferiores ós 10° C (Rebac *et al.*, 1995). Os sistemas EGSB resultan así mesmo moi interesantes para o tratamento de substratos que presentan unha toxicidade considerable como pode se-lo ácido láurico (Rinzema *et al.*, 1993). Aplicáronse con éxito versións especiais do concepto EGSB a escala industrial (Vellinga *et al.*, 1986; Yspeert *et al.*, 1993; Versprille *et al.*, 1994).

1.4.4 Reactores de leito expandido/fluidizado (Expanded/fluidised bed, EB/FB)

O influente entra a través dun sistema de distribución na base do leito, no que se atopa o soporte, que pode ser area, carbón activo, etc., a unha velocidade suficiente para expandir ou fluidiza-lo soporte (Figura 1.3 d).

Trátase dun sistema que non é moi sensible ós problemas de colmatación e permite operar con elevadas velocidades de carga volumétrica. Sen embargo existen moi poucas aplicacións a nivel industrial deste tipo de reactores, debido probablemente a problemas operacionais, especialmente nos leitos fluidizados.

2 Control e modelización da posta en marcha de equipos de tratamento anaerobio de alta carga

2.1 Control da dixestión anaerobia

O control dun reactor tenta manter un entorno apropiado en resposta ás variacións das características do influente (caudal, composición), así coma das condicións no interior do sistema. As situacións típicas que requiren control son a fase de posta en marcha e sobrecargas de alimentación ou shocks producidos pola entrada ó dixestor de substancias tóxicas. O control da dixestión anaerobia é, en xeral difícil, debido á complexidade das reaccións implicadas e ós tempos extremadamente longos de reacción, que fan que os mecanismos de control feed-back non sexan eficientes (Lema *et al.*, 1991).

O control pode basearse na adición/eliminación dun composto químico ou no control da velocidade de carga de influente (Rozzi, 1991). Esta última pode ser considerada unha opción máis efectiva, xa que afecta á perturbación directamente e non trata unicamente de restablecer temporalmente as condicións ambientais do sistema. Obviamente, isto soamente é posible cando está previsto que se poida producir unha acumulación de auga residual.

Ámbalas técnicas de control deben usarse baseándose nun grupo de regras, ou eventualmente nun modelo do proceso, e na monitorización do sistema.

As dúas estratexias sinaladas poden combinarse, controlando en primeiro lugar o reactor mediante a adición química, como podería se-la subministración de alcalinidade, e por outro lado, se a perturbación é moi forte, por estrangulamento da alimentación (Rozzi, 1991).

Sen embargo, non existe unha estratexia de control óptima en ningún caso práctico, da mesma maneira que non hai un reactor único adecuado para cada auga residual. A elección debe depender do tipo de reactor así coma da auga residual, da dispoñibilidade de espazo e das condicións de operación, aínda que algúns investigadores observaron que os parámetros e estratexias de operación para levar a cabo o control do proceso son similares para calquera tipo de reactor (Weiland e Rozzi, 1991).

Téñense proposto diversos softwares e sistemas para o control da dixestión anaerobia, que logo foron implementados e testados con éxito en casos específicos a escala laboratorio e piloto industrial (Lapointe *et al.*, 1989; Ehlinger *et al.*, 1994; Chynoweth *et al.*, 1994; Hawkes *et al.*, 1994; Rozzi *et al.*, 1995; Giraldo e Duque, 1998; Pullammanappallil *et al.*, 1998). Holst *et al.* (1995) propuxeron un sistema de control baseado na medida do pH, do caudal de biogás e da composición de H₂ no biogás, que permite a regulación do caudal de alimentación, mediante a

implementación dun algoritmo de control via PLC. Este sistema, baseado nun traballo anterior de Moletta *et al.* (1994), foi testado nun reactor industrial de leite fluidizado que trata viñazas, e acadou unha velocidade de carga orgánica de 40 kg COD/m³·d en 3 semanas mantendo a estabilidade do equipo.

2.2 Modelización da dixestión anaerobia

Debido á complexidade das reaccións implicadas resulta moi difícil describi-lo proceso con modelos matemáticos. Algúns autores desenvolveron modelos complexos, dende os que consideran un grupo simple de bacterias e un único substrato (Andrews, 1969) ata os que teñen en conta catro poboacións bacterianas e unha variedade de produtos intermedios e finais (Mosey, 1983; Rozzi *et al.*, 1985; Costello *et al.*, 1991a,b); algúns modelos inclúen estatística e control adaptativo das medidas (Renard *et al.*, 1988; Jones *et al.*, 1989; Polihronakis *et al.*, 1993; Dochain, 1995). Sen embargo, algúns autores consideran que estes modelos soamente son aplicables en estudos de investigación (Iza *et al.*, 1991), debido ós problemas que supoñería a estimación de parámetros e a verificación do modelo usando datos de operación reais (Hickey *et al.*, 1991). Polo tanto semella ser un paso necesario a monitorización dos problemas antes de aplicar modelos complexos que requiran datos que non se poden subministrar con suficiente precisión e rapidez. Jones e Hall (1989) concluíron que un modelo só pode ser considerado efectivo para os propósitos de control se dá prediccións satisfactorias un TRH antes de que teña lugar a perturbación do proceso.

Os modelos simplificados que implican poucas variables son máis fáciles de aplicar en casos reais nos que a capacidade de monitorización está limitada e se require rapidez. Así, resultan vantaxosos os modelos extensivos de caixa negra con respecto ós intensivos, xa que estes últimos requiren da entrada de diversos datos microscópicos e en calquera caso, non poden describir tódolos mecanismos microbianos de forma precisa (Mejías Sánchez *et al.*, 1996), pola complexidade ou mesmo os cambios que se producen no proceso debido ás variacións do influente ou das condicións de operación.

A maioría das estratexias de control baséanse na monitorización dun número de indicadores do proceso que subministran información complementaria (Switzenbaum *et al.*, 1990; Vanrolleghem, 1995). Durante os últimos anos, fixéronse unha serie de esforzos para atopar mellores indicadores da monitorización do proceso (Denac *et al.*, 1988; Switzenbaum *et al.*, 1990; Guiot *et al.*, 1995; Guwy *et al.*, 1995; Vanrollenghem, 1995), facendo especial fincapé nas variables da fase gas. Un indicador ideal sería aquel que fose fácil de medir, que estivese dispoñible en tempo real e nunha base *on-line* e, por suposto, que teña un significado intrínseco que reflicte o estado metabólico do sistema no momento de

medida (Switzenbaum *et al.*, 1990). De acordo con iso, a información fiable sobre o sistema para poder levar a cabo o control, resulta da combinación dos datos dispoñibles *on-line*, das medidas intermitentes *off-line* e dun maior coñecemento e entendemento dos mecanismos microbianos (Hickey *et al.*, 1991).

2.3 Parámetros de control

Un achegamento ó exame dos posibles parámetros de control podería basearse na fase de proceso da que son tomados os indicadores.

2.3.1 Fase sólida

As medidas da fase sólida, como a determinación dos parámetros cinéticos da biomasa ou os tests de actividade metanoxénica serían de grande importancia, xa que están estritamente conectados á biomasa, pero desafortunadamente a súa determinación non se pode levar a cabo *on-line* nin nunha base de tempo real (Switzenbaum *et al.*, 1990; Hickey *et al.*, 1991).

2.3.2 Fase líquida

Os parámetros da fase líquida son os máis comunmente empregados (Soto *et al.*, 1993a, b). As medidas de pH, AGV, e alcalinidade indican os desequilibrios que están a ocorrer e a capacidade tampón do sistema. A concentración de substrato, expresada como COT ou DQO non está considerada coma de suficiente poder discriminatorio para poder detectar un estado de inestabilidade (Weiland e Rozzi, 1991).

O *pH* ten efectos importantes sobre a actividade bacteriana, e tense desenvolveuse instrumentación para a súa medida *on-line* que está sendo empregada actualmente. Sen embargo, o pH non é un parámetro moi sensible e a súa variación, condicionada pola capacidade tampón do sistema (Rozzi, 1991), é, en realidade, o resultado dun desequilibrio avanzado, e polo tanto non resulta útil como indicador preventivo de alarmas (Switzenbaum *et al.*, 1990).

Os *AGV* (Ácidos Graxos Volátiles) acumúlanse cando a acidoxénese e a metanoxénese presentan un desequilibrio, o que é típico de situacións de estrés. Existen algunhas propostas de métodos de determinación de *AGV on-line* (Powell e Archer, 1989; Rozzi *et al.*, 1985). Algúns autores (Switzenbaum *et al.*, 1990) consideran que a monitorización de *AGV* sería útil soamente no caso de fallos de desenvolvemento lento, e polo tanto inadecuados para sistemas de alta carga, xa

que soamente se podería apreciar a variación da concentración cando a desestabilización xa acade un estado avanzado.

O descenso de *Alcalinidade* é directamente proporcional ó incremento de AGV e polo tanto á desestabilización do reactor: a relación AI/AT (Alcalinidade Intermedia/Alcalinidade Total) está estritamente relacionada coa acumulación de AGV. Unha concentración suficiente de alcalinidade funcionaría como medio preventivo contra os cambios de pH e contra a interrupción da metanoxénese, e ese é o motivo polo que habitualmente se subministra bicarbonato ó medio. Isto pode supor un custo relevante no proceso (Speece, 1996), e polo tanto unha razón para que se implemente un sistema de control de alcalinidade. Varios autores (Powell e Archer, 1989; Hawkes *et al.*, 1993, 1994; Guwy *et al.*, 1995 e de Haas e Adam, 1995) estudaron e testaron dispositivos para a súa monitorización *on-line* e afirman que a monitorización da alcalinidade é unha ferramenta útil para detectar sobrecargas de forma rápida, empregándoa como parámetro de control na dixestión anaerobia (Ripley *et al.*, 1986; Moosbrugger *et al.*, 1993a, 1993b; de Haas e Adam, 1995; Wilcox *et al.*, 1995; Buchauer, 1998). Sen embargo, algúns autores non consideran a alcalinidade o suficientemente rápida para considerala un indicador eficaz. Switzenbaum *et al.* (1990) sosteñen que a utilidade da alcalinidade non está establecida cando se traballa en sistemas que poden estar sometidos a stres provocados por substancias tóxicas.

Aínda que a caracterización da fase líquida está recoñecida coma fonte de indicadores adecuados sobre o estado do sistema, e existe moito traballo realizado nesa dirección para implementar estes indicadores *on-line*, algúns investigadores (Switzenbaum *et al.*, 1990) obxectan que as variacións destes parámetros son o resultado de desequilibrios que deben ser evitados e consideran que as técnicas de medida actuais son problemáticas a longo prazo porque precisan de calibración e mantemento.

2.3.3 Fase gas

Os indicadores da fase gas foron adaptados para a monitorización *on-line* de forma xeralizada, xa que non existen os problemas que trae consigo a toma e preparación da mostra, que afecta ós parámetros da fase líquida. A produción de gas e a composición de metano son especialmente bos indicadores do estado do reactor (Hickey *et al.*, 1991). Un descenso na produción de metano con respecto á carga orgánica do influente, indica un exceso de AGV na fase líquida. Algúns autores (Switzenbaum *et al.*, 1990; Hickey *et al.*, 1991) opinan que a variación da produción de metano soamente é apreciable cando a situación de desestabilización xa está nun estado avanzado. Ademais as variacións na produción de metano deben interpretarse comparándoas coa carga orgánica do influente (Switzenbaum *et*

al., 1990) e están indirectamente relacionadas coa alcalinidade do bicarbonato, xa que afecta á produción de CO₂ (Rozzi, 1991).

2.3.4 Gases traza

Outros gases presentes en pequenas cantidades, coma CO ou H₂ están considerados indicadores interesantes xa que se trata de produtos intermedios que poderían ser alarmas en situación de desequilibrio entre os grupos tróficos, antes de que se chegue a un estado de desestabilización no sistema. O tempo de resposta teórico para diferentes substancias móstrase na Táboa 1.3 (Switzenbaum *et al.*, 1990). Obtivéronse resultados interesantes con este tipo de indicadores traza, aínda que debido ó coñecemento incompleto da ecoloxía dentro do dixestor, e a que o seu papel nas rutas metabólicas non está perfectamente definido, é necesario o uso destes indicadores traza xuntamente cos indicadores convencionais do estado do proceso (Denac *et al.*, 1988; Switzenbaum *et al.*, 1990; Hickey *et al.*, 1991; Guiot *et al.*, 1995; Guwy *et al.*, 1995; Vanrollenghem, 1995).

Táboa 1.3. Tempo de resposta teórico para diferentes indicadores

<i>Substancia</i>	<i>Tempo de resposta</i>
H ₂	15 s
CO ₂	1 h
Acetato	2 h
Propionato	4 h
CH ₄	2 d
CO	(*)

(*) Posiblemente relacionado co do H₂

O Hidróxeno está presente en cantidades nun rango de 15-200 ppm en estado estacionario (Soto *et al.*, 1993a). Trátase dun produto intermedio importante na fermentación do metano, sendo xerado polas bacterias formadoras de ácidos durante a hidrólise dos carbohidratos e doutros substratos, e a posterior oxidación dos ácidos graxos volátiles de elevado peso molecular. O hidróxeno é consumido polas bacterias produtoras de metano consumidoras obrigadas de hidróxeno (Hickey e Switzenbaum, 1991). Varios investigadores encontraron que un incremento na concentración de H₂ precede a un estado de desequilibrio no reactor (Moletta, 1998); eso podería facer do hidróxeno un indicador de desestabilización excepcional. Por outro lado algúns autores (Hawkes *et al.*, 1994) obxectan que a monitorización do hidróxeno é relativamente cara e soamente aplicable en condicións controladas a nivel laboratorio. Ademais Speece (1996) observou que non existe variación de H₂ (acumulación) cando se produce inhibición pola presenza dalgún tipo de tóxicos. Finalmente, a razón dos cambios na concentración de hidróxeno non é sempre evidente (Switzenbaum *et al.*, 1990).

O CO está presente na fase gasosa en concentracións nun rango de 10-100 ppm (Soto *et al.*, 1993a) e pénsase que está relacionado coa conversión do acetato a metano. Hickey e Switzenbaum (1991) observaron a estreita relación entre os AGV e o CO durante uns experimentos realizados a escala laboratorio con lodo activado. A monitorización do CO semella ser unha estratexia interesante para poder controla-los procesos anaerobios. Sen embargo, necesitaríase realizar máis traballo para confirmar esta suposición (Hickey e Switzenbaum, 1991).

2.4 Posta en marcha

O obxectivo da posta en marcha de reactores anaerobios de alta carga é desenvolver e reter altas concentracións de biomasa activa e balanceada dentro do reactor (Rintala, 1991). Isto obtense polo incremento progresivo da velocidade de carga orgánica ata o valor de deseño (Soto *et al.*, 1993a) e usando unha pequena cantidade de biomasa madura procedente doutro reactor como inóculo. A VCO inicial debe ser bastante baixa, aproximadamente 0,1 kg DQO/kg SSV·d e de feito, antes de que se acade o estado estacionario poden ser necesarios de 4-8 meses ou incluso máis dun ano cando se trata de procesos termófilos (Henze e Harremões, 1983).

Tódolos procesos anaerobios teñen problemas de posta en marcha (Henze e Harremões, 1983), debido ós baixos rendementos celulares dos microorganismos metanóxenos. En particular, os reactores UASB e os leitos fluidizados/expandidos semellan se-los que dan máis problemas, en comparación cos filtros anaerobios ou con outros reactores que non son de alta carga (Henze e Harremões, 1983; Rintala, 1991; Speece, 1996).

As dificultades máis típicas asociadas a cada tipo de reactor aparecen na Táboa 1.4, tomada de Weiland e Rozzi (1991), encontrando que a longa duración da posta en marcha é unha das máis importantes desvantaxes que leva consigo a dixestión anaerobia.

A duración da posta en marcha depende de numerosos parámetros biolóxicos, químicos e físicos. Está influenciada pola composición e concentración da auga residual, polo volume, actividade e capacidade de adaptación do inóculo, por parámetros ambientais, parámetros operacionais e pola configuración, xeometría e tamaño do reactor (Bermúdez *et al.*, 1988; Hickey *et al.*, 1991; Weiland e Rozzi, 1991).

Hai unha forte conexión entre os citados parámetros, e así para unha auga residual determinada e un tipo de reactor de alta carga, a posta en marcha do sistema depende soamente nun grao limitado do tipo de reactor e da configuración do

mesmo e nun grao considerable da cantidade e calidade da biomasa inoculada e dos parámetros ambientais e operacionais (Weiland e Rozzi, 1991).

Táboa 1.4. Problemas típicos na posta en marcha de reactores de alta carga

UASB	FA	EB/FB
<ul style="list-style-type: none"> • <i>formación de lodo granular</i> • <i>altos custos e baixa dispoñibilidade do lodo granular</i> • <i>control da altura do leito de lodo</i> • <i>baixa mestura na fase líquida a baixas velocidades de carga</i> 	<ul style="list-style-type: none"> • <i>definición de aditivos ou condicións que melloren a adhesión da biomasa</i> • <i>medida da biomasa retida</i> • <i>velocidade de recirculación adecuada do efluente</i> • <i>distribución uniforme do inóculo</i> 	<ul style="list-style-type: none"> • <i>interacción particular a baixas velocidades de produción de gas</i> • <i>fluidización inicial do medio de soporte</i> • <i>perda de biomasa</i> • <i>coagulación do soporte despois dunha desestabilización</i> • <i>definición dos aditivos ou condicións que melloren a adhesión da biomasa</i>

Teñense observado e estudado en casos específicos algunhas influencias dos factores citados sobre o desenvolvemento da biomasa, especialmente sobre a adhesión ou granulación, dependendo do tipo de reactor, encontrándose datos contradictorios na literatura (Hickey et al., 1991), fundamentalmente debido á natureza complexa das interaccións implicadas no proceso. De feito, non están aínda claros tódolos factores que afectan ó proceso de adhesión da biomasa e algúns autores (Iza et al., 1991; Weiland e Rozzi, 1991) sinalaron que o estudio sobre o desenvolvemento da biomasa é un dos temas de investigación máis necesarios no campo da biotecnoloxía anaerobia.

2.4.1 Factores que afectan ó desenvolvemento da biomasa

2.4.1.1 Natureza do soporte

É especialmente importante para os reactores FA (Filtro Anaerobio), EB (Expanded Bed) e FB (Fluidised Bed), nos que ten lugar adhesión de biomasa. A formación da primeira capa de biomasa depende das propiedades da superficie do medio de soporte. En particular, a porosidade e a rugosidade xogan un papel moi impotante durante a primeira fase da posta en marcha (Weiland e Rozzi, 1991). A hidrofobia e hidrofília do material de soporte tamén foi estudada, encontrando que

os materiais hidrofóbicos, coma o polipropileno e polietileno son vantaxosos con respecto a outros máis hidrófilos coma o PVC (Speece, 1996). Leváronse a cabo varias investigacións en materiais de soporte específicos (Hickey *et al.*, 1991; Veiga *et al.*, 1992), encontrando, mesmo os propios autores, resultados ás veces contradictorios, debido, probablemente, á gran cantidade de interrelacións entre as condicións de operación e da composición da auga residual.

O tamaño do reactor pode influír na duración da posta en marcha, debido ás interaccións entre a hidráulica do reactor, ás propiedades do soporte e o espesor da biomasa, polo que se debe ser cauteloso cando se fai o escalado a partir de resultados obtidos en reactores de laboratorio (Weiland e Rozzi, 1991). O deseño do reactor tamén inflúe sobre a existencia de zonas de alta fricción ou turbulencia que dificultan a captura de biomasa.

2.4.1.2 Inóculo

A velocidade de posta en marcha dun reactor depende nunha grande medida das propiedades da biomasa empregada como inóculo (Hickey *et al.*, 1991; Lettinga *et al.*, 1980; Weiland e Rozzi, 1991).

Para tódolos tipos de reactores é necesario que o volume de inóculo sexa polo menos o 10 % do volume (Soto *et al.*, 1993a), e que teña a suficiente actividade e capacidade de adaptación ás propiedades específicas da auga residual (Weiland e Rozzi, 1991; Soto *et al.*, 1993a). A fonte de inóculo debe ser seleccionada a partir de tests de actividade coa propia auga residual e debe conte-los diferentes grupos tróficos necesarios para levar a cabo todo o proceso. Resulta, polo tanto, aconsellable empregar unha mestura de diferentes fontes de biomasa (Weiland e Thomsen, 1990) ou un inóculo procedente dun reactor tratando un tipo de auga residual similar, cunhas condicións de operación tamén semellantes (Rintala, 1991). Sen embargo, pódense empregar unha grande variedade de inóculos, como pode se-lo lodo dixerido procedente do tratamento de augas urbanas, ou diferentes tipos de esterco, lodo aerobio activado ou material orgánico e inorgánico inerte que funciona como soporte e que leva microorganismos anaerobios. A presenza de materiais soporte apropiados (tamaño, gravidade, propiedades superficiais, etc.) son esenciais para a adhesión bacteriana no reactor. En xeral, considérase que unha mestura de varios lodos resulta ideal porque ten poboación microbiana diversa que pode ser adecuada para diferentes tipos de auga residual.

Cando se emprega lodo procedente de reactores existentes para inocular reactores que van tratar un tipo semellante de auga residual, normalmente non aparecen problemas asociados coa posta en marcha. No caso do tratamento de augas residuais procedentes da industria alimentaria, os lodos son capaces, en xeral, de adaptarse rapidamente á nova auga residual.

É posible que sexa necesario un período de aclimatación antes de que se poida aplica-la velocidade de carga orgánica de deseño. A caracterización da composición da auga que se vai tratar, e a súa biodegradabilidade polos lodos que se empregarán como inóculo axudará a determina-la posibilidade de usar esa biomasa para levar a cabo a posta en marcha. Cando a composición da auga residual que se trata no reactor do que se toman os lodos é moi diferente da auga a tratar no novo proceso, pódese precisar dun período de aclimatación para que teñan lugar cambios na poboación microbiana. O período de aclimatación necesario variará, en xeral, de acordo coa biodegradabilidade dos compostos da auga residual e coa velocidade de crecemento dos microorganismos requiridos para degrada-la auga que se vai tratar. As bacterias hidrolíticas fermentativas teñen altas velocidades de crecemento e adáptanse rapidamente, mentres que as bacterias sintróficas consumidoras de ácidos graxos volátiles e as bacterias que degradan compostos aromáticos ou proteína medran moito máis a modo (tempos de duplicación de 3 a 9 días) e requirirán, polo tanto, longos períodos de aclimatación.

O emprego como inóculo de lodo granular procedente de reactores UASB en operación está amplamente estendido, especialmente en Europa occidental, onde existe un maior número de reactores UASB en operación. Así o excedente de lodo granular procedente da operación destes reactores pódese almacenar e ser usado cando se necesite para inocular novos equipos. O emprego de lodo granular como inóculo ten a vantaxe de que permite acadar altas eficacias de eliminación de DQO en períodos de tempo máis curtos, co que permitiría acurta-lo tempo de posta en marcha.

Cando non hai lodo granular dispoñible para a posta en marcha, pódese empregar material non granular. Nos anos oitenta, concentrouse unha gran parte de investigación no entendemento e mellora da posta en marcha de reactores UASB e na formación de gránulos a partir de material non granular. Diferentes materiais non granulares, coma lodo anaerobio dixerido (Hulshoff Pol *et al.*, 1982, 1983), lodo activado (Wu *et al.*, 1987) e esterco de vaca (Wiegant *et al.*, 1985; Wiegant and de Man, 1986) foron empregados con éxito como inóculo na posta en marcha de reactores UASB, chegando a obter lodos granulares. O cultivo de lodo granular require, xeralmente, de 2 a 6 meses nun rango de operación mesófilo e aproximadamente de 10 a 12 meses a temperatura ambiente.

Para facer unha axeitada selección dos materiais iniciais, é aconsellable unha comparación das diferentes fontes de lodo. Cando se emprega lodo activado como inóculo, débese incubar e alimentar en descontinuo durante uns 10-20 días para favorece-la actividade metanoxénica, antes da posta en marcha con alimentación en continuo (Wu *et al.*, 1987). Para o tratamento de augas que conteñan substancias tóxicas ou inhibitorias, é importante facer un test dos diferentes lodos dos que se dispón para determinar cuál é o máis adecuado para o tóxico a tratar. Os tests de

toxicidade e biodegradabilidade que aparecen na bibliografía son métodos relativamente simples e rápidos que permiten face-la selección do inóculo.

A cantidade de inóculo non granular necesaria para facer unha posta en marcha foi estudiaada por varios investigadores (Lettinga *et al.*, 1983,1984; Wu *et al.*, 1987). Para obter lodos ganulares con boas propiedades de sedimentación e así poder evita-lo seu lavado, recoméndase o emprego de lodo procedente de tratamento de augas urbanas cunha concentración de sólidos relativamente alta (60-75 g SSV/l) mellor que outros materiais menos concentrados (<40 g SSV/l) (Lettinga *et al.*, 1984). As concentracións recomendadas de lodo dixerido inoculado son de 10 a 20 g SSV/l (na zona do reactor) (Lettinga *et al.*, 1983, 1984; Wu *et al.*, 1987).

2.4.1.3 Auga residual

As fluctuacións na concentración e na composición da auga residual son xeralmente desfavorables para a posta en marcha dun reactor (Weiland e Wulfert, 1986). A posta en marcha vese xeralmente mellorada se o contido en sólidos en suspensión é baixo, e cando a auga residual é parcialmente fermentada nun reactor separado no que ten lugar a hidrólise e a acidificación (Weiland e Rozzi, 1991). Soto *et al.* (1993a,b) afirman que unha concentración relativamente elevada de substrato axuda a accelera-lo crecemento bacteriano, polo que consideran que sería adecuada a adición eventual dun cosubstrato facilmente degradable cando o influente ten unha concentración moi baixa ou cando non é fácilmente biodegradable. Sen embargo, Lettinga (1995) afirma que a granulación é máis rápida cando a concentración de substrato no influente é baixa, no rango de 1-3 g DQO_{biodegradable}/l. A composición da auga residual afecta tamén á posta en marcha (Lettinga, 1995), e así cando se tratan augas con proteína soluble facilmente degradable e carbohidratos lixeiramente acidificados, a granulación é máis rápida que no caso de operar con substratos que consisten simplemente en AGV. A operación con elevadas concentracións de sales de Ca dos AGV levará a ter problemas de escalado pola presenza de CaCO₃. A presenza de materiais orgánicos e inorgánicos dispersos retardan a granulación, polo que non deben superar concentracións aproximadas de 100-200 mg/l. A presenza de tóxicos debe ser limitada, e en ningún caso alcanzar concentracións inhibitorias.

2.4.1.4 Influencia dos nutrientes e dos factores ambientais

Para poder obter unha velocidade de crecemento elevada do cultivo de partida, précisase que os parámetros ambientais sexan óptimos. Os elementos traza coma o ferro, níquel, cobalto e molibdeno son esenciais para o crecemento dos metanóxenos, e poden afectar considerablemente á duración da posta en marcha, polo que resulta aconsellable adionalos ó medio se a auga residual é deficiente en calquera deles (Hickey *et al.*, 1991). A carencia destas substancias debería

revisarse mediante a súa adición gradual á alimentación do reactor (Weiland and Rozzi, 1991).

A presenza de elevadas concentracións de sulfato na auga residual pode favorecer o crecemento das bacterias sulfato reductoras (BSR) no ecosistema anaerobio. Se o H₂S producido polas BSR se acumula ata niveis altos, chegará a producir inhibición do crecemento dos metanóxenos e da súa actividade. Os metanóxenos utilizadores de acetato presentan inhibición con concentración de 0,8 a 1,0 mM de sulfuro (a pH 7,0-7,2), mentres que os metanóxenos que empregan H₂-CO₂ como substrato poden tolerar niveis de sulfuro elevados (2 a 3 mM).

A presenza de concentracións baixas de calcio (80 a 200 mg/l) parece ser beneficiosa para o desenvolvemento dos gránulos en reactores UASB (Lettinga *et al.*, 1980; Hulshoff Pol *et al.*, 1983). Sen embargo, experimentos realizados a escala laboratorio, nos que se tentaba de obter granulación a partir de lodos dixeridos, demostraron que a operación con concentracións de calcio de 450 mg/l favorecía o lavado de lodo (Hulshoff Pol *et al.*, 1983). Concentracións de calcio máis elevadas (800 a 1000 mg/l) provocaron un descenso na actividade específica do lodo ganular (Thiele *et al.*, 1990).

En experimentos realizados a escala laboratorio demostrouse que se poden obter lodos granulares en reactores UASB operando en rangos de pH de 6,0 a 7,5 (ten Brummeler *et al.*, 1985). Sen embargo, recoméndase mante-lo pH de operación no reactor entre 6,5 e 7,5, xa que se considera este rango coma o óptimo para o crecemento dos metanóxenos e ó mesmo tempo subministra capacidade tampón para evita-lo shock ácido debido a unha sobrecarga.

2.4.1.5 Parámetros operacionais

A VCO inicial debe estar en torno a 0,1 kg DQO/kg SSV·d (Soto *et al.*, 1993a; Henze e Harremões, 1983), e os incrementos de VCO serán dun 50 % aproximadamente cada semana, no caso de que non aparezan problemas durante a operación. Os incrementos da velocidade de carga orgánica (VCO) deberían facerse, no caso de que sexa posible, diminuíndo o tempo de retención hidráulico (TRH) na vez de aumenta-la concentración de DQO. Este procedemento permite lava-lo lodo que presenta actividades baixas e mellora-las características de mestura do sistema. Os tempos de retención hidráulicos deben manterse en valores en torno a 1 día, de acordo co proposto por Hickey *et al.* (1991). O emprego dalgún sistema de mestura ou homoxeneización, especialmente a recirculación, axudan a minimiza-las fluctuacións da alimentación e a acadar unha mellor distribución do substrato (Soto *et al.*, 1993a). Sen embargo, deben evitarse as velocidades de líquido moi elevadas xa que producen un descenso na acumulación da biopelícula, no caso dos reactores nos que a adhesión da biomasa é unha forma importante de

retención (Speece, 1996). A velocidade ascensional ten un efecto considerable sobre o lodo e sobre a velocidade de posta en marcha, sendo neste caso o espacio de tempo requirido para obter granulación. Campos e Anderson (1992) observaron, tratando augas sintéticas de 1-3 g DQO/l en reactores UASB, que a velocidade ascensional óptima para levar a cabo a posta en marcha e obter granulación estaba no rango de 0,03 a 0,04 m/h,. A baixas velocidades de carga orgánica, a posta en marcha dun reactor UASB pode verse favorecida pola mestura levada a cabo pola recirculación de biogás. De feito isto traería importantes consecuencias: i) encontrouse que a eficacia do proceso incrementa e prevalecen as condicións de estabilidade; ii) o perfil de sólidos ó longo do reactor é máis homoxéneo e a redución de AGV é adecuada; iii) o contido de metano no biogás incrementa debido á conversión do exceso de hidróxeno presente na zona menos activa (Jayantha e Ramanujam 1995). O nivel de concentración de substrato predeterminado para o reactor, debería alcanzarse cando os gránulos xa estea formados, sempre que sexa superior a 2000 mg/l. No caso de reactores de leito expandido/fluidizado (EB/FB), o grao de fluidización inicial tamén exerce influencia na velocidade de colonización, e así Hickey *et al.* (1991) encontraron que algúns estudos revelaron que a extensión óptima no caso de empregar area como soporte era dun 25 % (a area é o soporte máis empregado en reactores a escala industrial neste momento).

Resulta esencial rete-las substancias máis pesadas do inóculo e levar a cabo unha eliminación completa e continua das fraccións máis lixeiras do mesmo (mediante a aplicación da suficiente presión). Neste sentido pódense face-las seguintes recomendacións:

- O lodo finamente disperso que foi lavado do reactor non se debe retornar;
- Débese aplicar recirculación do efluente no caso de que a $DQO_{\text{biodegradable}}$ do influente exceda dunha concentración de 3 g/l, para forza-la presión de selección;
- A Velocidade de Carga Orgánica (VCO) debe incrementarse de forma gradual sempre que se acadara a eliminación de, polo menos, o 80 % da $DQO_{\text{biodegradable}}$. A concentración de acetato debe manterse a un nivel baixo, inferior a aproximadamente 200 mg/l, co que se ve favorecido o crecemento dos microorganismos con alta afinidade por este substrato;
- A presenza dalgún sistema de mestura mecánico no reactor pode ser beneficioso porque favorece a segregación do lodo.

3 Hidrodinámica de reactores

O comportamento hidrodinámico dos reactores para o tratamento anaerobio de augas residuais permite determina-la existencia de cortocircuitos de líquido, camiños preferenciais, mala distribución do influente, rexións estancadas ou mal mesturadas, que presentan efectos moi negativos sobre o funcionamento do sistema.

Unha mestura axeitada é esencial para asegurar unha transferencia de enerxía efectiva, unha distribución uniforme do sustrato e dos produtos, un contacto o suficientemente bo entre o inóculo e o soporte empregado, e posteriormente entre os microorganismos e os nutrientes que estes necesitan, e en definitiva para preve-las sobrecargas artificiais debidas a altas concentracións locais de ácidos graxos volátiles (Thirumurthi, 1988). Smith *et al.* (1996) suxeriron que un grao de mestura intermedio resulta o óptimo para a conversión do sustrato en filtros anaerobios.

O proceso de mestura depende dunha serie de factores, como son a xeometría do reactor, o tipo de medio, o deseño da entrada e saída do líquido, a cantidade de biogás producido, a estrutura do soporte e a súa distribución no reactor, o crecemento da biomasa, aspectos hidráulicos e velocidades de fluxo do influente, recirculación do efluente, e calquera outro sistema mecánico de mestura do que se poida dispoñer.

3.1 Distribución do Tempo de Residencia (DTR)

De forma ideal os reactores poden presentar dous comportamentos diferentes, claramente definidos: como fluxo de *Mestura Completa*, ou como *Fluxo en Pistón*, aínda que na realidade, os fluxos non son ideais, e o modelo de fluxo real de calquera reactor desvíase en maior ou menor grao destes modelos ideais.

Trátase de coñecer canto tempo permanece cada unha das moléculas no recipiente, ou máis exactamente, a distribución dos tempos de residencia (DTR) da corrente do fluído, que é a distribución dos tempos que tardan en pasa-los distintos elementos do fluído (ó seguir en diferentes camiños) ó longo do reactor na corrente de fluído que abandona o recipiente.

A forma de determinar esta DTR é por medio dunha serie de técnicas experimentais que se engloban na denominación xeral de "técnicas estímulo-resposta". Estas técnicas consisten en estimula-lo sistema mediante unha perturbación e observar posteriormente cómo responde este ó estímulo. A análise da resposta dá a información sobre o sistema. Este método de experimentación emprégase amplamente na investigación científica.

O estímulo é unha inxección de trazador no fluído de entrada ó recipiente, mentres que a resposta é unha representación da concentración á saída do recipiente fronte ó tempo. O trazador pode ser físico (ou non reactivo) ou químico. O estudo con trazador físico é moito máis fácil de seguir e é utilizado na maior parte das ocasións e tamén no noso caso particular.

O trazador empregado debe cumprir unha serie de características importantes, como son: que se poida determinar con facilidade e precisión a súa concentración á saída; que sexa inerte; que teña unha densidade igual ou similar á do fluído; que non sexa adsorbible ou que non se perda; polo que debe cumprirse que $V_{ent} = V_{sal}$ (polo tanto a análise non se pode utilizar se se vaporiza unha fase ou se o trazador desaparece, xa sexa por adsorción nun sólido, ou por transferencia noutra fase). En definitiva, pode empregarse como trazador calquera substancia que se poida detectar e que non perturbe o tipo de fluxo no recipiente.

Hai varias formas de provoca-lo sinal de estímulo, así, esta pode ser un sinal ó chou, un sinal periódico, un sinal en escalón, ou un sinal en impulso. Na Figura 1.4 pódese observar cada un destes sinais, así como as súas respostas características, sendo o sinal de impulso o máis empregado na maioría dos casos.

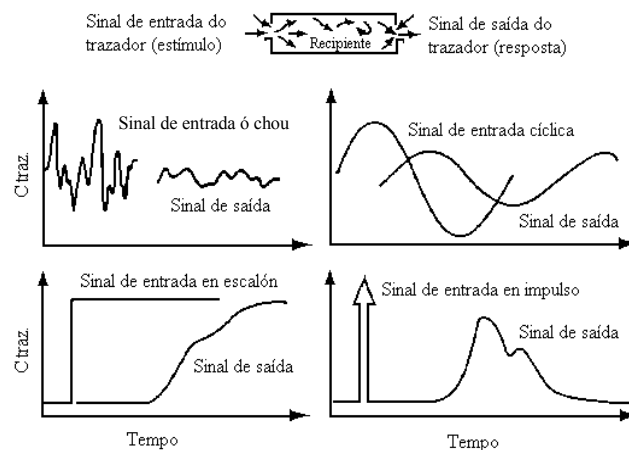


Figura 1.4. Técnicas estímulo-resposta empregadas habitualmente para o estudo do fluxo no recipiente.

3.2 Sinal de Impulso

Neste caso introdúcese instantaneamente M unidades de trazador (moles ou kg) no fluído que entra no recipiente, e mídese a concentración á saída do reactor,

representando C fronte a t . Os resultados permiten comproba-la consistencia da curva, é dicir, que o experimento se fixo axeitadamente e que os resultados obtidos son válidos e asemade obte-lo modelo de fluxo a partir da adimensionalización da curva (curva E).

3.3 Datos de Interese

As dúas medidas máis útiles para describi-las curvas de trazador son a media (t_m) e a varianza (σ^2). Á hora de calcular estes dous parámetros con datos reais (un número determinado de valores discretos) as ecuacións que cómpre aplicar son lixeiramente diferentes segundo o número e o tipo de datos dos que se dispoña.

Polo que respecta ó tipo de datos dispoñibles, existen dúas técnicas. Unha delas é a de lecturas de *copas mesturadas*, onde para diversos intervalos de tempo se recolle o fluído que sae do reactor en pequenos recipientes (copas), homoxeinízase e analízase. A outra técnica baséase na lectura de datos mediante lecturas instantáneas, medindo a concentración de trazador á saída do recipiente a diferentes tempos. A nosa atención vaise centrar nesta última técnica de traballo.

3.4 Modelos de Fluxo

Pódense empregar diversos modelos para caracteriza-los tipos de fluxo non ideal nos recipientes. Nuns establécese a analoxía entre a mestura nos procesos difusionais, e denomínanse procesos de dispersión. Noutros casos considérase un conxunto de tanques de mestura ideal, e aínda hai outros que supoñen varias rexións de fluxo conectados en serie ou en paralelo.

Os diferentes modelos varían en complexidade. Por exemplo, hai modelos dun parámetro que representan axeitadamente os leitos de recheo ou os reactores tubulares; mentres que se propuxeron modelos de dous a seis parámetros para representa-los leitos fluidizados.

O comportamento real desvíase dos modelos ideais, fluxo en pistón e mestura completa, ben debido á existencia de camiños preferenciais seguidos por unha fracción do fluído, ou ben pola existencia de zonas estancadas ou mortas de difícil acceso ó trazador. Os modelos máis empregados son os seguintes:

- Modelo de dispersión.
- Modelo de tanques en serie.
- Modelo multiparámetro ou de compartimentos.
- Modelo para leito fluidizado.

- Modelo de adxección para fluxo
- Modelo de recirculación.

sendo os dous primeiros os máis utilizados por seren os máis sinxelos.

3.4.1 Modelo de Dispersión

Neste modelo pártese dun fluxo en pistón dun fluído ó que se lle supón un certo grao de retromestura ou intermestura. Desta maneira, variando as intensidades de turbulencia, pódense varia-las características de fluxo dende o fluxo ideal en pistón ata o fluxo en mestura completa. Consecuentemente, o volume necesario para o reactor real estará comprendido entre os volumes calculados para o fluxo en pistón e de mestura completa.

A ecuación diferencial básica que representa este modelo de dispersión pode representarse en forma adimensional mediante a seguinte ecuación:

$$\frac{\partial C}{\partial \theta} = \left(\frac{D}{u \cdot L} \right) \cdot \frac{\partial^2 C}{\partial z^2} - \frac{\partial C}{\partial z}$$

onde:

C	Concentración (g/l)
u	velocidade lineal (m/s)
t	tempo (s)
L	Lonxitude do reactor (m)
D	Coefficiente de dispersión (m ² /s).
z	x/L
θ	t·u/L

e o grupo adimensional D/uL é o denominado módulo de dispersión do recipiente e representa a inversa do *Número de Peclet* ($Pe = \text{fluxo convectivo}/\text{fluxo dispersivo}$), e vén a se-lo parámetro que mide o grao de dispersión axial (Levenspiel, 1988).

Polo tanto, pódense presenta-los seguintes casos extremos:

- $1/Pe = 0$ Dispersión desprezable, téndese a fluxo en pistón.
- $1/Pe \rightarrow \infty$ Dispersión grande, téndese a fluxo de mestura completa.

En xeral, este modelo representa ben o fluxo cando non se desvía moito do fluxo en pistón, como por exemplo en leitos de recheo e en tuberías (con realción L/D elevadas cando o fluxo é laminar).

Considérase desviación pequena ó fluxo en pistón cando $1/Pe < 0,01$. Neste caso a curva do trazador non cambia de forma significativamente ó seu paso polo punto de medida (durante o tempo que se esté medindo) polo cal ten unha forma simétrica (gaussiana).

Considérase que o fluxo se desvía moito do fluxo en pistón, cando $1/Pe > 0,01$. Neste caso a resposta a un impulso anchéase a súa forma cambia lentamente cando se está a realiza-la medida. Obtense unha curva experimental asimétrica cunha cola máis ou menos longa. Así, o que ocorre á entrada e á saída do recipiente afecta de maneira determinante á forma da curva e por conseguinte á relación entre os parámetros da curva e Pe . Pódense considerar dous tipos de condicións límite, abertas e pechadas. Condicións límite abertas son aquelas nas que as medidas se realizan na sección do reactor, mentres que no caso de face-la medida nun tubo estreito á saída do dixestor, no que o fluxo é de tipo pistón as condicións límites serán pechadas.

3.4.2 Modelo de Tanques en Serie

Trátase, xunto co anterior modelo, do modelo dun parámetro de aplicación máis estendida para representa-lo fluxo non ideal. Para unha desviación non demasiado grande do fluxo en pistón, ámbolos modelos dan idénticos resultados dende un punto de vista práctico.

Este modelo baséase na suposición de que o reactor pode representarse por varios tanques ideais de mestura completa do mesmo tamaño en serie, sendo o único parámetro o número de tanques.

O modelo de dispersión ten a vantaxe de que, en xeral, as correlacións para sistemas reais usan este modelo. O modelo de tanques en serie ten ó seu favor o feito de ser sinxelo e de que pode estenderse sen demasiada dificultade a calquera disposición de recipientes ou compartimentos, con ou sen recirculación.

Canto maior é o número de tanques, máis nos achegamos ó fluxo en pistón. Así temos que sendo N o número de tanques:

Se $N \rightarrow \infty$ téndese a fluxo en pistón

Se $N \rightarrow 1$ téndese a fluxo de mestura completa.

Este modelo ten a vantaxe de que a curva experimental se obtén con facilidade xa que é totalmente independente do sistema de inxección e da medida do trazador.

Para calquera número de tanques a DTR e a varianza para este modelo, veñan dados por:

$$t_m \cdot E_t = \left(\frac{t}{t_m}\right)^{N-1} \frac{N^N}{(N-1)!} e^{-\left(\frac{t \cdot N}{t_m}\right)}$$

$$\sigma_t^2 = \frac{t_m^2}{N}$$

Para calcula-lo valor do parámetro (N) pódese partir do máximo da curva, da distancia entre os puntos de inflexión ou da varianza da curva.

Co aumento de N a curva DTR vaise facendo máis simétrica, xa que supón unha desviación pequena do fluxo en pistón (N>50). Desta forma, para este caso particular chégase a obte-la seguinte relación entre o modelo de dispersión e o de tanques en serie:

$$\frac{1}{N} = \frac{2}{Pe}$$

3.4.3 Modelos de Compartimentos

Cando os modelos dun so parámetro non representan axeitadamente as desviacións do fluxo ideal en pistón ou de mestura completa, débense ensaiar modelos máis complicados.

Nestes modelos de máis dun parámetro, que tamén se coñecen co nome de modelos multiparámetro ou modelos combinados, suponse que o reactor real está constituído por unha serie de rexións (de fluxo en pistón, de fluxo disperso con pistón, de fluxo de mestura completa, de augas mortas) interconectadas entre si de diversas formas (fluxo de bypass, fluxo de recirculación ou fluxo cruzado).

O termo "augas mortas" refírese á porción de fluído contida no recipiente cun movemento relativo lento, e que algunhas veces, como idealización, suponse que está completamente estancado.

Cada unha das combinacións posibles entre os diferentes fluxos dá lugar a diferentes curvas teóricas, que se poden comparar coa curva obtida para o recipiente real, e desta forma determinar cál das combinacións posibles se axusta mellor ó modelo real. Este método é moi útil para caracterizar fluxos descoñecidos, e emprégase con frecuencia para diagnosticar fluxos anómalos.

3.5 Estudos de mestura en Filtros Anaerobios

3.5.1 Importancia do grao de mestura

Acadar un alto grao de mestura no dixestor é un factor fundamental para poder ter un bo nivel de eficacia do mesmo. No caso de dixestores nos que a mestura non

sexa correcta chégase con grande facilidade á formación de taponamentos nas canles, cos seus conseguíntes efectos negativos. Ó mesmo tempo esta mestura deficiente podería chegar a ter un efecto indesexable sobre a velocidade de eliminación de DQO e sobre a velocidade de produción de biogás. Os principais factores que afectan ó grao de mestura son:

- Gas ascendente producido no propio dixestor que pode proporcionar un mellor contacto entre o substrato e os microorganismos (Chiang and Dague, 1992).
- A recirculación do efluente que mellora o grao de mestura.

O emprego de trazadores (Monteith e Stephenson, 1981; Battaglia *et al.*, 1993) para realizar estudos de mestura son de grande utilidade á hora de determina-lo tempo de retención efectivo nos reactores, a presenza ou ausencia de espazos mortos ou cortocircuitos, así como a distribución do líquido na parte superior dos reactores.

Demostrouse que o propio crecemento bacteriano produce valores excesivamente altos de espazo morto nos reactores. Este efecto está directamente relacionado coa altura do reactor, encontrándose que a maior altura de reactor redúcese ó espazo morto. A explicación deste fenómeno atribúese á maior atricción nas zonas superiores do reactor polo efecto do fluxo bifásico gas/líquido, o que diminúe o efecto de taponamento da biomasa. Tanto este feito, coma outros resultados extraídos de diferentes estudos de mestura efectuados en filtros anaerobios (FA), levan á conclusión de que, para reactores de gran tamaño, pode ser preferible realiza-lo escalado verticalmente no sitio de facelo horizontalmente, co cal podería maximiza-la velocidade do líquido e a cantidade do gas.

Algunhas das medidas que se poden levar a cabo para mellora-lo grao de mestura son:

- Aplicar unha relación de recirculación axeitada.
- Empregar un sistema axeitado de distribución de líquido na parte inferior do dixestor para mellorar de forma significativa a mestura.

3.5.2 Realización experimental. Trazadores

Á hora de realizar experimentalmente estes estudos de mestura os trazadores empregados nos diferentes traballos foron ben cloruro de litio (Heertjes *et al.*, 1982; Joubert e Britz, 1987) ou ben auga tritiada. Para o caso do cloruro de litio, a concentración necesaria debe ser aquela que asegure unha lectura máxima no

efluente do reactor de 30 mg/l de Li⁺. Anderson *et al.* (1991) verificaron que a presenza de concentracións superiores a 2 g Li⁺/l son inhibitoras da actividade metanoxénica. O feito de empregar un destes trazadores estriba en que presenten ambos un baixo nivel de retención na biomasa presente no reactor en comparación con outros posibles trazadores, así como baixos niveis de adsorción nas paredes do reactor (Riemer *et al.*, 1980; Jiménez *et al.*, 1988). O procedemento experimental consistiu en inxecta-lo trazador coma un pulso na alimentación durante a operación normal dos reactores.

4 Referencias

- Anderson G.K., Campos C.M.M., Chernicharo C.A.L. and Smith L.C. (1991). Evaluation of the inhibitory effects of lithium when used as a tracer for anaerobic digesters. *Water Res.* **25**(7), 755-760.
- Andrews J. (1969). Dynamic modelling and simulation of the anaerobic digestion process. *ASCE Journal San. Eng. Div.* **95**(1), 95-116.
- Battaglia A., Fox P. and Pohland F.G. (1993). Calculation of residence time distribution from tracer recycle experiments. *Water Res.* **27**(2), 337-341.
- Bermudez J.J., Jimeno A., Canovas-Diaz M., Manjon A. and Iborra J.L. (1988). Stability of an anaerobic percolating filter during successive feed changes and organic and hydraulic overloads. *Process Biochem.* **23**(6), 178-181.
- Buchauer K. (1998). A comparison of two simple titration procedures to determine volatile fatty acids in influents to waste-water and sludge treatment processes. *Water S.A.* **24**(1), 49-56.
- Campos C.M.C. and Anderson G.K. (1992). The effect of the liquid upflow velocity and the substrate concentration on the start-up and steady-state periods of lab-scale UASB reactors. *Water Sci. Technol.* **25**(7), 41-50.
- Chiang C.F. and Dague R.R. (1992). Effects of reactor configuration and biomass activity on the performance of upflow static media anaerobic reactors. *Water Environ. Res.* **64**(2), 141-149.
- Chynoweth D.P., Svoronos S.A., Lyberatos G., Harman J.L., Pullammanappallil P.C., Owens J.M. and Peck M.J. (1994). Real-time expert system control of anaerobic digestion. *Water Sci. Technol.* **30**(12), 21-29.
- Costello D.J., Greenfield P.F. and Lee P.L. (1991a). Dynamic modelling of a single-stage high-rate anaerobic reactor-I. Model derivation. *Water Res.* **25**(7), 847-858.
- Costello D.J., Greenfield P.F. and Lee P.L. (1991b). Dynamic modelling of a single-stage high-rate anaerobic reactor-II. Model verification. *Water Res.* **25**(7), 859-871.
- de Haas D. W. and Adam N. (1995). Use of a simple titration procedure to determine H₂CO₃ alkalinity and volatile fatty acids for process control in waste-water treatment. *Water S.A.* **21**(4), 307-318.
- Denac M., Griffin K., Lee P.L. and Greenfield P.F. (1988). Selection of controlled variables for a high rate anaerobic reactor. *Environ. Technol. Letters.* **9**(10), 1029-1040.

- Dochain D. (1995). Recent approaches for the modelling, monitoring and control of anaerobic digestion processes. In: *International Workshop on Monitoring and Control of Anaerobic Digestion*. December, 6th-7th. Narbonne, France.
- Driessen W. and Yspeert P. (1998). Anaerobic treatment of low, medium and high strength effluent in the agro-industry. In: *Fifth latin-american workshop-seminar wastewater anaerobic treatment*. October, 27th-30th. Viña del Mar, Chile.
- Ehlinger F., Escoffier Y., Couderc J.P., Leyris J.P. and Moletta R. (1994). Development of an automatic control system for monitoring an anaerobic fluidized-bed. *Water. Sci. Technol.* **29**(10/11), 289-295.
- Guiot S.R., Frigon J.C., and Tartakivzky B. (1995). Hydrogen as a key-parameter for control of anaerobic digesters: liquid- versus gas-phase monitoring. In: *International Workshop on Monitoring and Control of Anaerobic Digestion*. December, 6th-7th. Narbonne, France.
- Guwy A.J., Hawkes D.L., Hawkes F.R. and Rozzi A.G. (1995). Characteristics of a prototype industrial on-line analyser for bicarbonate/carbonate monitoring. *Biotechnol. Bioeng.* **44**(11), 1325-1330.
- Hamoda M.F. and van den Berg L. (1984). Effect of settling on performance of the upflow anaerobic sludge bed reactors. *Water Res.* **18**(12), 1561-1567.
- Harper S.R. and Pohland F.G. (1986). Recent development in hydrogen management during anaerobic biological wastewater treatment. *Biotechnol. Bioeng.* **28**(4), 585-602.
- Hawkes F.R., Guwy A.J., Rozzi A.G. and Hawkes D.L. (1993). A new instrument for on-line measurement of bicarbonate alkalinity. *Water Res.* **27**(1), 167-170.
- Hawkes F.R., Guwy A.J., Hawkes D.L. and Rozzi A.G. (1994). On-line monitoring of anaerobic digestion: application of a device for continuous measurement of bicarbonate alkalinity. *Water Sci. Technol.* **30**(12), 1-10.
- Heertjes P.M. and Kuijvenhoven L.J. (1982). Fluid flow pattern in up-flow reactors for anaerobic treatment of beet sugar factory wastewater. *Biotechnol. Bioeng.* **24**, 443-459.
- Henze M. and Harremöes P. (1983). Anaerobic treatment of wastewater in fixed film reactors - a literature review. *Water Sci. Technol.* **15**(8/9), 1-101.
- Hickey R.F. and Switzenbaum M.S. (1991). The response and utility of hydrogen and carbon monoxide as process indicators of anaerobic digesters subject

- to organic and hydraulic overloads. *Research Journal WPCF*. **63**(2), 129-140.
- Hickey R.F., Wu W.M., Veiga M.C. and Jones R. (1991). Start-up, operation, monitoring and control of high-rate anaerobic systems. *Water Sci. Technol.* **24**(8), 207-255.
- Holst T.C., Ehlinger F., Clermont E. and Pujol R. (1995). An automatic control system for an anaerobic fluidized-bed: premier industrial application. In: *International Workshop on Monitoring and Control of Anaerobic Digestion*. December, 6th-7th. Narbonne, France.
- Hulshoff Pol L.W., Euler H., Eitner A. and Grohganz D. (1997). GTZ sectoral project "Promotion of anaerobic technology for the treatment of municipal and industrial sewage and waste". In: *Proc. 8th Int. Conf. on anaerobic digestion*. **2**, 285-292. Sendai, Japan.
- Hulshoff Pol L.W., Velzeboer C.T.M., de Zeeuw W.J. and Lettinga G. (1983). Granulation in UASB reactors. *Water Sci. Technol.* **15**(8/9), 291-304.
- Hulshoff Pol L.W., Dolfig J., de Zeeuw W. and Lettinga G. (1982). Cultivation of well adapted pelletised methanogenic sludge. *Biotechnol. Letters*. **4**, 329-332.
- Iza J., Colleran E., Paris J.M. and Wu W.M. (1991). International workshop on anaerobic treatment technology for municipal and industrial wastewaters: Summary paper. *Water Sci. Technol.* **24**(8), 1-16.
- Jayantha K.S. and Ramanujam T.K. (1995). Start-up criteria for an Upflow Anaerobic Sludge Blanket (UASB) reactor. *Bioprocess Eng.* **13**(6), 307-310.
- Jeris J.S. and McCarty P.L. (1965). The biochemistry of methane fermentation using C¹⁴ tracers. *Journal WPCF*. **37**, 178-192.
- Jiménez B., Noyola A., Capdeville B., Roustan M. and Faup G (1988). Dextran blue colorant as a reliable tracer in submerged filters. *Wat. Res.* **22**(10), 1253-1257.
- Jones R.M. and Hall E.R. (1989). Assessment of dynamic models for a high-rate anaerobic treatment process. *Environ. Technol. Lett.* **10**, 551-566.
- Jones R.M., MacGregor J.F. and Murphy K.L. (1989). State estimation in wastewater engineering: application to an anaerobic process. *Environ. Monitor. Assess.* **12**, 271-282.

- Joubert W.A. and Britz T.J. (1987). The performance and mixing characteristics of an anaerobic hybrid reactor treating a synthetic fatty acid containing substrate. *Water S.A.* **13**(2), 63-68.
- Kato M.T., Field J.A., Kleerebezem R. and Lettinga G. (1994). Treatment of low strength wastewaters in upflow anaerobic sludge blanket (UASB) reactors. *J. Ferment. Bioeng.* **77**(6), 679-685.
- Lapointe J., Marcos B., Veillette M. and Laflamme G. (1989). Bioexpert: an expert system for wastewater treatment process diagnosis. *Computers Chem. Engng.* **13**(6), 619-630.
- Lema J.M. (1986). Los procesos de conversión en digestión anaerobia y sus implicaciones tecnológicas. *D.A.A.R. 3^{er} Seminario*. Junio. Valladolid, Spain.
- Lema J.M. and Méndez R. (1997). Tratamientos biológicos anaerobios. In: J.L. Bueno, A. Gutierrez Lavin, J.M. Diaz (Eds.). *Contaminación e ingeniería ambiental*. **3**, 505-538. FICYT. Oviedo, Spain.
- Lema J. M., Méndez R. and Soto M. (1992). Bases cinéticas y microbiológicas en el diseño de digestores anaerobios. *Ing. Quim.* **24**(274), 191-201.
- Lema J.M., Méndez R., Iza J., García P. and Fernández-Polanco F. (1991). Chemical reactor engineering concepts in design and operation of anaerobic treatment processes. *Water Sci. Technol.* **24**(8), 79-86.
- Lettinga G. (1995). Anaerobic digestion and wastewater treatment systems. *Antonie van Leeuwenhoek*. **67**(1), 3-28.
- Lettinga G., Field J., van Lier J.B., Zeeman G. and Hulshoff Pol L.W. (1997). Advanced anaerobic wastewater treatment in the near future. *Wat. Sci. Technol.* **35**(10), 5-12.
- Lettinga G., Hulshoff Pol L.W., Koster I.W., Wiegant W.M., de Zeeuw W.J., Rinzema A., Grin D.C., Roersma R.E. and Hobma S.W. (1984). High rate anaerobic wastewater treatment using the UASB reactor under a wide range temperature conditions. *Biotechnol. Genet. Energ. Rev.* **2**, 253-284.
- Lettinga G, Hobma S.W., Hulshoff Pol L.W., de Zeeuw W.J., de Jong P., Grin P. and Roersma R. (1983). Design, operation and economy of anaerobic treatment. *Wat. Sci. Technol.* **15**(8/9), 177-195.
- Lettinga G., Hobma S.W., Klapwijk A., Van Velsen A.F.M. and de Zeeuw W.J. (1980). Use of the Upflow Sludge Blanket (USB) reactor concept for biological wastewater treatment. *Biotechnol. Bioeng.* **22**, 699-734.

- Levenspiel O. (1988). *Ingeniería de las reacciones químicas*. 2ª ed. Editorial Reverté, S.A., Barcelona.
- Mejías Sánchez M.G., Vázquez Borges E. and Magaña Pietra A.H. (1996). Depuración anaerobia de aguas residuales. *Tecnol. Agua*. **151**(1), 53-57.
- Moletta R. (1998). Anaerobic digestion monitoring and control. In: *Fifth Latin-american Workshop-Seminar Wastewater Anaerobic Treatment*. October, 27-30th. Viña del Mar, Chile.
- Moletta R., Escoffier Y., Ehlinger F., Coudert J.P. and Leyris J.P. (1994). On-line automatic control system for monitoring an anaerobic fluidized-bed reactor: response to organic overload. *Water Sci. Technol.* **30**(12), 11-20.
- Monteith H.D. and Stephenson J.P. (1981). Mixing efficiencies in full-scale anaerobic digesters by tracer methods. *Journal WPCF*. **43**(1), 78-84.
- Moosbrugger R.E., Wentzel M.C., Ekama G.A. and Marais G.v.R. (1993a). Lauter tun (brewery) waste in UASB systems – Feasibility, alkalinity requirements and pH control. *Water S.A.* **19**(1), 41-52.
- Moosbrugger R.E., Wentzel M.C., Loewenthal R.E., Ekama G.A. and Marais G.v.R. (1993b). Alkalinity measurement: Part 3 – A 5 pH point titration method to determine the carbonate and SCFA weak acid/bases in aqueous solution containing also known concentrations of other weak acid/bases. *Water S.A.* **19**(1), 29-40.
- Mosey F.E. (1983). Mathematical modelling of the anaerobic digestion process: regulatory mechanisms for the formation of short-chain volatile acids from glucose. *Water Sci. Technol.* **15**(8/9), 209-232.
- Nyns E.J. (1986). Biomethanation process. In: H.J. Rehm, G. Reed (Eds.). *Biotechnology: Microbial degradations*. VCH editions, Germany, **8**(5), 207-265.
- Polihronakis M., Petrou L. and Deligiannis A. (1993). Parameter adaptive control techniques for anaerobic digesters -real-life experiments. *Computers Chem. Engng.* **17**(12) 1167-1179.
- Powell G.E. and Archer D.B. (1989). On-line titration method for monitoring buffer capacity and total volatile fatty acid levels in anaerobic digesters. *Biotechnol. Bioeng.* **33**(5), 570-577.
- Pullammanappallil P.C., Svoronos S.A., Chynoweth D.P. and Lyberatos G. (1998). Expert system for control of anaerobic digesters. *Biotechnol. Bioeng.* **58**(1), 13-22.

- Rebac S., Ruskova J., Gerbens S., van Lier J, Stams A.J.M. and Lettinga G. (1995). High rate anaerobic treatment of wastewater under psychrophilic conditions. *J. Ferment. Bioeng.* **80**(5), 499-506.
- Renard P., Dochain D., Bastin G., Naveau H. and Nyns E.J. (1988). Adaptative control of anaerobic digestion processes - a pilot scale application. *Biotechnol. Bioeng.* **31**(4), 287-294.
- Riemer M., Kristensen G.H. and Harremøes P. (1980). Residence time distribution en submerged biofilters. *Water Res.* **14**, 949-958.
- Rintala J. (1991). High-rate anaerobic treatment of industrial wastewatres. *Water Sci. Technol.* **24**(1), 69-74.
- Rinzema A, Alphenaar A. and Lettinga G. (1993). Anaerobic digestion of long chain fatty acids in UASB-reactors and Expanded Granular Sludge Bed reactors. *Process Biochem.* **28**(8), 527-537.
- Ripley L.E., Boyle J.C. and Converse J.C. (1986). Improved alkalimetric monitoring buffer capacity and total volatile fatty acid levels in anaerobic digestion of high-strength wastes. *J.W.P.C.F.* **58**(5), 406-411.
- Rozzi A. (1986). Parámetros de operación y control de los procesos anerobios. *D.A.A.R.* 3^{er} Seminario. June.Valladolid, Spain.
- Rozzi A. (1991). Alkalinity considerations with respect to anaerobic digesters. *Med. Fac. Landbouww. Rijksuniv.* **56**(4a), 1499-1514. Gent, Belgium.
- Rozzi A., Di Pinto A.C. and Brunetti A. (1985). Anaerobic process control by bicarbonate monitoring. *Environ. Technol. Lett.* **6**, 594-601.
- Rozzi A., Di Pinto A.C., Massone A., Pistilli A. and Tomei M.C. (1995). The anaerobic RANTOX biosensor. In: *International Workshop on Monitoring and Control of Anaerobic Digestion*. December, 6th-7th. Narbonne, France.
- Salkinoja-Salonen M.S., Nyns E.J., Sutton P.M. van den Berg L. and Wheatley A.D. (1983). Starting-up of an anaerobic fixed film reactor. *Water Sci. Technol.* **15**(8/9), 305-308.
- Smith L.C., Elliot D.J. and James A. (1996). Mixing in upflow anaerobic filters and ist influence on performance and scale-up. *Water Res.* **30**(12), 3061-3073.
- Soto M., Méndez R. and Lema J.M. (1993a). Operacion y control de digestores anaerobios (I). *Ing. Quim.* **25**(294), 467-474.
- Soto M., Méndez R. and Lema J. M. (1993b). Operacion y control de digestores anaerobios (y II). *Ing. Quim.* **25**(295),131-136.

- Speece R.E. (1996). *Anaerobic Biotechnology for Industrial Wastewaters*. Archae Press, USA.
- Switzenbaum M.S. (1995). Obstacles in the implementation of anaerobic treatment technology. *Bioresource Technol.* **53**(3), 255-262.
- Switzenbaum M.S., Giraldo-Gomez E. and Hickey R.F. (1990). Monitoring of the anaerobic methane fermentation process. *Enzyme Microb. Tech.* **12**(10), 722-730.
- ten Brummeler E., Hulshoff Pol L.W., Dolfig J., Lettinga G. and Zehnder A.J.B. (1985). Methanogenesis in an Upflow Anaerobic Sludge Blanket reactor at pH 6 on an acetate propionate mixture. *Appl. Environ. Microbiol.* **49**(6), 1472-1477.
- Thauer R.K., Jungermann K. and Decker R. (1977). Conservation on chemotrophic anaerobic bacteria. *Bacteriol. Rev.* **41**, 100-180.
- Thiele J.H., Wu W.M., Jain M.K. and Zeikus J.G. (1990). Ecoengineering high rate anaerobic digestion systems: analysis of improved syntrophic biomethanation catalysts. *Biotechnol. Bioeng.* **35**(10), 990-999.
- Thirumurthi D. (1988). Effects of mixing velocity on anaerobic fixed film reactors. *Wat. Res.* **22**(4), 517-523.
- van den Berg, L. (1977). Effect of temperature on growth and activity of a methanogenic culture utilizing acetate. *Can. J. Microbiol.* **23**, 898-902.
- Vanrolleghem P.A. (1995). Sensors for anaerobic digestion: an overview. In: *International Workshop on Monitoring and Control of Anaerobic Digestion*. December, 6th-7th. Narbonne, France.
- Veiga M.C., Méndez R. and Lema J.M. (1992). Development and stability of biofilms in bioreactors. In: L.F. Melo, T.R. Bott, M. Fletcher, B. Capdeville (Eds.). *Biofilms - Science and Technology*. **223**, 421-434. NATO ASI Series, Series E: Applied Sciences. Kluwer Academic Publishers, The Netherlands.
- Vellinga S.H.J., Hack P.J.F.M. and van der Flugt A.J. (1986). New type high rate anaerobic reactor. In: *Proceedings water treatment conference Aquatech'86 "Anaerobic treatment a grown-up technology"*. 547-562. September, 15th-19th. Amsterdam, The Netherlands.
- Versprille A.I., Frankin R.J. and Zoutberg G.R. (1994). Biobed, a successful cross-breed between UASB and fluidized bed. In: *Preprints of the seventh international symposium on anaerobic digestion*. Cape Town, South Africa.

- Weiland P. and Rozzi A. (1991). The start-up, operation and monitoring of high-rate anaerobic treatment systems: Discusser's report. *Water Sci. Technol.* **24**(8), 257-277.
- Weiland P. and Thomsen H. (1990). Operation behaviour of an industrial fixed bed reactor for biomethanation of alcohol slops from different crops. *Water Sci. Technol.* **22**(1/2), 385-394.
- Wheatley A.D., Fisher M.B. and Grobicki A.M.W. (1997). Applications of anaerobic digestion for the treatment of industrial wastewaters in Europe. *J. CIWEM.* **11**, 39-46.
- Wiegant W.M. and de Man A.W.A. (1986). Granulation of biomass in thermophilic anaerobic sludge blanket reactors treating acidified wastewater. *Biotechnol. Bioeng.* **28**(5), 718-727.
- Wiegant W.M., Claassen J.A. and Lettinga G. (1985). Thermophilic anaerobic digestion of high strength wastewaters. *Biotechnol. Bioeng.* **27**(9), 1374-1381.
- Wilcox S.J., Hawkes D.L., Hawkes F.R. and Guwy A.J. (1995). A neural network, based on bicarbonate monitoring, to control anaerobic digestion. *Water Res.* **29**(6), 1465-1470.
- Wu W.M., Hu J.C., Gu X.S., Zhao Y.Z. and Gu G.G. (1987). Cultivation of anaerobic granular sludge in UASB reactors with aerobic activated sludge as seed. *Water Res.* **21**(7), 789-799.
- Wulfert K and Weiland P. (1985). Operating characteristics of fixed bed reactors for biogas production from fermentation from waste effluents. *Chem. Ing. Tech.* **57**(5), 472-473.
- Young J.C. and McCarty L. (1969). The anaerobic filter for waste treatment. *Journal WPCF.* **61**, R160-R173.
- Young J.C. and Yang B.S. (1989). Design considerations for full-scale anaerobic filters. *Journal WPCF.* **61**(9), 1576-1587.
- Young J.C. and Young H.W. (1991). Full-scale treatment of chemical process wastes using anaerobic filters. *Journal WPCF.* **63**(2), 153-159.
- Yspeert P., Verreyken T., Vellinga S. and van der Vegt A. (1993). The IC-reactor for anaerobic treatment of industrial wastewater. In: *Proc. of 1993 food industry environmental conference*. 95-109. November, 14th-16th. Atlanta, USA.

Capítulo 2

Capítulo 2

Métodos Analíticos

Resumo

Neste capítulo, descríbense os procedementos analíticos seguidos no traballo. Procederáse a facer unha explicación breve de cada parámetro antes da descrición do procedemento. Os métodos específicos utilizados en cada experimento descríbense nos capítulos correspondentes, así coma as montaxes experimentais que se empregaron en cada caso.

Os parámetros medidos foron pH, Demanda Química de Osíxeno (DQO), Carbono Orgánico Total (COT), alcalinidade, Ácidos Graxos Volátiles (AGV), Nitróxeno Total Kjeldahl (NTK), nitróxeno amoniacal, fosfato, azucres totais e reductores, proteína soluble, Sólidos en Suspensión Totais (SST), Sólidos en Suspensión Volátiles (SSV), actividade metanoxénica, composición do biogás e ión litio. Omitíranse os procedementos de calibrado dos equipos, xa que non se consideran relevantes para o entendemento do traballo e poden ser atopados nos manuais dos equipos.

1 pH

1.1 Introducción

O pH é un dos parámetros máis importantes para a caracterización de augas, xa que moitas reaccións coma a precipitación, a coagulación ou a neutralización ácido-base dependen fortemente del, e ó mesmo tempo afecta decisivamente á vida e á actividade dos microorganismos. O pH defínese como:

$$\text{pH} = -\log [\text{H}^+]$$

estando o seu valor comprendido entre 1 e 14 e representando a intensidade do carácter ácido ou básico da auga (APHA, 1992).

1.2 Materiais e métodos

As medidas de pH leváronse a cabo cun electrodo Ingold U-455 conectado a un medidor pH/mV Crison 506. Posteriormente empregouse un electrodo Crison Instruments, S.A. (cat. nº 52-03), equipado cun compensador automático de temperatura Crison Instruments, S.A. (cat. nº 21-910-01), e conectado a un medidor de pH/mV Crison Instruments, S.A. pH/mV modelo micro pH 2001. A sensibilidade do medidor era de ± 1 mV, o que corresponde a 0,01 unidades de pH.

Antes de medir, realízase un calibrado con dúas disolucións tampón estándar (Crison Instruments S.A.) de pH 7,02 e 4,00 medidas a 20°C.

2 DQO (Demanda Química de Osíxeno)

2.1 Introducción

A determinación da DQO representa un parámetro conveniente para a medida da materia orgánica oxidable por procedementos químicos. O ensaio de DQO dura soamente dúas horas, mentres que a determinación da DBO (Demanda Biolóxica de Osíxeno) precisa normalmente de cinco días. A DQO defínese coma a cantidade de osíxeno equivalente (mg/l or g/l) que fai falla para oxidar quimicamente tódolos compostos oxidables presentes na auga.

Para a maioría dos compostos orgánicos, a DQO representa o 95-100% (APHA, 1992) da DTO (Demanda Teórica de Osíxeno), que se calcula segundo unha base estequiométrica.

Pódense obter correlacións empíricas entre a DQO e a DBO para cada tipo de auga. O cociente entre ambas é indicativo da biodegradabilidade dos compostos presentes nunha auga residual particular.

2.2 Materiais e métodos

O equipo precisado para realiza-lo test de DQO está composto por un bloque calefactor Hach (mod. 16500-10), un axitador magnético Hanna HI190M e unha bureta para levar a cabo a valoración. Emprégase un método (Soto *et al.*, 1989) derivado do método 508 (A-B) do Standard Methods (APHA, 1992).

Para levar a cabo o test empregáronse as seguintes disolucións:

- Solución dixestora: 10,216 g $K_2Cr_2O_7$ e 33 g $HgSO_4$ disoltos en 500 ml de auga, ós que se engaden 167 ml de H_2SO_4 comercial;
- Solución catalítica: 10,700 g Ag_2SO_4 en 1 l de H_2SO_4 concentrado;
- Solución de Ferroína: 1,485 g $C_{18}H_{17}N_2 \cdot H_2O$ (fenantrolina monohidrato) e 0,695 g $SO_4Fe \cdot 7H_2O$ disoltos en 100 ml de auga;
- Solución FAS: 13,72 g $Fe(NH)_4(SO)_2 \cdot 6H_2O$ disoltos en auga destilada, ós que se engaden 20 ml de H_2SO_4 concentrado e posteriormente diluídos a 1000 ml;
- Solución estándar de $K_2Cr_2O_7$ 0,05 N.

Considerando un valor previsto da DQO, faise a dilución das mostras para entrar dentro do rango de 90-900 mg DQO/l. Tómanse 2,5 ml de mostra diluída nun tubo Pyrex de 10 ml, engádense 1,5 ml de disolución dixestora e 3,5 ml de disolución catalítica. Emprégáronse pipetas HTL con rangos de medida de 0,10-1,00 ml e 1,00-5,00 ml para asegurar medidas precisas dos volumes e fixéronse as adicións, de forma que non se producise a mestura da solución catalítica coa mostra ata o momento de comenza-la dixestión no bloque calefactor.

Preparouse un tubo con 2,5 ml de auga destilada coas mesmas cantidades de solución dixestora e catalítica para ter un valor de referencia “branco” que representa a DQO da auga.

Os tubos foron selados con cinta Teflón e pechados con tapa de Bakelita. Unha vez pechados procedeuse á mestura da mostra e foron introducidos no bloque calefactor a 150 °C durante dúas horas.

Unha vez que os viais estaban fríos, engadéuselles unha gota de ferroína e procedeuse á súa valoración con disolución FAS, ata que se chegou ó punto de viraxe azul-vermello. Posteriormente valorouse o FAS ata acada-lo punto de viraxe

azul-vermello sobre 5 ml de solución estándar $K_2Cr_2O_7$ 0,05 N. As valoracións leváronse a cabo nun Erlenmeyer de 50 ml no que se mantivo a mostra homoxeneizada mediante axitación.

A concentración de DQO, expresada en mg/l, pódese calcular segundo os resultados obtidos, e eventualmente corríxila segundo a dilución previa:

$$DQO = (B - A) \cdot N_{FAS} \cdot 8000 / 2,5$$

sendo B e A os volumes (ml) de FAS de valoración do branco e da mostra analizada, respectivamente, e N_{FAS} a normalidade da solución de FAS, que pode calcularse a partir de:

$$N_{FAS} = 5 \cdot 0,05 / C$$

onde C é o volume de valoración da solución de FAS en ml.

A determinación da DQO total realízase sobre a mostra bruta, mentres que a determinación da DQO soluble realízase sobre a mostra previamente filtrada con filtros WHATMAN do modelo GF/C de 4,7 cm de diámetro.

3 COT (Carbono Orgánico Total)

3.1 Introducción

O Carbono Orgánico Total é unha medida directa do contido orgánico total (APHA, 1992). O test de COT é máis rápido que o de DQO, aínda que requira dun equipamento máis caro e complexo.

En realidade, a DQO e o COT non teñen por qué te-lo mesmo valor para as mesmas substancias, xa que o COT é independente do estado de oxidación da materia orgánica, ó contrario do que ocorre coa DQO e coa DBO, e non mide outros elementos orgánicos coma o nitróxeno ou hidróxeno, que contribúen ós valores de DQO e DBO (APHA, 1992).

Normalmente, pódese establecer una correlación entre os datos de COT e DQO, pero trátase dunha correlación independente para cada tipo de composto (APHA, 1992).

3.2 Materiais e métodos

O Carbono Orgánico Total (COT) mediuse cun analizador Shimadzu TOC-5000, que calcula o COT como a diferenza entre o Carbono Total (CT) e Inorgánico (CI) na mostra. Utilizouse aire sintético de alta pureza como gas portador (150 ml/min). O equipo determina o carbono total a partir do CO_2 que se produce durante a

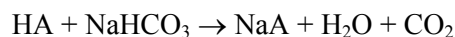
combustión catalítica da mostra a 680° C, empregando como catalizador de oxidación Platino inmovilizado sobre esferas de alúmina. O carbono inorgánico obtense a partir do CO₂ que se produce por reacción con H₃PO₄ 25%. O CO₂ mídese ópticamente, despois de terlle eliminada a humidade, nun Detector de Infra-Vermello Non-Dispersivo (NDIR).

4 Alcalinidade

4.1 Introducción

A alcalinidade é unha medida da capacidade de neutralización de ácidos e débese á presenza de substancias tampón, o comportamento das cales pode variar de forma acusada co pH da disolución (APHA, 1992). Trátase dun parámetro “global” que comprende tódalas bases valorables. A pHs próximos ós valores de neutralidade, os compostos tampón máis típicos son carbonatos, bicarbonatos e hidróxidos, podéndose encontrar tamén fosfatos, silicatos, boratos e outras bases (APHA, 1992).

A alcalinidade pódese usar como parametro indicador da desestabilización do proceso de degradación anaerobia. Un síntoma típico do funcionamento anómalo nun reactor anaerobio é o incremento da concentración de ácidos orgánicos, feito que ten lugar cando a súa produción sobrepasa o consumo. Debido ó incremento de AGV prodúcese un descenso na concentración de bicarbonato, igual en termos de equivalentes químicos ó incremento de AGV, de acordo coa seguinte reacción:



onde HA representa un ácido xenérico dissociado nos ións A⁻ e H⁺.

A Alcalinidade Total (AT) pode considerarse, aproximadamente, a suma da alcalinidade debida ó bicarbonato e ós Ácidos Graxos Volátiles (AGV), expresada como CaCO₃. A Alcalinidade Parcial (AP), medida mediante valoración ata pH 5,75, corresponde á alcalinidade do bicarbonato (Jenkins *et al.*, 1983), mentres que a Alcalinidade Intermedia (AI), que é a diferenza entre as alcalinidades total (pH 4,30) e parcial, aproxima a concentración de AGV (Ripley *et al.*, 1986). Tendo en conta que unha boa operación no dixestor depende dunha adecuada capacidade tampón e dunha non-excesiva concentración de AGV, a relación AI/AT pode usarse como parámetro de control, recomendando non supera-lo valor de 0,3 (Ripley *et al.*, 1986; Wetzel *et al.*, 1994) para evita-la acidificación do reactor. Así mesmo, como valor de alcalinidade é recomendable manter unha concentración superior a 1,5 g/l (Lema & Méndez, 1994).

4.2 Materiais e métodos

As alcalinidades parcial (AP) e total (AT) determináronse mediante valoración de 25 ml de mostra cunha disolución de H₂SO₄ (contravalorada cunha disolución estándar de CaCO₃) ata pH de 5,75 e 4,3, respectivamente, seguindo o método 403 proposto en Standard Methods (APHA, 1992). O equipo de medida de pH é o mesmo có descrito no apartado de pH. Os valores da alcalinidade están expresados en termos de mg CaCO₃/l, e calcúlanse da seguinte maneira (APHA, 1992):

$$AP = A \cdot N \cdot 50000 / V$$

$$AT = B \cdot N \cdot 50000 / V$$

onde V é o volume de mostra en mL (25), N a normalidade de H₂SO₄, A e B son respectivamente, os volumes de H₂SO₄ (en ml) necesarios para chegar ós puntos de valoración requiridos.

5 AGV (Ácidos Graxos Volátiles)

5.1 Introdución

Os Ácidos Graxos Volátiles son acético, propiónico, n-butírico, i-butírico, i-valérico e n-valérico, e a súa importancia débese a que son produtos intermedios na dixestión anaerobia. A acumulación destes ácidos reflicte un desequilibrio cinético entre os produtores e os consumidores de ácidos (Switzenbaum *et al.*, 1990), que ten lugar cando se produce unha desestabilización.

5.2 Materiais e métodos

Os AGV determináronse mediante cromatografía gasosa empregando un equipo Hewlett Packard 5890A cun Detector de Ionización de Chama (DICH), conectado a un inxector automático Hewlett-Packard 7673A. A temperatura do inxector foi de 260 °C. Usouse unha columna (3000 mm de lonxitude e 2 mm de diámetro interno) de vidro rechea con Chromosorb WAW (web 100/120) impregnado con NPGA 25% e H₃PO₄ 2%, que se mantivo a 105 °C. Os AGV, despois de seren separados na columna, en función dos seus diferentes pesos moleculares, foron queimados nunha chama de H₂-aire e medidos co DICH a 280 °C. O rango de medida de concentración estaba en 0,050-1,500 g/l.

O gas portador foi nitróxeno saturado con ácido fórmico antes de entrar no inxector, cun caudal de 24 ml/min. Como gases auxiliares utilizáronse aire e hidróxeno con caudais de 400 e 30 ml/min, respectivamente. As análises realizáronse empregando ácido trimetil acético (ácido piválico) como patrón interno.

6 Nitróxeno

6.1 Introducción

O Nitróxeno Total Kjeldahl (NTK) comprende o nitróxeno orgánico e o nitróxeno amoniacal, co nitróxeno nun estado de oxidación N^{3-} ; de feito o nitróxeno orgánico pode definirse como nitróxeno ligado organicamente nun estado de oxidación tri-negativo (APHA, 1992).

O NTK correspóndese normalmente coa maior parte do nitróxeno presente nas augas residuais (excepto nalgúns campos específicos coma a industria galvánica), xa que o nitróxeno eliminado é frecuentemente orgánico e non adoita haber oxidación do nitróxeno nos sistemas de drenaxe e sumidoiros. En realidade ten lugar a desnitrificación de pequenas cantidades de nitrato presentes na auga aportada ó sistema.

O nitróxeno é relevante como nutriente necesario para o metabolismo dos microorganismos, e de feito pénsase que ten relación sobre os mecanismos de agregación da biomasa, tanto sobre soportes fíxos (Veiga *et al.*, 1992) como na formación de gránulos (Thaveesri *et al.*, 1994; Wetzel *et al.*, 1994).

6.2 NTK (Nitróxeno Total Kjeldahl)

O Nitróxeno Total Kjeldahl (NTK) mediuse nun analizador de nitróxeno orgánico Dohrmann DN-1900, coma a diferenza entre o Nitróxeno Total (NT) e o Nitróxeno Inorgánico (NI). O gas portador foi osíxeno cun 99,99% de pureza. O nitróxeno total compútase a partir de NO_2 que se produce durante a combustión catalítica (Cu) da mostra a $850^\circ C$. Posteriormente, mediante unha redución química con H_2SO_4 catalizada por Cl_3Va a $80^\circ C$ determínase o NI (NO_3^- , NO_2^-). Ó NO produto desta reacción elimínaselle a humidade e faise reaccionar con O_3 para obter NO_2 nun estado excitado. A volta deste óxido ó seu estado fundamental provoca a emisión dun protón, a partir do cal se pode levar a cabo a determinación de NI mediante quimioluminiscencia, empregando un tubo multiplicador.

No analizador de nitróxeno realizáronse tres medidas empregando volumes de mostra de 0,9 ml, a partir das cales se obtivo a media ponderada como valor representativo.

6.3 Nitróxeno amoniacal por medio dun electrodo selectivo

Utilizouse un electrodo selectivo de amonio do modelo Ingold Type 15 230 3000, conectado a un medidor Crison micro pH 2001. O procedemento é o indicado no método 417E proposto por Standard Methods (APHA, 1992).

Para realiza-la medida así coma o calibrado procedese da seguinte maneira:

Sobre 25 ml de mostra axitada engadíronse aproximadamente 0,25 ml de NaOH 10 M para leva-lo pH a un valor superior a 12. Nesas condicións de pH o nitróxeno amoniacal contido na mostra é liberado en forma de amoníaco, co que pode ser detectado pola célula do electrodo.

7 Sólidos en Suspensión Totais (SST) e Volátiles (SSV)

7.1 Introdución

Os sólidos contidos na auga poden estar, ben disoltos ou ben suspendidos e estes últimos poden á súa vez dividirse en orgánicos e inorgánicos. Os Sólidos en Suspensión Totais (SST) determináronse mediante a filtración da mostra eliminando a auga que permanece na mostra. Os Sólidos en Suspensión Volátiles (SSV) defínense como aqueles que volatilizan a unha temperatura inferior a 605 °C, e de feito correspóndense bastante ben cos orgánicos –as diferencias poden ser debidas a algúns sales minerais que volatilizan ou que se descompoñen a esas temperaturas (APHA, 1992).

7.2 Materiais e métodos

Os Sólidos Totais inclúen sólidos en suspensión e en disolución. Os sólidos volátiles determináronse mediante a ignición da mostra a alta temperatura (550°C) nunha mufla (Selecta). Para estas análises utilizáronse os métodos 209 A, 209 C e 209 D, descritos no Standard Methods (APHA, 1992).

Os SST determináronse por filtración dun volume coñecido de mostra con filtros de fibra de vidro WHATMAN do modelo GF/C de 4,7 cm de diámetro, que posteriormente foron secados a 103-105°C. A diferenza de peso dos filtros antes e

despois do secado permitiu calcula-lo contido en SST. Os SSV, determináronse por diferenza de peso antes e despois da calcinación a 550°C.

8 Ensaio Anaerobios

Os tests de actividade metanoxénica e non-metanoxénica leváronse a cabo empregando pequenas cantidades de lodo en botellas de 125 ml cun volume útil de 100 ml (Soto *et al.*, 1993). O procedemento paso a paso é o seguinte: a) introducción dentro dos viais dunha cantidade de auga previamente calculada; b) adición de solución reductora (para obter unha concentración final de 100 mg $\text{Na}_2\text{S}\cdot 9\text{H}_2\text{O}/\text{l}$) e de solución tampón (para obter unha concentración final de 1 g NaHCO_3/l); c) adición do lodo; d) axuste do pH entre 7,0-7,1, usando solucións 1N ou 5N de HCl ou NaOH; e) gurgullo dunha mestura de gas N_2/CO_2 85/15%; f) selado dos viais e conexión ó sistema de medida de metano nos casos pertinentes (tests metanoxénicos); g) adición dos diferentes substratos e homoxeneización mediante axitación suave. Non se fixo adición de nutrientes. Debido a que a concentración de biomasa podería afectar ó resultado dos tests, polas dificultades na transferencia de materia, mantívose un valor entre 1 e 2,5 g/l en tódolos experimentos, de acordo co establecido por diferentes autores (Dolfing, 1985; Guiot, 1991; Soto *et al.*, 1992; 1993).

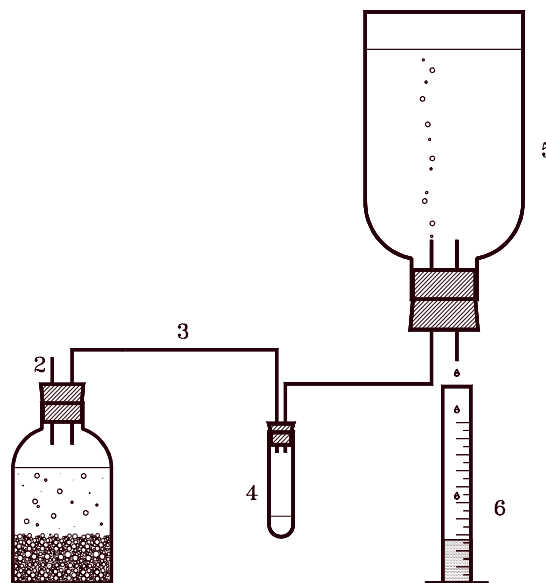


Figura 2.1. Montaxe experimental dos tests de actividade. 1. Vial; 2. Punto de mostraxe; 3. Conducción de gas; 4. Tubo de seguridade; 5. Frasco Mariotte; 6. Probeta.

Como substrato para os tests de actividade metanoxénica empregouse una solución de AGV previamente neutralizada con NaOH. As concentracións dentro de cada vial foron de 1,0 g ácido acético/l; 0,5 g ácido propiónico/l e 0,5 g ácido n-butírico/l. Os substratos empregados para a determinación de actividade hidrolítica e acidoxénica foron solucións de soro de leite (cun alto contido en lactosa) e glicosa, respectivamente cunha concentración de 1,5 g/l.

A actividade metanoxénica específica do lodo (AME) determinouse medindo a produción de metano cun frasco Mariotte invertido conectado ó vial, que contiña unha solución de NaOH ó 2,5%. Na Figura 2.1 móstrase un esquema da montaxe experimental. Para os tests non-metanoxénicos, as botellas de 100 ml pecháronse con tapóns de septum, a través dos cales se tomaron, periodicamente, mostras de 0,5-1,5 ml que foron centrifugadas a 5000 rpm (4000 g) durante 15 minutos, e posteriormente analizouse o sobrenadante para determina-la concentración de substrato. A actividade metanoxénica calculouse a partir da velocidade de produción de metano mentres que as actividades hidrolítica e acidoxénica determináronse a partir da velocidade de consumo de substrato (lactosa ou glicosa). Para calcula-las actividades específicas dividíronse os valores obtidos pola concentración de SSV en cada caso.

9 Composición do biogás

9.1 Introducción

A composición do biogás é moi útil para determina-la cantidade da carga alimentada que foi metanizada, e polo tanto para poder face-los balances de DQO e detectar situacións de desequilibrio. A proporción entre o metano e o dióxido de carbono no gas, pode aportar indicacións da variación da concentración de ácidos, e de feito cando se neutralizan os AGV prodúcese CO_2 - debido ó efecto tampón da alcalinidade do bicarbonato -, de aí que o incremento da súa concentración no biogás presente paralelismo co consumo de alcalinidade. Os gases medidos foron N_2 , CH_4 , CO_2 e H_2S .

9.2 Materiais e métodos

A composición do gas (CH_4 , CO_2 e SH_2) determinouse mediante cromatografía gasosa empregando un equipo Hewlett Packard 5980 serie II cun Detector de Conductividade Térmica (DCT). A columna empregada é de aceiro inoxidable de 2 m de lonxitude e de 1/8" de diámetro externo, rechea de Porapak Q 80/100 de malla. A columna mantívose a 35 °C, mentres que a temperatura do inxector e do detector foi de 110°C. Os diferentes gases, unha vez separados na columna por

polaridade e polo tamaño de molécula, foron detectados polo DCT, que mide a súa concentración en función da variación da conductividade térmica. Como gas portador empregouse He cun caudal de 15 ml/min. O volume de mostra inxectado foi de 1 ml, tomado cunha xeringa e introducido no equipo a través dun septum na entrada do dispositivo de medida de gas. As medidas baseáronse nunha mestura estándar que contiña 66,04 % de CH₄, 30,0% de CO₂ e 1,9% de H₂S.

10 Sedimentabilidade

10.1 Introducción

A separación dunha mestura sólido-líquido por gravidade para obter, por un lado o líquido clarificado, e por outro lodo - coa maior parte dos sólidos - denomínase sedimentación. A mellor maneira de estudia-lo proceso é vendo o que ocorre nun experimento en descontinuo. Para este fin dispúxose dunha probeta graduada de 1 l, que se encheu coa mestura sólido-líquido. Nun principio a concentración é uniforme, pero cando as partículas comezan a sedimentar poden acadar rapidamente a súa velocidade final nas condicións de sedimentación. O volume ocupado polo lodo sedimentado pódese representar como unha función do tempo, a partir da cal se pode determina-la velocidade de sedimentación, expresando o resultado en función dun volume (ml/l) ou dun peso (mg/l).

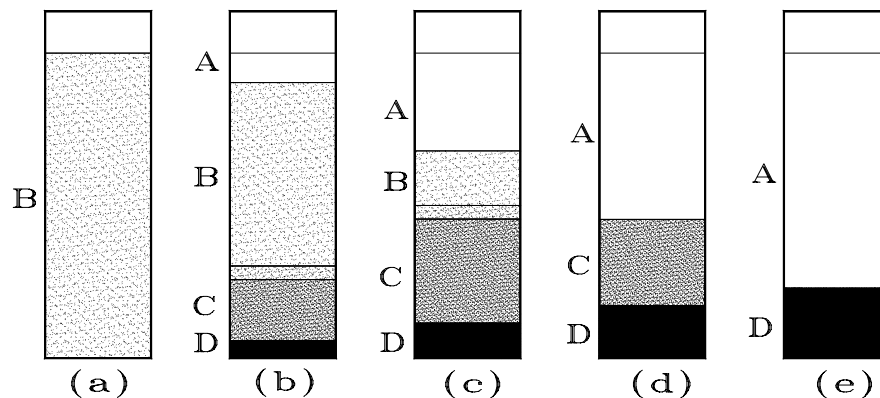


Figura 2.2. Distribución da biomasa no proceso de sedimentación.

As diferentes áreas que se observan no volume de mostra indícanse na Figura 2.2. Na zona D localízanse as partículas sedimentadas. C é unha rexión cunha distribución de tamaño de partícula variable, onde a concentración non é uniforme. A rexión B ten unha concentración uniforme, parecida ó valor inicial, e por último,

A é a zona superior de líquido clarificado. Este comportamento corresponde a unha distribución normal de tamaño de partícula. Se as biopartículas presentan un gradiente moi acusado nas súas características, a separación entre algunhas das zonas definidas pode aparecer difusa, chegando caudais a distinguir tres rexións.

Cando tódolos sólidos se atopan en *D* (punto crítico de sedimentación), o proceso continúa cunha lenta compresión dos mesmos.

Nunha operación descontinua, a altura das diferentes áreas varía co tempo. Nun proceso en continuo, existen as mesmas áreas, obtendo un valor constante para a altura das diferentes rexións, unha vez acadado o estado estacionario.

10.2 Materiais e métodos

A proba volumétrica require soamente un cono Imhoff (APHA, 1992), que se debe encher ata a marca de 1 l cunha mostra ben mesturada. Hai que deixar sedimentar durante 45 minutos, removendo a continuación suavemente as paredes do cono cunha varíña ou mediante rotación; manter en repouso 15 minutos máis e rexistralo volume de sólidos sedimentables do cono como mililitros por litro. Se a materia sedimentada contén bolsas de líquido entre partículas grosas, é preciso avaliar este volume e restalo do volume de sólidos sedimentados. O límite inferior práctico da medición depende da composición da mostra e, en xeral, é da orde de 0,1 a 1,0 ml/l. En caso de producirse unha separación de materiais sedimentables e flotables, non deben valorarse estes últimos como material sedimentable.

11 Azucres

11.1 Introducción

O método utilizado para determina-los azucres totais (azucres simples, oligosacáridos, polisacáridos e os seus derivados) é un método colorimétrico que emprega sulfato de hidracina en ácido sulfúrico como reactivo oxidante (Miller, 1959). Os azucres reductores (glicosos) determináronse empregando a reacción con ácido di-nitro salicílico (DNS) (Miller, 1959).

11.2 Materiais e métodos

Para a determinación de azucres totais empregáronse como reactivos fenol ó 5 % (5 g de fenol en 100 ml de auga destilada e unha solución de sulfato de hidracina en ácido sulfúrico (2,5 g de $N_2H_4SO_4$ en 500 ml de H_2SO_4 concentrado que se deixan disolver de forma lenta durante 24 horas).

Nun tubo de ensaio, tomouse 1 ml de mostra diluída de acordo ó rango de determinación do método (0-1 g/l), e engadíuselle 1 ml de solución de fenol ó 5 % e 5ml de disolución de sulfato de hidracina, axitando de forma inmediata durante uns minutos. Deixouse reaccionar durante 30 minutos e mediuse a absorbancia (espectrofotómetro Hitachi, modelo U-2000) a 490 nm fronte a un branco ó que se lle fixo o mesmo tratamento que á mostra.

Para a determinación de azucres reductores empregouse unha disolución contendo 1 g de ácido DNS (3,5 dinitrosalicílico); 20 ml de NaOH 2N; 4 g de tartrato sódico-potásico tetrahidratado; e 100 ml de auga destilada.

Tomouse 1 ml de mostra e 1 ml de reactivo que se someteron nun baño de auga a ebulición durante 5 minutos. Posteriormente deixouse arrefriar a temperatura ambiente, engadíronselle 10 ml de auga destilada e mediúselle a absorbancia fronte a un branco a 540 nm (espectrofotómetro Shimadzu UV-160).

De cada vez que se levou a cabo un grupo de análises realizouse unha curva de calibrado empregando como patrón unha disolución de glicosa.

12 Proteína soluble

12.1 Introducción

Esta determinación levouse a cabo segundo o método de Lowry (Lowry *et al.*, 1951). Trátase dun método colorimétrico que se basea nunha reacción inicial da proteína co ión cobre en medio alcalino, formándose o complexo Biuret que presenta un típico color azul-púrpura, seguido doutra reacción na que o reactivo de Folin é reducido polos aminoácidos aromáticos presentes na proteína.

12.2 Materiais e métodos

Preparáronse disolucións de carbonato ó 2 % en NaOH 0,1 M (20 g de Na₂CO₃ e 4 g de NaOH levados a 1 l); e sulfato cúprico (0,5 %)-tartrato (1%) (2,5 g de CuSO₄·5H₂O e 6,76 g de tartrato sódico-potásico tetrahidratado levados a 0,5 l). Tomáronse 50 ml da primeira solución e 1 ml da segunda para prepara-lo reactivo A. O reactivo B preparouse cunha mestura 1:1 (v/v) de auga destilada e de reactivo de Folin-Ciocalteu.

Sobre 1 ml de mostra (diluída por debaixo dunha concentración de 0,25 g proteína/l) engadíronse 5 ml de reactivo A e deixouse repousa-la mestura durante 10 minutos. Posteriormente engadíronse 0,5 ml de reactivo B e deixouse repousar 3 horas na escuridade antes de face-la lectura de absorbancia (espectrofotómetro Shimadzu UV-160A) fronte a un branco a 750 nm, cando a concentración de

proteína é pequena. Se a concentración de proteína é grande débese realiza-la medida a 500 nm. Neste caso empregouse sempre a lonxitude de onda maior por ser máis sensible. Cada vez que se levou a cabo a medida fíxose un calibrado empregando como patrón disolucións de soro bovino de diferentes concentracións.

13 Fosfatos

13.1 Introducción

Seguíuse o método 424 E descrito no Standard Methods (APHA, 1992). Determínase o fósforo en forma de ortofosfato, seguindo un método colorimétrico baseado na formación do ácido molibdofosfórico que posteriormente é reducido polo cloruro estannoso a molibdeno dando lugar a unha coloración azul.

13.2 Materiais e métodos

Empregouse unha disolución indicadora de fenolftaleína; unha disolución de molibdato amónico (25 g de $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ e 280 ml de H_2SO_4 concentrado levados a 1 l); e unha disolución de cloruro estannoso (2,5 g de $\text{Cl}_2\text{Sn}\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ en 100ml de glicerina).

Sobre 25 ml de mostra engadiuse 1 ml da disolución de molibdato amónico, axitouse e engadíronse 3 gotas da solución de cloruro estannoso. 11 minutos despois da última adición realizouse a medida da absorbancia a 690 nm (espectrofotómetro Hitachi, modelo U-2000) fronte a un branco, tomando como base un calibrado con disolución patrón de KH_2PO_4 anhidro, previo a cada tanda de medidas.

14 Modelo de fluxo

Para determina-lo tipo de fluxo de reactores anaerobios empregouse unha técnica estímulo-resposta (Levenspiel, 1988), usando LiCl como trazador. Inxectouse un volume determinado de LiCl, cunha concentración coñecida, á entrada do reactor e tomáronse mostras á saída durante un tempo correspondente a 2-3 veces o tempo de retención hidráulico (TRH) de operación, ás cales se lles determinou a concentración de Litio mediante Espectrofotometría de Absorción Atómica (Perkin-Elmer ICP/5000).

Necesítase un calibrado previo para relaciona-la concentración de Litio medida coa absorbancia de diversas disolucións de LiCl de concentración coñecida

A análise da información realizouse mediante un programa en BASIC (Bouzas *et al.*, 1988) que axusta as curvas experimentais ó modelo de *Dispersión axial* e ó

modelo de *Tanques en serie*, e tamén se empregaron modelos multiparámetro para mestura completa con espacio morto e con recirculación.

15 Referencias

- APHA-AWWA-WPCF. (1992). *Metodos normalizados para el análisis de aguas potables y residuales*. Ed. Diaz de Santos, S.A, Madrid, España.
- Bouzas S., Casares J.J. and Lema J. M. (1988). Análisis de reactores de flujo no ideal II. Ajuste a modelos de un solo parámetro. *Ingeniería Química*. **234**, 209-214.
- Dolfing J. (1985). Kinetics of methane formation by granular sludge at low substrate concentrations: The influence of mass transfer limitation. *Appl. Microbiol. Biotechnol.* **22**(1), 77-81.
- Guiot S.R. (1991). Modelling the upflow anaerobic sludge bed-filter system: a case with hysteresis. *Water Res.* **25**(3), 251-262.
- Jenkins S.R., Morgan J.M. and Sawyer C.L. (1983). Measuring anaerobic sludge digestion and growth by a simple alkalimetric titration. *Journal WPCF*. **55**(5), 448-453.
- Lema J.M. and Méndez R. (1994). Tratamientos biológicos anaerobios. In: J.L. Bueno, A. Gutierrez Lavin, J.M. Diaz (Eds.). *Contaminación e ingeniería ambiental*. **3**, 505-538. FICYT. Oviedo, España.
- Levenspiel O. (1988). *Ingeniería de las reacciones químicas*. 2ª ed. Editorial Reverté, S.A., Barcelona, España.
- Lowry O.H., Rosebrough N.J., Farr A.L. and Randall R.J. (1951). Protein measurement with the Folin phenol reagent. *J. Biol. Chem.* **193**(1), 265.
- Miller L.G. (1959). Use of dinitrosalicylic acid reagent for determination of reducing sugars. *Anal. Chem.* **31**(3), 426-428.
- Ripley L.E., Boyle W.C. and Converse J.C. (1986). Improved alkalimetric monitoring for anaerobic digestion of high-strength wastes. *Journal WPCF*. **58**(5), 406-411.
- Soto M., Méndez R. and Lema J.M. (1992). Characterisation and comparison of biomass from mesophilic and thermophilic fixed bed anaerobic digesters. *Water Sci. Technol.* **25**(7), 203-212.
- Soto M., Mendez R. and Lema J.M. (1993). Methanogenic and non-methanogenic activity tests. Theoretical basis and experimental set up. *Water Res.* **27**(8), 1361-1376.

- Soto M., Veiga M.C., Méndez R. and Lema J.M. (1989). Semi-micro COD determination method for high salinity wastewater. *Environ. Technol. Lett.* **10**(5), 541-548.
- Switzenbaum M.S., Giraldo-Gomez E. and Hickey R.F. (1990). Monitoring of the anaerobic fermentation process. *Enzyme Microb. Tech.* **12**(10), 722-730.
- Thaveesri J., Gernaey K., Kaonga B., Boucneau G. and Verstraete W. (1994). Organic and ammonium nitrogen and oxygen in relation to granular sludge growth in lab-scale UASB reactors. *Water Sci. Technol.* **30**(12), 43-53.
- Wetzel M.C., Moosbrugger R.E., Sam-Soon P.A.L.N.S., Ekama G.A. and Marais G. v. R. (1994). Tentative guidelines for waste selection process design, operation and control of upflow anaerobic sludge bed reactors. *Water Sci. Technol.* **30**(12), 31-42.
- Veiga M.C., Méndez R. and Lema J.M. (1992). Development and stability of biofilms in bioreactors. In: L.F. Melo, T.R. Bott, M. Fletcher, B. Capdeville (eds.). *Biofilms - Science and Technology*. NATO ASI Series, Series E: Applied Sciences, **223**, 421-434. Kluwer Academic Publishers, The Netherlands.

Capítulo 3

Capítulo 3

Filtro anaerobio multialimentado

Resumo

A elección dunha tecnoloxía para o tratamento de augas residuais é un paso previo moi importante no deseño dunha planta. É por iso que afondar no coñecemento destes equipos é algo necesario para poder facer unha elección máis axeitada.

Un traballo previo (Veiga *et al.*, 1994) realizado neste grupo indicaba que se poderían obter certas vantaxes no funcionamento dun filtro anaerobio se a alimentación se repartía ó longo do equipo. Este foi o punto de partida para realizar este estudio, no que se segue o funcionamento de ámbolos dous reactores.

O presente traballo estudia, comparativamente o comportamento de dous equipos: un máis coñecido, o filtro anaerobio monoalimentado e outro que só presenta unha variante respecto ó anterior: a entrada de alimentación repartida en diferentes tomas ó longo do reactor, o filtro multialimentado. En particular o equipo estudiado presenta catro entradas de alimentación repartidas ó seu longo.

Coa estratexia formulada, ó final da operación (30 kg DQO/m³·d) no reactor multialimentado obtivéronse eficacias de operación, en termos de eliminación de DQO, superiores ó 80 %, mentres que no reactor monoalimentado foron inferiores ó 60 %. Así mesmo, obtívose unha maior resistencia da biomasa ante sobrecargas de natureza hidráulica ou orgánica.

O que se pretende con esa distribución de alimentación é acadar unha maior homoxeneidade na distribución de biomasa no reactor e que desa maneira a actividade dos microorganismos non estea localizada maioritariamente na zona de entrada do influente. Así, ó final da operación acadouse un 87 % de volume útil no reactor multialimentado, mentres que no monoalimentado se mantivo no 65 %. É importante no seguimento do funcionamento destes equipos estudia-los perfis de biomasa e o modelo de fluxo, pois son indicadores do grao de mestura na biomasa do reactor. Ámbolos estudos indicaron que había un maior grao de homoxeneidade no sistema no que se empregou a estratexia de multialimentación.

1 Introducción

1.1 Filtros Anaerobios de Fluxo Ascendente (UAF)

Os filtros anaerobios de fluxo ascendente (UAF- Upflow Anaerobic Filters) foron descritos por primeira vez en 1968 (Young e McCarty, 1969). Estes sistemas fóronse modificando ata chegar á actual tecnoloxía, sendo usados de forma efectiva para o tratamento dunha gran variedade de augas residuais procedentes da industria (Speece, 1983; Bonastre e Paris 1989; Young e Young, 1991), especialmente para augas residuais de alta carga (Wilkie e Colleran 1989; Méndez *et al.*, 1989, 1995). Nos filtros anaerobios de fluxo ascendente a auga residual pasa a través do recheo do reactor no que están retidos os microorganismos. O recheo desordenado permite o desenvolvemento da biomasa ocluída, como lodo granular ou floculento, e da biomasa adherida. Os compostos orgánicos solubles presentes na auga residual entran así en contacto coa biomasa e difúndense a través da superficie da biomasa adherida ou ocluída, onde os compostos orgánicos son convertidos en produtos intermedios e finalmente en metano e dióxido de carbono.

Aínda que os UAF poden traballar con elevadas cargas de materia orgánica (Young, 1991; Weiland e Rozzi, 1991), a súa maior desvantaxe é a presenza de zonas mortas e canalización (Weiland e Rozzi, 1991; Iza *et al.* 1991). Estes problemas aparecen asociados á acumulación de sólidos no reactor, xa que o material de recheo é un obstáculo para a mestura, provocando a acumulación de grandes cantidades de sólidos suspendidos na zona inferior, onde a mestura que se produce debido á evolución do gas é bastante pequena (Tilche e Vieira, 1991). Os problemas de obturación aumentan cando o reactor opera a altas velocidades de carga orgánica con substratos, coma os carbohidratos, que dan lugar a un elevado crecemento, ou ben cando a auga residual contén sólidos en suspensión dificilmente degradables, carbonato cálcico ou outros precipitados minerais (Hickey *et al.*, 1991). Ademais, os diferentes grupos tróficos que xogan un importante papel na bioconversión de substratos complexos desenvólvense en diferentes partes do UAF e de aí que as actividades hidrolítica, acidoxénica e metanoxénica aparecen estratificadas ó longo do sistema (Soto *et al.*, 1992). Finalmente, existe unha importante fracción de volume na parte superior do UAF ocupada polo gas producido, o que dificulta o contacto entre o subtrato e a biomasa.

Algúns autores estudaron a relación entre a concentración de biomasa e as súas características e a capacidade de degradación dos sistemas anaerobios. A maioría deles estudaron a distribución de Sólidos en Suspensión Volátiles (SSV) ó longo do filtro (DeWalle e Chian, 1976; Weiland, 1987) mentres que outros centráronse nas características da biomasa (Wilkie *et al.*, 1984; Soto *et al.*, 1992; Chung e

Choi, 1993; Hanaki *et al.*, 1994); a distribución relativa dos diferentes metanóxenos (Ehlinger *et al.*, 1987) ou das bacterias acidoxénicas/metanoxénicas (Kennedy e Guiot, 1986).

Para solucionar algún dos problemas mencionados, varios autores (Guiot e van den Berg, 1985; Reynolds e Colleran, 1986; Cordoba *et al.*, 1995) teñen proposto o emprego de reactores anaerobios híbridos, nos que a zona inferior é un UASB (Upflow Anaerobic Sludge Blanket) e a parte superior é un UAF, ou o uso de Filtros Anaerobios modulares de dúas etapas (Young e Young, 1988).

Aínda que na literatura existen referencias a procesos en etapas (El-Shafie e Bloodgood, 1973; Harper e Pohland, 1987; Grobicki e Stuckey, 1991; van Lier *et al.*, 1994; Guiot *et al.*, 1995), a aplicación en dixestores de leito fixo non está moi estendida. Os procesos segmentados favorecen as condicións ambientais óptimas para a degradación de intermedios (Lettinga, 1995), sendo esto especialmente importante cando se tratan efluentes complexos. É de esperar que un proceso segmentado, no que o comportamento hidráulico se aproxima máis ó fluxo en pistón, sexa máis eficaz que un proceso que ten lugar nun único compartimento (Lettinga, 1995). Segundo Lettinga *et al.* (1997) a secuencia debe ser optimizada e flexible de acordo co tipo de efluente que se vaia a tratar. Para efluentes con sólidos, o primeiro módulo debe ter a capacidade de eliminar eses sólidos, levando a cabo a hidrólise e a acidoxénese, e deixando a metanoxénese para etapas posteriores. Para efluentes con lípidos, coma no caso das industrias lácteas, Lettinga *et al.* (1997) aconsellan que o primeiro módulo debe permiti-la eliminación da emulsión lipídico-proteica que se forma nestes efluentes, así coma a acifricación dos compoñentes máis facilmente degradables.

El-Shafie e Bloodgood (1973) estudaron a degradación dun efluente sintético complexo nun sistema de leito fixo distribuído en seis zonas e Cheng *et al.* (1986) estudaron un sistema de leito fixo partido en tres zonas aplicado ó tratamento dun efluente lácteo sintético, realizando observacións microscópicas da poboación microbiana de cada zona do reactor. Arroja (1993) estudou a operación dun leito fixo horizontal en cinco etapas para o tratamento dun efluente sintético con glicosa como fonte de carbono. En ningún destes traballos se comparou a operación cun sistema nunha soa etapa, nin se fixo a caracterización física ou biolóxica da biomasa desenvolvida no sistema.

Harper e Pohland (1987) consideraron que a eliminación do biogás formado nas primeiras etapas de degradación evitaría o efecto tóxico ou inhibitorio dalgúns compoñentes do gas, coma o sulfuro, favorecendo a metanoxénese nas zonas superiores do dixestor. Por outro lado, estes autores encontraron que a eliminación do biogás permitía mante-lo hidróxeno en niveis moi baixos, co que se favorecía a degradación do acetato e do propionato.

van Lier *et al.* (1994) constataron que a concentración de hidróxeno era moi baixa, así como as concentracións de AGV, no caso de traballar con reactores con etapas para o tratamento termófilo. Estes autores obtiveron eficacias do 90-95 % traballando con cargas orgánicas de 50-100 kg DQO/m³·d, sen lavado da biomasa do reactor a pesar da elevada produción de biogás. Así mesmo, observaron a importancia de evita-la segregación das poboacións microbianas ó longo do dixestor, resultando esto máis fácil de conseguir no caso de operación en rango termófilo que cando se traballa no rango mesófilo.

Algúns destes autores refiren a existencia de segregación microbiana baseándose nas curvas de degradación de substratos. Nachaiyasit e Stuckey (1995) estudia-ron a resposta microbiana dun dixestor horizontal en etapas ás variacións das condicións de operación, coma temperatura e tempo de retención hidráulico. A análise baseouse na distribución dos AGV ó longo do sistema. Harper e Pohland (1997) empregaron microscopia electrónica de varrido para identifica-los tipos de bacterias máis abundantes, presentes en sistemas de leito fíxo segmentados en zonas con diferentes configuracións. Concluiron que a proporción de bacterias non filamentosas diminuía co aumento do tempo de retención hidráulico, en favor das filamentosas. Nunha configuración de reactor con recirculación de biogás, na que o réxime hidráulico é próximo á mestura completa, a distribución espacial das poboacións era máis uniforme que nunha configuración na que se separa o biogás producido en cada zona e na que se observou unha estratificación dos microorganismos.

van Lier *et al.* (1996) concluíron que a degradación por etapas en reactores UASB conduce a unha segregación da biomasa en termos físicos e biolóxicos. Esta caracterización baseouse na determinación das actividades metanoxénicas a partir da degradación de acetato, propionato e butirato.

Alves (1998) traballou con dous reactores de leito fíxo, un deles convencional e o outro segmentado en tres etapas, encontrando que a adición de macro e micro nutrientes era esencial para a eficacia e estabilidade operacional. Por outro lado, o aumento na concentración de substrato non afectou de forma global á eficacia dos sistemas, aínda que deu lugar a unha maior estratificación dos intermedios de reacción ó longo do reactor segmentado, debido ó tipo de fluxo do sistema. Este autor encontrou que o efecto de mestura era máis acentuado no reactor sen segmentación, mentres que no caso do reactor segmentado o grao de mestura aumentaba co aumento da concentración de substrato no influente. A actividade dos diferentes grupos tróficos distribuíuse ó longo da altura dos dixestores de modo similar en ámbalas configuracións, aínda que con maior estratificación no caso do reactor segmentado. A introducción de alimentación lateral nas diferentes zonas do reactor segmentado deu lugar a unha distribución da actividade semellante en ámbolos reactores.

No proceso de degradación anaerobia, os diferentes grupos bacterianos relaciónanse pola súa especificidade trófica e a selección microbiana está esencialmente determinada polas condicións de operación coma o pH, a temperatura, a composición do substrato e a carga orgánica e hidráulica que afectan ó comportamento fisiolóxico das bacterias e ás súas propiedades físicas, así coma ó tamaño e á densidade dos agregados (Morgan *et al.*, 1991). Dado que a configuración do reactor pode levar á acumulación de diferentes intermedios de reacción, tamén afecta á selección e distribución microbianas. O estudo da resposta dos microorganismos ás condicións de operación ten sido referido en nalgúns traballos da literatura. Anderson *et al.* (1994) estudaron a variación da poboación microbiana durante o arranque dun sistema de tratamento anaerobio en dúas fases, empregando a contaxe directa e a técnica do número máis probable (NMP). Zhang e Noike (1994) empregaron a mesma metodoloxía para estudia-lo efecto do tempo de retención hidráulico na eficacia e na poboación microbiana dun proceso de mestura completa.

Varios autores centraron os seus estudos na determinación do modelo hidráulico en filtros anaerobios. Mueller e Mancini (1975) modelizaron un filtro anaerobio coma unha serie de tres reactores perfectamente axitados, verificando que para unha carga orgánica de 10 kg DQO/m³·d e empregando un substrato a base de proteína e hidratos de carbono, soamente se mantiña dispoñible un 40 % do volume útil inicial, estando o resto ocupado polos sólidos acumulados.

Hall (1982) efectuou experiencias usando titrio como trazador e concluíu que un filtro anaerobio en operación compórtase coma un reactor de mestura completa cun volume morto dun 10-15 % do volume total. Young e Young (1988) encontraron que a acumulación de biomasa dentro dun filtro anaerobio e a produción do biogás proporcionan un efecto de mestura. Así mesmo, Chiang e Dague (1992) atoparon que o efecto de mestura é maiormente debido ó biogás producido, encontrando que a recirculación ou a relación lonxitude/diámetro do dixestor a penas teñen efecto sobre á homoxeneidade da fase líquida. Sen embargo, Dahab e Young (1982) suxeriron que os filtros anaerobios se aproximan ó fluxo en pistón. Young e Young (1988) determinaron o modelo de fluxo dun filtro anaerobio, encontrando un bo axuste a un modelo de compartimentos composto por zonas de mestura completa, fluxo en pistón e zonas mortas. Neste estudio a biomasa e o biogás simuláronse empregando ágar e inxección de aire, respectivamente.

Smith *et al.* (1996) estudaron a influencia da altura do leito, da cantidade de sólidos retidos e das velocidades do líquido e do gas no modelo de fluxo en filtros anaerobios a escala piloto e laboratorio. Propuxeron un modelo con dúas zonas de fluxo ideal, unha de fluxo en pistón e outra de mestura completa, unidas por unha zona morta.

Neste capítulo preséntase unha nova estratexia de alimentación para filtros anaerobios na que a alimentación se distribúe en diferentes puntos ó longo do reactor. Para determina-las vantaxes e inconvenientes asociados co uso dun sistema multialimentado (Veiga *et al.*, 1994), operouse con dous UAF idénticos, mono-(R1) e multi-alimentado (R2) e comparáronse as súas eficacias en termos de estabilidade e degradación de DQO.

Por outro lado, determinouse cómo o sistema de alimentación afecta á distribución de biomasa e de actividades metanoxénicas e non-metanoxénicas ó longo do equipo.

2 Material e Metodos

2.1 Equipo Experimental

Na Figura 3.1 móstrase o esquema da instalación experimental. Os reactores mantivéronse nunha cámara isotérmica. A temperatura controlouse por medio dun termómetro de sonda colocado no interior da cámara, que por medio dun relé mantivo a temperatura en $37\pm 1^\circ\text{C}$. A alimentación mantívose refrixerada antes da entrada ó reactor para impedi-la súa fermentación.

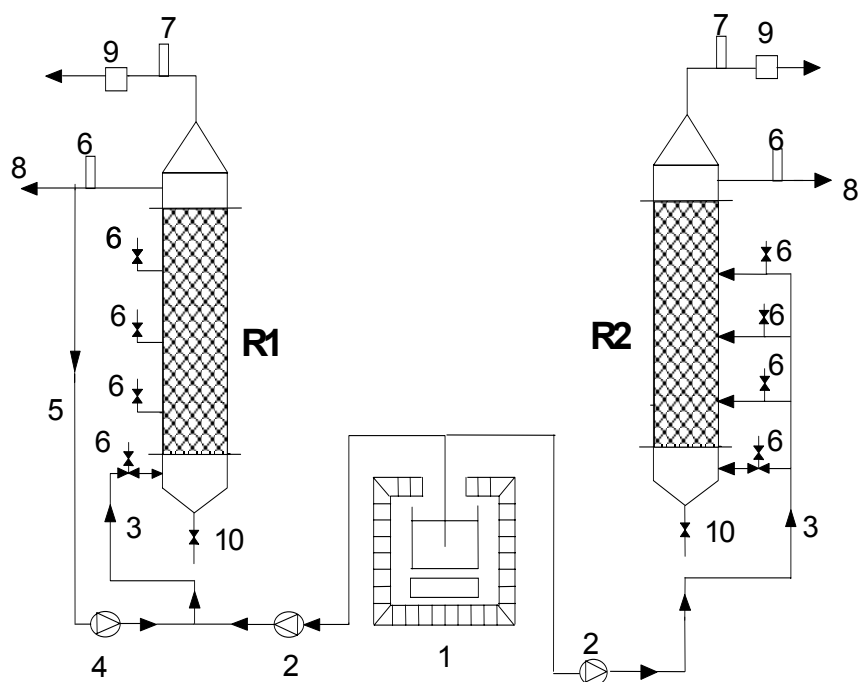


Figura 3.1. Esquema da instalación experimental dos reactores R1 e R2. 1: tanque de alimentación; 2: bomba de alimentación; 3: alimentación; 4: bomba de recirculación; 5: recirculación; 6: punto de mostraxe de líquido; 7: punto de mostraxe de gas; 8: efluente; 9: medidor de biogás; 10: purga de biomasa.

Empregáronse bombas peristálticas COLE-PARMER, Masterflex 7021-24 de 6 rpm con varios cabezais para controlar desta maneira o caudal que entra en cada punto de alimentación. As bombas funcionaron intermitentemente, controladas por

un temporizador. A relación recirculación/alimentación (R/A) en R1 variou ó longo da experiencia de 50 a 0,09, regulándose mediante a temporización das bombas. En R2 a recirculación eliminouse tras 183 días de operación.

Taboa 3.1. Características físicas dos dixestores.

Reactor	
Altura total (cm)	65
Altura de leito (cm)	57
Diametro interno (cm)	5
Volumen total (l)	1,8
Volumen útil (l)	1,4
Sección (cm ²)	19,6
Porosidade (ϵ) (%)	94

Os dous dixestores presentaban a mesma estrutura. Na Táboa 3.1 móstranse as súas características físicas. Pódese dicir que hai tres zonas perfectamente diferenciadas:

- *zona superior* ou de separación do gas, cun volume total aproximado de 180 ml, onde se separa o biogás e onde se recolle o efluente. Aí encóntranse as conduccións de saída do líquido (efluente e recirculación) e do gas. A altura é duns 5 cm e non posúe ningún recheo;
- *zona media* ou de adhesión bacteriana, onde se atopa o soporte, e polo tanto, a totalidade da flora bacteriana adherida. Esta zona, duns 56 cm de lonxitude e cun volume total aproximado de 1490 ml, encóntrase dividida en catro subzonas separadas polas tomas laterais de mostra nun caso e polas diferentes entradas noutro, distanciadas 14 cm entre si. O recheo empregado foron aneis Raschig de PVC corrugado. As características xeométricas do recheo aparecen reflectidas na Taboa 3.2. Unha vez introducidos os aneis no reactor, o volume útil viuse reducido a 1400 ml;

Taboa 3.2. Características do recheo.

Material de recheo	
Altura (cm)	4,6
Diámetro interno (cm)	4,1
Diámetro externo (cm)	5,1
Superficie específica (m ² /m ³)	228

- *zona inferior*, cun volume duns 130 ml. Na súa parte inferior ten forma cónica para permiti-la recollida de depósitos sólidos. Ten unha saída que se pode empregar como purga de sólidos. Outras dúas saídas permiten a entrada de alimentación e recirculación e a toma de mostra. A recirculación

retírase da parte superior co efluente e é introducida coa alimentación no reactor.

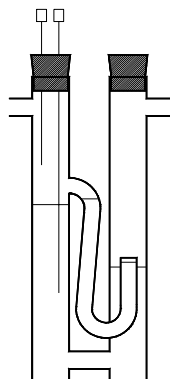


Figura 3.2. Medidor de gas.

A produción de gas foi seguida diariamente mediante un dispositivo electromecánico (Veiga *et al.*, 1990) (Figura 3.2). As dimensións dos medidores de gas empregados recóllense na Táboa 3.3.

Táboa 3.3. Dimensións dos medidores de gas empregados en cada dixestor.

Dixestor	R1	R2
<i>Diámetro Int (cm)</i>	3,75	3,75
<i>Volume útil (ml)</i>	60,5	59,6

2.2 Substrato

A fonte de carbono empregada foi soro de leite e/ou lactosa. A fonte de nitróxeno elixida (considerado como nitróxeno amoniacal) foi o cloruro amónico (NH_4Cl) que xa se empregara en estudos anteriores (Aguilar *et al.*, 1995; Baresi *et al.*, 1978). Como fonte de fósforo (en forma de ortofosfato) elixiuse fosfato monopotásico (KH_2PO_4), por se-la máis empregada na maioría da bibliografía consultada, aínda que nalgúns casos se empregue combinada co K_2HPO_4 . Na Táboa 3.4 encóntranse agrupadas as características da composición da alimentación.

Na primeira etapa de posta en marcha (primeiros 2 meses) engadíronse nutrientes adicionais. A composición recóllese na Táboa 3.5.

Táboa 3.4. Composición da alimentación.

C/N/P	240/10/2
Fonte de Carbono I (soro de leite), g/l	10
Fonte de Carbono II (lactosa), g/l	10
Fonte de Nitróxeno (NH ₄ Cl), g/l	0,64
Fonte de Fósforo (KH ₂ PO ₄), g/l	0,14
Solución mineral, ml/l	10
Solución tampón, ml/l	20
Solución macronutrientes, ml/l	10
Solución reductora, ml/l	20

Táboa 3.5. Composición da solución de macronutrientes en g/l.

CaCl ₂ ·2H ₂ O	3
Na ₂ SO ₄	23
MgSO ₄ ·7H ₂ O	12
Levadura	100
Peptona	50

Ademais dos compostos maioritarios, carbono, nitróxeno e fósforo, as bacterias precisan da presenza doutra serie de substancias coñecidas co nome de micronutrientes para realiza-las súas funcións vitais de crecemento e reprodución, e que se aportaron ó sistema mediante a adición dunha solución mineral (Murray e van den Berg, 1981) a composición da cal se mostra na Táboa 3.6.

Táboa 3.6. Composición da solución mineral en g/l.

NTA (titriplex)	12,8
FeCl ₂ ·4H ₂ O	1,0
MnCl ₂ ·4H ₂ O	0,12
CoCl ₂ ·6H ₂ O	0,024
ZnCl ₂	0,1
CuCl ₂ ·2H ₂ O	0,025
H ₂ BO ₃	0,01
(NH ₄) ₆ Mo ₇ O ₂₄ ·4H ₂ O	0,02
NaCl	1,0
NiCl ₂ ·6H ₂ O	0,12

Como se dixo anteriormente, ademais destas substancias, observouse a necesidade de engadir, ben periodicamente, ben ocasionalmente, unha solución reguladora do pH e unha solución reductora para mante-los valores do potencial Redox o

suficientemente negativos como para asegurar un correcto funcionamento da actividade bacteriana. A solución reguladora empregada foi unha solución de cisteína, a composición da cal se mostra na Táboa 3.7. Empregouse unha mestura equivalente de bicarbonato sódico e bicarbonato potásico, tal e como se recomenda na bibliografía como solución reguladora de pH (Táboa 3.8).

Táboa 3.7. Composición da solución reductora en g/l.

Sulfuro de cisteína	12,5
Na ₂ S·9H ₂ O	12,5
NaOH	3,5

Táboa 3.8. Composición da solución tampón en g/l.

KHCO ₃	104
NaHCO ₃	96

A partir do día 183 retirouse a lactosa da alimentación co que a DQO se viu reducida aproximadamente á metade do seu valor inicial. Tamén se retira a solución reductora e a de macronutrientes despois da posta en marcha.

Táboa 3.9. Composición típica da alimentación.

Días 0 - 183		Días 184 - 410	
10 g/l soro+10 g/l lactosa		10 g/l soro	
pH	4-7	pH	4-7
DQO (g/l)	20	DQO (g/l)	9,0
TOC (g/l)	8,6	TOC (g/l)	4,3
SST (g/l)	1,06	SST (g/l)	1,06
SSV (g/l)	0,92	SSV (g/l)	0,92
% SSV	87	% SSV	86
Azucres Totais (g/l)	18	Azucres Totais (g/l)	8,5
Proteína (g/l)	0,6	Proteína (g/l)	0,3
N-NH ₄ ⁻ (g/l)	0,4	N-NH ₄ ⁻ (g/l)	0,2
TKN (g/l)	0,3	TKN (g/l)	0,16
P-PO ₄ ³⁺ (g/l)	0,11	P-PO ₄ ³⁺ (g/l)	0,06
C/N/P	214/7,5/1	C/N/P	218/7,9/1

Debido a que non había presenza de sólidos os valores de parámetros totais e solubles realizados sobre mostras de alimentación sen filtrar e filtradas pódense considerar equivalentes. Na Táboa 3.9 preséntase a caracterización da alimentación ós reactores correspondente ás dúas etapas de operación. Durante os primeiros 183 días de operación engadiuse lactosa, levadura e peptona á alimentación nunha concentración de 10, 100, e 50 g/l, respectivamente. Posteriormente a partir do día 183 retiráronse estes compostos da alimentación.

Trátase dun influente no que os azucres supoñen unha alta porcentaxe da DQO, e polo tanto cunha moi elevada biodegradabilidade.

É de sinalar que no proceso de almacenamento da alimentación tiña lugar unha fermentación parcial da materia orgánica presente na auga, provocando a entrada de influente no reactor en valores de pH arredor de 4, que non afectaron de forma apreciable ó funcionamento do reactor.

2.3 Inóculo

A posta en marcha levouse a cabo inoculando 450 ml de lodos procedentes dunha planta anaerobia de depuración de augas residuais dunha fábrica de procesado de conservas mariñas, as características dos cales aparecen na Táboa 3.10.

Táboa 3.10. Características dos lodos inoculados.

<i>SST (g/l)</i>	<i>25,36</i>
<i>SSV (g/l)</i>	<i>15,52</i>
<i>Actividade (kg DQO/kg SSV·d)</i>	<i>0,89</i>

2.4 Determinación do modelo de fluxo

Para determina-lo modelo hidráulico en R1 e R2 empregouse unha técnica estímulo-resposta (Levenspiel, 1988) tomando LiCl como trazador. Inxectouse un volume de 5 ml de LiCl cunha concentración 5,6 g/l á entrada dos reactores e tomáronse mostras á saída durante un tempo correspondente a 2-3 veces o tempo de residencia hidráulico (TRH) de operación para determina-la concentración de Litio mediante Espectrofotometría de Absorción Atómica (Perkin-Elmer ICP/5000).

3 Resultados e discusión

3.1 Posta en marcha

Unha vez inoculados os dixestores estableceuse un caudal continuo de recirculación para favorecer a adhesión da biomasa e a homoxeneización nos reactores ata que se empezou a producir gas ó cabo duns 2 días. Foi entón cando se comezaron a alimentalos reactores cunha Velocidade de Carga Orgánica (VCO) inicial correspondente ó 10% da capacidade metanoxénica da biomasa inoculada (Lema *et al.*, 1991), co cal se estaban a introducir 0,445 kg DQO/m³·d mediante un caudal de 35 ml/d.

Para establecer o caudal de recirculación a estratexia que se seguiu foi a de manter en ámbolos reactores unha velocidade ascensional de 5 cm/h, que se seguiría mantendo durante toda a operación para establecer a recirculación con cada incremento do caudal de alimentación. Inicialmente os dous reactores funcionaron nas mesmas condicións, co mesmo caudal de alimentación e recirculación. A partir do día 183 de operación, a recirculación foi suprimida no reactor multialimentado, operando nese momento cunha velocidade ascensional de 2,3 cm/h.

3.2 Aumentos de carga

Tódolos aumentos de carga se levaron a cabo mediante un aumento do caudal de influente, xa que a concentración da alimentación permanece constante. Seguiuse mantendo a mesma velocidade ascensional, polo que con cada aumento de alimentación foise variando a relación R/A.

O día 158 apareceu un taponamento debido a unha acumulación de biomasa na zona intermedia do R2. Para solucionar este problema recorreuse a establecer un caudal de recirculación de forma continua, durante 20 días ata a recuperación do sistema. A evolución da DQO dos reactores durante esa recuperación vén recollida na Táboa 3.11, mentres que os perfís de SSV aparecen na Táboa 3.12 e a actividade metanoxénica na Táboa 3.13.

A partir do día 250 de operación volveuse realizar un estudio dos perfís ó longo do reactor. As propiedades estudadas foron de novo DQO, SSV e actividade. Na Táboa 3.14 preséntanse os datos obtidos. Pódese comprobar que os reactores están estabilizados e que o R2 presenta unha distribución máis homoxénea de maneira que a actividade do dixestor deixou de estar localizada soamente na parte baixa do reactor.

Filtro anaerobio multialimentado

Táboa 3.11. Perfís de DQO (g/l) nos dous dixestores durante a recuperación.

Punto mostraxe	R1				R2			
	día 158	día 165	día 169	día 176	día 158	día 165	día 169	día 176
Alim.	22,07	22,07	22,14	22,77	22,07	22,07	22,14	21,77
Base	27,81	6,38	6,48	3,97	6,62	6,85	1,85	9,43
...	21,19	0,82	6,20	2,48	3,09	4,52	2,56	2,98
...	16,69	2,19	1,55	2,81	0,28	0,66	0,44	1,74
...	3,20	0,82	0,34	2,00	9,10	0,93	0,14	1,13
Tope	2,10	0,88	0,22	1,70	1,71	0,52	0,26	1,03

Táboa 3.12. Perfís de SSV (g/l) nos dous dixestores durante a recuperación.

Punto mostraxe	R1		R2	
	día 155	día 171	día 155	día 171
Base	23,78	29,51	10,11	12,69
...	29,93	17,11	16,82	19,59
...	15,52	12,97	1,33	9,92
...	3,82	1,49	4,63	1,38
Tope	1,41	0,75	1,04	1,05

Táboa 3.13. Perfís de actividade (kg DQO/kg SSV·d) nos dous dixestores durante a recuperación.

Punto mostraxe	R1		R2	
	día 125	día 170	día 125	día 170
Base	0,42	0,52	0,87	0,47
...	*	0,33	*	0,54
...	0,09	0,27	0,29	0,98
...	*	0,24	*	0,74
Tope	-	0,21	-	0,25

*valores non determinados
- non se detectou actividade

Táboa 3.14. Perfís de DQO(g/l), SSV(g/l) e actividade(kg DQO/kg SSV·d) a partir do día 250, cos reactores recuperados.

Punto mostraxe	R1			R2		
	DQO	SSV	Act.	DQO	SSV	Act.
Alim.	9,1	-	-	9,1	-	-
Base	2,6	22,2	0,7	5,4	16,2	0,8
...	1,4	17,2	0,4	3,2	20,1	1,0
...	1,0	10,2	0,3	2,1	11,1	0,6
...	0,6	3,1	0,2	0,9	4,0	0,3
Tope	0,3	1,1	0,2	0,3	1,1	0,2

Os datos correspondentes á primeira etapa de operación, dende 1 ata 8 kg DQO/m³ d (Figura 3.3) preséntanse na Táboa 3.15. Durante este período a maior parte da carga orgánica do influente foi eliminada nos dous reactores (90-98 % en R1 en 94-98% en R2) (Figura 3.4). Apareciouse unha maior estabilidade e rendemento no reactor multialimentado, no que case que non houbo variación na relación de alcalinidades, que se mantivo sempre por debaixo de 0,3 (Figura 3.5), sendo esta unha indicación de operación estable (Ripley *et al.*, 1986; Moosbrugger *et al.*, 1993a, 1993b; da Haas e Adam, 1995; Buchauer, 1998). Non se apreciaron diminucións na produción de metano nin na porcentaxe de metanización.

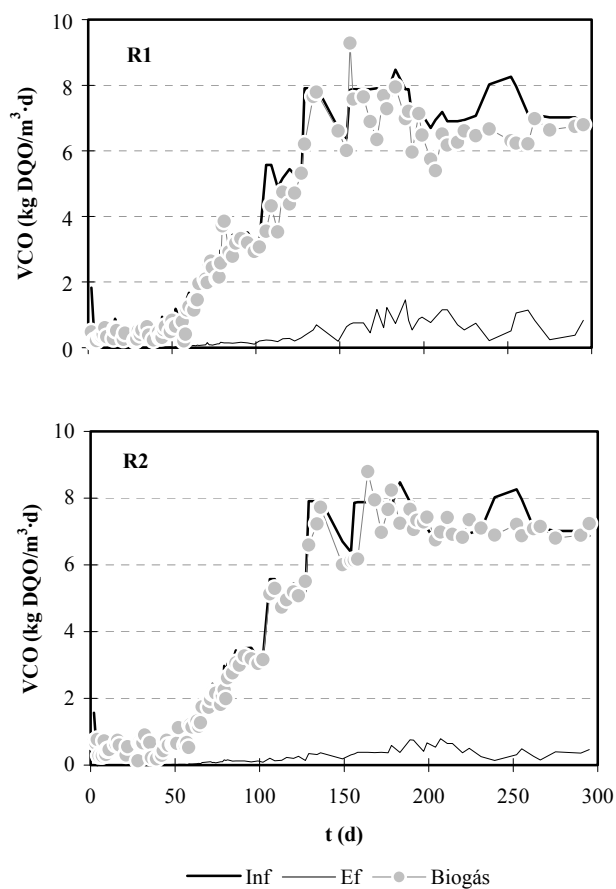


Figura 3.3. Velocidade de carga orgánica nos reactores durante a etapa de arranque.

Táboa 3.15. Datos correspondentes á operación dos reactores monoalimentado (R1) e multialimentado (R2) durante a fase final da primeira etapa (día 125-300), operando a 8 kg DQO/m³·d.

	R1	R2
pH	7,31 ± 0,29	7,34 ± 0,30
DQO (g/l)	0,91 ± 0,61	0,65 ± 0,29
AT (g/l)	2,64 ± 1,08	3,15 ± 1,33
AI/AT	0,25 ± 0,04	0,24 ± 0,03
% CH ₄	55,35 ± 8,73	62,36 ± 6,56
AcH (mg/l)	81,95 ± 37,97	53,33 ± 50,64
PrH (mg/l)	4,13 ± 3,03	2,18 ± 0,75
nBuH (mg/l)	0,12 ± 0,07	0,13 ± 0,02
v ascensional (cm/h)	5	5 (2,12*)
% Eliminación DQO	94,24 ± 4,22	95,96 ± 2,23
% Metanización	88,00 ± 22,21	93,45 ± 11,59

* a partir do día 183, no que se retirou a recirculación

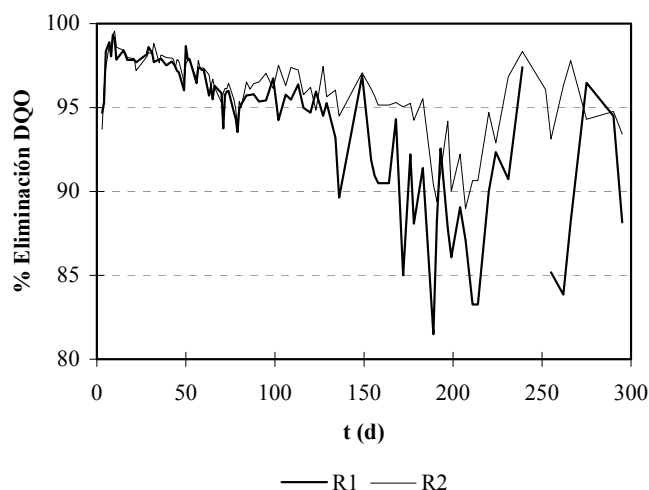


Figura 3.4. Porcentaxe de eliminación de DQO nos reactores na etapa de arranque.

Os valores de ácido acético e propiónico mantivéronse moi baixos, aínda cando se levaron a cabo os aumentos de carga, sendo a presenza doutros AGV (butírico, iso-valérico e n-valérico) practicamente desprezable en tódolos casos. Houbo unha diferenza lixeira pero constante, obténdose no caso do reactor monoalimentado valores máis altos de acético e propiónico.

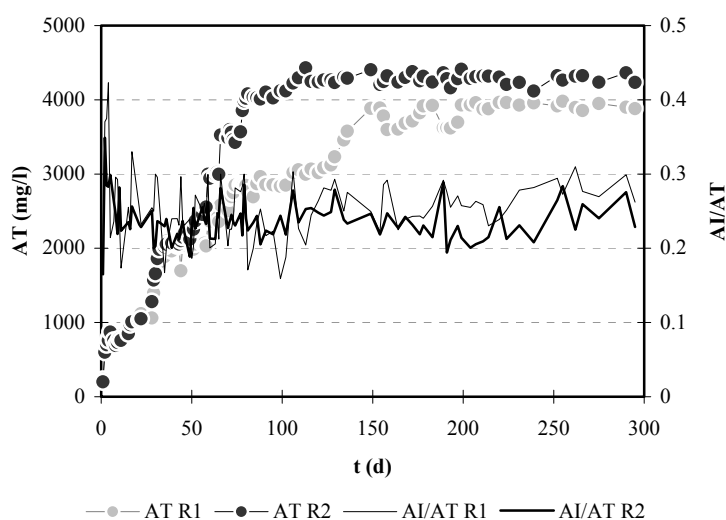


Figura 3.5 Alcalinidade nos reactores durante a etapa de arranque.

3.3 Probas de desestabilización

Para comproba-la resistencia dos filtros a un aumento de carga repentino, que por outro lado é algo moi probable no funcionamento dun reactor nunha planta, por calquera alteración no proceso industrial, leváronse a cabo unha serie de experiencias que permitan mostra-lo comportamento dos dous equipos.

A estratexia que se puxo en práctica foi provocar aumentos puntuais na velocidade de carga orgánica (VCO) de dúas formas diferentes, con e sen variación do tempo de residencia hidráulico (TRH).

Primeiro realizáronse as probas sen varia-lo TRH facendo un aumento na concentración de influente en dúas etapas. A primeira correspondeu a un incremento dun 50% de VCO, e unha vez estabilizados os dixestores levouse a cabo outro aumento de carga, esta vez dun 100% con respecto ó valor co que se estaba operando ó inicio do experimento. Posteriormente fixéronse as probas con variación de TRH, con aumentos do 50 % e do 100 % da VCO.

Durante estas probas seguiu-se a concentración de AGV, DQO e alcalinidade. Na Figura 3.6 indicase evolución dos AGV en ámbolos dous dixestores durante o experimento. HAc acadou valores de ata 1,2 g/l no R1, obténdose valores de 0,4 e 0,2 g/l de HPr e HnBu, respectivamente, mentres que en R2 a concentración non superou os 0,2 g/l para ningún dos ácidos.

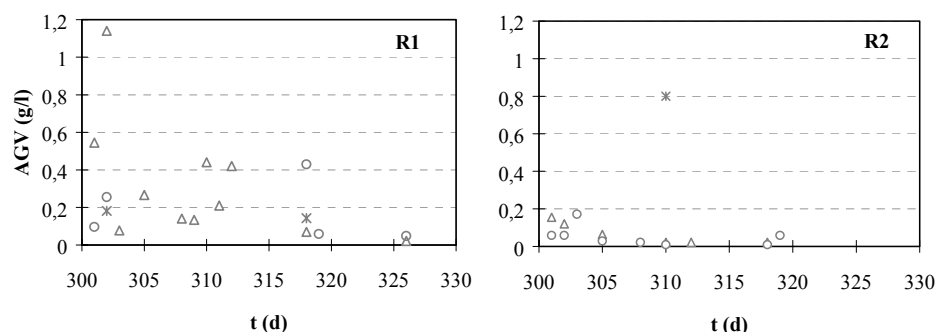


Figura 3.6.- Concentración de AGV nos reactores durante as probas de sobrecarga. HAc (Δ), HPr (o) e HnBu (*).

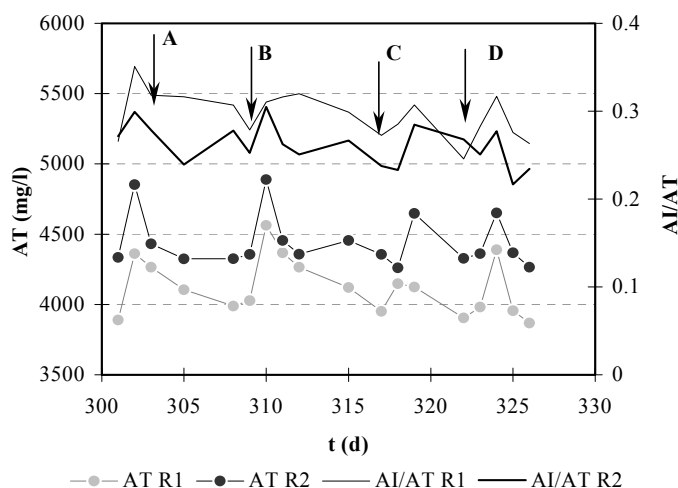


Figura 3.7.- Alcalinidade Total (AT) e relación de Alcalinidade Intermedia/Alcalinidade Total (IA/TA) nos reactores durante as probas de sobrecarga. As frechas A e B indican os incrementos de carga orgánica do 50 e do 100 %, respectivamente. As frechas C e D indican as sobrecargas hidráulicas do 50 e do 100 %, respectivamente.

A relación AI/AT mantívose sempre por debaixo de 0,3 no reactor multialimentado, mentres que no reactor monoalimentado foi lixeiramente superior (Figura 3.7). A AT foi sempre maior no caso de R2 (4500 mg/l no canto de 4000 mg/l), sendo estas diferenzas debidas á diferente concentración de AGV nos reactores. Na Figura 3.8 móstrase a evolución da porcentaxe de eliminación de DQO nos dixestores. Pódese observar que despois de cada aumento de carga, o reactor monoalimentado precisou máis tempo para recuperarse, da orde de 2-3 días

tralo primeiro incremento, e 4-5 días despois do segundo, mentres que o reactor multialimentado recuperouse totalmente en 1-2 días despois da sobrecarga. No caso das sobrecargas hidráulicas observouse que a recuperación foi máis rápida. R1 soamente necesitou 1-2 días e en R2 case que non apareceron sinais de desestabilización nin o día despois do aumento. Isto débese a que coas sobrecargas orgánicas hai unha carga residual sen degradar que permanece no reactor mentres que no caso das sobrecargas hidráulicas esa carga residual é arrastrada fóra do reactor pola maior velocidade do líquido. A eficacia do reactor multialimentado foi maior durante todo o experimento (Figura 3.8).

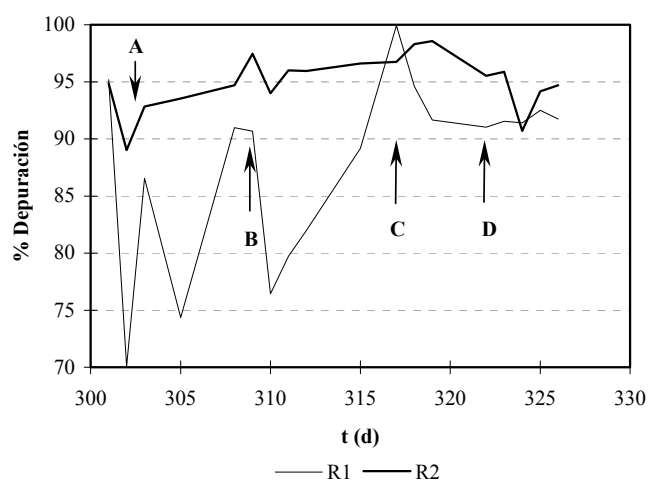


Figura 3.8. Eficacia dos reactores durante as probas de desestabilización. As frechas A e B indican os incrementos de carga orgánica do 50 e do 100 %, respectivamente. As frechas C e D indican as sobrecargas hidráulicas do 50 e do 100 %, respectivamente.

3.4 Velocidade de carga orgánica máxima

O diferente comportamento dos dous reactores durante as probas de estabilidade suxeriron a necesidade de realizar un estudo co fin de acadar a capacidade máxima en cada un deles. Seguiu-se o mesmo procedemento que nos aumentos de carga anteriores, aumentando un 50% unha vez estabilizados os dixestores. A VCO incrementouse diminuíndo o TRH (de 22,4 ata 8,4 h). Desta forma partíuse dun valor de VCO de 7-8 kg DQO/m³·d e foise aumentando ata chegar ó valor de 30 kg DQO/m³·d (Figura 3.9), no que o reactor R1 mostrou síntomas de desestabilización, que xa viñan aparecendo dende valores de operación de 20 kg DQO/m³·d.

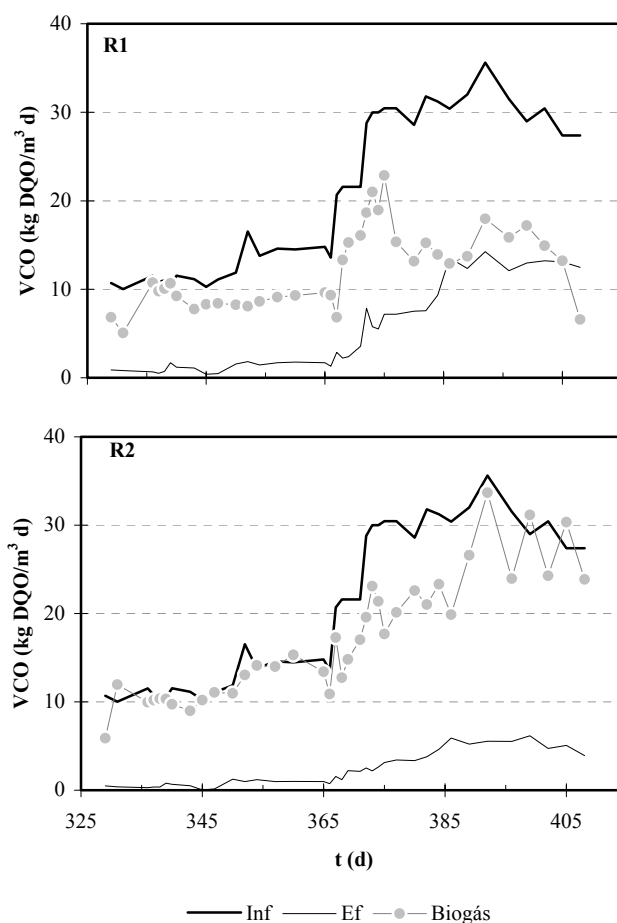


Figura 3.9 VCO nos reactores no período de aumento de carga.

É de sinalar que o dixestor R1 sempre presentou valores máis baixos na porcentaxe de depuración (Figura 3.10) que o dixestor R2. Así en R1 obtivéronse eficacias do 80-90 % fronte ó 90-95 % en R2.

Durante este último período de operación o aspecto externo da biomasa cambiou apreciablemente en R2, observándose a formación de gránulos case que nas dúas terceiras partes de dixestor, cunha produción de gas considerable. É por iso que a pesar de aumentar un pouco a relación de alcalinidade, en torno a 0,4 (Figura 3.11) e diminuí-la porcentaxe de depuración ata o 80 % (Figura 3.10), pódese dicir que R2 está operando satisfactoriamente, mentres que R1 mostra síntomas de desestabilización cada vez maiores, aumentando o nivel de AGV (Figura 3.12) ata valores de 1,2 g/l de acético e propiónico e diminuíndo considerablemente a

porcentaje de depuración ata un 50 %, así coma a concentración de alcalinidade (Figura 3.11), consumida debido ó incremento de ácidos.

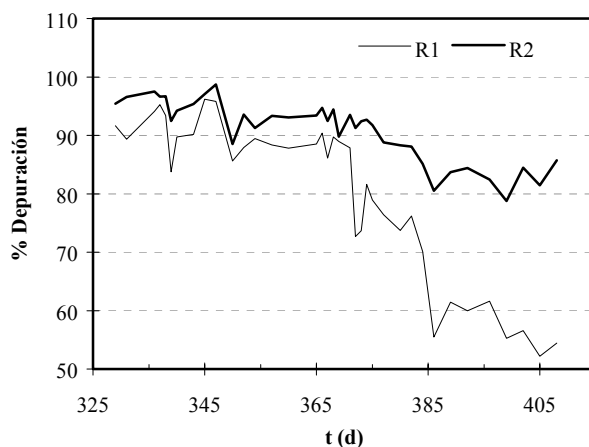


Figura 3.10. Porcentaxe de depuración de DQO nos reactores no período de aumento de carga.

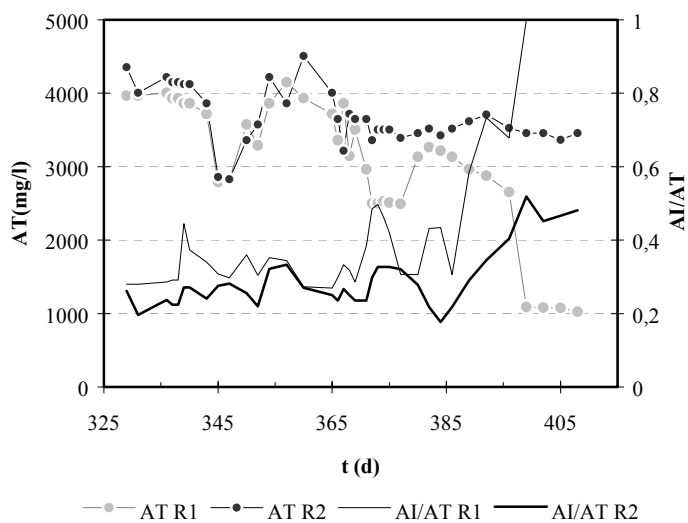


Figura 3.11. Alcalinidade Total (AT) e relación de Alcalinidade Intermedia/Alcalinidade Total (AI/AT) nos reactores no período de aumento de carga.

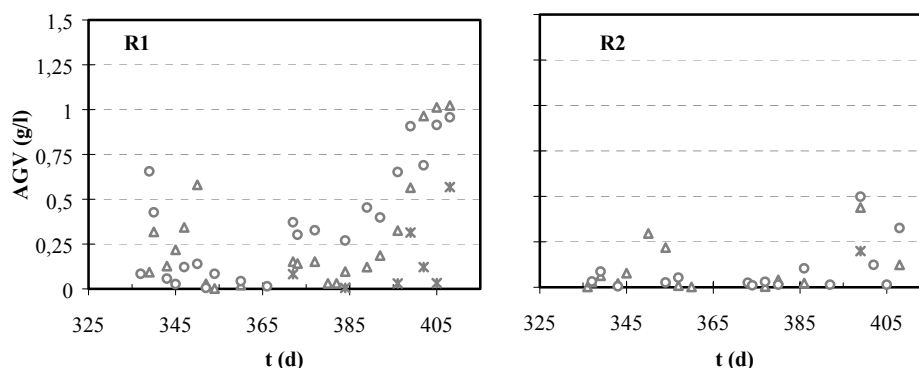


Figura 3.12. AGV nos reactores no período de aumento de carga. HAc (Δ), HPr (o) e HnBu (*).

3.5 Obtención do modelo de fluxo

No día 375 de operación, cando ámbolos reactores operaban a un TRH de 8,4 h con respecto ó volume total do sistema, e a unha VCO de 32 kg DQO/m³·d determinouse o modelo hidráulico de cada reactor mediante experimentos de distribución do tempo de residencia (DTR). Nese momento, as velocidades ascensionais en R1 e R2 eran 9,5 e 8,5 cm/h, respectivamente.

O estudo levouse a cabo mediante unha técnica estímulo resposta, facendo unha inxección de trazador en impulso e estudando a resposta á saída do reactor. O trazador empregado foi Litio, nun volume de 5 ml cunha concentración de 5,6 g/l. A concentración de Li á saída determinouse mediante espectrofotometría de absorción atómica (Perkin-Elmer ICP/5000), durante un tempo correspondente, aproximadamente, a tres veces o tempo de residencia estimado. A mostra foi filtrada e diluída para que a lectura de concentración entrara no rango de detección do equipo. A análise da información realizouse tal e como se especificou no capítulo de materiais e métodos mediante un programa BASIC (Bouzas *et al.*, 1988).

Nas Figuras 3.13 e 3.14 móstrase a concentración adimensionalizada (relación entre a concentración medida á saída dos reactores, e a área da curva) de Li obtida en R1 e en R2, respectivamente. O tempo adimensional calculouse coma a relación entre o tempo de mostraxe e o TRH real, obtido a partir dos datos experimentais.

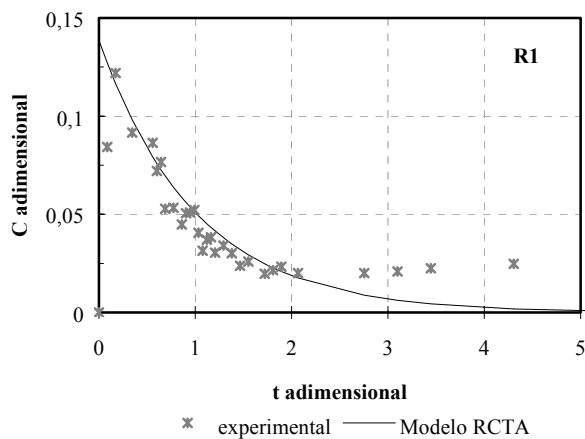


Figura 3.13. Modelo de Fluxo do reactor monoalimentado.

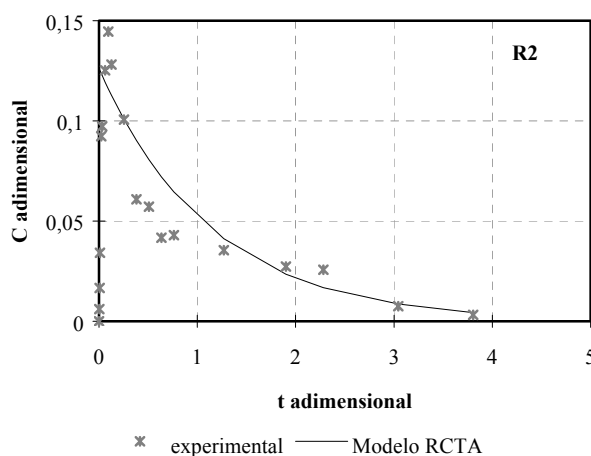


Figura 3.14. Modelo de Fluxo do reactor multialimentado.

Os datos obtidos axustáronse mediante o modelo de Tanques en Serie (Levenspiel, 1988), mostrando os dous reactores un comportamento próximo a un Reactor Continuo de Tanque Axitado (RCTA). O número de tanques en serie (N) obtidos a partir do modelo foi de 1,5 e 1,2 para R1 e R2, respectivamente. Estes resultados indican que a mestura nos reactores pode ser acadada, mediante recirculación ou mediante multialimentación. Chiang e Dague (1992) obtiveron resultados similares traballando con tres reactores UAF con diferentes relacións altura-diámetro, operando sen recirculación. Estes autores concluíron que o efecto de mestura é debido principalmente ó biogás producido. No presente caso a maior diferenca

entre os dous reactores está máis relacionada co volume activo que coa mestura dentro do sistema. Comparando os valores do TRH teórico (8,4 h) cos obtidos a partir das curvas de DTR (5,8 e 7,8 para os reactores monoalimentado e multialimentado, respectivamente) obtívose o volume útil, que no caso de R2 foi do 87 %, mentres que para R1 foi soamente dun 67 %, o que xustifica a diferente eficacia dos dous sistemas.

3.6 Caracterización e comparación da biomasa dos dous reactores

Para poder explica-lo diferente comportamento dos dous sistemas, procedeuse á apertura dos reactores, e á caracterización da biomasa desenvolvida durante a operación.

Na Figura 3.15 móstrase a eficacia dos reactores R1 e R2 en termos de porcentaxe de eliminación de DQO traballando a diferentes VCO. Como pode observarse, R2 operou sen problemas ata a VCO máxima coa que se operou, 35 kg DQO/m³·d, mentres que a eficacia de R1 foi diminuindo de forma progresiva dende VCO de operación de 22-23 kg DQO/m³·d, comenzando a mostrar síntomas de desestabilización cando a VCO foi maior de 25 kg DQO/m³·d. No período final de operación, a unha VCO de 35 kg DQO/m³·d, a eliminación de DQO foi do 60 % e do 85 % en R1 e en R2, respectivamente, mentres que as concentracións de DQO no efluente foron de 5 g/l e 2 g/l en R1 e en R2, respectivamente.

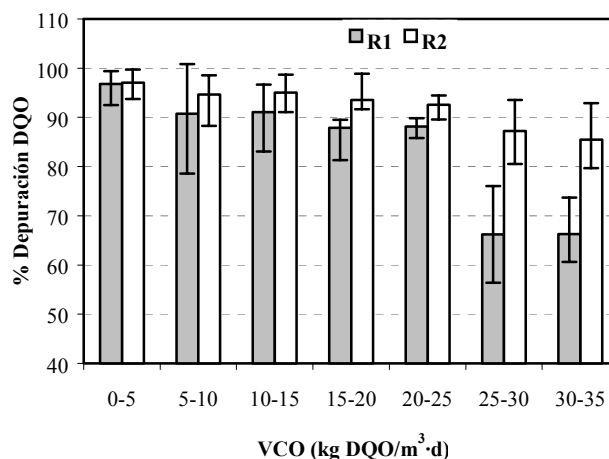


Figura 3.15. Porcentaxe de eliminación de DQO en R1 e R2 a diferentes VCO. As barras indican a desviación estándar.

Por outro lado, a biomasa de R1 mantivo un aspecto floculado, como o que presentaba inicialmente, mentres que a biomasa de R2 granulou en gran medida, especialmente na parte inferior do reactor, favorecendo así a evolución do biogás e evitando a oclusión e compactación do leito. Varios autores (Kosaric *et al.*, 1990; Blaszczyk *et al.*, 1994; Jhung e Choi, 1995) concluíron que a granulación depende máis do tipo de auga que do tipo de auga residual tratada. A partir dos resultados obtidos pódese dicir que, no noso caso, no que a auga residual foi a mesma para os dous reactores, as condicións hidráulicas e a estratexia de alimentación influíron de forma decisiva na agregación da biomasa nos dixestores.

3.6.1 Concentración e actividade da biomasa

3.6.1.1 Separación da biomasa

Consideráronse dous tipos de biomasa: adherida sobre o soporte e biomasa ocluída, que permanece como gránulos ou flóculos entre os aneis.

Despois de 410 días de operación, e cando se estaba a traballar a unha VCO de 35 kg DQO/m³·d, abríronse os reactores e recolleuse separadamente a biomasa adherida e ocluída de catro zonas [1 (0-20 cm de altura); 2 (20-35 cm); 3 (35-50 cm); e 4 (50-65 cm)]. Na biomasa adherida e ocluída das diferentes zonas fíxose a determinación de SST e SSV así como das actividades específicas (hidrolítica, acidoxénica e metanoxénica).

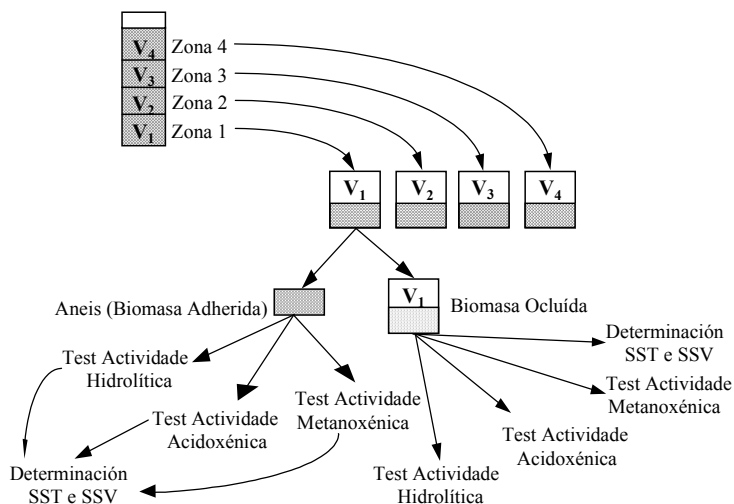


Figura 3.16. Procedemento seguido para recolle-la biomasa adherida e ocluída de cada zona dos reactores.

O procedemento seguido para separa-los diferentes tipos de biomasa móstrase na Figura 3.16. En primeiro lugar os aneis de cada zona foron recollidos en diferentes recipientes. Os aneis coa biomasa adherida foron extraídos dos recipientes e empregáronse para levar a cabo os tests de actividade metanoxénica, acidoxénica e hidrolítica. O finaliza-los tests, a biomasa separouse mediante axitación manual forte dos aneis para determina-las concentracións de SSV e SST. Os valores de concentración preséntanse referidos ó volume correspondente de cada zona dos reactores R1 e R2.

A biomasa que permaneceu dentro dos recipientes considérase a fracción ocluída e a súa concentración (SST e SSV) e actividades foron, así mesmo, determinadas.

3.6.1.2 Concentración da biomasa

Despois de separa-la biomasa seguindo o procedemento que se mostra na Figura 3.16, determinouse o contido en SST e SSV da biomasa ocluída e adherida. Os resultados móstranse na Figura 3.17 onde se pode observar que en R1 había unha maior concentración de ámbolos tipos de biomasa, ocluída e adherida, aínda que a distribución era máis homoxénea en R2. No caso de R2, soamente a biomasa ocluída da zona superior presentou unha concentración apreciablemente menor que no resto do reactor. A diferenza entre os dous reactores é máis evidente cando se compara a concentración de biomasa ocluída: en R1 obtívose unha media de 31 g SSV/l mentres que en R2 soamente se retiveron 12 g SSV/l. Ademais, no caso de R2, a concentración de biomasa adherida foi bastante similar á de biomasa ocluída (14 g SSV/l e 12 g SSV/l, respectivamente).

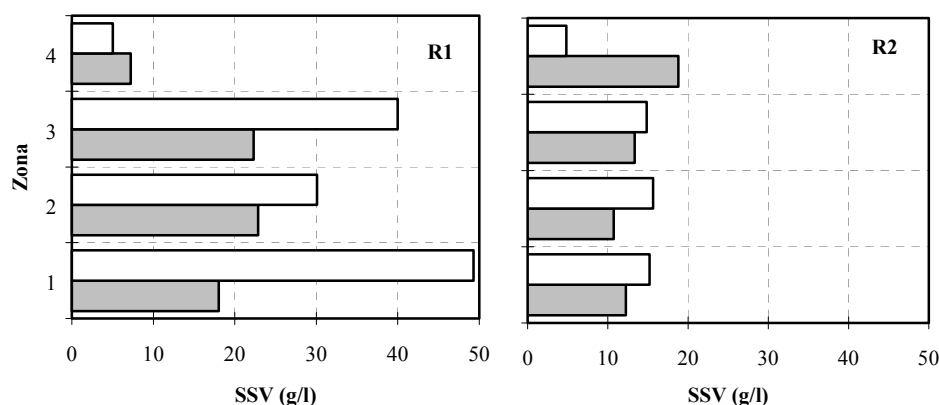


Figura 3.17. SSV (Sólidos en Suspensión Volátiles), como biomasa adherida (■) e ocluída (□) no reactor monoalimentado (R1) e no reactor multialimentado (R2). Da base (1) á zona superior (4) dos reactores.

3.6.1.3 Actividade da biomasa

Na Figura 3.18 móstranse as actividades hidrolítica, acidoxénica e metanoxénica específicas da biomasa das diferentes zonas dos reactores. En xeral, as actividades da biomasa do reactor multialimentado, R2, foron maiores que as do reactor monoalimentado, R1, aínda que as diferencias máis importantes corresponden á segunda metade do filtro (zonas 3 e 4).

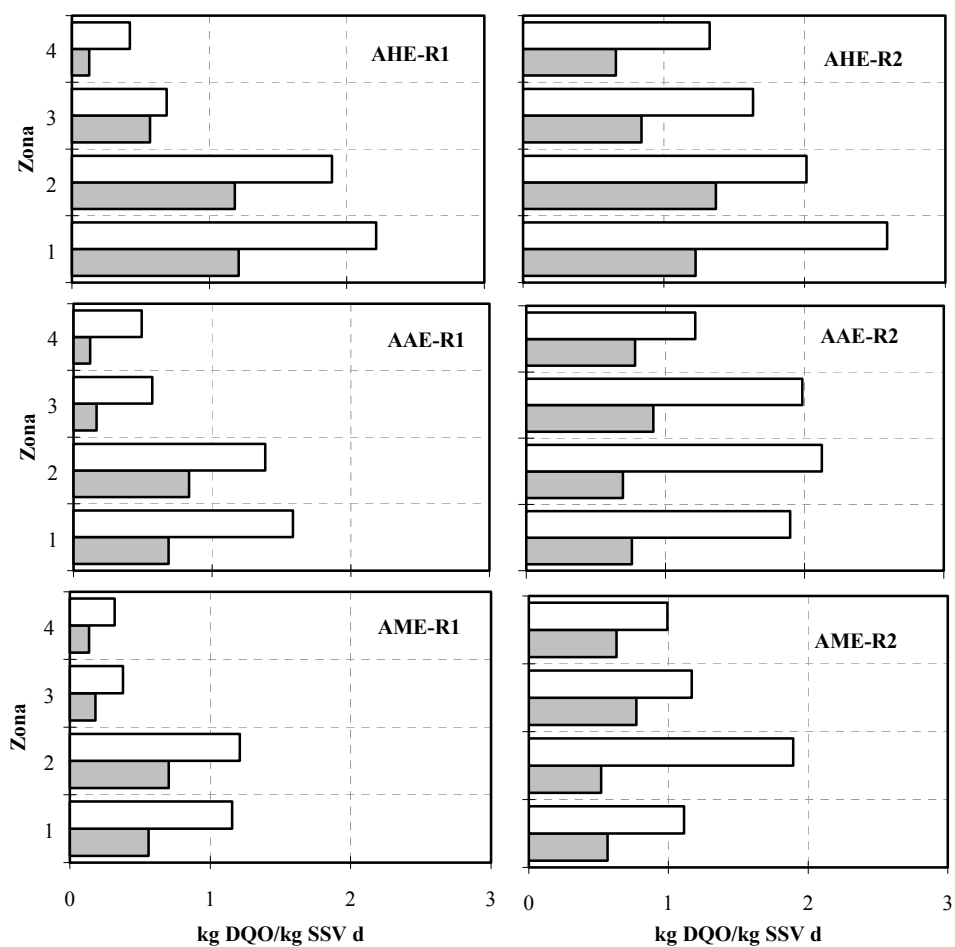


Figura 3.18. Actividades Metanoxénica (AME), Acidoxénica (AAE) e Hidrolítica (AHE) Específicas (kg COD eliminados/kg SSV·d) dos diferentes tipos de biomasa, adherida (■) e ocluída (□) ó longo de R1 e R2. Da base (1) á zona superior (4) dos reactores.

A biomasa adherida sempre resultou ser menos activa que a ocluída, o que coincide co atopado en traballos previos de varios autores (Dahab e Young, 1982; Tilche e Vieira, 1991; Young, 1991; Soto *et al.*, 1992). Sen embargo, Hanaki *et al.* (1994), encontraron que a biomasa adherida de filtros anaerobios de fluxo ascendente tratando diferentes tipos de substratos, presentaba unha maior actividade metanoxénica específica que a biomasa ocluída. Estes autores tamén refiren maiores actividades para a biomasa adherida da zona superior dos reactores que para a recollida na base dos mesmos, aínda que a concentración de biomasa era menor. É interesante sinalar que as tres actividades específicas (hidrolítica, acidoxénica e metanoxénica) son da mesma orde de magnitude, o que pode ser explicado polo feito de que nun dixestor maduro o desenvolvemento dos diferentes grupos tróficos seguen os requirimentos das rutas metabólicas, tendo como resultado actividades similares. Este comportamento cambia bastante cando os diferentes grupos se desenvolven en substratos concretos. De feito, as actividades potenciais das bacterias acidoxénicas son moito maiores que as das metanoxénicas, e en moitos casos, que as das hidrolíticas (Soto *et al.*, 1993).

Cando se compara a distribución de actividades no sistema, pódese chegar a unha conclusión similar á que se chegou coa análise da concentración de biomasa: A estratexia de multialimentación permite unha mellor distribución do substrato, o que permite o desenvolvemento dunha biomasa máis balanceada ó longo do sistema. En xeral, as actividades da parte superior do reactor R2 son lixeiramente inferiores ás do resto do reactor. Sen embargo, en R1 a biomasa da parte superior é polo menos un 50% menos activa que a das zonas 1 e 2.

Táboa 3.16. Comparación das capacidades de carga orgánica teóricas, metanoxénica (CMT), acidoxénica (CAT) e hidrolítica (CHT) coa capacidade de carga efectiva (CE) (kg DQO/m³·d) de R1 e R2. As capacidades teóricas foron calculadas a partir dos valores de actividades específicas e das concentracións de SSV.

		CMT	CAT	CHT	CE
R1	<i>Adherida</i>	7,3	9,0	15,6	-
	<i>Ocluída</i>	25,6	36,2	48,9	-
	<i>Total</i>	32,9	45,2	64,6	22,8
R2	<i>Adherida</i>	10,7	10,9	13,3	-
	<i>Ocluída</i>	21,3	24,3	25,3	-
	<i>Total</i>	32,0	35,2	38,7	30,5

Pódese calcula-la capacidade teórica de tratamento de R1 e R2, empregando os valores de actividade específica (metanoxénica, acidoxénica e hidrolítica), a concentración de biomasa das diferentes zonas e tendo en conta o volume activo de cada reactor (Táboa 3.16). Nestes calculos supúxose que a contribución das bacterias metanoxénicas hidroxenófilas representa o 30% da metanoxénese total. A metanoxénese é, nos dous casos, a etapa limitante do proceso completo. Aínda que

nos dous reactores a capacidade máxima permitida é aproximadamente a mesma, en torno a 32 kg DQO/m³·d, R2 foi capaz de chegar a un valor próximo no período operacional final, mentres que só o 65 % deste valor foi degradado de forma efectiva en R1 (Figura 3.15). Isto é indicativo de que a velocidade de transferencia de materia xoga un papel moi importante, xa que pode reduci-lo grao de conversión, especialmente en R1, onde a maior parte da biomasa permanece acumulada na parte inferior do reactor, dificultando un adecuado contacto biomasa-auga residual.

3.6.1.4 Ácidos Graxos Volátiles

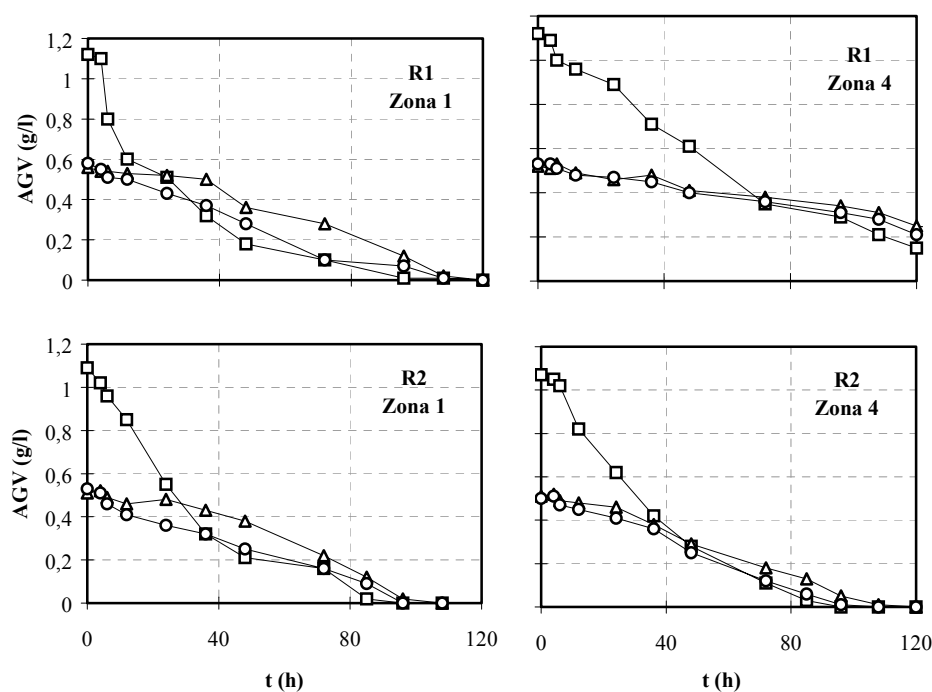


Figura 3.19. Degradación de Ácidos Graxos Volátiles (AGV) durante os tests de actividade metanoxénica no reactor monoalimentado (R1) e multialimentado (R2). (□—□) Ácido Acético; (△—△) Ácido Propiónico; (o—o) Ácido n-Butírico. A biomasa ocluída da zona 1 (inferior: 0-20 cm de altura) e da zona 4 (superior: 50-65 cm de altura) foron seleccionadas por considerarse representativas.

Na Figura 3.19 móstranse os valores de Ácidos Graxos Volátiles (AGV) obtidos durante a segunda alimentación nos tests de determinación da actividade metanoxénica. Durante a primeira alimentación observouse unha fase de latencia

inicial na degradación de soro de leite e lactosa, probablemente debida a que os lodos necesitaron ese período para a adaptación ás concentracións elevadas de substrato. Sen embargo, a degradación comezou moi rápido en tódolos casos cando se fixo a segunda alimentación, excepto para a degradación de ácidos propiónico e n-butírico. Os resultados obtidos para a biomasa ocluída das zonas 1 (inferior: 0-20 cm de altura) e 4 (superior: 50-65 cm de altura) consideráronse suficientemente representativos, xa que o comportamento da biomasa foi similar para as zonas 1-2 e 3-4 en ámbolos reactores, e a biomasa ocluída representou a aportación máis importante á actividade global do sistema. Como se pode observar na Figura 3.19, a biomasa ocluída da zona 1 comportouse de forma similar en R1 e en R2, resultando incluso que os lodos de R1 degradan máis rapidamente o propionato e o n-butirato que a biomasa de R2. Sen embargo, os resultados obtidos na zona 4 son bastante diferentes, xa que se precisou moito máis tempo para a completa degradación de AGV pola biomasa de R1, indicando que a actividade acetoxénica (e metanoxénica) na última parte do filtro vese mellorada pola estratexia de multialimentación.

3.7 Conclusións

A diferenza máis importante entre a operación dun filtro anaerobio de fluxo ascendente (UAF) mono-alimentado vs. un multi-alimentado estriba na distribución de substrato ó longo do dixestor. A característica desexada é a existencia dunha mestura completa na fase líquida porque permite que a concentración de produtos intermedios de degradación, coma os AGV, se manteña nun nivel baixo, favorecendo así a estabilidade no sistema (Lema *et al.*, 1991). Por outro lado, mellórase o contacto entre os diferentes grupos tróficos, co que se favorecen as diferentes reaccións na ruta metabólica (así coma a transferencia do intermediato hidróxeno). Para conseguir isto, a estratexia máis habitual na operación dos UAF é recircular parte do efluente, de maneira que se permita a dilución do influente no sistema; sen embargo, neste caso, a maior parte dos compostos de elevado peso molecular son alimentados pola parte baixa do reactor, favorecendo un maior desenvolvemento da flora hidrolítica e acidoxénica na base do reactor. Cando a alimentación se introduce distribuída ó longo do sistema, obtense un efecto de dilución semellante, en termos de concentración total. Sen embargo, as características do substrato nas diferentes entradas son máis similares, co que o efecto de homoxeneidade no desenvolvemento dos diferentes grupos tróficos ó longo do reactor é maior. Por outro lado, a boa mestura conseguida na fase líquida mediante a estratexia de multi-alimentación está confirmada polo feito de que o comportamento hidrodinámico foi próximo a un RCTA (Lema *et al.*, 1991).

Os dous feitos comentados, mestura na fase líquida e características máis homoxéneas no substrato en todo o sistema, afectan ó diferente desenvolvemento da biomasa dentro dos dous UAF, R1 e R2, o que explica a maioría das vantaxes obtidas cando se aplicou a estratexia de multialimentación. Bonastre e Paris (1989) propoñen que a maior velocidade de carga orgánica que se pode aplicar nun sistema depende da biomasa retida dentro do reactor e da súa actividade específica. Ó mesmo tempo, esa actividade depende da composición e do tipo de residuo, así coma do espesor da biopelícula e da configuración do reactor. R2 desenvolveu unha cantidade menor de biomasa, pero máis activa que no caso de R1. Os agregados bacterianos en R2 foron máis balanceados en termos de diferentes grupos tróficos (hidrolíticos, acidoxénicos e metanoxénicos), o que permitiu obter unha actividade máis homoxénea nas diferentes zonas do sistema.

En R2 o volume útil calculado ó final da operación foi dun 87 %, mentres que en R1 soamente un 65 % permaneceu activo, maiormente debido á acumulación de biomasa. Aínda que non se esperaba unha diferenza no rendemento de biomasa nos reactores, este feito pode ser explicado por dúas causas: i) A maior actividade metanoxénica do lodo na parte inferior de R2 produciu unha maior evolución do gas, co que se favoreceu a expansión do lodo, e a fácil saída do biogás, o que supón

un importante axente de mestura (Hawkes *et al.*, 1995); e ii) O incremento de fluxo bifásico (gas /líquido) en R2 provocou unha maior fricción entre o fluído e o lodo, co que se facilitou o continuo lavado de pequenas partículas de biomasa. Como consecuencia desto, observouse que a maior parte da biomasa ocluída en R2 formou gránulos densos, mentres que en R1 parte da biomasa, especialmente na zona inferior, presentou unha natureza floculenta.

As diferencias en eficacia nos dous sistemas fanse máis relevantes cando se traballa a altas VCO. Inicialmente, a una VCO inferior a 8 kg DQO/m³·d observáronse comportamentos similares en ámbolos reactores, pero a valores maiores R2 mantivo sempre eficacias maiores en termos de eliminación de DQO.

Os Filtros Anaerobios teñen sido referidos como sistemas cunha tolerancia considerable fronte ós shocks de carga orgánica e ás variacións de temperatura (Oleszkiewicz e Koziarski, 1982; Cayless *et al.*, 1989; Hawkes *et al.*, 1992, Alonso, 1996). Outros autores (Bonastre e Paris, 1989; Kennedy e van den Berg, 1982) refírenos como sistemas con grande resistencia ás sobrecargas hidráulicas, porque a biomasa permanece adherida ó soporte e isto dificulta o seu lavado. R2 mostrou soportar mellor que R1 ámbolos tipos de sobrecarga, orgánica e hidráulica, xa que recuperou o seu funcionamento normal nun período de tempo mais curto.

Como conclusión final, pódese dicir que se obtén unha operación máis eficiente e estable cando se alimenta un filtro anaerobio *via* múltiples entradas, sendo estas vantaxes máis significativas cando se opera a altas velocidades de carga orgánica. A estratexia de multialimentación permite eliminar, ou polo menos minimizar, os dous problemas máis importantes cando se traballa con UAF: i) a existencia de camiños preferenciais e a obturación do leito; e ii) a baixa eficacia na parte superior do reactor.

3.8 Referencias

- Aguilar A., Casas C. and Lema J.M. (1995). Degradation of volatile fatty acids by differently enriched methanogenic cultures: kinetics and inhibition. *Water Res.* **29**(2), 505-509.
- Alonso M.S. (1996). Stability of Anaerobic Filters packed with different support materials. *Biotechnol. Lett.* **18**(3), 315-320.
- Alves, M.M.S. (1998). Estudo e caracterização de digestores anaeróbios de leito fixo. PhD Thesis. Universidade do Minho, Braga, Portugal.
- Anderson G.K., Kaspil B. and Ince O. (1994). Microbiological study of two-stage anaerobic digestion during start-up. *Water Res.* **28**(11), 2383-2392.
- Baresi L., Mah R.A., Ward D.M. and Kalan I.R. (1978). Methanogenesis from acetate: Enrichment studies. *Appl. Environ. Microbiol.* **36**(1), 186-197.
- Blaszczyk R., Gardner D. and Kosaric N. (1994). Response and recovery of anaerobic granules from shock loading. *Wat. Res.* **28**(3), 675-680.
- Bonastre N. and Paris J.M. (1989). Survey of laboratory, pilot and industrial anaerobic filter installations. *Process Biochem.* **23**(6), 15-20.
- Bouzas S., Casares J.J. and Lema J.M. (1988). Análisis de reactores de flujo no ideal II. Ajuste a modelos de un solo parámetro. *Ingeniería Química.* **234**, 209-214.
- Buchauer K. (1998). A comparison of two simple titration procedures to determine volatile fatty acids in influents to waste-water and sludge treatment processes. *Water S.A.* **24**(1), 49-56.
- Cayless S.M., de Motta Marques D.M.L. and Lester J.N. (1989). The effect of transient loading, pH and temperature shocks on anaerobic filters and fluidised beds. *Environ. Technol. Lett.* **10**(11), 951-968.
- Cheung M.Y., Oakley D.L. and Forster C.F. (1986). An examination of anaerobic upflow filters operated in a cascade sequence. *Environ. Technol. Letters.* **7**(7), 383-390.
- Chiang Y.C. and Dague R. (1992). Effects of reactor configuration and biomass activity on the performance of upflow static media anaerobic reactors. *Water Environ. Res.* **64**(2), 141-148.
- Chung Y.C. and Choi Y.S. (1993). Microbial activity and performance of an anaerobic reactor combining a filter and a sludge bed. *Water Sci. Technol.* **27**(1), 187-194.

- Córdoba P.R., Francese A.P. and Siñeriz F. (1995). Improved performance of a hybrid design over an anaerobic filter for the treatment of dairy industry wastewater at laboratory scale. *J. Ferment. Bioeng.* **79**(3), 270-272.
- Dahab M.F. and Young J.C. (1982). Retention and distribution of biological solids in fixed-bed anaerobic filters. In: Y.C. Wu, E.D. Smith, R.D. Miller and E.J.O. Patken (eds.). *Proceedings of the 1st International Conference on fixed-film Biological Processes*. 1337-1351. University of Pittsburgh, Pennsylvania.
- de Haas D. W. and Adam N. (1995). Use of a simple titration procedure to determine H₂CO₃ alkalinity and volatile fatty acids for process control in waste-water treatment. *Water S.A.* **21**(4), 307-318.
- De Walle F.B. and Chian E.S.K. (1976). Kinetics of substrate removal in a completely mixed anaerobic filter. *Biotechnol. Bioeng.* **18**, 1275-1295.
- Ehlinger F., Audic J.M. and Faup G.M. (1987). Relationship between the concentration of acetate in the feed and the composition of a biofilm in an anaerobic filter. *Environ. Technol. Lett.* **8**(4), 197-207.
- El-Shafie A.T. and Bloodgood D.E. (1973). Anaerobic treatment in a multiple upflow filter system. *J. Water Pollut. Control Fed.* **45**(11), 2345-2357.
- Grobicki A. and Stuckey D.C. (1991). Performance of the anaerobic baffled reactor under steady-state and shock loading conditions. *Biotechnol. Bioeng.* **37**(4), 344-355.
- Guiot S.R. and van den Berg L. (1985). Performance of an upflow anaerobic reactor combining a sludge blanket and a filter for the treatment of sugar waste. *Biotechnol. Bioeng.* **27**(6), 800-806.
- Guiot S.R., Safi B., Frigon J.C., Mercier P., Mulligan C., Tremblay R. and Samson R. (1995). Performances of a full-scale novel multiplate anaerobic reactor treating cheese whey effluent. *Biotechnol. Bioeng.* **45**(5), 398-405.
- Hall E.R. (1982). Biomass retention and mixing characteristics in fixed-film and suspended growth anaerobic reactors. In: *Proc IAWPR specialized seminar on anaerobic treatment*. 371-396. Copenhagen, Denmark.
- Hanaki K., Chatsanguthai S. and Matsuo T. (1994). Characterisation of accumulated biomass in anaerobic filter treating various types of substrates. *Biores. Technol.* **47**(3), 275-282.
- Harper S.R. and Pohland F.G. (1997). Microbial consortia selection in anaerobic filters operated in different reactor configurations. *Water Sci. Technol.* **36**(6/7), 33-40.

- Harper S.R. and Pohland F.G. (1987). Enhancement of anaerobic treatment efficiency through process modification. *J. Water Pollut. Control Fed.* **59**(3), 152-161.
- Hawkes F.R., Rozzi A., Black K., Guwy A. and Hawkes D.L. (1992). The stability of anaerobic digesters operating on a food-processing wastewater. *Water Sci. Technol.* **25**(4), 73-82.
- Hawkes F.R., Donnelly T. and Anderson G.K. (1995). Comparative performance of anaerobic digesters operating on ice-cream wastewater. *Water Res.* **29**(2), 525-533
- Hickey R.F., Wu W.M., Veiga M.C. and Jones R. (1991). Start-up, operation, monitoring and control of high-rate anaerobic treatment systems. *Wat. Sci. Tech.* **24**(8), 207-255.
- Iza J., Colleran E., Paris J.M. and Wu W.M. (1991). International workshop on anaerobic treatment technology for municipal and industrial wastewaters. Summary paper. *Water Sci. Technol.* **24**(8), 1-16.
- Jhung J.K. and Choi E. (1995). A comparative study of UASB and Anaerobic Fixed Film Reactors with development of sludge granulation. *Water Res.* **29**(1), 271-277.
- Kennedy K.J. and Guiot S.R. (1986). Anaerobic up-flow bed-filter. Development and application. *Water Sci. Technol.* **18**(12), 712-786.
- Kennedy K.J. and van den Berg L. (1982). Stability and performance of mesophilic anaerobic fixed film reactors during hydraulic overloading at 10-35°C. *Water Res.* **16**, 1391-1398.
- Kosaric N., Blaszczyk R., Orphan L. and Valladares J. (1990). The characteristics of granules from upflow anaerobic sludge blanket reactors. *Water Res.* **24**(12), 1473-1477.
- Lema J.M., Méndez R., Iza J., García P. and Fernández-Polanco F. (1991). Chemical reactor engineering concepts in design and operation of anaerobic treatment processes. *Water Sci. Technol.* **24**(8), 79-86.
- Lettinga G. (1995). Anaerobic digestion and wastewater treatment. *Antoine van Leewenhoek.* **67**(1), 3-28.
- Lettinga G., Field J., van Lier J.B.; Zeeman G. and Hulshoff Pol L.W. (1997). Advanced anaerobic wastewater treatment in the near future. *Water Sci. Technol.* **35**(10), 5-12.
- Levenspiel O. (1988). *Ingeniería de las reacciones químicas*. 2^a ed. Editorial Reverté, S.A., Barcelona, España.

- Méndez R., Blázquez R., Lorenzo F. and Lema J.M. (1989). Anaerobic treatment of cheese whey: Start-up and operation. *Water Sci. Technol.* **21**(12), 1857-1860.
- Méndez R., Lema J.M. and Soto M. (1995). Treatment of seafood-processing wastewaters in mesophilic and thermophilic anaerobic filters. *Wat. Environ. Res.* **67**(1), 33-45.
- Moosbrugger R.E., Wentzel M.C., Ekama G.A. and Marais G.v.R. (1993a). Lauter tun (brewery) waste in UASB systems – Feasibility, alkalinity requirements and pH control. *Water S.A.* **19**(1), 41-52.
- Moosbrugger R.E., Wentzel M.C., Loewenthal R.E., Ekama G.A. and Marais G.v.R. (1993b). Alkalinity measurement: Part 3 – A 5 pH point titration method to determine the carbonate and SCFA weak acid/bases in aqueous solution containing also known concentrations of other weak acid/bases. *Water S.A.* **19**(1), 29-40.
- Morgan J.W., Evison L.M. and Forster C.F. (1991). Changes to the microbial ecology in anaerobic digesters treating ice cream wastewater during start-up. *Water Res.* **25**(6), 639-653.
- Mueller J.A. and Mancini J.L. (1975). Anaerobic filter - kinetics and applications. In: *Proc. 30th Purdue industrial waste conference*. 423-447. Ann. Arbor Science, Michigan, USA.
- Murray W.D. and van den Berg L. (1981). Effect of support material on the development of microbial fixed film converting acetic acid to methane. *J. Appl. Bacteriol.* **51**, 257-265.
- Nachaiyasit S. and Stuckey D.C. (1995). Microbial response to environmental changes in an Anaerobic Baffled Reactor (ABR). *Antoine van Leeuwenhoek.* **67**(1), 111-123.
- Oleszkiewicz J.A. and Koziarski S. (1982). Low temperature anaerobic biofiltration in upflow reactors. *J. Wat. Polut. Control Fed.* **54**(11), 1465-1471.
- Reynolds P.J. and Collieran E. (1986). Comparison of start-up and operation of anaerobic fixed-bed and hybrid sludge-bed/fixed-bed reactors treating whey wastewater. In: *Anaerobic Treatment: A grown-up technology*. 515-532. Aquatech'86. Amsterdam, The Netherlands.
- Ripley L.E., Boyle W.C. and Converse J.C. (1986). Improved alkalimetric monitoring for anaerobic digestion of high-strength wastes. *Journal WPCF.* **58**(5), 406-411.

- Smith L.C., Elliot D.J. and James A. (1996). Mixing in upflow anaerobic filters and its influence on performance and scale-up. *Water Res.* **30**(12), 3061-3073.
- Soto M., Méndez R. and Lema J.M. (1993). Methanogenic and non-methanogenic activity tests. Theoretical basis and experimental set-up. *Water Res.* **27**(8), 1361-1367.
- Soto M., Méndez R. and Lema J.M. (1992). Characterisation and comparison of biomass from mesophilic and thermophilic fixed bed anaerobic digesters. *Water Sci. Technol.* **25**(7), 203-212.
- Speece R.E. (1983). Anaerobic biotechnology for industrial wastewater treatment. *Environ. Sci. Technol.* **17**(9), 416-427.
- Tilche A. and Vieira S.M.M. (1991). Discussion report on reactor design of anaerobic filters and sludge bed reactors. *Water Sci. Technol.* **24**(8) 193-206.
- van Lier J.B., Groeneveld N. and Lettinga G. (1996). Development of thermophilic methanogenic sludge in compartmentalized upflow reactors. *Biotechnol. Bioeng.* **50**(2), 115-124.
- van Lier J.B., Boersma F., Debets M.M.W.H. and Lettinga G. (1994). High rate thermophilic anaerobic wastewater treatment in compartmentalized upflow reactors. *Water Sci. Technol.* **30**(12), 251-261.
- Veiga M.C., Pan M., Blázquez R., Méndez R. and Lema J.M. (1994). A double-feed anaerobic filter for the treatment of high strength wastewaters. *Biotechnol. Tech.* **8**(2), 77-82.
- Veiga M.C., Soto M., Méndez R. and Lema J.M. (1990). A new device for measurement and control of gas production by bench scale anaerobic digesters. *Water Res.* **24**(12), 1551-1554.
- Weiland P. (1987). Development of anaerobic filters for treatment of high strength agro-industrial wastewaters. *Bioprocess Eng.* **2**(1), 39-47.
- Weiland P. and Rozzi A. (1991). The start-up, operation and monitoring of high-rate anaerobic treatment systems: Discussor's report. *Water Sci. Technol.* **24**(8), 257-277.
- Wilkie A. and Colleran E. (1989). The development of the anaerobic fixed-bed reactor and its application to the treatment of agricultural and industrial wastes. In: D.L.Wise (ed.). *International Biosystems, III*. 183-226. CRC Press. Boca Raton, FL.

- Wilkie A., Reynolds P.J., O'Kelly N. and Colleran E. (1984). Supporting matrix and packing affects in anaerobic filters. *Proc. 2nd Conf. on Fixed Film Biological Process*. July 10th-12th. Washington D.C
- Young J.C. (1991). Factors affecting the design and performance of upflow anaerobic filters. *Water Sci. Technol.* **24**(8), 133-155.
- Young J.C. and McCarthy P.L. (1969). The anaerobic filter for waste treatment. *J. Wat. Polut. Control Fed.* **41**(5), R160-R173.
- Young H.W. and Young J.C. (1988). Hydraulic characteristics of upflow anaerobic filters. *J. Environ. Eng.* **114**, 621.
- Young J.C. and Young H.W. (1991). Full-scale treatment of chemical process wastes using anaerobic filters. *J. Wat. Polut. Control Fed.* **63**(2), 153-159.
- Zhang T.C. and Noike T. (1994). Influence of retention time on reactor performance and bacterial trophic population in anaerobic digestion processes. *Water Res.* **28**(1), 27-36.

Capítulo 4

Capítulo 4

Influencia da relación C/N na adhesión da biomasa sobre soportes en Filtros Anaerobios

Resumo

Tense mencionado a longa duración do período de posta en marcha coma unha das maiores desvantaxes dos sistemas de tratamento anaerobio de auga residual (Weiland e Rozzi, 1991). Isto incide especialmente nos reactores nos que a biomasa se adhire sobre soportes, é dicir, filtros anaerobios (FA) ou reactores de biopelícula con fluxo descendente (DSFF - Downflow stationary fixed film). Un maior e mellor coñecemento dos factores que afectan á agregación e á adhesión da biomasa, os dous mecanismos máis importantes de retención de biomasa, podería facer máis rápida e eficaz a posta en marcha. Neste capítulo preténdese determinar o efecto da relación Carbono/Nitróxeno na eficacia de retención da biomasa en filtros anaerobios de fluxo ascendente.

Nos ensaios en descontinuo, levados a cabo en botellas de 250 ml, comprobouse que a limitación de nitróxeno na primeira fase de posta en marcha dun reactor, parece mellorar de forma apreciable a adhesión da biomasa sobre aneis Raschig de PVC, un dos soportes empregados de forma máis extensiva. Posteriormente, puxéronse en marcha dos reactores FA, cun volume útil de 1,1 l, usando aneis Raschig de PVC (20 mm de diámetro) como soporte. Para alimentalos reactores empregáronse dous substratos con dúas relacións C/N, 100:1 (limitada en nitróxeno, NL) e 100:7 (balanceada en nitróxeno, NB).

Aplicouse unha estratexia de alimentación consistente en manter a limitación de nitróxeno durante as dúas primeiras semanas de operación, que permitiu obter unha adhesión máis efectiva. Mediante este modo de operación, a capacidade metanoxénica total despois de catro semanas de operación era un 20% maior que no sistema alimentado dende o principio da operación con substrato balanceado en nitróxeno. A maior retención de biomasa está probablemente relacionada coa produción de substancias poliméricas extracelulares durante as primeiras fases de colonización do soporte e de agregación bacteriana.

1 Introducción

Un dos maiores obstáculos para a posterior difusión dos sistemas anaerobios de tratamento de augas residuais é a dificultade e a longa duración que supón a súa posta en marcha (Henze e Harremões, 1983; Rintala, 1991; Tilche e Vieira, 1991; Weiland e Rozzi, 1991; Speece, 1996). A duración da posta en marcha depende de numerosos parámetros biolóxicos, químicos e físicos e podería estar influenciada pola composición da auga residual, a cantidade e a actividade do inóculo empregado, a configuración do reactor e dalgúns parámetros ambientais (T, pH, etc.), e operacionais (velocidade ascensional, tempo de retención hidráulico, etc.), estando a maioría deles fortemente interrelacionados (Weiland e Rozzi, 1991).

A posta en marcha pode considerarse como un caso especial de sobrecarga controlada, e polo tanto fanse especialmente necesarios a monitorización e control durante este período de operación tan delicado. Debido á peculiaridade e á importancia da posta en marcha, a definición de estratexias específicas podería ser útil para leva-lo reactor ás condicións de operación adecuadas no menor tempo posible. Nalgúns traballos que estudiaban a formación e o desenvolvemento da biopelícula, mostrouse que o exceso ou a limitación de nutrientes teñen influencia sobre a produción de substancias poliméricas extracelulares (SPE), que se supoñen relacionadas coa adhesión da biomasa (Bull *et al.*, 1983; Fletcher, 1992; Veiga *et al.*, 1992; Shen *et al.*, 1993; Thaveesri *et al.*, 1994; Wetzel *et al.*, 1994).

O propósito da posta en marcha de procesos anaerobios de alta carga é o crecemento, a adaptación e a retención dunha concentración suficiente de biomasa activa e balanceada dentro do reactor ata que se acade o estado estacionario (Rintala, 1991). Esta fase supón un tempo considerable, e en xeral é moi delicada cando se trata de sistemas de alta carga con biopelícula, como os filtros anaerobios (de fluxo ascendente e descendente), xa que a biomasa adherida desenvólveserólase e acumúlase lentamente. Xeralmente, a posta en marcha lévase a cabo, despois de inocula-la biomasa procedente doutro reactor, incrementando de forma progresiva a Velocidade de Carga Orgánica (VCO) aplicada (Lema *et al.*, 1991). A VCO inicial suxerida debe ser bastante baixa, dependendo da concentración de biomasa e da súa actividade metanoxénica específica. En moitos casos, pode levar de 4-8 meses, incluso máis cando se trata de procesos termófilos, para acadalo estado estacionario (Henze e Harremões, 1983; Tilche e Vieira, 1991; Jayantha e Ramanujam, 1995; Speece, 1996).

O mellor entendemento dos mecanismos de agregación e de adhesión é un dos factores que podería mellora-la eficacia e rapidez da posta en marcha. A maioría dos estudos levados a cabo estaban dirixidos á determinación dos factores que

inflúen na granulación en reactores UASB (Upflow Anaerobic Sludge Blanket) (McLeod *et al.*, 1995; Schmidt e Ahring, 1996; Brito *et al.*, 1997; Yan e Tay, 1997) e moi poucos se refiren a reactores con biopelícula.

Algúns dos factores anteriormente mencionados, que inflúen no desenvolvemento da biomasa, especificamente a adhesión ou a granulación, en función do tipo de reactor, foron observados e estudados, encontrando datos aparentemente contradictorios na literatura (Hickey *et al.*, 1991) debido fundamentalmente ás complexas interrelacións implicadas no proceso. Ata agora, non se estudaron tódolos factores que inflúen na adhesión da biomasa, e de feito algúns autores (Iza *et al.*, 1991; Switzenbaum, 1995; Lettinga *et al.*, 1997) subliñaron os estudos do desenvolvemento da biomasa entre as máis importantes áreas de investigación no campo da biotecnoloxía anaerobia.

Alhibai e Forster (1986) propuxeron unha hipótese sobre a influencia do balance nutricional na produción de SPE, que nese momento se empezaron a relacionar coa adhesión bacteriana. Wetzel *et al.* (1994) desenvolveron unha teoría de *pelletización* traballando con UASB. Os *pellets* son conglomerados non granulares, ben estruturados e con boas propiedades de sedimentación. Estes autores afirman que os polímeros extracelulares son responsables da congregación dos microorganismos en *pellets*, e postularon que están compostos predominantemente por péptidos, producidos por *Methanobrevibacter arboriphilicus*, un microorganismo metanóxico hidroxenotrófico. De acordo coa súa teoría, as mencionadas bacterias, con capacidade para producir tódolos aminoácidos que necesitan, agás a cisteína e os que conteñen xofre, liberarían ó medio extracelular o exceso de produción en forma de cadeas polipépticas, cando a síntese está limitada pola ausencia de cisteína. Isto tería lugar en presenza de exceso de hidróxeno e amonio. Estableceron tres condicións necesarias para que teña lugar a agregación de bacterias en *pellets*: unha presión parcial de H₂ elevada, e unha fonte con nitróxeno (amonio) en exceso e limitada en cisteína.

A segunda condición requirida contrasta de forma evidente co proposto por Veiga *et al.* (1992), que opinan que é a limitación do mesmo nutriente a que ten ese efecto, favorecendo a adhesión da biomasa. Estes autores observaron que a produción de exopolímeros estaba estimulada, no caso de *Methanobacterium formicicum*, pola limitación de N e P, porque despraza o emprego de carbono de cara á produción de exopolisacáridos.

Thaveesri *et al.* (1994) encontraron que, traballando con diferentes relacións C/N, as características dos lodos granulares víanse deterioradas cando a proporción de nitróxeno aportada se aumentaba. O estudo foi realizado incrementando a proporción de nitróxeno do substrato en forma de proteína, e os resultados observados parecían ter máis relación coa natureza da fonte de nitróxeno que coa

concentración de NH_4^+ no medio. A menor tensión superficial que aportan as proteínas podería se-lo factor causante deste efecto.

1.1 Polímeros extracelulares

A adhesión bacteriana en sistemas fluídos débese fundamentalmente ós polímeros extracelulares (a parte da debida ós apéndices externos das bacterias) (Oliveira, 1992). As longas cadeas de polímeros adheridos ás superficies celulares poden interactuar cos puntos libres de enlace na superficie, dando como resultado unha célula retida por medio dunha ponte polimérica. Algúns autores suxeriron posibles mecanismos para a formación das pontes poliméricas (Oliveira, 1992). MacLeod *et al.* (1995) afirman que os polímeros extracelulares son unha das estruturas responsables da adhesión irreversible das bacterias a soportes inertes ou vivos, e propóñenos como medio ideal para a adhesión irreversible debido á súa natureza fibrosa, denominándoos "cemento biolóxico".

Robinson *et al.* (1984) observaron polímeros extracelulares en diferentes tipos de biofilmes. Así mesmo, coa perda de capacidade para a produción de polisacáridos extracelulares (ou a súa desaparición por hidrólise) percibiuse a tendencia das bacterias a medraren individualmente ou en pequenos agregados en vez de facelo en agregados grandes ou gránulos (Méndez *et al.*, 1995), cando se estudiaba o efecto inhibitorio do sodio.

Confirmouse, entón, o feito de que os polímeros extracelulares teñen un papel moi relevante na adhesión bacteriana, aínda que os mecanismos non estean totalmente claros. Nese senso, o estudio realizado por Veiga *et al.* (1992) sobre a adición artificial de polímeros non mostrou resultados efectivos no desenvolvemento do biofilme.

Weiland e Rozzi (1991) observaron que o biofilme estabilízase sobre o soporte por medio dos polímeros extracelulares, que eles denominaron *glycocalyx* e formularon a hipótese de que a formación de biofilme se realiza en tres etapas. Nunha primeira fase de *latencia* ten lugar a formación de depósitos de microorganismos sobre a superficie do medio de soporte; na fase de *estabilización* produciríase a excreción de *glycocalyx* (polisacáridos) que levan á formación dunha matriz de bacterias adheridas sobre a superficie do soporte; e finalmente na fase de *crecemento*, o biofilme chega ó seu espesor límite.

Na fase de latencia as bacterias achegaríanse ó soporte por un dos seguintes mecanismos: difusión (movemento browniano), transporte convectivo da fase líquida, flotación do gas ou sedimentación (Schmidt e Ahring, 1996). Posteriormente tería lugar unha adsorción inicial reversible mediante forzas físico-

químicas de tipo iónico, dipolar, enlace de hidróxeno ou interaccións hidrofóbicas (Oliveira, 1992; Daffonchio *et al.*, 1995; Schmidt e Ahring, 1996).

Como se dixo anteriormente, existe un coñecemento moi limitado da fase de estabilización. A fase de crecemento é debida ó propio crecemento de células no interior das matrices de SPE e á adición de novas bacterias dende a fase líquida mediante os pasos mencionados, pero neste caso a biomasa adheriríase a outras células, ou máis en xeral á matriz en vez de ó soporte.

Co crecemento bacteriano, vanse producindo e acumulando polímeros extracelulares, de maneira que as bacterias encóntranse ás veces somerxidas en matrices poliméricas (Fletcher, 1992). De feito esta matriz, cun 98-99% de auga, pode ser considerada como a maior aportación abiótica do biofilme (Cooksey, 1992), na cal se atopan as células. A matriz é un conxunto de polímeros, o que se ten chamado cápsula, cuberta, limo ou *glycocalyx*. O *glycocalyx* defínese coma "unha estrutura cun alto contido en polisacáridos de orixe bacteriana, unindo os elementos exteriores da membrana das células Gram-negativas e o péptidoglucano das células Gram-positivas". É o mesmo que dicir substancias poliméricas extracelulares (SPE). Trátase dun grupo de moléculas que non está ben definido, exteriores a célula e con estruturas diferentes. Atribúeselle o papel, entre outros, de aportar forzas de cohesión ó biofilme. Os compoñentes dos SPE que están implicados nos procesos de adhesión non foron estudados de forma detallada (Cooksey, 1992).

Os biofilmes encontrados en varios soportes de diferentes procesos non presentaron diferencias significativas no contido microbiano nin en aspectos xerais. O grosor dos biofilmes maduros varía coa velocidade de carga e o tipo de substrato alimentado ó reactor (Veiga *et al.*, 1992). Robinson *et al.* (1984) encontraron biofilmes de espesor entre 1 e 3 mm que presentaban superficies rugosas e desiguais, cuns valores de diámetro de poro entre 100 e 500 μm a través dos cales ten lugar o transporte de nutrientes e a liberación do biogás (Robinson *et al.*, 1984; Veiga *et al.*, 1991); MacLeod *et al.* (1990) encontraron cavidades menores, no rango de 2,3-40 μm . Switzenbaum e Eimstad (1987) observaron unha ampla diversidade de microorganismos e a presenza de grandes cantidades de células e refugallos inorgánicos.

Os agregados anaerobios son formacións estruturadas e xerárquicas (Speece, 1996). Estes agregados, especialmente os granulares, foron examinados e estudados por MacLeod *et al.* (1990) e máis recentemente por Thaveesri *et al.* (1995). Estes autores formularon algunhas hipóteses sobre a configuración dos gránulos establecendo tres niveis e coincidindo en que os metanóxenos constitúen os núcleos en torno ós cales se sitúan os acidóxenos. Thaveesri *et al.* (1995) explicaron este comportamento polo feito de que os acidóxenos teñen un

comportamento máis hidrófilo, mentres que os metanóxenos son máis hidrofóbicos. Estudando a granulación en reactores UASB, Alibhai e Forster (1986) observaron que as bacterias eran captadas e mantidas unidas mediante material polimérico que parecía aportar estabilidade a longo prazo ós gránulos. Da mesma maneira, MacLeod *et al.* (1995) analizaron os gránulos de reactores UASB e encontraron que os SPE envolvían as células e enchían os espacios intercelulares, formando unha matriz arredor das bacterias, do que deduciron que os SPE teñen unha grande importancia no mantemento da integridade estrutural dos gránulos de lodo. MacLeod *et al.* (1990), mediante a observación por microscopia electrónica de varrido comprobaron a presenza de exopolisacáridos en cada unha das tres capas observadas nos gránulos.

Na revisión bibliográfica sobre a formación de lodos granulares, Schmidt e Ahring (1996) aportaron datos sobre o contido en SPE nos gránulos, que supoñen entre o 0,6 e o 20% dos SSV, dependendo do tipo de lodo e dos métodos empregados para a extracción e análise dos mesmos.

Xeralmente, pódese establecer que os SPE están formados basicamente por un ácido polisacárido con un carboxilo e nalgúns casos cun grupo sulfato (Cooksey, 1992). Schmidt e Ahring (1996) tamén inclúen as proteínas e ocasionalmente os lípidos, e subliñan que son orixinados pola lise celular e que, en xeral, se trata de material excretado pola célula. O tamaño do poro e a porosidade das matrices de SPE afecta á actividade celular a través da regulación do transporte de substrato e biogás (Schmidt e Ahring, 1996).

Leváronse a cabo diversas investigacións sobre SPE illados do soporte ou producidos por bacterias específicas, principalmente *Pseudomonas fluorescens*, e encontráronse SPE similares que contiñan azúcre (glicosa e galactosa ou manosa), ácidos (como o glucurónico e o galacturónico) e nalgúns casos proteínas, aínda que estes últimos presentaban menor adhesión. Os SPE extraídos de mesturas de limos microbianos procedentes de augas da industria do procesado de papel presentaban o mesmo tipo de azúcre e ácidos (Hernández-Mena e Friend, 1993). Dolfing *et al.* (1985) levaron a cabo algúns intentos de medi-la produción dos SPE presentes en lodos metanoxénicos granulares, e máis recentemente MacLeod *et al.* (1995). Dos seus resultados conclúese que aínda existe incerteza sobre a eficacia dos métodos dos que se dispón para a medida destes compostos, (como exemplo, a observación microscópica require deshidratación, o que implica unha perda parcial da estrutura, xa que o 99% da estrutura dos SPE é auga), e que apuntan cara a investigacións máis profundas. Aínda non está claro se son especies microbianas específicas as que dan lugar ós SPE, ou se son moitas ou todas as que teñen capacidade para iso (Schmidt e Ahring, 1996).

Alibhai e Forster (1986) consideran que a produción de SPE está influenciada pola relación de nutrientes e pola diversidade de microflora, o que podería explicar, por exemplo, o feito de que unha ausencia ou un exceso de nitróxeno está supostamente relacionada coa adhesión da biomasa, de acordo coas citadas hipóteses de Sam-Soon *et al.* (1987), Veiga *et al.* (1992), Wetzel *et al.* (1994).

2 Materiais e métodos

2.1 Substrato

Empregáronse dous substratos con diferentes relacións C/N, unha que presentaba limitación de Nitróxeno (NL), 100:1:1 e outra con Nitróxeno balanceado (NB) 100:7:1. Nos dous casos a fonte de carbono foi lactosa ($C_{12}H_{22}O_{11} \cdot H_2O$) e engadíuselle NH_4Cl e KH_2PO_4 como fontes de Nitróxeno e Fosforo, respectivamente. A composición dos dous substratos coa relación C/N real preséntase na Táboa 4.1.

Táboa 4.1. Composición dos substratos empregados nos experimentos descontinuo e continuo.

	Descontinuo		Continuo	
	NL	NB	RNL/B	RNB
Lactosa (g/l)	300	300	5	5
NH_4Cl (g/l)	3,8	26,8	0,06	0,45
KH_2PO_4 (g/l)	4,4	4,4	0,07	0,07
$NaHCO_3$ (g/l)	—	—	1,7	1,7
DQO (g/l)	402	411	7,2	6,9
COT (g/l)	112	136	2,3	2,0
NTK (mg/l)	916	5460	14,2	151,2
Micronutrientes (ml/l)	2,5	2,5	2,5	2,5
relación C:N:P	100:0,8:1	100:4,0:1	100:0,7:1	100:7,2:1

A composición da solución de micronutrientes (Murray e van den Berg, 1982) aparece indicada na Táboa 4.2.

Táboa 4.2. Composición da solución de micronutrientes (g/l).

$CaCl_2 \cdot H_2O$	3,00	$ZnCl_2$	0,10
Na_2SO_4	23,00	$CuCl_2 \cdot 2H_2O$	0,025
$MgSO_4$	11,70	H_2BO_3	0,010
$FeCl_2 \cdot 4H_2O$	1,00	MoO_3	0,0023
$MnCl_2 \cdot 4H_2O$	0,12	$NaCl$	1,00
$CoCl_2 \cdot 6H_2O$	0,024	$NiCl_2 \cdot 6H_2O$	0,12

2.2 Inóculo

O lodo empregado proviña dun reactor piloto anaerobio híbrido UASB-UAF ($1,1 \text{ m}^3$) que trata augas residuais dunha planta de fabricación de tableiro de fibra.

Nos experimentos *fed-batch* engadíronse en cada vial 40 ml de biomasa con concentracións de 33,7 e 45,0 g/l de SSV e SST, respectivamente, e unha actividade metanoxénica específica de 0,13 kg DQO/kg SSV·d.

Nos experimentos en continuo empregáronse 93 ml de lodo lavado (para elimina-lo exceso de nitróxeno que o acompaña) con concentracións de 49,2 e 96,0 g/l de SSV e SST, respectivamente, cunha actividade metanoxénica de 0,19 kg DQO/ kg SSV·d.

2.3 Substancias Poliméricas Extracelulares (SPE)

Empregouse unha extracción térmica (Schmidt e Ahring, 1994; Shen *et al.*, 1993; Morgan *et al.*, 1990) para separa-las Substancias Poliméricas Extracelulares (SPE). A extracción levouse a cabo en tubos de 10 ml nos que se introduciron 0,5 g en peso húmido de biomasa e 3 ml de tampón fosfato 1 mM (pH 7). As mostras foron dixeridas durante 3 horas en condicións de axitación (120 rpm) nun baño termostático a 80°C e posteriormente centrifugáronse (9500 \times g durante 10 min) para separar e analiza-lo sobrenadante. Os polisacáridos determináronse polo método de Dubois *et al.* (1956), mentres que para medi-la proteína empregouse o método de Lowry *et al.* (1951).

2.4 Observación microscópica

Para realiza-la observación mediante microscopia electrónica de varrido, as mostras de biomasa fixéronse en solución tampón fosfato 0,1 M (pH 7,4) durante 24 horas a temperatura ambiente; posteriormente deshidratáronse en 6 extraccións consecutivas con disolucións etanol/auga de diferentes relacións v/v (dende 10 ata 100), secáronse con aire, sombreáronse con ouro e foron examinadas cun detector QBSD nun equipo Leica LEO 435VP a 20 kV (Brito *et al.*, 1997; Fang e Chui, 1993).

2.5 Experimentos en descontinuo

Os ensaios en descontinuo leváronse a cabo para estudia-la dinámica da adhesión da biomasa sobre o soporte. Empregáronse viais de 250 ml e aneis Raschig de PVC corrugado (11 mm de diámetro) como soporte. En cada reactor introducíronse 10 aneis, 5 ml de substrato NL ou NB, 40 ml de inóculo, 7,5 ml de bicarbonato (100 g/l), 2,5 ml de Na₂S·9H₂O (10 g/l) e auga ata 100 ml. Os viais mantivéronse termostatizados a 35°C e axitados a 70 r.p.m. nun *shaker* New Brunswick Scientific G24.

O ensaio foi levado a cabo por triplicado para obter resultados máis fiables. Cada semana, durante un mes, abriuse unha serie de seis viais (tres para cada relación C/N) e analizouse a biomasa adherida e ocluída en cada vial. Coa finalidade de mante-la concentración de COT dentro dun rango de 0,15-1,5 g/l, engadíronse 5 ml de substrato e 5 ml de solución de bicarbonato sempre que foi necesario. O volume de líquido dentro dos viais mantívose aproximadamente constante mediante a mostraxe periódica para a determinación de COT, NTK, DQO e AGV.

Unha vez aberto o vial, mediuse o pH e a alcalinidade, separouse a biomasa ocluída sumerxindo suavemente os aneis en auga e determinouse o seu contido en SST, SSV e a súa actividade metanoxénica específica. Para evita-lo estrés dos microorganismos debido ó proceso de separación da biomasa adherida, determinouse a actividade metanoxénica directamente sobre os aneis e posteriormente procedeuse á separación mediante axitación manual forte podendo determinar así o contido en SST e SSV.

2.6 Experimentos en continuo

Para levar a cabo o experimento en continuo puxéronse en marcha dous filtros anaerobios (FA) con 1,1 l de volume total (0,6 m de alto e 0,065 m de diámetro), contendo 70 aneis Raschig de PVC corrugado (20 mm diámetro) como material de soporte, que aportaron unha porosidade do 85 % (Figura 4.1). Os reactores mantivéronse nunha cámara termostatzada a 35 °C. A produción de gas monitorizouse en continuo usando un medidor de gas descrito por Veiga *et al.* (1990). Aplicouse unha velocidade ascensional de 0.05 m/h durante todo o experimento mediante o axuste da velocidade de recirculación.

Aplicáronse dúas estratexias de posta en marcha, a partir dos resultados obtidos dos experimentos en descontinuo. Estas estratexias consistían en a) alimentar cun substrato limitado en Nitróxeno (NL) durante dúas semanas e cambiar a substrato balanceado en Nitróxeno (NB) nas semanas posteriores (RNL/B); e b) alimentar con solución NB dende o principio ata o fin do experimento (RNB). A composición de ámbalas solucións móstrase na Táboa 4.1.

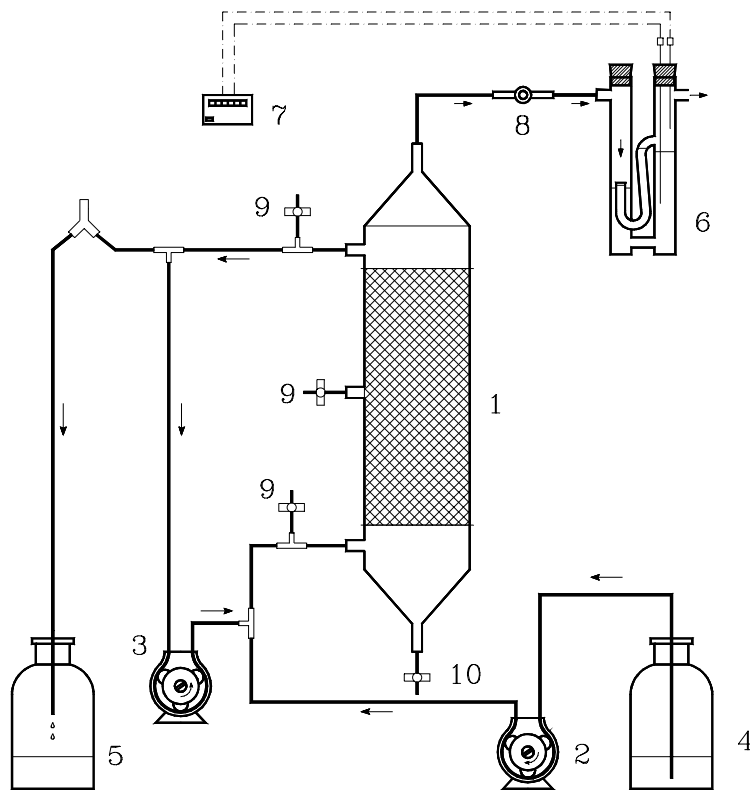


Figura 4.1. Esquema dos reactores. 1. Reactor UAF (Upflow Anaerobic Filter); 2. Bomba de alimentación; 3. Bomba de recirculación; 4. Influyente; 5. Efluente; 6. Dispositivo de medida de gas; 7. Contador de pulsos de gas; 8. Porto de mostraxe de gas; 9. Porto de mostraxe de líquido; 10. Purga.

Incrementouse a Velocidade de Carga Orgánica (VCO) dende 1,5 ata 4,5 kg DQO/m³·d diminuíndo o Tempo de Residencia Hidráulico (TRH) dende 4,65 ata 1,55 días nun período de catro semanas. Posteriormente abríronse os reactores e separouse a biomasa non-adherida dos aneis mediante a inmersión suave dos mesmos en auga. Escolléronse 25 aneis de forma aleatoria para determina-la actividade metanoxénica específica. A biomasa adherida (biopelícula) separouse - mediante axitación manual forte - dos 70 aneis e determinouse o contido en SST, SSV e SPE. Así mesmo, cuantificouse (SST e SSV) a biomasa suspendida, retida entre os aneis, e determinouse a súa actividade metanoxénica específica e o seu contido en SPE. Ámbolos tipos de biomasa, adherida e ocluída foron examinados mediante microscopia electrónica de varrido.

3 Resultados e discusión

3.1 Experimentos en descontinuo

Seguiuse unha estratexia *fed-batch* coa finalidade de mante-la concentración de COT dentro do rango 0,15-1,5 g/l (Figura 4.1), que se considerou como a concentración habitual dentro dun reactor anaerobio operando en continuo, polo que se evitaron condicións de sobrecarga (que poderían levar a unha acidificación) ou de ausencia de alimentación. Observouse unha degradación lixeiramente máis rápida no caso dos vias NB, como se podía prever.

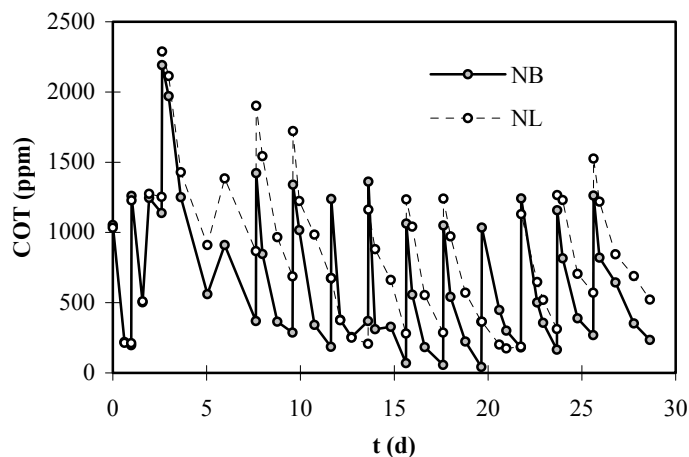


Figura 4.2. Evolución da media da concentración de COT.

A evolución da concentración de NTK (Figura 4.3) subliña a diferenza entre os dous sistemas. O grupo NL caracterizouse por un descenso rápido do contido en NTK, posterior a cada alimentación e mantívose nun rango de 20-30 ppm ata a seguinte adición de substrato. Por outro lado a concentración de NTK nos vias con nitróxeno balanceado descendeu de forma gradual despois da alimentación e en ningún momento chegou a valores tan baixos como no outro caso, presentando unha tendencia ó incremento, ata valores de 400 ppm, sempre por debaixo de 1000 ppm, referidos por Hickey *et al.* (1991) e Soubes *et al.* (1994) como valor límite para a agregación da biomasa.

En tódolos casos o pH estivo no rango de 8,0-8,2, debido á elevada alcalinidade mantida dentro dos vias (en torno a 5 g CaCO₃/l) mediante a adición de bicarbonato. A relación AI/AT mantívose sempre por debaixo de 0,2, o cal indica que non houbo unha acumulación importante de AGV (Figuras 4.4 e 4.5).

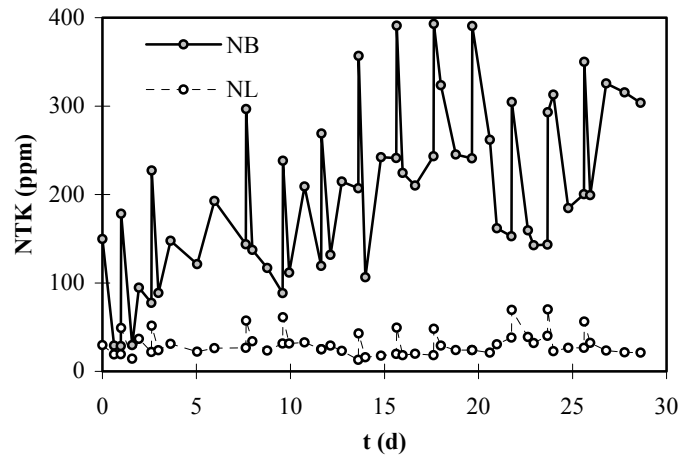


Figura 4.3. Evolución da media da concentración de NTK.

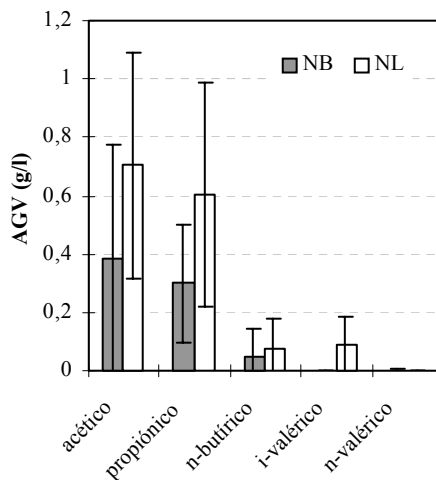


Figura 4.4. Concentración media de AGV 24 horas despois da alimentación.

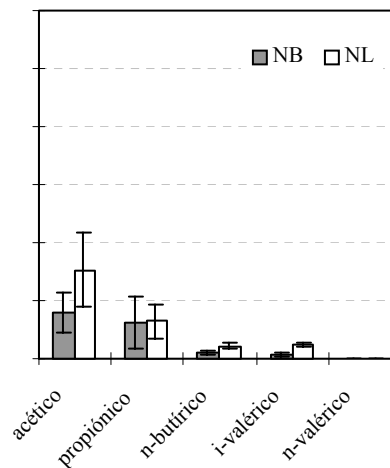


Figura 4.5. Concentración media de AGV 48 horas despois da alimentación.

En ocasións particulares, xusto despois de cada alimentación, detectáronse concentracións relativamente altas de ácido i-valérico (aproximadamente 0,1 g/l), sendo isto probablemente debido ás acumulacións puntuais de ácidos graxos de cadea curta, que poderían dificultar a degradación dos ácidos de cadea máis longa.

Os valores medios da concentración de SSV e SST da biomasa adherida preséntanse nas Figuras 4.6 e 4.7, e na Táboa 4.3. Estas concentracións inclúen a biomasa e as substancias poliméricas extracelulares (SPE) que forman a matriz dos agregados bacterianos (Diez *et al.*, 1992). Resulta evidente a influencia da relación

C/N nestes resultados, e así ó final da primeira semana, a biomasa adherida nos viais NL presenta unha concentración superior nun 150% á dos viais NB. Esta tendencia mantense ata despois da segunda semana, sendo superada polo sistema con nitróxeno balanceado despois da terceira semana. Ó final do experimento o contido en SSV e SST da biomasa adherida nos viais con deficiencia de nitróxeno é un 30% inferior ó sistema balanceado.

Táboa 4.3. Biomasa adherida: comparación da concentración de sólidos.

semana	SSV (mg/l)			SST (mg/l)			SSV/SST(%)	
	NL	NB	NL/NB	NL	NB	NL/NB	NL	NB
1	48	19	2,52	62	34	1,79	77	55
2	83	55	1,50	116	74	1,56	72	74
3	176	211	0,83	222	246	0,90	79	85
4	318	446	0,71	365	521	0,70	87	85

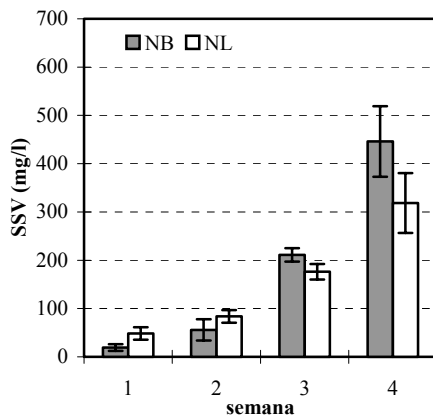


Figura 4.6. Concentración media de SSV da biomasa adherida.

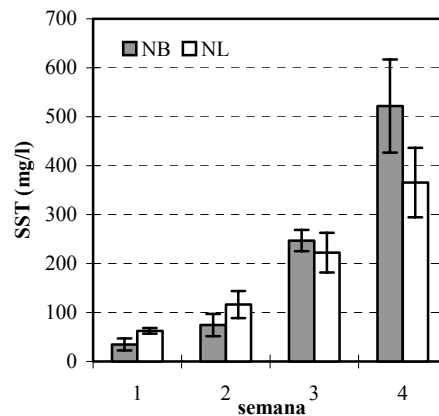


Figura 4.7. Concentración media de SST da biomasa adherida.

Trátase dun resultado moi interesante, que revela que a limitación de nitróxeno nunha primeira fase da posta en marcha do reactor incrementa a adhesión da biomasa, o que coincide co deducido por Veiga *et al.* (1992) e dalgún xeito con Thaveesri *et al.* (1994), que consideran que se precisa operar con concentracións baixas de nitróxeno en forma de proteína para favorece-la agregación. No desenvolvemento da biomasa non-adherida nos viais NL e NB durante as dúas primeiras semanas, observáronse diferencias moi pequenas (menores do 10%), mentres que na fase final de experimentación houbo un crecemento moi rápido dos microorganismos nos viais NB (Figuras 4.8 e 4.9 e Táboa 4.4).

Táboa 4.4. Biomasa ocluída: comparación da concentración de sólidos.

semana	SSV (mg/l)			SST (mg/l)			SSV/SST(%)	
	NL	NB	NL/NB	NL	NB	NL/NB	NL	NB
1	3329	3094	1,08	5532	5959	0,93	60	52
2	3431	3644	0,94	7004	6772	1,03	49	54
3	3191	4610	0,69	6514	9266	0,70	49	50
4	3791	4563	0,83	8354	9016	0,93	45	51

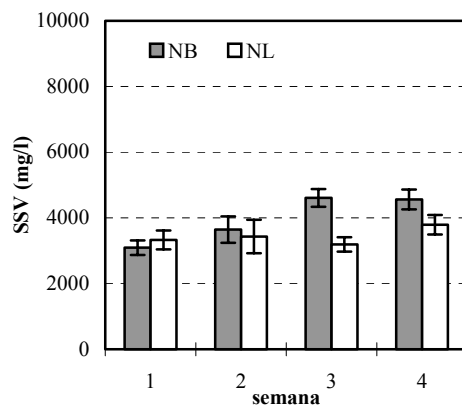


Figura 4.8. Concentración media de SSV da biomasa ocluída.

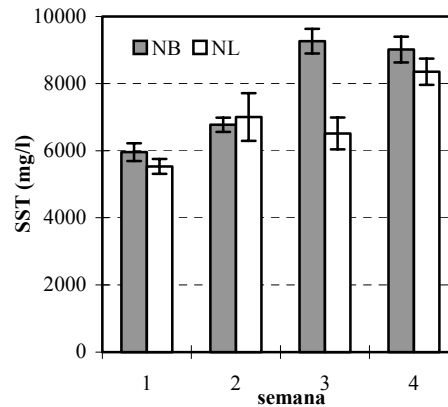


Figura 4.9. Concentración media de SST da biomasa ocluída.

A comparación das Táboas 4.3 e 4.4 indica que a porcentaxe de SSV referidos ós SST é apreciablemente menor no caso da biomasa non-adherida ($51,6 \pm 4,4$ % fronte a $78,7 \pm 5,5$ % para a biomasa adherida), o que se pode deber á acumulación de substancias abióticas non volátiles no lodo suspendido, como sales inorgánicos ou outros sólidos procedentes do inóculo.

Os resultados da análise elemental non mostraron ningunha diferenza concluínte. Os valores medios para o carbono, nitróxeno e hidróxeno móstranse na Táboa 4.5. Preséntanse as medias ó longo das catro semanas, xa que non houbo variacións significativas co tempo. A única diferenza é debida ó N, que resultou ser un 7,7% superior nos viais NB, pero que en calquera caso tamén presenta unha moi pequena varianza.

Esa diferenza na porcentaxe de nitróxeno podería explicarse pola presenza de SPE, que de feito presentan unha menor composición en N que as bacterias, o compoñente fundamental do biofilme, e supoñendo unha maior composición de SPE na biomasa procedente dos sistemas NL. Isto estaría de acordo coa hipótese de que a secreción de SPE ó medio está favorecida pola limitación de nitróxeno. Se

coñecesémo-la composición exacta de bacterias e SPE, asumindo que son os únicos compoñentes do biofilme, poderíamos cuantificar ese incremento de N debido á maior concentración en SPE.

Táboa 4.5 Composición da biomasa adherida nos viais NB e NL.

Substancia	NL	NB
Carbono	34,81	34,45
Nitróxeno	4,96	5,34
Hidróxeno	4,85	4,85

Táboa 4.6 Valores medios da actividade metanóxénica específica da biomasa adherida e ocluída.

semana	Biomasa Adherida (kg DQO/kg SSV·d)		Biomasa Ocluída (kg DQO/kg SSV·d)	
	NL	NB	NL	NB
1	—	—	0,233	0,265
2	0,327	0,337	0,327	0,350
3	0,240	0,429	0,210	0,253
4	0,170	0,355	0,230	0,186

A actividade metanoxénica da biomasa adherida foi aproximadamente o dobre da que presentou a biomasa ocluída nas últimas dúas semanas; de feito, nas dúas primeiras semanas os dous grupos tiveron valores moi similares. Sen embargo, a actividade da biomasa ocluída foi moi semellante, limitándose as diferencias a un 15% (Táboa 4.6).

3.2 Experimentos en continuo

Na Figura 4.10a e 4.10b móstrase a VCO do influente, do efluente e do biogás para os reactores RNL/B e RNB, respectivamente, así como a porcentaxe de eliminación de DQO (Figura 4.10c). A liña vertical marca o momento de cambio de alimentación no reactor RNL/B. A VCO alimentada foi a mesma nos dous reactores, co fin de poder compara-los resultados obtidos.

O reactor con nitróxeno balanceado (RNB) acadou unha maior eficiencia durante as dúas primeiras semanas. Sen embargo, unha vez que se cambiou a alimentación no reactor RNL/B (Figura 4.11) e se aumentou a VCO ata 5 kg DQO/m³·d, o reactor RNL/B mostrou unha maior eficacia con porcentaxes de eliminación de DQO superiores ó 85 %, arredor dun 5% maiores que en RNB (Figura 4.10c), e porcentaxes de conversión de DQO a metano superiores ó 90 % (Figura 4.12). O día 18 do experimento, aproximadamente unha semana despois de que se empezara a alimentar substrato coa mesma relación C/N nos dous reactores (Figura 4.11), os

valores de TKN comenzaron a ser similares nos dous sistemas, con diferencias inferiores ó 10%.

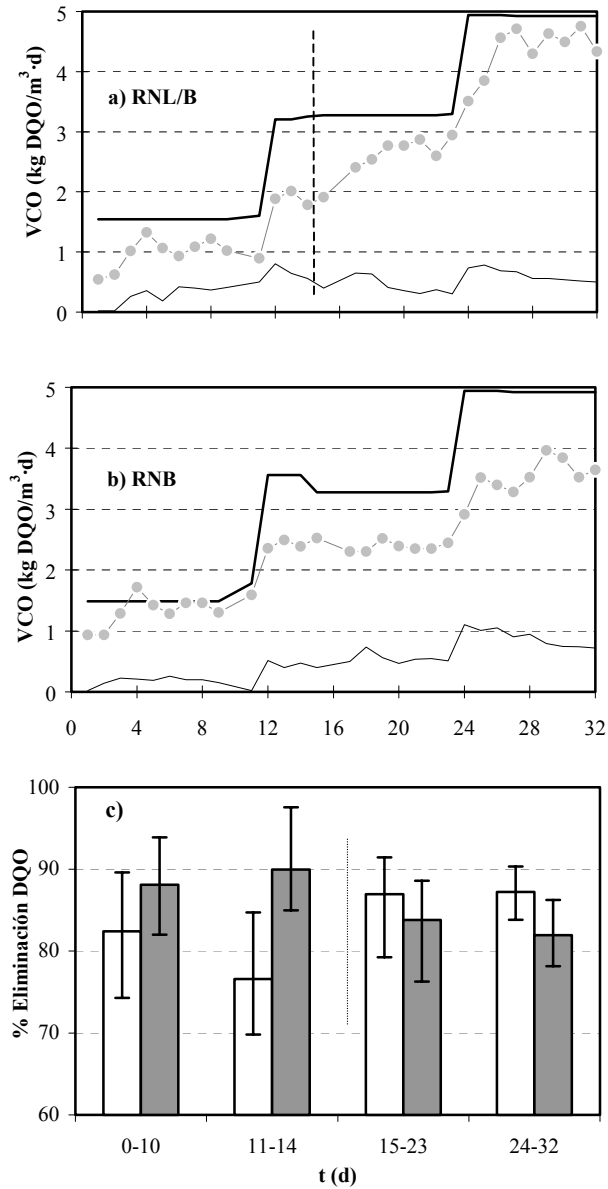


Figura 4.10. VCO (Velocidade de carga orgánica) do influente (---), efluente (—) e biogás (-•-) nos reactores a) RNL/B e b) RNB. c) Porcentaxe de eliminación de DQO nos reactores RNL/B (□) e RNB (■).

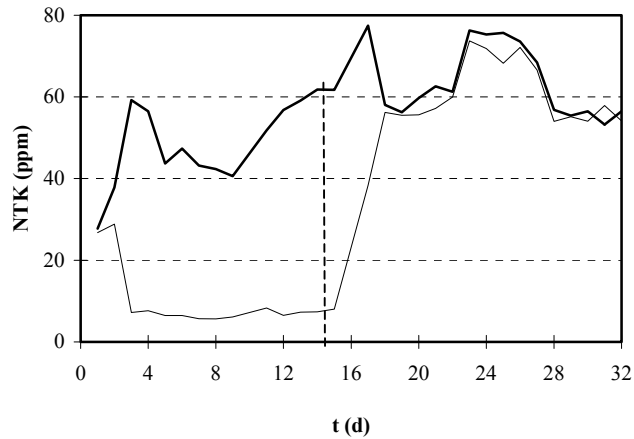


Figura 4.11. NTK (Nitróxeno Total Kjeldahl) no efluente dos reactores RNL/B (—) e RNB (---).

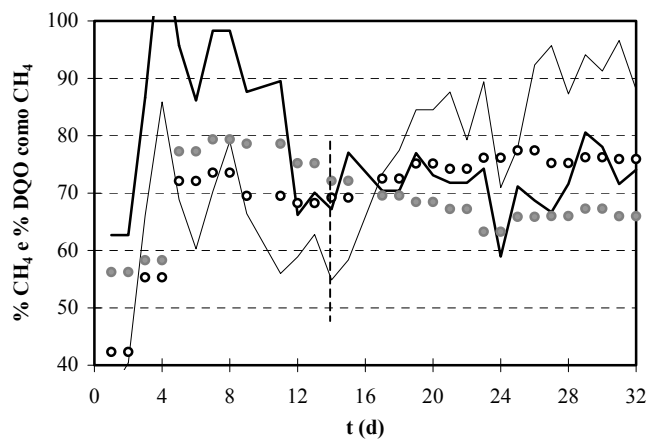


Figura 4.12. Porcentaxe de metano no biogás nos reactores RNL/B (—) e RNB (---); porcentaxe de DQO convertida en metano en RNL/B (●) e RNB (○).

A maior parte da DQO que permaneceu no efluente dos dous reactores correspondeuse cos AGV (Figura 4.13), que indicaron que as bacterias hidrolíticas e fermentativas foron o suficientemente activas para poder operar coa carga aplicada. Os ácidos n-butírico, propiónico e acético presentaron maiores concentracións no reactor RNL/B durante as dúas primeiras semanas, con tendencia a incrementar, mentres que nas semanas terceira e cuarta son máis baixas no mesmo reactor. Os valores absolutos están no mesmo rango que nos experimentos *fed-batch*, pero neste caso non se detectaron AGV de cadea longa (i-

valérico e n-valérico) nin i-butírico, porque a hidráulica do sistema favoreceu a súa degradación ou ben a eliminación.

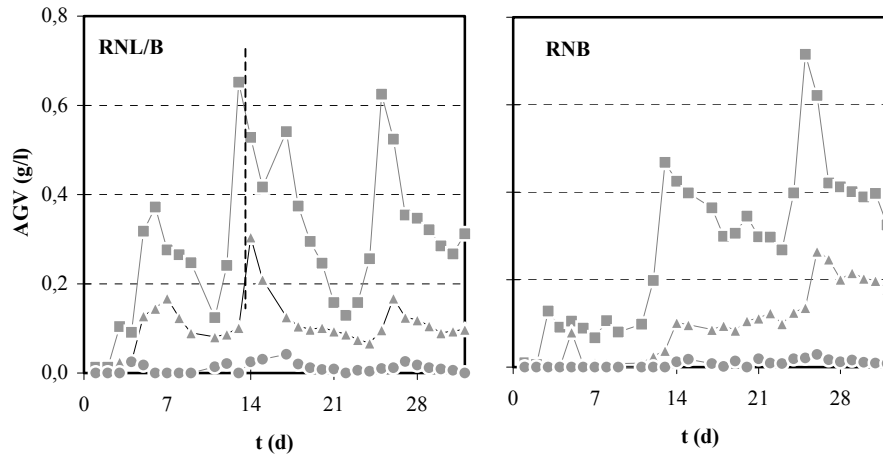


Figura 4.13. AGV (Ácidos Graxos Volátiles) no efluente dos dous reactores. HAc (-■-), HPr (-▲-) e HnBu (-●-).

Unha vez rematados os experimentos abríronse os reactores e caracterizouse a súa biomasa co fin de aclarar os resultados obtidos. Na Táboa 4.7 pódese observar que a adhesión ó soporte viuse favorecida nun 26-36 % co seguimento da estratexia NL/B, mentres que non se observaron diferencias importantes na concentración de biomasa ocluída. Aínda que, habitualmente, un exceso de nitróxeno favorece o crecemento da biomasa, a limitación a curto prazo no reactor RNL/B non afectou negativamente o crecemento dos microorganismos durante a operación posterior. Ademais, a limitación de nitróxeno deu lugar, como era previsto, a un maior contido en SPE nos lodos (Táboa 4.7), que poden se-los causantes da maior adhesión obtida.

Táboa 4.7. Concentración, actividade e capacidade metanoxénica da biomasa adherida e ocluída dos dous reactores.

	RNL/B		RNB	
	Adherida	Ocluída	Adherida	Ocluída
SST (g/l)	1,28	10,99	0,94	12,82
SSV (g/l)	0,99	8,04	0,69	8,27
SPE - proteína (mg/g SSV)	42,64	5,62	32,06	4,21
SPE - polisacáridos (mg/g SSV)	4,32	5,75	3,71	1,95
AME (kg DQO/kg SSV·d)	0,73	0,39	0,69	0,32
Capacidade metanoxénica (kg DQO/d)	0,72	3,14	0,48	2,65

A observación microscópica mostrou as características de ámbolos tipos de biomasa, adherida e ocluída (Figura 4.14) se viron afectadas pola estratexia de

alimentación. A limitación da relación C/N favoreceu a produción de estruturas filamentosas, que poderían promover a agregación da biomasa e polo tanto a adhesión da primeira capa da biopelícula.

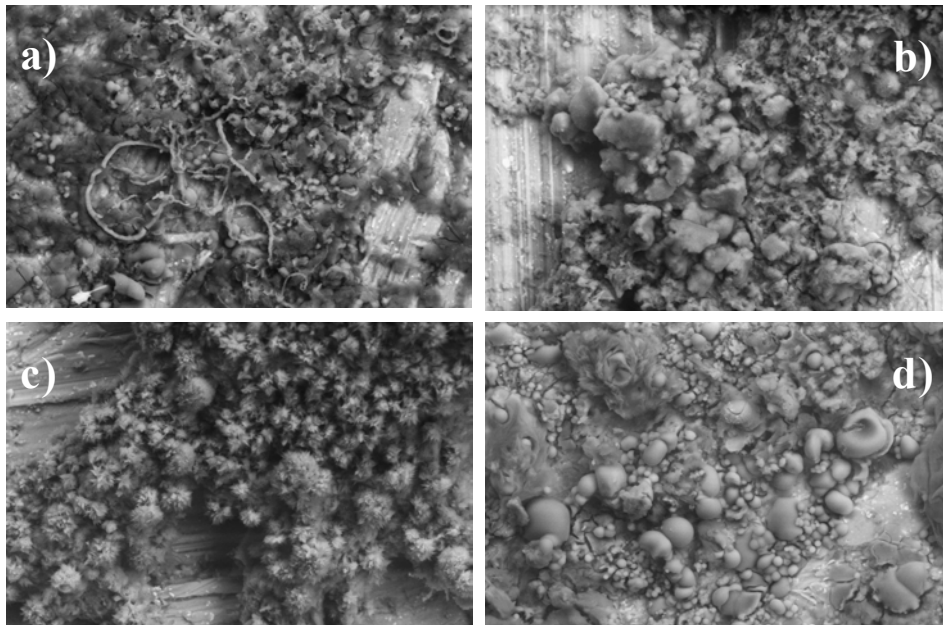


Figura 4.14. Fotografías de Microscopía Electrónica de Varrido. a) Biomasa adherida do reactor RL/NB; b) Biomasa adherida do reactor RNB; c) Biomasa ocluída do reactor RNL/B; d) Biomasa ocluída do reactor RNB. As barras corresponden a 10 µm.

A hipótese formulada Sam-Soon *et al.* (1987) sobre a *pelletización* da biomasa parece non ser válida para estes resultados, xa que neste caso obtívose unha maior adhesión, así como unha mellor agregación en ausencia dun dos requirimentos supostos, que sería o exceso de nitróxeno. Sen embargo, estes resultados apoian, dalgunha maneira, as conclusións obtidas por Thavessri *et al.* (1994) referidas ó efecto da relación C/N sobre a granulación de lodos.

Tendo en conta o potencial metanoxénico total dos dous reactores (calculadas multiplicando a actividade metanoxénica específica polo contido en biomasa, mostradas na Táboa 4.7), pódese observar que a mellora obtida na eficiencia do reactor adoptando a nova estratexia debeuse ós dous tipos de biomasa. É importante subliñar que estas capacidades metanoxénicas máximas teóricas son moi próximas á produción real de metano obtida nos dous reactores (Táboa 4.8), o que indica que non houbo problemas de transferencia de materia ou de mestura.

Táboa 4.8. Capacidades metanoxénicas teórica (CMT) e real (CMR) obtidas nos reactores RNL/B e RNB.

	RNL/B	RNB
CMT (kg DQO/d)	3,86	3,13
CMR (kg DQO/d)	4,31	4,05

4 Conclusións

Neste capítulo propúxose unha nova estratexia de posta en marcha, baseada na modificación da relación C/N da alimentación. Consiste en manter unha alimentación baixa en nitróxeno durante as dúas primeiras semanas de operación e un posterior cambio a unha alimentación balanceada en nitróxeno. Esta estratexia implementouse nun reactor filtro anaerobio (FA) a escala de laboratorio e probouse durante un mes, comparando os resultados cos obtidos nun reactor alimentado con substrato balanceado en Nitróxeno dende a posta en marcha.

A limitación en Nitróxeno na alimentación a un reactor anaerobio de biopelícula durante a primeira fase da posta en marcha favoreceu a adhesión bacteriana, aínda que cando esta limitación se prolongou, resultou nun crecemento máis baixo da biomasa. Tamén se comprobou que non houbo un descenso significativo na concentración de biomasa suspendida nin nas actividades metanoxénicas específicas, asociado coa maior adhesión durante este curto período.

De acordo co que se observou, asumíuse que unha deficiencia de nitróxeno promoveu unha maior produción e liberación ó medio de SPE, que poden ser particularmente beneficiosas para a adhesión da primeira capa de microorganismos.

A nova estratexia permitiu obter unha maior adhesión da biomasa sobre o soporte (36 % maior en SSV), aínda que as concentracións de biomasa ocluída se mantiveron, sendo maior en ámbolos casos a actividade metanoxénica específica dos lodos. Como resultado, a capacidade metanoxénica do reactor foi un 20% maior que a correspondente ó sistema alimentado con substrato balanceado.

A estratexia podería implementarse en sistemas a maior escala, xa que non se atoparon desvantaxes no seu emprego. Dende un punto de vista práctico, e tendo en conta que unha relación C/N dada podería obterse mediante a adición dunha fonte de Carbono (p.e. azucres), a súa aplicación sería bastante económica e polo tanto xustificada en casos reais, xa que non existen problemas asociados coa dispoñibilidade de substratos limitados en nitróxeno.

5 Referencias

- Alibhai K.R.K. and Forster C.F. (1986). An examination of the granulation process in UASB reactors. *Environ. Technol. Lett.* **7**(4), 193-200.
- Brito A.G., Rodrigues A.C. and Melo L.F. (1997). Granulation during the start-up of a UASB reactor used in the treatment of low strength wastewaters. *Biotechnol. Letters*, **19**(4), 363-367.
- Bull M.A., Sterrit A.M. and Lester J.N. (1983). An evaluation of four start-up regimes for anaerobic fluidised bed reactors. *Biotechnol. Letters*. **5**(5), 333-338.
- Cooksey K.E. (1992). Extracellular polymers in biofilms. In: *Biofilms - Science and Technology*. Ed. by L. F. Melo, T. R. Bott, M. Fletcher, B. Capdeville; NATO ASI Series, Series E: Applied Sciences, **223**, 137-148. Kluwer Academic Publishers. The Netherlands.
- Daffonchio D., Thaveesri J. and Verstraete W. (1995). Contact angle measurement and cell hydrophobicity of granular sludge from upflow anaerobic sludge bed reactors. *Appl. Environ. Microb.* **61**(10), 3676-3680.
- Diez V., Fdz-Polanco F. and Garcia P.A. (1992). Biofilm growth in an anaerobic fluidized bed reactor. In: *Biofilms - Science and Technology*. Ed. by L. F. Melo, T. R. Bott, M. Fletcher, B. Capdeville; NATO ASI Series, Series E: Applied Sciences, **223**, 443-448. Kluwer Academic Publishers. The Netherlands.
- Dolfing J., Griffioen A., Van Neerven A.R.W. and Zevenhuizen L.P.T.M. (1985). Chemical and bacteriological composition of granular methanogenic sludge. *Can. J. Microbiol.* **31**(8), 744-750.
- Dubois M., Guilles K.A., Hamilton J.K., Rebers P.A. and Smith F. (1956). Colorimetric method for determination of sugars and related substances. *Analyt. Chem.* **5**, 271-278.
- Fang H.H.P. and Chui H.K. (1993). Microstructural analysis of anaerobic granules. *Biotechnol. Techniques*. **7**(7), 407-410.
- Fletcher M. (1992). The measurement of bacterial attachment to surfaces in static systems. In: *Biofilms - Science and Technology*. Ed. by L.F. Melo, T.R. Bott, M. Fletcher, B. Capdeville; NATO ASI Series, Series E: Applied Sciences, **223**, 603-614. Kluwer Academic Publishers. The Netherlands.
- Henze M. and Harremoes P. (1983). Anaerobic treatment of wastewater in fixed film reactors - a literature review. *Water Sci. Technol.* **15**(8/9), 1-101.

- Hernandez-Mena R. and Friend P.L. (1993). Analysis of microbial exopolysaccharides from industrial water systems. *J. Ind. Microbiol.* **12**(2), 109-113.
- Hickey R.F., Wu W.M., Veiga M.C. and Jones R. (1991). Start-up, operation, monitoring and control of high-rate anaerobic systems. *Water Sci. Technol.* **24**(8), 207-255.
- Iza J., Colleran E., Paris J.M. and Wu W.M. (1991). International workshop on anaerobic treatment technology for municipal and industrial wastewaters: Summary paper. *Water Sci. Technol.* **24**(8), 1-16.
- Jayantha K.S. and Ramanujam T.K. (1995). Start-up criteria for an Upflow Anaerobic Sludge Blanket (UASB) reactor. *Bioprocess Engineering.* **13**(6), 307-310.
- Lema J.M., Méndez R., Iza J., García P. and Fernández-Polanco F. (1991). Chemical reactor engineering concepts in design and operation of anaerobic treatment processes. *Water Sci. Technol.* **24**(8), 79-86.
- Lettinga G, Field J., van Lier J., Zeeman G. and Hulshoff Pol L.W. (1997). Advanced anaerobic wastewater treatment in the near future. *Water Sci. Technol.* **35**(10), 5-12.
- Lowry O.H., Rosebrough N.J., Farr A.L. and Randall R.J. (1951). Protein measurement with Folin phenol reagent. *J. Biol. Chem.* **193**(1), 265-275.
- MacLeod F.A., Guiot S.R. and Costerton J.W. (1990). Layered structure of bacterial aggregates produced in an upflow anaerobic sludge bed and filter reactors. *Appl. Environ. Microbiol.* **56**(6), 1598-1607.
- MacLeod F.A., Guiot S.R. and Costerton J.W. (1995). Electron microscopic examination of the extracellular polymeric substances in anaerobic granular biofilms. *World J. Microbiol. Biotechnol.* **11**(5), 481-485.
- Méndez R., Lema J.M. and Soto M. (1995). Treatment of seafood processing wastewaters in mesophilic and thermophilic anaerobic filters. *Water Environ. Res.* **67**(1), 33-45.
- Morgan J.W., Forster C.F. and Evison L. (1990). A comparative study of the nature of biopolymers extracted from anaerobic and activated sludges. *Water Res.* **24**(6), 743-750.
- Murray W.D. and van den Berg L. (1982). Effects of nickel, cobalt and molybdenum on the performance of methanogenic fixed-film reactors. *Appl. Environ. Microbiol.* **42**(3), 502-505.

- Oliveira D.R. (1992). Physico-chemical aspects of adhesion. In: *Biofilms - Science and Technology*. Ed. by L. F. Melo, T. R. Bott, M. Fletcher, B. Capdeville; NATO ASI Series, Series E: Applied Sciences, **223**, 45-58. Kluwer Academic Publishers. The Netherlands.
- Rintala J. (1991). High-rate anaerobic treatment of industrial wastewaters. *Water Sci. Technol.* **24**(1), 69-74.
- Robinson R.W., Akin D.E., Nordstedt R.A., Thomas M.V. and Aldrich H.C. (1984). Light and electron microscopic examinations of methane-producing biofilms from anaerobic fixed-bed reactors. *Appl. Environ. Microbiol.* **48**(1), 127-136.
- Sam-Soon P.A.L.N.S., Loewenthal R.E., Dold P.L. and Marais G.v.R. (1987). Hypothesis for pelletisation in the Upflow Anaerobic Sludge Bed reactor. *Water SA.* **13**(2), 69-80.
- Schmidt J.E. and Ahring B.K. (1996). Granular Sludge Formation in Upflow Anaerobic Sludge Blanket (UASB) Reactors. *Biotechnol Bioeng.* **49**(3), 229-246.
- Schmidt J.E. and Ahring B.K. (1994). Extracellular polymers in granular sludge from different Upflow Anaerobic Sludge Blanket (UASB) reactors. *Appl. Microbiol. Biotechnol.* **42**(2/3), 457-462.
- Shen C.F., Kosaric N. and Blaszczyk R. (1993). The effect of selected heavy metals (Ni Co and Fe) on anaerobic granules and their Extracellular Polymeric Substances (ECP). *Water Res.* **27**(1), 25-33.
- Soubes M., Muxí L., Fernández A., Tarlera S. and Queirolo M. (1994). Inhibition of methanogenesis from acetate by Cr³⁺ and ammonia. *Biotechnol. Letters.* **16**(2), 195-200.
- Speece R.E. (1996). *Anaerobic Biotechnology for Industrial Wastewaters*. Archae Press. USA.
- Switzenbaum M.S. (1995). Obstacles in the implementation of the anaerobic treatment technology. *Bioresource Technology.* **53**(3), 255-262.
- Switzenbaum M.S. and Eimstad R.B. (1987). Analysis of anaerobic biofilms. *Environ. Technol. Lett.* **8**(1), 21-32.
- Thaveesri J., Daffonchio D., Liessens B., Vandermeren P. and Verstraete W. (1995). Granulation and sludge bed stability in upflow anaerobic sludge bed reactors in relation to surface thermodynamics. *Appl. Environ. Microbiol.* **61**(10), 3681-3686.

- Thaveesri J., Gernaey K., Kaonga B., Boucneau G. and Verstraete W. (1994). Organic and ammonium nitrogen and oxygen in relation to granular sludge growth in lab-scale UASB reactors. *Water Sci. Technol.* **30**(12), 43-53.
- Tilche A. and Vieira S.M.M. (1991). Discussion report on reactor design of anaerobic filters and sludge bed reactors. *Water Sci. Technol.* **24**(8), 193-206.
- Veiga M.C., Mendez R., Lema J.M. (1992). Development and stability of biofilms in bioreactors. In: *Biofilms - Science and Technology*. Ed. by L. F. Melo, T. R. Bott, M. Fletcher, B. Capdeville; NATO ASI Series, Series E: Applied Sciences, **223**, 421-434. Kluwer Academic Publishers. The Netherlands.
- Veiga M.C., Jain M.K., Hollingsworth R., Pankratz S., Zeikus J.G. (1991). Characterization of exopolymer from methanogens. *Proceedings Annual ASM Meeting*, Dallas, USA.
- Veiga M.C., Soto M., Méndez R. and Lema J.M. (1990). A new device for measurement and control of gas production by bench scale anaerobic digesters. *Water Res.* **24**(12), 1551-1554.
- Weiland P. and Rozzi A. (1991). The start-up, operation and monitoring of high-rate anaerobic treatment systems: Discusser's report. *Water Sci. Technol.* **24**(8), 257-277.
- Wetzel M.C., Moosbrugger R.E., Sam-Soon P.A.L.N.S., Ekama G.A. and Marais G. v. R. (1994). Tentative guidelines for waste selection process design, operation and control of upflow anaerobic sludge bed reactors. *Water Sci. Technol.* **30**(12), 31-42.
- Yan Y.G. and Tay J.H. (1997). Characteristics of the granular process during UASB start-up. *Water Res.* **31**(7), 1573-1580.

Capítulo 5

Capítulo 5

Estratexias de posta en marcha automática aplicadas a reactores UASB

Resumo

Neste capítulo ponse a punto un sistema que permite facilita-la posta en marcha automática dun reactor anaerobio, neste caso un UASB, tratando auga residual sintética con diferentes concentracións de materia orgánica.

O caudal de biogás producido medido *on-line* é a variable empregada para levar a cabo o control nun sistema que introduce a alimentación ó reactor en pulsos. O sistema precisa doutras variables que teñen que ser introducidas por teclado no PC, como a porcentaxe de metano no biogás ou a DQO da alimentación. Os parámetros empregados como criterio de actuación son a porcentaxe de carga orgánica residual que permanece no reactor sen metanizar (% CO_{res}) e o múltiplo do tempo de espera mínimo entre dous pulsos de gas consecutivos, *k*.

Traballando cunha auga cunha DQO de 22 g/l, acadouse unha velocidade de carga orgánica de influente de 9 kg DQO/m³·d cunha eficacia de eliminación da DQO superior ó 90 % tras 33 días de operación, sendo o propio sistema o que regulaba o aumento ou a baixada do caudal da alimentación en función dos parámetros de control.

A principal limitación do sistema desenvolvido é o feito de ter que asumir un valor de % CO_{res} como parámetro de actuación. Por este motivo, modificouse o protocolo para poder operar con alimentación en continuo, xa que eso permitiría establecer un intervalo da porcentaxe de velocidade de carga orgánica residual (VCO_{res}) de actuación no lugar dun valor único, o cal lle dá unha maior flexibilidade ó sistema. Operando con esta estratexia, acadouse unha velocidade de carga de influente de 9-12 kg DQO/m³·d cunha eficacia de eliminación da DQO superior ó 95 % en 41 días de operación, traballando entre uns valores límites da VCO_{res} entre o 40 e o 50%, e finalmente do 50-70 %.

1 Introducción

1.1 Reactor UASB (Upflow Anaerobic Sludge Blanket)

O sistema Upflow Anaerobic Sludge Blanket (UASB) representa unha tecnoloxía probada e adecuada para o tratamento anaerobio dun amplo rango de efluentes industriais e urbanos, incluídos aqueles que conteñen compostos tóxicos/inhibitorios. O proceso tamén se pode aplicar ó tratamento de augas urbanas con temperaturas tan baixas como 14-16 °C e aínda menores. O concepto de reactor UASB foi desenvolvido nos anos 70 (Lettinga *et al.*, 1980) e hoxe en día é o mais popular dos sistemas anaerobios de alta carga para o tratamento de augas residuais con moitos reactores operando no mundo.

A vantaxe do reactor UASB, comparado con outros sistemas de tratamento anaerobio, é a capacidade de reter altas concentracións de biomasa a pesar da elevada velocidade ascensional aplicada e da produción de biogás. Consecuentemente, o reactor pode operar a tempos de retención hidráulicos pequenos, xa que a retención do lodo é bastante independente, nun amplo rango, do tempo de retención hidráulico. A operación estable nestas condicións require dunha biomasa moi activa e con boas propiedades de sedimentación. Nos reactores UASB, a biomasa é retida en forma de agregados chamados gránulos, formados a partir da auto-inmobilización natural das bacterias. Este tipo de inmobilización non emprega ningún material de soporte. A formación e a estabilidade dos gránulos son esenciais para a operación estable do equipo.

1.2 Deseño do proceso UASB

O reactor UASB (Figura 5.1) está tipicamente dividido en catro compartimentos: (1) leito de lodos granulares; (2) leito fluidizado ou leito de lodos floculentos; (3) separador gas-sólido; e (4) zona de sedimentación. A auga residual entra pola parte inferior do reactor e pasa a través do leito de lodo granular localizado na parte inferior do reactor. Nesta zona os compostos orgánicos son bioloxicamente degradados ó tempo que se produce o biogás. Na zona superior e xusto encima do leito de lodos, existe unha zona fluidizada, denominada *blanket*, que surxe da produción de gas, na que pode continua-la degradación biolóxica. O biogás sepárase do líquido no separador gas-sólido (SGS), a partir do cal os gránulos con boas propiedades de sedimentación volven ó leito de lodos a través da zona fluidizada, mentres que a biomasa dispersa é lavada co efluente. En principio, o deseño do SGS pode ser simple e non ten que supoñer, necesariamente, unha parte moi cara do reactor.

1.2.1. Separador gas-sólido (SGS)

Os obxectivos máis importantes do SGS para reactores UASB que tratan augas residuais solubles pódense resumir nos seguintes:

- Separar e descarga-lo biogás do reactor.
- Facilitar ó lodo a volta ó dixestor.
- Servir como unha especie de barreira para a expansión rápida e excesiva do *blanket* (que está fundamentalmente composto por lodo floculento) dentro do sedimentador.
- Aportar un efecto de limpeza.
- Evita-lo lavado da biomasa granular que flota.

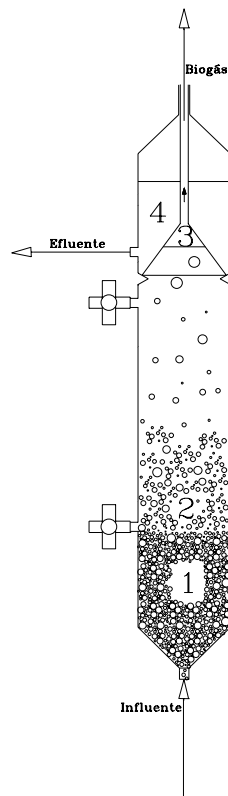


Figura 5.1. Reactor UASB

As liñas que compe seguir para o deseño deste tipo de dispositivos son as seguintes:

- O ángulo do sedimentador (parede inclinada do colector de gas) debe estar entre 45 e 60°.
- A área superficial das aperturas entre os colectores de gas debe se-lo 15-20% da área do reactor.
- A altura do colector de gas debe estar entre 1,5-2 m para alturas de reactor de 5-7 m.
- A interfase líquido-gas debe manterse no colector de gas para facilita-la liberación e recollida das burbullas de gas, así como para evita-la formación dunha capa de suciedade.
- A parte superior das pantallas instaladas debaixo das aperturas deben ser de 10-20 cm para evitar que as burbullas de gas que soben cheguen ó compartimento de sedimentación.
- Xeralmente, as pantallas para formación de espuma deben instalarse en fronte ó reborde de saída do efluente.
- O diámetro dos tubos de saída de gas debe se-lo suficiente para garanti-la fácil eliminación de biogás do dispositivo de recollida do mesmo, particularmente no caso de formación de espuma.
- Na parte superior da zona de recollida do gas debe haber entradas para antiescumante no caso de tratar augas que dean lugar á formación de espuma.

É preciso tomar medidas especiais para tratar efluentes con altas concentracións de proteínas ou graxas. A presenza destes compostos estimula a formación de espuma e a flotación do lodo, e como consecuencia o lavado da biomasa.

A formación dunha capa grossa de suciedade na campana de biogás pode ocasionar algúns problemas porque dificulta a saída do biogás. Isto podería ocasionar unha fuga parcial de biogás a través do sedimentador, o que é obviamente prexudicial para a sedimentación do lodo. Para elimina-las capas de suciedade pódese aplicar succión introducindo un tubo curvado a través da campana de gas que se irá desprazando, ó tempo que se aspira lentamente, por todo o dispositivo SGS.

O SGS constitúe un accesorio esencial nun reactor UASB. O lavado das partículas de lodo que flotan pode evitarse de forma efectiva, para augas residuais de carga baixa e media, instalando unha pantalla en fronte ó reborde de saída do efluente. Nos casos en que se traballe con cargas moi altas, a presenza de gas dentro dos agregados de lodo pode provocar na biomasa un efecto de flotación considerable. Neste caso, faise necesario o deseño de SGS especiais. Algúns reactores UASB a escala industrial, e tamén no caso de reactores UASB con circulación interna, empregan separadores de gas multi-etapa bastante sofisticados (Vellinga *et al.*, 1986). Para rete-lo lodo granular que flota podería resultar atractivo o emprego dun

SGS tipo malla (Lettinga *et al.*, 1983; Hong Yucai, *et al.* 1988; Rinzema, *et al.*, 1993a, b), especialmente para o tratamento de augas de moi baixa carga a velocidades de carga orgánica moi elevadas (TRH < 1-2 horas). Para o tratamento de augas urbanas, nas que xeralmente non se aplican velocidades de carga tan elevadas, o contacto entre a auga residual e a biomasa pode ser un factor limitante, porque a produción de gas mantense tan baixa que pode facerse necesario aplicar axitación mecánica.

1.2.2 Retención de biomasa

Un aspecto clave na biotecnoloxía moderna é a inmovilización bacteriana. A alta retención de lodo requirida nos sistemas de tratamento anaerobio, soamente se pode acadar mediante a inmovilización de biomasa. Sen embargo, no tratamento anaerobio, non se trata soamente de inmovilizar un tipo de bacterias, senón tamén de desenvolver e inmovilizar consorcios bacterianos equilibrados. Isto é preciso porque na dixestión anaerobia existen varias reaccións de conversión sintróficas, e a presenza de elevadas concentracións de intermedios de reacción específicos pode ser prexudicial, así como o efecto dalgúns factores ambientais como o pH ou o potencial Redox.

A máis importante vantaxe do proceso UASB, que non necesita dun soporte específico, pode ser tamén unha das máis importantes desvantaxes. O concepto de reactor anaerobio de leito de lodo baséase na idea de que o lodo anaerobio ten inherentemente boas propiedades de sedimentación, sempre que non sexa sometido a axitación mecánica forte (Lettinga *et al.*, 1980; Lettinga, 1995). Por esta razón, nos reactores UASB, ou ben se omite completamente a mestura mecánica, ou ben se aplica con intensidades moi baixas e/ou de forma intermitente. O sistema UASB convencional baséase na axitación levada a cabo pola produción do propio gas e incluso na distribución da alimentación na base do reactor para acadalo contacto requirido entre a auga residual e o lodo. Nalgúns casos a velocidade ascensional necesaria acádase recirculando parte do efluente.

Os agregados de lodo mantéñense separados debido á influencia do biogás ascendente que favorece a mestura necesaria para obte-lo contacto desexado. En reactores altos, a elevadas velocidades de carga orgánica, a mestura é moi boa, sen ter que sufri-los lodos un estrés mecánico. Os agregados de lodo dispersos poden ser retidos o suficientemente ben dentro do reactor mediante a separación do biogás empregando un sistema de recollida de gas que, como se dixo anteriormente, estaría situado na parte superior do reactor. O biogás é liberado do sistema a través deste dispositivo, xerando así un sedimentador nesta zona do reactor. As partículas de lodo poden agregarse e sedimentar aquí, volvendo así ó interior do dixestor, a pesar da relativamente alta velocidade superficial do líquido (e da turbulencia do

líquido) predominante nas zonas de saída do gas. Para o apropiado deseño e aplicación dos sistemas de tratamento anaerobios, resulta esencial coñecer e entende-los aspectos tecnolóxicos do proceso, así como a bioquímica e a microbioloxía da dixestión anaerobia.

A retención de lodo en reactores UASB (xeralmente moi boa) baséase no atrapamento bacteriano dentro, sobre ou entre as partículas de lodo, e na inmovilización bacteriana por un mecanismo de (auto-)aglomeración e adhesión dos microorganismos a materiais soporte presentes no propio lodo. A granulación de lodo é importante para a posta en marcha dun reactor UASB, por exemplo no caso dunha posta en marcha empregando lodo anaerobio floculento de actividade metanoxénica específica relativamente baixa.

1.3 Granulación

A granulación é un proceso completamente natural que ten lugar en sistemas onde se dan as condicións necesarias, como a presenza de substratos fundamentalmente solubles e a operación con fluxo ascendente. De calquera maneira, non é preciso para un enxeñeiro entender en profundidade a complexidade do fenómeno de granulación: é suficiente con subliñar algunha das súas características. A granulación en sistemas UASB ten lugar a calquera temperatura (Lettinga, 1995), xa sea no rango mesófilo (Hulshoff Pol & Lettinga, 1986), termófilo (Van Lier, et al. 1994, 1996) ou psicrófilo (Van der Last & Lettinga, 1992). A granulación, en esencia, atopa a súa base no feito de que o crecemento bacteriano está restrinxido a un número limitado de núcleos de crecemento. Para entende-las razóns polas que a granulación ten lugar, debemos considera-los seguintes puntos:

- A presenza no lodo de partida de núcleos de crecemento, como materiais orgánicos e inorgánicos, que sirvan como soporte inerte ós agregados bacterianos.
- A materia finamente dispersa, incluíndo bacterias viables, irá desaparecendo do sistema ó ir incrementando as velocidades superficiais de líquido e de gas, forzando así a formación de biopelículas e/ou agregados.
- O tamaño dos agregados e/ou o espesor do biofilme son limitados, e dependen das forzas externas que se exercen sobre as partículas/película (p.e. esforzo). Por iso haberá un proceso temporal polo cal as partículas/películas se romperán e darán lugar á xeración doutras novas.
- Os núcleos de crecemento secundario retidos aumentarán en tamaño e tamén en densidade. O crecemento non está restrinxido ás capas externas, senón que tamén tén lugar no interior dos agregados. Desta maneira os

agregados irán medrando co tempo ata chegar un momento en que romperán e os fragmentos darán lugar a unha nova xeración, etc.

- Os gránulos irán evolucionando ata chegaren a unha fase “madura”. No proceso de maduración dos gránulos filamentosos voluminosos, predominantes nas etapas iniciais do proceso de granulación, irán desaparecendo e serán desprazados por gránulos densos. Xeralmente, nun lodo granular maduro hai ausencia de gránulos filamentosos.

A pesar de que existe bastante información sobre a formación de gránulos, a primeira fase de posta en marcha nun reactor UASB segue a ser unha materia delicada e que se prolonga durante un espacio de tempo considerable. Con respecto ó carácter complexo da dixestión anaerobia, e máis en particular ó proceso de xeración de biomasa, sería desexable que a posta marcha fose levada a cabo por operadores con suficiente coñecemento e experiencia, ou polo menos deberían segui-lo proceso de cerca, nesta primeira fase.

Téñense descrito varios tipos de conglomerados microbianos, como gránulos, *pellets* e flóculos, sen que exista unha distinción clara entre eles. O diámetro dos gránulos de lodo varía entre 0,14 e 5 mm (Fukuzaky *et al.*, 1991a, b, c; Grotenhuis *et al.*, 1991a, b; Koornneef *et al.*, 1990; Kosaric *et al.*, 1990; Schmidt & Ahring, 1993; ten Brummeler *et al.*, 1985; Wiegant & de Man, 1986), dependendo do tipo de auga residual tratada e das condicións de operación. Os gránulos cultivados en substratos acidificados, como acetato, son xeralmente máis pequenos que os gránulos que medran en substratos acidoxénicos (Kosaric *et al.*, 1990; Schmidt & Ahring, 1993; ten Brummeler *et al.*, 1985; Wiegant & de Man, 1986).

A velocidade lineal do líquido, á cal un gránulo cun volume e unha densidade dados, é lavado e arrastrado fóra do reactor, pode estimarse pola lei de Stokes.

$$V_s = \frac{D^2 g (\rho_p - \rho)}{18 \rho} \quad \text{se } Re < 2$$

$$V_s = 0,153 \left[\frac{(\rho_p - \rho) D^{1,6} g}{\mu^{0,5} \rho^{0,4}} \right]^{0,714} \quad \text{se } 2 \leq Re \leq 400$$

onde:

Re número de Reynolds ($\rho_p V_s D / \mu$)

V_s velocidade de sedimentación (m/s)

g	aceleración do campo gravitatorio (m/s^2)
D	diámetro do gránulo (m)
ρ	densidade da auga (kg/m^3)
ρ_p	densidade do gránulo (kg/m^3)
μ	viscosidade do líquido ($kg/m s$)

As velocidades de sedimentación para lodo granular que aparecen na bibliografía están no rango de 18-50 m/h (Andras *et al.*, 1989; Dolfing *et al.*, 1985). Desta maneira podemos dividi-lo lodo granular en tres fraccións baseándonos nas velocidades de sedimentación referidas: unha fracción de sedimentación pobre (en torno a 20 m/h), unha fracción con velocidade de sedimentación aceptable (entre 20 e 50 m/h) e unha fracción con velocidade de sedimentación boa (superior a 50 m/h). Un lodo granular satisfactorio contén fundamentalmente lodo con características correspondentes as últimas dúas fraccións. As densidades típicas dos gránulos son de 1,03 a 1,08 kg/m^3 (Hulshoff Pol *et al.*, 1983), pero tamén aparecen valores por encima de 1,4 kg/m^3 na bibliografía (Fukuzaky *et al.*, 1991a, b, c).

Os minerais inorgánicos ou o contido en cinsas dos gránulos varía dende o 10 ó 90% do peso seco, dependendo da composición da auga residual e das condicións do proceso. Sen embargo, pódense facer algunhas xeralizacións. Baixo condicións mesófilas, os gránulos que medraron nunha auga residual complexa teñen un menor contido en cinsas (Ahring *et al.*, 1993; Alphenaar *et al.*, 1992; Dolfing *et al.*, 1985; Ross, 1984; Schmidt & Ahring, 1993; Wu *et al.*, 1991) que os gránulos que medraron en substratos simples, como acetato, propionato ou butirato (Ahring *et al.*, 1993; Alibhai & Forster, 1988; Fukuzaki *et al.*, 1991a, b, c; Grotenhuis *et al.*, 1991a; Schmidt *et al.*, 1992; Schmidt & Ahring, 1993). Ademais, os gránulos medrados en substratos complexos son frecuentemente máis grandes que os gránulos que medraron en substratos simples. Un estudio comparando os gránulos procedentes de dous reactores UASB idénticos, operando baixo as mesmas condicións, pero a diferentes temperaturas, mostrou que o contido en cinsas era 1,5 veces maior nos gránulos do reactor termófilo, mentres que os gránulos do reactor mesófilo eran máis grandes (Schmidt & Ahring, 1994). A correlación entre a densidade e o contido en cinsas mostrou que un incremento na densidade pode explicarse por un incremento no contido en cinsas.

Os compoñentes principais das cinsas dos gránulos son calcio, potasio e ferro. O efecto estabilizante dos precipitados de calcio e potasio foi confirmado mediante experimentos nos que o calcio e o potasio se eliminaron dos gránulos. Isto levou a un descenso na consistencia e nalgúns casos á desintegración do gránulo (Grotenhuis *et al.*, 1991b).

Unha das características do lodo granular é a de presentar elevadas actividades metanoxénicas específicas (AME), estando os valores característicos entre 0,5 e 2 g DQO-CH₄/g SSV·d. A actividade do lodo granular pode aparecer inhibida por altas concentracións de ácidos graxos (Winther-Nielsen & Ahring, 1990).

O recuento do número total de bacterias nos gránulos tense feito de moitas maneiras. O recuento directo dá unha concentración de células típica de $5 \cdot 10^{10}$ a $1.4 \cdot 10^{12}$ células/ml gránulos (Ahring *et al.*, 1993; Beeftink & Staugaard, 1986; Schmidt *et al.*, 1992; Wu *et al.*, 1991). Sen embargo, estas técnicas non aportan información acerca do número e da activade dos diferentes grupos tróficos nos gránulos.

A técnica do número máis probable (NMP) dá unha idea do número de bacterias nos diferentes grupos tróficos. Nalgúns estudos de NMP identificáronse cultivos de metanóxenos típicos como *Methanobrevibacter* sp., *Methanospirillum* sp., *Methanothrix* sp., e *Methanosarcina* sp. e bacterias sintróficas como *Syntrophobacter* sp., *Syntrophomonas* sp., e *Pelobacter* sp. Tamén se atoparon bacterias sulfato-reductoras (*Desulfovibrio* sp., e *Desulfobulbus* sp.) (Grotenhuis *et al.*, 1991b). A técnica NMP téñ as súas limitacións debido a que os gránulos deben desintegrarse, destruindo a organización das diferentes especies dentro do gránulo e, polo tanto, as interaccións entre as especies.

As especies metanoxénicas acetoclásticas máis importantes nos gránulos son *Methanosarcina* e *Methanothrix*. *Methanosarcina* sp. medra xeralmente formando agregados longos de 1-3 mm de diámetro. Estes agregados consisten nun gran número de células individuais rodeadas por unha parede grosa. *Methanosarcina* sp. usa diferentes substratos metanoxénicos, incluíndo o acetato, metanol, metilaminas e algunhas veces H₂/CO₂. *Methanothrix* sp. é un organismo filamentoso que soamente medra en acetato. *Methanosarcina* sp. presenta velocidades máximas de crecemento en acetato maiores que *Methanothrix* sp., pero os valores de K_m en acetato para *Methanothrix* sp. son de 5 a 10 veces máis pequenos que para *Methanosarcina* sp. (Jetten *et al.*, 1992; Zinder, 1990). Estes datos cinéticos indican que unha selección de gránulos na que hai fundamentalmente *Methanothrix* sp. debería verse favorecida a concentracións baixas de acetato en estado estacionario. Sen embargo debe sinalarse que *Methanosarcina* sp., a diferenza de *Methanothrix* sp., ten a capacidade de empregar diferentes substratos metanoxénicos, e polo tanto o seu papel nos reactores anaerobios non está soamente baseado no metabolismo do acetato.

Tendo en conta que *Methanothrix* sp. e *Methanosarcina* sp. compiten por acetato e coñecendo as súas constantes cinéticas, pódese deducir que a operación a concentracións baixas de substrato (modelo de reactor continuo de tanque axitado) favorece a presenza de *Methanothrix* (baixa μ_m e baixa K_s). Da mesma maneira a

operación a altas concentracións de substrato (fluxo en pistón) favorece a presenza de *Methanosarcina*.

Usando un modelo cinético de Monod, pódese ver a tendencia dos dous grupos tróficos previamente mencionados, tal e como se mostra na Figura 5.2.

$$\mu = \mu_m \cdot \frac{S}{K_s + S}$$

onde:

μ velocidade específica de crecemento

μ_m velocidade específica máxima de crecemento

K_s constante de afinidad por el substrato

$$\left. \begin{array}{l} \mu_m = 0,13 \text{ d}^{-1} \\ K_s = 0,037 \text{ g DQO/L} \end{array} \right\} \text{Methanotrix sp.}$$

$$\left. \begin{array}{l} \mu_m = 0,45 \text{ d}^{-1} \\ K_s = 0,35 \text{ g DQO/L} \end{array} \right\} \text{Methanosarcina sp.}$$

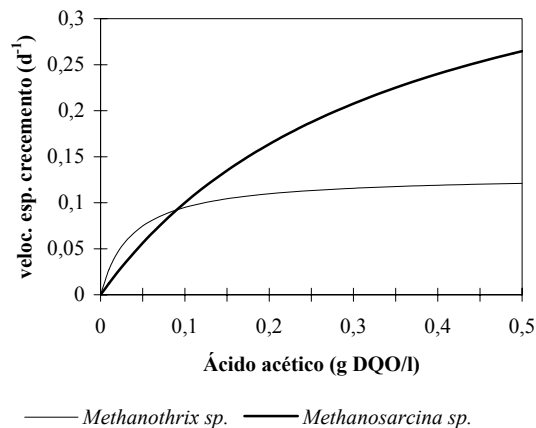


Figura 5.2. Efecto da concentración de substrato sobre a velocidade de crecemento específico de *Methanotrix* sp. e *Methanosarcina* sp.

Algúns autores teñen sinalado a importancia de *Methanotrix* sp. no desenvolvemento dos gránulos en reactores UASB. Semella que os filamentos que forma *Methanotrix* sp. subministran unha rede de partida no gránulo, á cal se van asociando outras bacterias. Dende un punto de vista xeral, *Methanotrix* sp. mellora a granulación e dá lugar a un reactor máis estable na súa operación

(Wiegant & de Man, 1986). Sen embargo, téñense observado dúas morfoloxías diferentes nos gránulos de *Methanothrix* sp.: un bacilo en fragmentos de catro a cinco células; e unha de tipo filamentoso, que consiste en grupos longos de bacilos multicelulares (Hulshoff Pol *et al.* 1982; ten Brummeler *et al.*, 1985; Wu *et al.*, 1993). En condicións mesófilas, debe evitarse o tipo filamentoso xa que pode levar á flotación do lodo durante a etapa de posta en marcha e polo tanto, ó lavado da biomasa do reactor. Este fenómeno pódese observar frecuentemente cando hai limitación de substrato.

Forster (1992) encontrou que, en reactores UASB, a relación *Methanosarcina:Methanothrix* non está relacionada coa concentración de acetato, indicando que debe haber outros factores que inflúen na selección, como poden ser a concentración de nutrientes e micronutrientes e a carga hidráulica.

Para estudia-la estrutura dos gránulos, pódese empregar microscopia electrónica de varrido. Téñense observado frecuentemente cavidades e buratos na superficie (Guiot *et al.*, 1992; MacLeod *et al.*, 1990; Morgan *et al.*, 1991). Pénsase que estas cavidades permiten a saída do biogás e posiblemente serven como conductos de entrada ós nutrientes ó interior do gránulo. Na parte exterior predominan as bacterias hidrolíticas e/ou acidoxénicas, mentres que bacterias do tipo *Methanothrix* son as dominantes na parte interior. A organización interna dos diversos grupos tróficos dentro do gránulo semella depender da composición da auga residual e da ruta metabólica dominante. En gránulos desenvolvidos en augas residuais complexas, pódese observar unha orientación espacial, en contraste co que sucede nos gránulos que medraron nun substrato simple, como pode ser o acetato. É posible que esta organización interna nos gránulos que medraron en substratos complexos sexa beneficiosa para a óptima degradación dos substratos e dos produtos intemedios.

A adhesión microbiana ou a granulación, isto é, cando unha célula se adhire a unha superficie ou a outra célula, pódese definir en termos da enerxía implicada na súa formación. Pódese dicir que unha célula está adherida cando se require de enerxía para separala e facer que volva ó seu estado inicial de illamento (Rutter *et al.*, 1984). Pódese dicir que o lodo granular é unha biopelícula esférica e de feito existen similitudes entre os procesos de formación de biopelícula e de granulación.

O desenvolvemento inicial dunha biopelícula ou dun gránulo pódese dividir en catro etapas:

- *Transporte* das células á superficie dun material inerte sen colonizar ou ata outras células (denominadas no sucesivo substratum);
- *Adsorción* inicial reversible ó substratum mediante forzas físico-químicas;
- *Adhesión* irreversible das células ó substratum por medio de apéndices microbianos e/ou substancias poliméricas; e

- *Multiplicación* das células e desenvolvemento dos gránulos.

A célula pode ser transportada ata o substrato mediante un ou a combinación de varios mecanismos: por difusión (movemento browniano), transporte convectivo no líquido, flotación no gas, sedimentación ou transporte activo debido a flaxelos. Sen embargo, en sistemas acuosos como o UASB, resulta dubidoso que os flaxelos teñan algunha importancia no transporte, excepto en casos de distancias moi pequenas. A adsorción inicial pode producirse pola colisión entre as células e a superficie das macromoléculas. O substrato pode consistir en agregados bacterianos presentes no lodo, pero tamén materiais orgánicos ou inorgánicos que funcionan como núcleos de crecemento. Normalmente a adsorción inicial é un proceso físico-químico reversible, pero pode levar á inmovilización das bacterias. Pódense dar tres posibles situacións entre as células e o substratum: i) unha atracción débil, reversible, cando as células están localizadas a unha certa distancia do substratum; ii) repulsión cando predominan as interaccións electrostáticas; e iii) unha atracción forte irreversible cando son predominantes as forzas de van der Waals (Gantzer *et al.*, 1989). Xeralmente, a adsorción inicial ten lugar cando se dá o primeiro caso, e a adhesión irreversible establécese por enlaces fortes entre o substratum e as células microbianas *via* substancias poliméricas ou outras estruturas de unión. Cando se produce a adhesión bacteriana comenza a colonización. O proceso de granulación que ten lugar a continuación depende da división celular e da adhesión de novas bacterias procedentes da fase líquida. A matriz granular pode tamén conter macromoléculas estrañas que quedaron atrapadas, como é o caso de precipitados. A organización das bacterias nos gránulos pode facilita-la transferencia de substratos e produtos. Varios investigadores suxeriron que o material precursor dos gránulos son células de *Methanotrix* sp. nunha estrutura aberta filamentosa. Estes filamentos poden funcionar como centros de nucleación para o posterior desenvolvemento do agregado.

Durante moitos anos, foi unha opinión xeral o feito de que os metanóxenos acetoclásticos *Methanotrix* eran críticos para a estrutura e mantemento dos gránulos metanoxénicos. Sen embargo, varios investigadores encontraron que *Methanosarcina* sp. pode te-lo mesmo grao de importancia no proceso de granulación, especialmente as bacterias produtoras de polímeros extracelulares.

2 Materiais e métodos

2.1 Montaxe experimental

Empregáronse dous reactores UASB idénticos de vidro, referidos como RA (Reactor Automático) e RM (Reactor Manual) cun diámetro interno de 60 mm, unha altura total de 335 mm e un volume útil de 0,8 l (V_{react}). O Separador Gas-Sólido (SGS), situado na parte superior dos reactores, permite a retención dos sólidos que poidan saír co gas liberado, e a súa sedimentación ata a zona de dixestión. Os reactores dispoñen de dous puntos de mostraxe distribuídos ó seu longo, ademais dos situados nas canles de entrada e de saída do mesmo. Na Figura 5.3 móstrase un esquema dos dixestores coas súas características xeométricas.

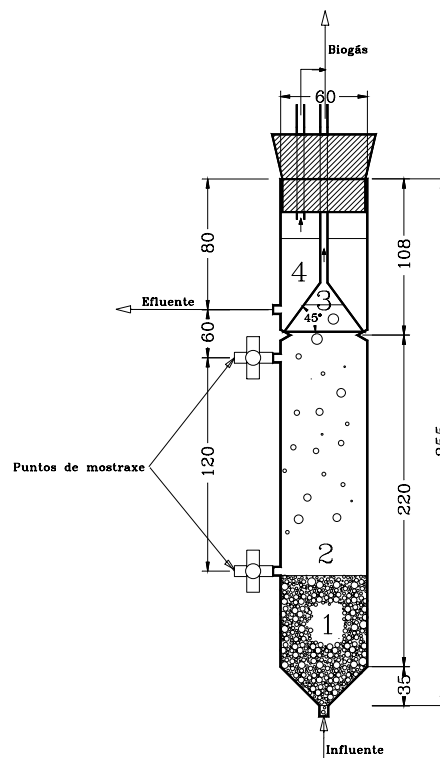


Figura 5.3. Reactores UASB.

O gas producido secouse nun dispositivo de retención recheo con partículas de sílica-xel e posteriormente determinouse o seu caudal. O caudalímetro empregado (Veiga *et al.*, 1990) constaba de dúas columnas de vidro de 135 mm de altura e 15 mm de diámetro interno (d.i.), os extremos inferiores do cal estaban directamente

comunicados. As dúas columnas de vidro estaban tamén comunicadas por unha válvula hidráulica de 5 mm de diámetro interno en forma de U. O extremo máis longo da U sae da metade da columna I, entra na columna II pola súa parte inferior, chegando ata a súa metade o extremo máis curto do U (Figura 5.4). As columnas conteñan unha disolución lixeiramente salina cun nivel inicial idéntico en ambas, indicado polas liñas descontinuas na Figura 5.4. O gas procedente do dixestor entra pola parte superior da columna II, empuxa o nivel de auga da columna provocando a suba do mesmo na columna I. O volume de auga desprazado polo gas en cada ciclo denomínase "volume útil". Os dous electrodos de aceiro inoxidable da columna I estaban conectados en serie cun contador de pulsos electromecánico que computaba un paso cada vez que o líquido da columna I pecha o circuito ó alcanzalo electrodo máis curto (o emprego de corrente alterna evita a electrólise e os problemas asociados á polaridade do electrodo). O dispositivo foi construído de maneira que, inmediatamente despois do peche do circuito, o gas acumulado na columna II poida pasar á columna I e á atmosfera, a través do tubo en forma de U. Desta maneira o líquido volve ó seu nivel inicial, interrompendo o circuito eléctrico. Este sistema é barato, fácil de construír e permite un funcionamento a longo prazo sen ningún tipo de mantemento.

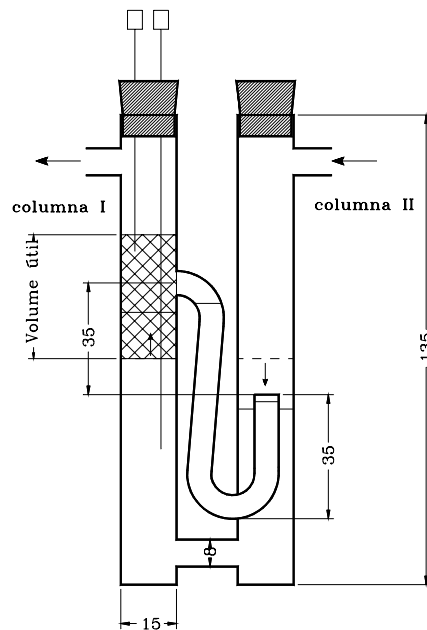


Figura 5.4. Esquema do caudalímetro de gas.

A temperatura dos reactores mantívose a 37 ± 1 °C mediante dúas lámpadas de infravermello de 250 W cada unha, as cales se activaban mediante un termóstato conectado a un sensor de temperatura no interior dos reactores.

A alimentación foi subministrada ós reactores mediante bombas peristálticas de velocidade fixa (Masterflex Cole Parmer Mod. 7021-24) equipadas con tubos Masterflex Phar-Med 6485-16, no caso dos experimentos con modo de alimentación descontinuo, e de velocidade variable (Masterflex Cole Parmer Mod. 7519-10) con tubos de silicona Ismatec 7624-22 no caso dos experimentos levados a cabo con alimentación en continuo.

Para a recirculación empregouse unha bomba peristáltica Masterflex Cole Parmer Mod. 7554-20 de velocidade variable (6-600 r.p.m). A bomba dispón de dous cabezais que permitiron o uso dunha soa bomba para os dous reactores, asegurando un caudal de recirculación igual en ámbolos sistemas. Os tubos empregados foron Masterflex Phar-Med 6485-15.

O emprego dunha tarxeta de adquisición AT-MIO-16L-25 Mod. 776245-03, subministrada por National Instruments, permitiu a adquisición e saída de sinais usando LabWindows como software.

2.2 Software de arranque en descontinuo

O sistema denominado automático está xestionado por un programa escrito en linguaxe C++ e implementado nun PC-386 (apartado 1 do apéndice). As características máis relevantes deste programa son o reducido número de variables empregadas e a súa capacidade para controla-la alimentación ó reactor baseándose na produción de metano.

Cando o líquido da columna I do caudalímetro de gas alcanza o electrodo superior, cérrase o circuito eléctrico e o sinal (convertido de 220 V a 6 V por un transformador AC-DC) é recibido polo PC a través da tarxeta de adquisición. A rutina que valida este sinal era un lazo que chequea a voltaxe de chegada: se se superaba o valor de 5 V, o programa conta un pulso de gas e leva a cabo o balance de materia no sistema. Esquemáticamente pódese escribir:

$$CO_{in} = CO_{ef} + CO_{gas} + CO_{cel} + CO_{ac} \quad [kg \text{ DQO}] \quad (3.1)$$

onde:

CO_{in} carga orgánica do efluente

CO_{ef} carga orgánica del efluente

CO_{gas} carga orgánica convertida en metano

CO_{cel} carga orgánica consumida no crecemento celular

CO_{ac} carga orgánica acumulada no reactor

A carga orgánica alimentada ó reactor (CO_{in}) en cada pulso de alimentación, calcúlase coñecendo o tempo de funcionamento da bomba (t_b) [s], o caudal (q_b) [m^3/s] e a concentración do influente (DQO_{in}) [kg/m^3].

$$CO_{in} = (DQO_{in} \cdot q_b \cdot t_b) \quad [kg] \quad (3.2)$$

O q_b é unha característica fixa da bomba, e polo tanto unha vez establecida a DQO_{in} , o tempo de operación da bomba t_b é a única variable da que depende a CO_{in} .

O volume de gas producido e a súa composición de metano empregouse para calcula-la carga orgánica convertida en metano cada vez que se contabiliza un pulso de gas (CO_{gas}).

$$CO_{gas} = (n \cdot V_{gas} \cdot \% CH_4 \cdot 2,62) \quad [kg] \quad (3.3)$$

Onde n é o número de pulsos de gas, 2,62 (expresado como $kg DQO/m^3 CH_4$) é a DQO eliminada por metro cúbico de metano producido e V_{gas} (m^3) é o volume de gas producido en cada pulso.

Desta maneira, a carga orgánica residual pode expresarse como:

$$CO_{res} = CO_{in} - CO_{gas} \quad [kg] \quad (3.4)$$

ou ben como:

$$CO_{res} = CO_{ef} + CO_{cel} + CO_{ac} \quad [kg] \quad (3.5)$$

A distribución da carga orgánica do influente entre o crecemento da biomasa e a acumulación nas células é un parámetro que depende de moitos factores e non é facilmente medible. Polo tanto representa unha desvantaxe para o sistema, o feito de traballar con este parámetro. Unha aproximación razoable sería considerar desprezable a acumulación na superficie das células e considerar esa carga orgánica como empregada para o crecemento celular. Deste xeito, a carga orgánica residual sería en parte destinada ó crecemento celular e outra parte, aquela que non foi degradada nin consumida, saíría no efluente do reactor. Polo que se podería reescribir (3.5).

$$CO_{res} = CO_{ef} + CO'_{cel} \quad [kg] \quad (3.6)$$

Cando se produce gas, a CO_{res} vai diminuindo de forma progresiva, tal e como se pode deducir de (3.4), dende un valor inicial no que $CO_{res} = CO_{in}$. A variable denominada “porcentaxe de CO_{res} ” que aínda permanece no reactor defínese como:

$$\% CO_{res} = \left(\frac{CO_{res}}{CO_{in}} \right) \cdot 100 = \left(\frac{CO_{in} - CO_{gas}}{CO_{in}} \right) \cdot 100 \quad [-] \quad (3.7)$$

Cada vez que se contabiliza un pulso de gas, significa que foi producida unha cantidade de biogás igual ó volume útil do caudalímetro (V_{gas}), e o programa incrementa nunha unidade o número de pulsos de gas medidos, n . Nese momento realízase o cómputo do balance de materia no sistema, proporcionando un valor da % CO_{res} .

Cando a % CO_{res} calculada acada un valor preestablecido (introducido como unha das variables modificables), o programa activa a bomba de alimentación para comenazar un novo ciclo no que a % CO_{res} volve ser 100%.

Se a DQO_{ef} aumenta de forma progresiva para un valor fixado de % CO_{res} , isto significaría que se está alimentando o sistema a unha velocidade demasiado elevada comparada coa velocidade á que a biomasa metaboliza o substrato. Neste caso a estratexia sería baixa-lo valor establecido de % CO_{res} , e aumentar así o tempo que o substrato permanece no sistema, e polo tanto a eficacia da operación. Por outro lado, se o valor fixado de % CO_{res} é demasiado baixo, o sistema chega a un nivel de depuración moi elevado a costa de ralentiza-la actuación, establecendo tempos de non-alimentación moi longos, que poderían levar, eventualmente, á parada total de entrada de influente. Nese punto pensouse que podería ser posible establecer un valor baixo da porcentaxe de CO_{res} e ó mesmo tempo elimina-la desvantaxe que supoñería ter intervalos de tempo moi longos entre as entradas de alimentación. Con esa finalidade implementouse unha nova rutina, que permitira memoriza-lo tempo entre o pulso de gas precedente e o actual. Se o tempo transcorrido dende o último pulso supera nun múltiplo (k) o tempo do intervalo penúltimo, a bomba de alimentación activaríase de forma automática. Este cambio na estratexia aportou unha importante mellora ó funcionamento do sistema. Despois de ter probado con varios valores entre 3 e 10, encontrouse que o valor máis adecuado de k era 5, empregado no Experimento 4.

As variables e parámetros requiridos polo software eran os que seguen:

variables

- Tempo de activación da bomba de alimentación (t_b) [s]
- DQO do influente (DQO_{in})
[kg/m^3]
- % de metano no biogás (% CH_4)
[-]
- % de carga orgánica residual (% CO_{res}) [-]
- Múltiplo do tempo de espera (k)
[-]

parámetros

- Caudal da bomba de alimentación (q_b) [m³/s]
- Volume útil do caudalímetro de gas (V_{gas}) [m³]
- Frecuencia de adquisición [s]

Tódolos datos son gravados nun ficheiro compatible coa aplicación Excel.

2.3 Software de arranque en continuo

No caso dos experimentos levados a cabo alimentando o reactor en continuo, soamente se operou co reactor automático. Da mesma maneira que no caso dos experimentos en descontinuo, o sistema está xestionado por un programa escrito en linguaxe C++ e implementado nun PC-386 (apartado 2 do apéndice). O control levouse a cabo tomando como variable *on-line* a produción de biogás, e tendo en conta outras variables *off-line* que se introducen periodicamente no PC.

A adquisición do sinal correspondente á produción de gas levouse a cabo da mesma forma que se describiu no apartado 2.2 para o arranque en descontinuo. O balance que realiza o sistema foi o mesmo que o calculado anteriormente, pero neste caso, e debido a que o funcionamento da bomba foi continuo, houbo que adapta-lo para caudais no canto de volumes.

$$VCO_{in} = VCO_{ef} + VCO_{gas} + VCO_{cel} + VCO_{ac} \quad [kg/m^3 \cdot d] \quad (3.8)$$

onde:

VCO_{in} velocidade de carga orgánica do influente

VCO_{ef} velocidade de carga orgánica del efluente

VCO_{gas} velocidade decarga orgánica convertida en metano

VCO_{cel} velocidade de carga orgánica consumida no crecemento celular

VCO_{ac} velocidade de carga orgánica acumulada no reactor

A velocidade de carga orgánica alimentada ó reactor (VCO_{in}) calcúlase coñecendo o caudal da bomba (q_b) [m³/s], a concentración do influente (DQO_{in}) [kg/m³], e o volume útil do reactor (V_r).

$$VCO_{in} = \frac{DQO_{in} \cdot q_b \cdot 24 \cdot 3600}{V_r} \quad [kg/m^3 \cdot d] \quad (3.9)$$

O q_b é un valor variable, axustado dende o propio PC en función da evolución da operación. Para poder efectuar este axuste foi necesario realizar un calibrado entre

o sinal de saída do PC en V e o caudal da bomba. Os parámetros do calibrado pódense introducir por teclado, para facer máis flexible o emprego do programa no caso de que se cambie a bomba ou mesmo os tubos empregados. Ó mesmo tempo, o sinal de saída do PC (0-5 V) é transformado noutro sinal compatible coa bomba (4-20 mA) mediante un convertidor C-Mac MV11.

O caudal de gas producido e a súa composición en metano empregouse para calcula-la velocidade de carga orgánica convertida en metano cada vez que se contabiliza un pulso de gas (VCO_{gas}) ou no seu defecto cada 15 minutos.

$$VCO_{gas} = \frac{q_{gas} \cdot \% CH_4 \cdot 2,62 \cdot 24 \cdot 3600}{100 \cdot V_r} \quad [kg/m^3 \cdot d] \quad (3.10)$$

Onde 2,62 (expresado como kg DQO/m³ CH₄) é a DQO eliminada por metro cúbico de metano producido e q_{gas} (m³/s) é o caudal de gas. Para poder transformalo volume de gas producido en caudal foi necesario introducir unha variable de tempo transcorrido, que permita realiza-lo cálculo cada vez que se calcula o balance. Era necesario reiniciar este tempo de forma periódica, xa que se estaba a calcula-lo caudal como unha media do volume producido por unidade de tempo, polo que conviña te-lo valor máis próximo ó que sería o caudal instantáneo. A forma máis sinxela de adaptar ese tempo (\bar{t}) empregado para o cálculo de Q_{gas} , foi axustalo en función do tempo de residencia hidráulico do proceso (TRH), co que inicialmente se estableceu que correspondese a 3 veces o TRH, e posteriormente, viuse que se traballaba con valores máis actualizados cando se igualan ámbolos valores.

Desta maneira, a velocidade de carga orgánica residual pode expresarse como:

$$VCO_{res} = VCO_{in} - VCO_{gas} \quad [kg/m^3 \cdot d] \quad (3.11)$$

onde se pode considerar que:

$$VCO_{res} = VCO_{ef} + VCO'_{cel} \quad [kg/m^3 \cdot d] \quad (3.12)$$

onde

$$VCO'_{cel} = VCO_{cel} + VCO_{ac} \quad [kg/m^3 \cdot d] \quad (3.13)$$

A VCO_{res} vaise calculando de forma continua co trancurso do tempo e coa produción de biogás, co que a variable denominada “porcentaxe de VCO_{res} ” que aínda permanece no reactor definiuse como:

$$\%VCO_{res} = \left(\frac{VCO_{res}}{VCO_{in}} \right) \cdot 100 = \left(\frac{VCO_{in} - VCO_{gas}}{VCO_{in}} \right) \cdot 100 \quad [-] \quad (3.14)$$

Para establece-la estratexia de control que permita incrementar ou descende-lo caudal en función do estado do proceso, fixéronse dous valores máximo e mínimo da porcentaxe de VCO_{res} , modificables dende o teclado, denominados "Nivel Máximo" e "Nivel Mínimo". Cando o balance resulta inferior ó valor fixado como nivel mínimo durante un tempo de espera (que se introduce así mesmo por teclado) o sistema decide un aumenta-lo caudal por un factor de 1,5 (modificable). No caso de que o balance supere o valor fixado como nivel máximo durante un intervalo de tempo introducido ó programa, a actuación sería na dirección contraria, é dicir, dividiríase o valor do caudal de operación actual polo factor elixido. A outra posibilidade sería que o balance se mantivese entre os dous valores establecidos como límites, caso no cal se mantería a operación no caudal actual. Resultou aconsellable fixa-los períodos de tempos de espera relativamente curtos para adoptar decisións máis ou menos inmediatas. O factor de aumento ou diminución de caudal (1,5) escolleuse seguindo a estratexia de aumento de carga proposta por varios autores (Lema *et al.*, 1991), que contempla aumentos do 50 % unha vez que se teña acadado o estado estacionario nas condicións actuais de operación.

Se a DQO_{ef} aumenta de forma progresiva para os valores fixados de VCO_{res} , significaría que non se está permitindo ó sistema degradar en suficiente grao o substrato alimentado, polo que sería necesario baixa-las consignas establecidas para os niveis máximo e mínimo de % VCO_{res} . Se polo contrario se obteñen valores de DQO_{ef} moi baixos, podería significar que non se está aproveitando a capacidade potencial do sistema, e que se poderían acadar cargas de influente maiores e ó mesmo tempo niveis aceptables de eficacia en termos de eliminación de DQO. Nese caso a medida a tomar sería aumenta-los valores establecidos como niveis mínimo e máximo do balance para levar a cabo a actuación.

As variables e parámetros requiridos polo software son os que seguen:

variables

- DQO do influente (DQO_{in})
[kg/m³]
- % de metano no biogás (% CH₄)
[-]
- % de VCO residual máxima (Nivel Máximo)
[-]
- % de VCO residual mínima (Nivel Mínimo)
[-]
- tempo de espera para actuación cando o balance supera o máximo
[s]

- tempo de espera para actuación cando o balance é inferior ó mínimo [s]
- factor de aumento ou diminución de caudal [-]

parámetros

- ordenada na orixe do calibrado *voltaxe de saída-caudal da bomba* [m^3/s]
- pendente do calibrado *voltaxe de saída-caudal da bomba* [V^{-1}]
- Volume do reactor (V_r) [m^3]
- Volume útil do caudalímetro de gas (V_{gas}) [m^3]
- Frecuencia de adquisición [s]

Tódolos datos son gravados nun ficheiro compatible coa aplicación Excel.

2.4 Inóculo

Os dous reactores (RA e RM) foron inoculados con 200 ml de lodo granular procedente dun reactor piloto que trata augas residuais dunha planta de produción de taboleiro de fibra a escala industrial. Despois de ser inoculados, os reactores mantivéronse durante 1 día recirculando o efluente, ata que comezou a produción de biogás. O lodo inoculado presentaba una concentración de 60 g SST/l e 52 g SSV/l e unha actividade metanoxénica específica de 0,26 kg DQO/ kg SSV·d.

2.5 Caracterización da alimentación

As características da auga alimentada ós reactores foron diferentes nos catro experimentos realizados (Táboa 5.1). Empregouse unha mestura de ácido acético, propiónico e n-butírico como fonte de carbono, de forma que se obtivese un rango de DQO entre un mínimo de 1,2 g/l (Experimento 1) ata un máximo de 22 g/l (Experimento 4) na operación descontinua e un valor de 8 g /l na operación continua.

Táboa 5.1. Composición da alimentación nos diferentes experimentos (g/l).

descontinuo					
	<i>Exp. 1</i>	<i>Exp. 2</i>	<i>Exp. 3</i>	<i>Exp. 4</i>	<i>Cont</i>
DQO	1,2	3,6	7,3	22	8
COT	0,5	1,1	2,5	9,4	2,7
AcH	0,4	1,1	2,2	9,2	2,4
PrH	0,25	0,7	1,5	8,2	1,6
n-BuH	0,25	0,6	1,3	5,5	1,3
NaHCO₃	3,5	2,5	3,5	4	3,5
Macronutrientes (ml/l)	5	10	25	90	90
Micronutrientes (ml/l)	5	10	20	60	60
C/N/P	100/5/1	110/5/1	100/5/1	100/5/1	100/5/1

Engadiuse unha solución de nutrientes (Táboa 5.2) para aportar amonio (N) e ortofosfato (P) e manter unha relación C/N/P da orde de 100/5/1, valores recomendados como adecuados para as necesidades metabólicas dos microorganismos (Reynolds, 1975; Britz *et al.*, 1988).

Táboa 5.2. Composición da solución de macronutrientes (g/l).

NH₄HCO₃	28,2
KH₂PO₄	4,4

A achega de elementos traza e micronutrientes que permitan o crecemento adecuado da biomasa, realizouse mediante a adición dunha disolución de micronutrientes (Murray e van den Berg, 1982) a composición da cal se mostra na Táboa 5.3.

Táboa 5.3. Composición da solución de micronutrientes (g/l).

FeCl₂·4H₂O	1	H₃BO₃	0,01
MnCl₂·4H₂O	0,12	(NH₄)₆Mo₇O₂₄·4H₂O	0,02
CoCl₂·6H₂O	0,024	NaCl	1
ZnCl₂	0,1	NiCl₂·6H₂O	0,12
CuCl₂·2H₂O	0,025		

Así mesmo engadiuse bicarbonato sódico para aportar alcalinidade ó medio, que asegure unha capacidade tampón de 3 g CaCO₃/l.

2.6 Estratexia de posta en marcha en descontinuo

2.6.1 Reactor RA

A posta en marcha do reactor RA levouse a cabo co software descrito anteriormente, implementado nun PC. Na Figura 5.5 móstrase un diagrama do sistema automático, con tódolos elementos empregados no proceso.

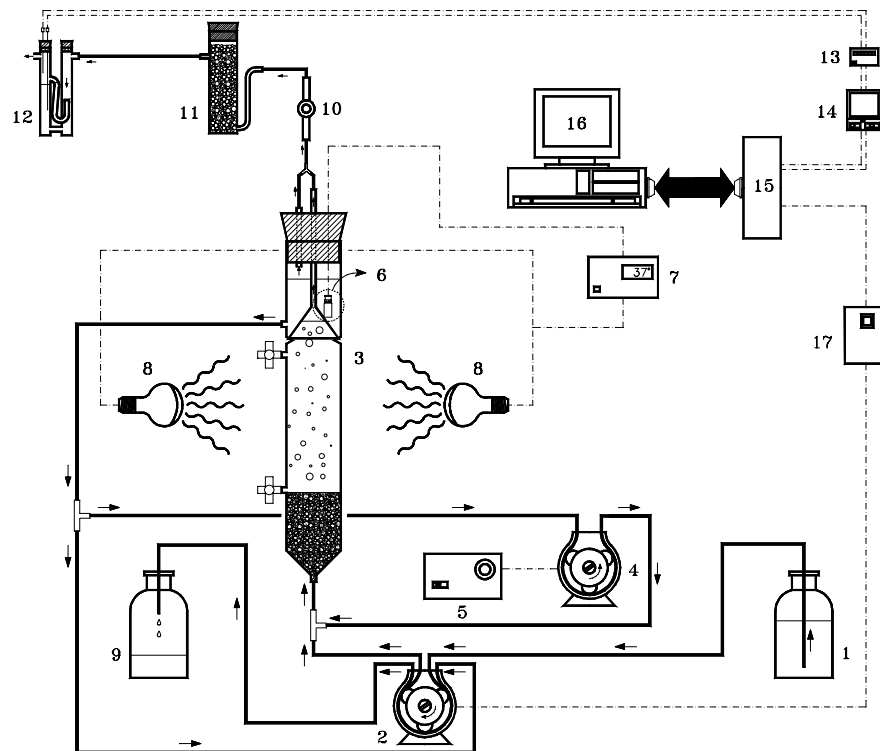


Figura 5.5. Esquema do sistema automático. (1) Almacenamento de alimentación; (2) bomba de alimentación; (3) reactor UASB; (4) bomba de recirculación; (5) variador de velocidade; (6) sensor de temperatura; (7) termóstato; (8) lámpadas de infravermello; (9) almacenamento de efluente; (10) punto de mostraxe de gas; (11) trampa de auga; (12) caudalímetro de gas; (13) contador de pulsos de gas; (14) transformador AC-DC; (15) tarxeta de adquisición e actuación; (16) PC; (17) Relé.

A auga residual entra no reactor polo extremo inferior e atravesa o leito de lodos, co fin de mantelo expandido polo propio fluxo do líquido, así como pola produción de gas, e fundamentalmente pola recirculación do efluente. A bomba de recirculación garante un caudal constante de 20 ml/min, que proporcionan unha

velocidade ascensional de aproximadamente 0,5 m/h, necesaria para asegurar unhas boas condicións de mestura, e recomendada por varios autores como un valor adecuado de operación (Hickey *et al.*, 1991). A bomba de recirculación opera en continuo tomando o líquido da parte superior do reactor e reintroducindo na parte inferior do mesmo.

O reactor foi deseñado de forma que permitira recolle-lo gas liberado na súa parte superior mediante un separador con forma de cono, que impide a formación de capas de suciedade na superficie do líquido, que dificultarían a saída do gas. O SGS evitaba a saída de partículas de biomasa arrastrada dende o leito de lodos polo fluxo do líquido e/ou polas burbullas de gas. O gas producido pasa, en primeiro lugar, por un dispositivo de retención de auga e finalmente a través do caudalímetro onde se contabiliza o volume producido, tal e como se describiu anteriormente.

Os electrodos estaban conectados a corrente alterna 220 V, o que evitou problemas de electrólise ou a necesidade de empregar unha disolución salina moi concentrada (cos conseguíntes problemas de corrosión), para acadar un sinal eléctrico detectable. O circuíto eléctrico péchase cando se produce un volume fixo de biogás (o volume útil do caudalímetro), co que se levaba a cabo a contaxe dun pulso no PC e o balance de materia descrito anteriormente. Cando se produce un volume preestablecido de metano, correspondente a unha fracción da DQO da auga residual anteriormente alimentada ó reactor, o PC envía un sinal de arranque á bomba de alimentación a través do relé, co que se comenza outra etapa no sistema cun novo pulso no proceso descontínuo.

Aínda que o control do sistema queda xa formulado tomando como base a velocidade de metanización da materia orgánica, foi necesario fixar e calibrar algúns parámetros en función da experiencia adquirida cos sucesivos experimentos realizados, basicamente o tempo de bombeo, e outros parámetros que deben ser supervisados diariamente para comproba-lo estado do proceso.

- Alcalinidade e relación AI/AT do efluente
- Porcentaxe de CH₄ no biogás
- DQO do efluente
- pH do efluente

As dúas situacións posibles non desexadas serían, por un lado, a acumulación de ácidos no reactor debido a un exceso de alimentación cando se ten fixado un valor moi alto de % CO_{res}; ou ben o caso contrario, cando un valor moi baixo de % CO_{res} pode provocar un descenso ou incluso a parada da alimentación ó reactor. Unha decisión moi importante nese senso foi mante-lo sistema entre eses dous extremos

de forma automática, adoptando un valor relativamente baixo da porcentaxe de CO_{res} e introducindo o múltiplo do tempo de espera máximo (k) como balance de control. Como se dixo anteriormente, un valor baixo da % CO_{res} prevé aumentos da DQO do efluente ou que a relación AI/AT sexa maior de 0,3, ámbolos dous síntomas dun incremento da concentración de AGV no reactor. Sen embargo, antes de introducir este parámetro de control, houbo algúns casos nos que a maior parte da materia orgánica biodegradable se convertera en metano pero aínda non se acadara a % CO_{res} requirida, polo que a produción de gas descendía ou chegaba a parar, co que descendía tamén a velocidade de alimentación do reactor. Neses casos foi necesaria a intervención na rutina de control para recupera-la produción de gas e desa maneira o funcionamento do sistema. O maior risco deste procedemento era o feito de seleccionar un valor inicial da porcentaxe de CO_{res} demasiado elevada, que podería levar a un incremento importante da concentración de ácidos no reactor. Estas desestabilizacións podían requirir un tempo para o restablecemento do dixestor, ou en casos extremos a baixada da VCO da alimentación e o aumento da adición de alcalinidade para recupera-la eficiencia do sistema.

No caso contrario, a primeira consecuencia dunha alta velocidade de carga orgánica na alimentación sería un incremento na produción de biogás e o progresivo descenso na porcentaxe de metano do gas producido, debido ó aumento da concentración de AGV na fase líquida e á desestabilización do metabolismo bacteriano, seguido da inhibición da metanoxénese.

2.6.2 Reactor RM

Na Figura 5.6 móstrase o esquema do sistema manual, referido como RM, con tódolos elementos que forman parte do proceso.

O reactor RM era basicamente similar ó sistema automático, no que concirne ás variables do proceso, recirculación, sistema de recollida e medida de gas, sistema de calefacción, mostraxe ou réxime hidráulico. A diferenza entre ambas é a forma na que se alimenta o sistema, xa que neste caso non estaba xestionada dende o software instalado no PC. A carga orgánica contrólase variando a alimentación en función dos resultados obtidos na análise da DQO_{ef} . A Velocidade de Carga Orgánica (VCO) inicial foi de 1,5-2,5 kg $DQO/m^3 \cdot d$, como fora suxerido na literatura por diferentes autores (Soto *et al.*, 1993; Henze & Harremões, 1983) e incrementouse nun 50 % (Lema *et al.*, 1991) cada vez que o sistema acadaba un estado estacionario nas condicións de operación (de 3 a 5 días), variando a temporización de parada/marcha da bomba. O Tempo de Retención Hidráulico (TRH) foi en tódolos casos maior que 1 día, de acordo co proposto por Hickey *et*

al. (1991). A homoxeneización do sistema obtívose coa recirculación continua do efluente mediante unha bomba peristáltica.

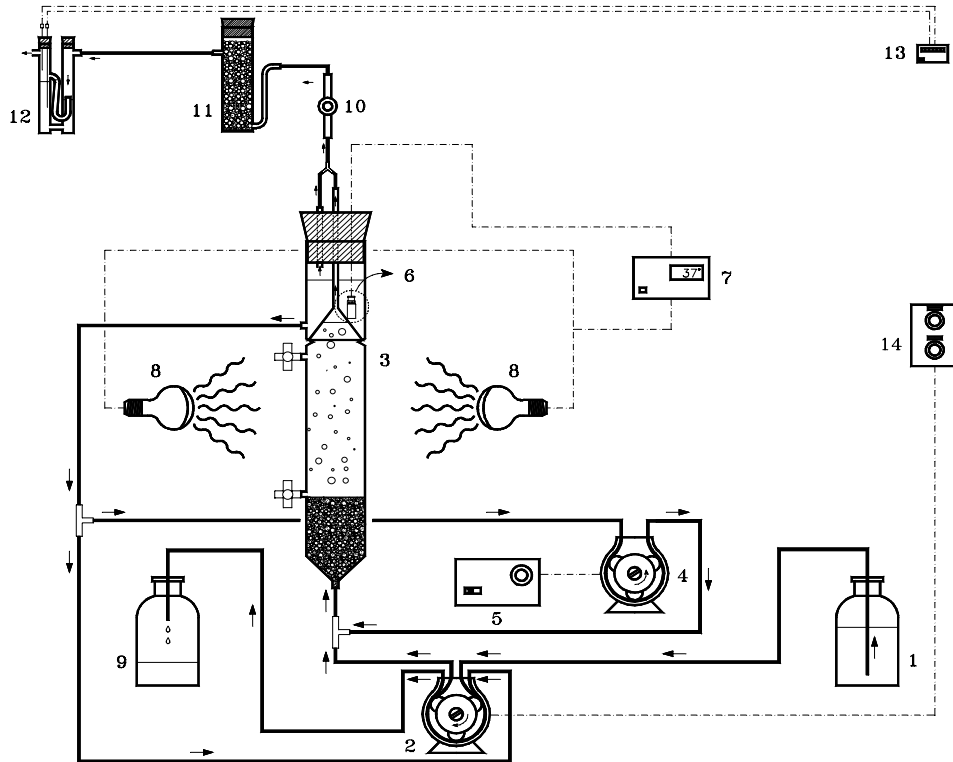


Figura 5.6. Esquema do sistema manual (1) Almacenamento de alimentación; (2) bomba de alimentación; (3) reactor UASB; (4) bomba de recirculación; (5) variador de velocidade; (6) sensor de temperatura; (7) termóstato; (8) lámpadas de infravermello; (9) almacenamento de efluente; (10) punto de mostraxe de gas; (11) trampa de auga; (12) caudalímetro de gas; (13) contador de pulsos de gas; (14) temporizador de parada/marcha.

2.7 Estratexia de posta en marcha en continuo

Como se dixo anteriormente, para a posta en marcha en continuo soamente se operou coa montaxe que corresponde ó reactor automático, empregando o software descrito anteriormente. O esquema experimental correspóndese co presentado na Figura 5.6, no que unicamente se cambiou a bomba de alimentación (elemento nº 2 da figura) de velocidade fixa (Masterflex Cole Parmer 7021-24) por outra de velocidade variable con entrada de actuación de 4-20 mA (Masterflex Cole

Pharmer 7519-10); e o relé (elemento nº 17) por un convertidor (C-Mac MV11) do sinal que sae do PC (0-5 V) ó sinal que recibe a bomba (4-20 mA).

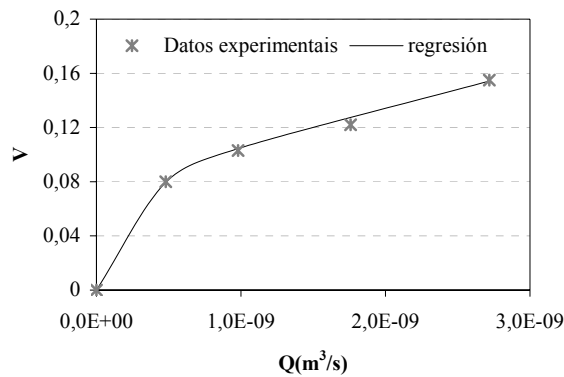


Figura 5.7. Resultados da correlación obtida entre o sinal de saída do PC (0-5 V) e o caudal da bomba de alimentación.

A actuación sobre a bomba de alimentación foi regulada empregando un calibrado, previamente realizado, que permitira determina-lo sinal de voltaxe que corresponde ó caudal desexado. Despois de varias probas, e operando con tubo Ismatec 7624-22 de silicona, obtívose unha correlación exponencial (Figura 5.7) que se corresponde coa ecuación:

$$V(V) = 292,072 \cdot Q(m^3/s)^{0,383}$$

A aplicación desenvolvida permitiu simplifica-la intervención na operación, fundamentalmente debido a que existe un rango da porcentaxe de VCO_{res} dentro do que se estableceron as diferentes formas de actuación (aumento, diminución ou mantemento do caudal de alimentación) no canto dun só valor como sucedía no caso do programa empregado para o arranque do sistema con alimentación en descontinuo. Por outro lado o feito de dispoñer de diferentes alternativas de actuación aseméllase máis á actuación que levaría a cabo o operador, no caso de realizar control manual.

3 Resultados

3.1 Posta en marcha en discontinuo

Leváronse a cabo diferentes experimentos para valida-la estratexia proposta, comparando o comportamento de ámbolos reactores a diferentes concentracións de influente. A DQO da alimentación considerouse unha variable importante que podería afectar ó proceso, especialmente á porcentaxe fixada de CO_{res} . A finalidade de operar co sistema manual non foi tanto a comparación dos valores de operación finais obtidos como o feito de ter un sistema de referencia, que sendo máis fácil de operar, permitira compara-lo funcionamento mecánico de tódolos elementos e poder deducir de forma máis rápida se se trataba dalgún problema do software ou do propio equipo. Nese senso, soamente se van presenta-los resultados dun dos experimentos levados a cabo no reactor RM (Experimento 4), e así constata-lo bo funcionamento eléctrico, mecánico e hidráulico do sistema.

3.1.1 Reactor RA

No reactor RA, unha das variables que compre fixar antes de cada experimento foi o tempo de funcionamento da bomba (t_b) durante cada discontinuo. A elección adecuada deste valor dependía fundamentalmente da concentración de DQO do influente. De feito, considerando que o volume útil (V_{gas}) do caudalímetro era un valor constante, cada pulso de gas computado significaría unha cantidade fixa de materia orgánica transformada en biogás. Tendo en conta que se empregou a velocidade de metanización para calcula-lo balance de materia, se a auga residual non era moi concentrada, resulta máis adecuado fixar un valor de t_p o suficientemente elevado para aportar unha cantidade de materia orgánica considerable por cada pulso de alimentación. Se esta condición non se cumpre, cada pulso de gas representaría unha elevada fracción eliminada da DQO alimentada.

3.1.1.1 Experimento 1 (DQO =1,2 g/l)

O primeiro experimento levouse a cabo alimentando os reactores cunha auga residual de 1,2 g DQO/l, fixando un tempo de funcionamento da bomba de alimentación (t_b) de 1800 s. O valor da porcentaxe de CO_{res} introducida inicialmente foi do 50 %, esperando a ve-lo comportamento do dixestor para aumentar ou descender ese valor. Como se pode ver na Figura 5.8 o comportamento do sistema foi bastante irregular durante os tres primeiros días de operación, e non foi posible determina-la estratexia que iamos seguir durante ese

período. Vendo que o número de pulsos de alimentación introducidos ó reactor tendían a baixar decidiuse incrementa-lo valor da porcentaxe de CO_{res} ata 60. A ausencia dalgún efecto apreciable na frecuencia de alimentación interpretouse como unha causa da baixa aportación de materia orgánica cunha auga residual de concentración tan baixa. Un posterior incremento da porcentaxe de CO_{res} ata 70 provocou un incremento inmediato do número de pulsos alimentados sen ningún efecto negativo na eficacia do sistema ata o día 10 de operación (Figura 5.8). Despois do día 10, a eficacia do sistema descendeu de forma progresiva dende un 85 ata un 50 %, aumentando a continuación ata un 70 % sen ningunha intervención no valor da porcentaxe de CO_{res} .

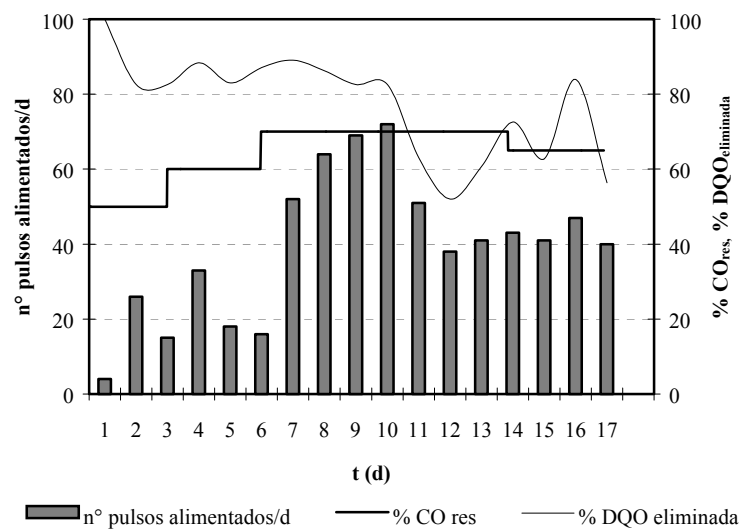


Figura 5.8. Frecuencia de alimentación, porcentaxe de CO residual e porcentaxe de DQO eliminada en RA durante o Experimento 1 ($DQO = 1,2$ g/l).

O maior problema foi, probablemente, debido ó elevado valor da porcentaxe de CO_{res} e á baixa concentración de DQO da auga residual, que provocaron unha sucesión practicamente continua de pulsos de alimentación, que á súa vez foi a causa de outros problemas de tipo hidráulico. De feito, o volume de líquido extraído do reactor non correspondía exactamente co alimentado, co que de forma repetida se producía a entrada de aire no sistema e o seu cómputo como se de biogás se tratase. Polo tanto, estíbese a producir un erro no balance de biomasa que, tratándose da base da estratexia de control, afectaba á operación global do sistema.

Na Figura 5.9 móstranse as VCO do influente, efluente e biogás no RA durante o experimento 1. Pódese observar cómo a estratexia provocou un grande incremento

de VCO alimentada do día 7 ó 9 de operación. A VCO do efluente mostra unha recuperación cando a VCO alimentada se mantivo entre 6-8 kg DQO/m³·d. Os valores da alcalinidade no sistema (Figura 5.10) indican que o reactor estivo a operar cunha capacidade tampón aceptable, mantendo a relación AI/AT menor que 0,3 durante toda a operación, constatando que non houbo acumulación de ácidos no reactor.

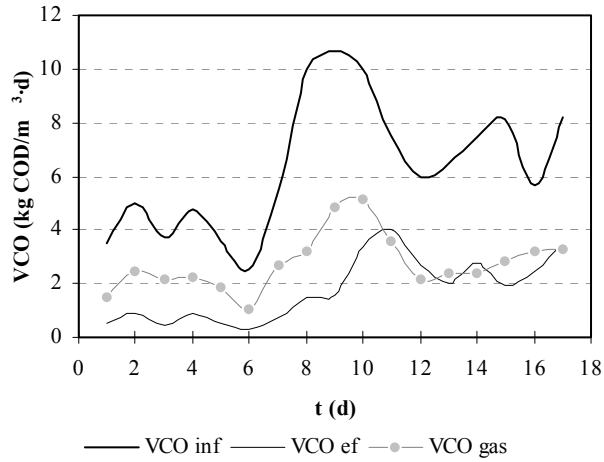


Figura 5.9. Velocidade de Carga Orgánica (VCO) do influente ($_{inf}$), do efluente ($_{ef}$) e do biogás ($_{gas}$) no reactor RA durante o Experimento 1 (DQO = 1,2 g/l).

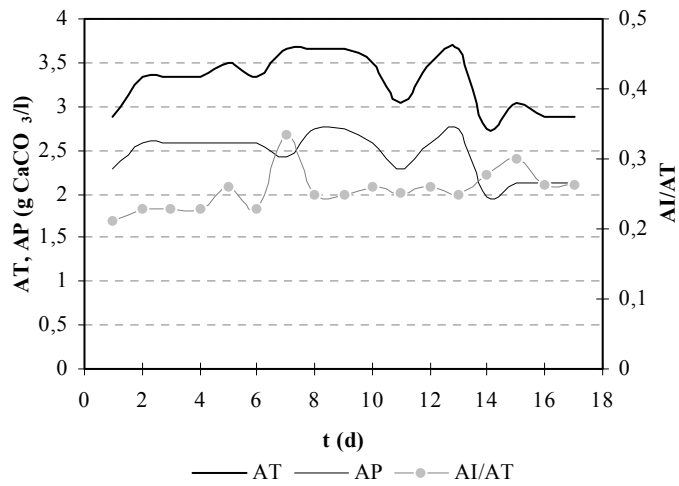


Figura 5.10. Alcalinidade Total (AT), Alcalinidade Parcial (AP) e relación Alcalinidade Intermedia/Alcalinidade Total (AI/AT) no reactor RA durante o Experimento 1 (DQO = 1,2 g/l).

3.1.1.2 Experimento 2 (DQO = 3,6 g/l)

O segundo experimento levouse a cabo alimentando os reactores cunha auga de 3,6 g DQO/l fixando o tempo de bombeo (t_b) en 600 s. O primeiro valor establecido para a porcentaxe de CO_{res} foi do 50 %, como no primeiro experimento. Nas Figuras 5.11 e 5.12A pódese apreciar que tanto o número de pulsos alimentados como a VCO alimentada aumentaron progresivamente ata chegar a unha carga alimentada de 5 kg DQO/m³·d en soamente 4 días. O día 4 do experimento reduciuse o valor da porcentaxe de CO_{res} ata un 30 % intentando incrementala eficacia do sistema, ó mesmo tempo que se pretendían evita-los efectos dunha sobrecarga, de maneira que descendeu a cantidade de substrato alimentado ó sistema de forma progresiva ata o día 9, no que o reactor deu mostras de parada da operación. Nese momento decidiuse incrementar de novo a porcentaxe de CO_{res} ata 70 para obter unha rápida recuperación da operación. O número de pulsos alimentados aumentou de forma considerable, co conseguente incremento na produción de biogás (Figura 5.12B), aínda que a eficacia do sistema descendeu tamén de forma importante ata valores do 50-60 %. Así mesmo, a alcalinidade (Figura 5.13) acusou o efecto do descenso da porcentaxe de CO_{res} , cun rápido incremento na relación AI/AT, polo que se estableceu de novo o valor inicial do 50%, obtendo unha rápida estabilización e a recuperación da porcentaxe de depuración de DQO ata o 87 %.

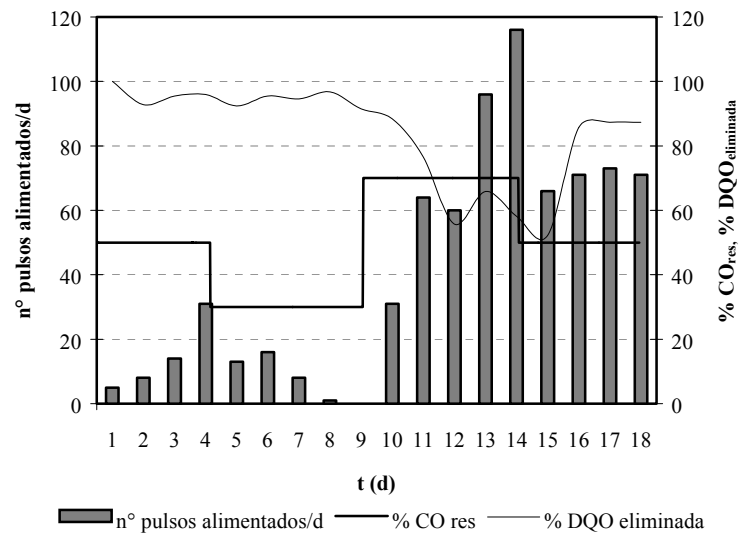


Figura 5.11. Frecuencia de alimentación, porcentaxe de CO residual e porcentaxe de DQO eliminada en RA durante o Experimento 2 (DQO = 3,6 g/l).

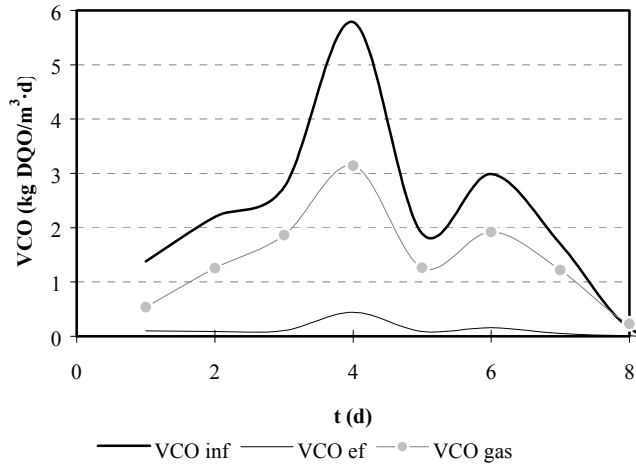


Figura 5.12A. Velocidade de Carga Orgánica (VCO) do influente (inf), do efluente (ef) e do biogás (gas) no reactor RA durante os primeiros oito días do Experimento 2 (DQO = 3,6 g/l).

Ó final do experimento, a VCO alimentada foi de 15 kg DQO/m³d (Figura 5.12B), ó tempo que se acadaba a estabilización do sistema coa recuperación da eficacia de operación en termos de eliminación de DQO (Figura 5.11) e coa volta da relación AI/AT a valores inferiores a 0,3 (Figura 5.13).

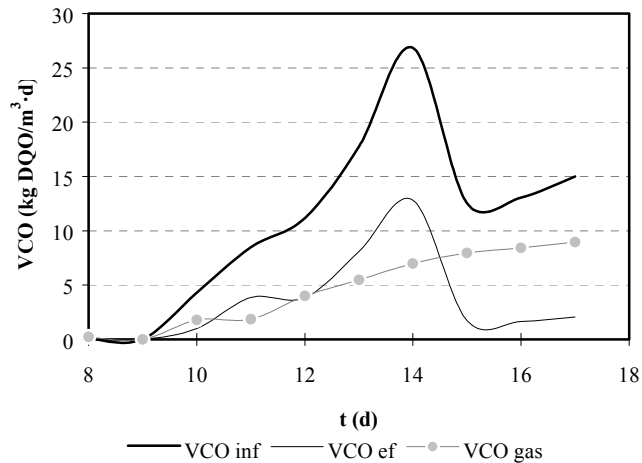


Figura 5.12B. Velocidade de Carga Orgánica (VCO) do influente (i_{inf}), do efluente (e_f) e do biogás (g_{gas}) no reactor RA despois dos primeiros oito días do Experimento 2 (DQO = 3,6 g/l).

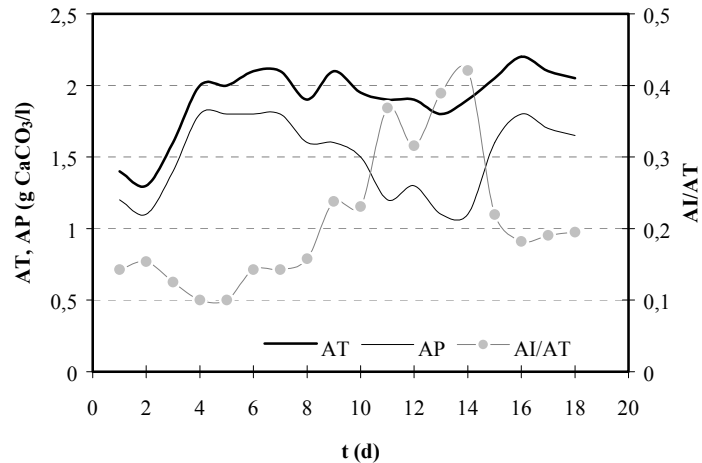


Figura 5.13. Alcalinidade Total (AT), Alcalinidade Parcial (AP) e relación Alcalinidade Intermedia/Alcalinidade Total (AI/AT) no reactor RA durante o Experimento 2 (DQO = 3,6 g/l).

Na Figura 5.14 móstrase a correlación entre a DQO e o COT do efluente do reactor. Dado que a correlación da DQO coa concentración de COT segue un comportamento lineal, poderíase empregar a análise deste último como parámetro de control, xa que se trata dunha variable que se pode determinar de forma máis rápida que a DQO, e ó mesmo tempo existe a posibilidade de monitorización *on-line* da mesma, aínda que os equipos necesarios poden representar un investimento elevado.

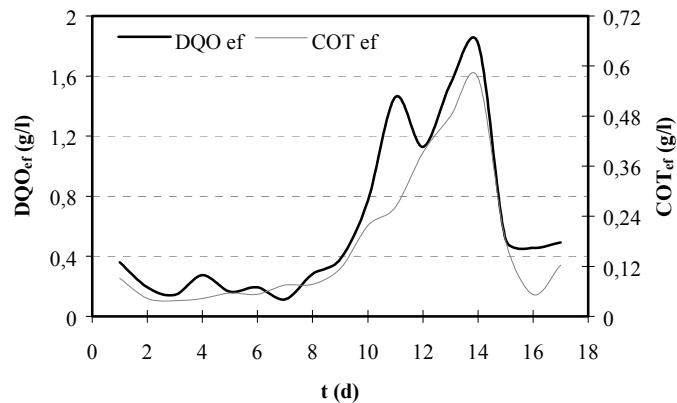


Figura 5.14. Relación de DQO vs. COT do efluente do reactor RA durante o Experimento 2 (DQO = 3,6 g/l).

3.1.1.3 Experimento 3 (DQO = 7,3 g/l)

O Experimento 3 levouse a cabo alimentando os reactores cunha auga residual máis concentrada que nos experimentos anteriores, de 7,3 g DQO/l e un t_b de 600 s. O valor da porcentaxe de CO_{res} inicial foi establecido en 50 %, xa que nos experimentos anteriores púidose comprobar que con valores menores resultaba difícil inicia-la actividade bacteriana. O número de pulsos alimentados por día incrementouse de forma moi rápida durante os catro primeiros días (Figura 5.15), ata acadar unha VCO de 10 kg DQO/m³·d (Figura 5.15). Este aumento tan rápido foi acompañado de baixas eficacias de operación, en torno ó 76 %, co que se decidiu baixa-lo valor da % CO_{res} ata o 40 % para evitar unha sobrecarga no reactor. Sen embargo, a VCO de influente seguiu a aumentar ata 13 kg DQO/m³·d acadada o día 7 de operación, obtendo un lixeiro aumento na degradación de DQO. Fixouse un novo valor da % CO_{res} en 30 coa finalidade de aumenta-la eficacia do sistema, pero esta medida provocou un descenso drástico da frecuencia de alimentación, chegando a un mínimo na VCO do influente de 0,76 kg DQO/m³·d no día 10 (Figura 5.16).

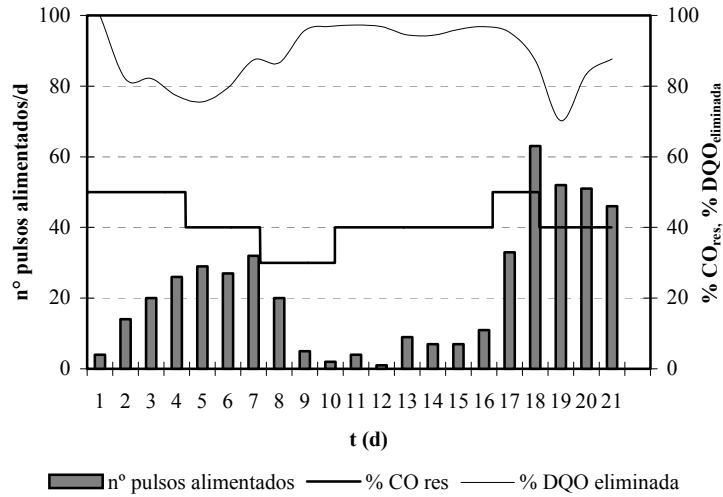


Figura 5.15. Frecuencia de alimentación, porcentaxe de CO residual e porcentaxe de DQO eliminada en RA durante o Experimento 3 ($DQO = 7,3 \text{ g/l}$).

Procedeuse, polo tanto, a fixa-la porcentaxe de CO residual en 40 co fin de recupera-la alimentación ó tempo que se trataba de evitar unha sobrecarga (como acontecera no Experimento 3 cando se incrementara este valor dende 30 ata 70 % para recupera-la alimentación ó sistema). Durante os seguintes 6 días a VCO alimentada non chegou a $5 \text{ kg DQO/m}^3\cdot\text{d}$, polo que se volveu a subi-lo valor fixado da porcentaxe de CO_{res} ata 50 %.

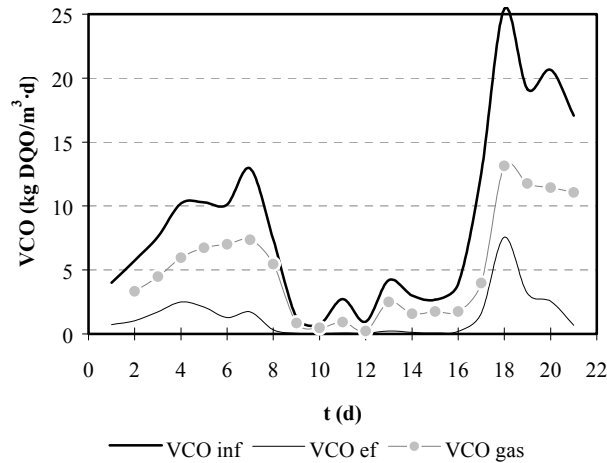


Figura 5.16. Velocidade de Carga Orgánica (VCO) do influente ($_{inf}$), do efluente ($_{ef}$) e do biogás ($_{gas}$) no reactor RA durante o Experimento 3 ($DQO = 7,3 \text{ g/l}$).

Despois dun día de operación (día 18), a VCO do influente, do efluente e do biogás (Figura 5.16) aumentaron ata valores moi elevados, provocando un descenso na porcentaxe de eliminación de DQO ata o 70 %, polo que, como medida previsiva decidiuse fixa-la CO_{res} de novo en 40 % antes de chegar a un estado de sobrecarga. Esta medida facilitou a estabilización do sistema nos seguintes días, acadando unha maior eficacia (87 %), ó mesmo tempo que se chegaba a cargas de influente de 17 kg DQO/m³·d, mantendo unha frecuencia constante de alimentación durante eses últimos tres días.

Os valores de Alcalinidade Total (AT), Alcalinidade Parcial (AP) e relación Alcalinidade Intermedia/Alcalinidade Total (AI/AT) móstranse na Figura 5.17. Obsérvase que a relación de alcalinidades (AI/AT) ten un comportamento paralelo á eficacia do sistema, presentando os valores máis elevados cando se produciron incrementos bruscos no número de pulsos alimentados por día (días 4-7 e 18-19). Neses casos púidose recupera-la operación axustando os parámetros da estratexia adoptada, conseguindo mante-la relación AI/AT menor que 0,35 en todo momento, aínda cando se aplicaron VCO de ata 25 kg DQO/m³·d.

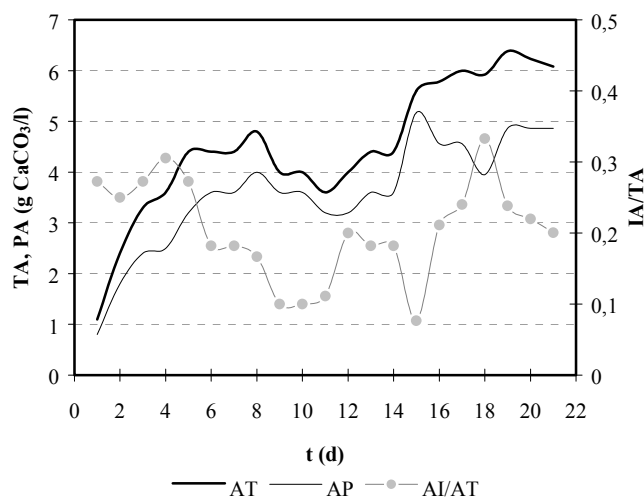


Figure 5.17. Alcalinidade Total (AT), Alcalinidade Parcial (AP) e relación Alcalinidade Intermedia/Alcalinidade Total (AI/AT) no reactor RA durante o Experimento 3 (DQO = 7,3 g/l).

3.1.1.4 Experimento 4 (DQO = 22 g/l)

A partir dos datos obtidos ata o momento, viuse que o maior problema do sistema é determina-lo valor da % CO_{res} que permitise a alimentación ó sistema dun volume

razoable de influente sen chegar a provocar sobrecargas. Penseuse polo tanto que sería posible manexa-lo sistema dunha forma máis sinxela introducindo un novo parámetro de control. Adoptouse unha solución simple introducindo o "múltiplo do tempo de espera máximo" na estratexia de control. Cando o tempo pasado dende o último pulso de gas fose k veces o intervalo entre os pulsos antepenúltimo e último, a bomba activaríase para alimentar de novo o reactor, porque ese sería o síntoma de que a produción de gas ou ben parou, ou se ralentizou, co que se evitaría a parada da operación como sucedeu nos experimentos anteriores. Decidiuse comenza-la operación cun valor moderado da $\% \text{CO}_{\text{res}}$, que significaría unha menor frecuencia de alimentación e unha adaptación da biomasa de forma máis gradual ó incremento da VCO de influente, e polo tanto unha maior eficacia de operación

Este cambio na estratexia permitiu arranca-lo sistema dende un valor de $\% \text{CO}_{\text{res}}$ de 30 (Figura 5.18) e acadar unha operación aceptable en pouco máis de dúas semanas. O valor de k fixouse inicialmente en 5.

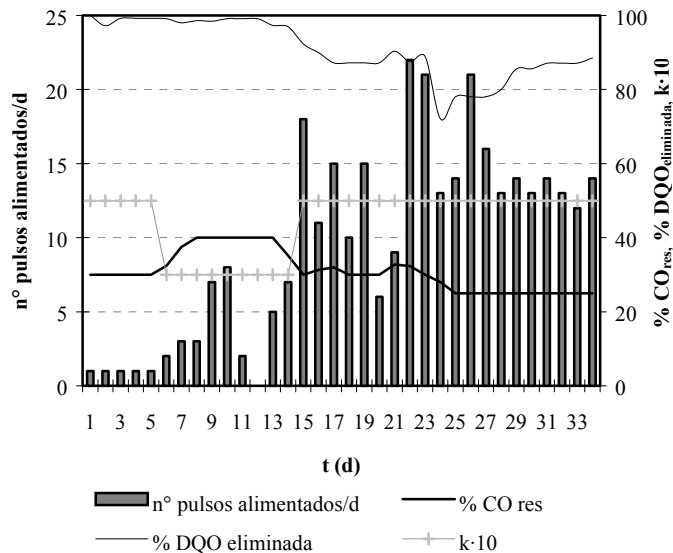


Figura 5.18. Frecuencia de alimentación, porcentaxe de CO residual e porcentaxe de DQO eliminada en RA durante o Experimento 4 ($\text{DQO} = 22 \text{ g/l}$).

Trala operación dos 5 primeiros días mantendo o valor da $\% \text{CO}_{\text{res}}$ en 30, sen que se producise un aumento da frecuencia de alimentación, decidiuse aumentar ata 40 o devandito parámetro para provocar algún cambio no sistema e baixar ata 3 o valor de k . A frecuencia de alimentación aumentou sen apreciar ningún efecto negativo na eficacia do sistema en termos de eliminación de DQO (Figura 5.18). Os días 11 e 12 produciuse un fallo na adquisición dos pulsos de gas, co que o

sistema deixou de alimentar, reducíndose a actuación da bomba de alimentación á que establecía k mediante a nova rutina introducida na estratexia. Unha vez solventado este problema o sistema recuperou a frecuencia de alimentación acadando unha VCO de influente de $4 \text{ kg DQO/m}^3\cdot\text{d}$ no día 14 (Figura 5.19). Nos días seguintes o reactor presentou unha lixeira tendencia á desestabilización (descenso na eficacia de operación e o incremento da relación AI/AT (Figura 5.20)), polo que se decidiu baixar de novo a porcentaxe de CO_{res} ata 30 e fixar de novo k en 5 para evitar unha sobrecarga. A partir dese momento os valores fixados para este parámetro oscilaron entre 35 e 25 % durante os últimos dez días de operación, observando que para un 35 % aínda se mantiña a zona de perigo de sobrecarga.

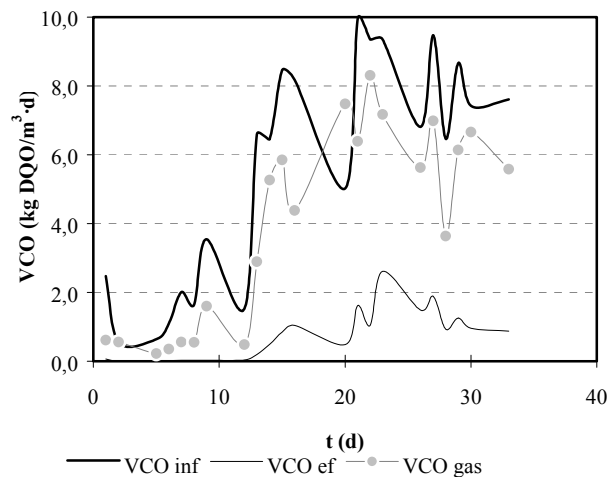


Figura 5.19. Velocidade de Carga Orgánica (VCO) do influente ($_{inf}$), do efluente ($_{ef}$) e do biogás ($_{gas}$) no reactor RA durante o Experimento 4 ($\text{DQO} = 22 \text{ g/l}$).

A partir do día 14, a VCO de influente mantívose entre $7\text{-}9 \text{ kg DQO/m}^3\cdot\text{d}$ (Figura 5.19), excepto valores puntuais debido ós problemas coa medida de gas que afectaron ó bo funcionamento da estratexia. Estas anomalías tiveron un efecto negativo sobre a operación do equipo, co descenso da eficacia dende 90 ata 75 % (Figura 5.18), debido ó aumento da carga orgánica do efluente (Figura 5.19), así como co incremento na relación AI/AT ata $0,6\text{-}0,7$ (Figura 5.20). Nese senso, cabe sinalar que a relación AI/AT se mantivo durante todo o experimento en valores superiores ós obtidos nos outros experimentos, aínda que a AT se foi incrementando ata $4 \text{ g CaCO}_3/\text{l}$. A causa desta elevada relación AI/AT, síntoma da presenza de ácidos no reactor foi, posiblemente, debida á elevada DQO do influente. Durante os dez últimos días de operación, a estratexia mantivo o equipo operando a un valor de VCO de influente estable, cunha eficacia en termos de

eliminación de DQO (87 %) e metanización aceptable (entre o 60 e o 80 %), que non se viron afectadas polos niveis de ácidos no reactor. Durante este período foi o propio sistema de control o que aumentou ou diminuíu a carga de forma autónoma en función da produción de gas do sistema, excepto polos fallos asociados ós propios equipos, especialmente ó medidor de gas, ou a hidráulica do reactor.

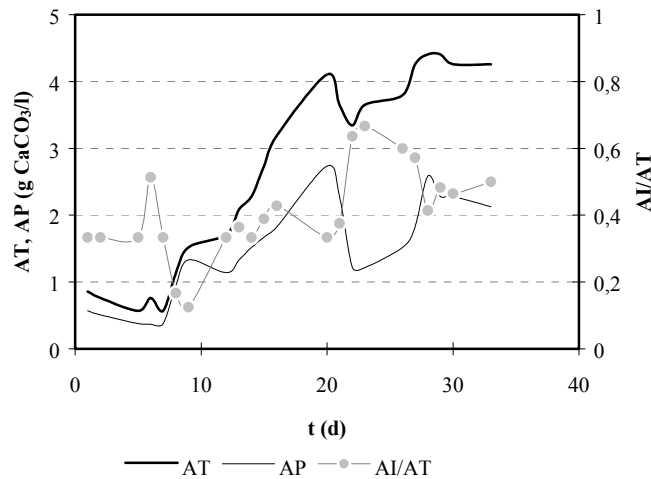


Figura 5.20. Alcalinidade Total (AT), Alcalinidade Parcial (AP) e relación Alcalinidade Intermedia/Alcalinidade Total (AI/AT) no reactor RA durante o Experimento 4 (DQO = 22 g/l).

3.1.2 Reactor RM

3.1.2.1 Experimento 1 (DQO = 22 g/l)

Os experimentos levados a cabo no reactor RM foron catro como no caso do reactor RA, coa mesma DQO (22 g/l) coa que se operou no sistema automático. Adoptouse a estratexia de incrementa-la VCO de influente facendo aumentos graduais do 50 % de caudal de alimentación sobre o previo valor de operación, cando se tiña acadado un estado estacionario (Lema *et al.*, 1991). Isto supuxo realizar aumentos aproximadamente cada semana dependendo da resposta do reactor á carga que se lle estaba aplicando.

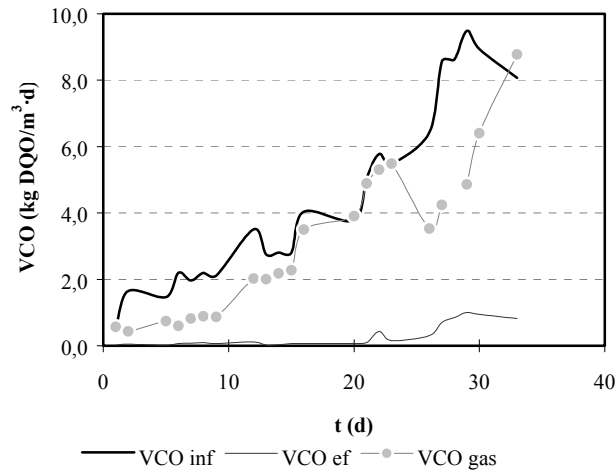


Figure 5.21. Velocidade de Carga Orgánica (VCO) do influente ($_{inf}$), do efluente ($_{ef}$) e do biogás ($_{gas}$) no reactor RM durante o Experimento 4 (DQO = 22 g/l).

O comportamento do reactor RM durante o Experimento 4 móstrase nas Figuras 5.21 e 5.22. A VCO aplicada inicialmente foi de 0,6 kg DQO/m³·d, que se foi incrementando durante 33 días ata chegar a un valor de 9 kg DQO/m³·d (Figura 5.21), seguindo o devandito deseño. A velocidade de conversión da DQO en metano foi aumentando de forma paralela á VCO alimentada (Figura 5.22), cunha pequena desestabilización cando se aumentou a carga de influente dende 6 ata 9 kg DQO/m³·d, que foi superada despois de tres días de operación nestas condicións. A VCO do efluente permaneceu sempre bastante baixa, obténdose eficacias en termos de eliminación de DQO superiores ó 95 % durante os primeiros 26 días de operación, e maiores do 90 % durante a última semana (Figura 5.22).

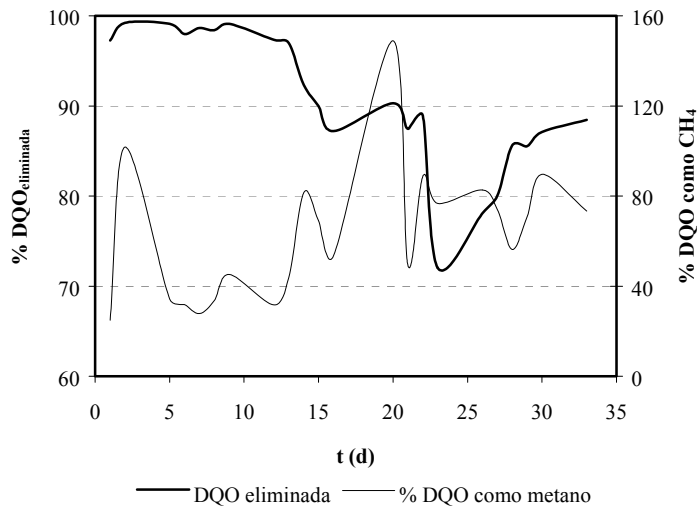


Figure 5.22. Porcentaxe de DQO eliminada do influente e convertida en metano durante o Experimento 4 (DQO = 22 g/l).

3.2 Posta en marcha en continuo (DQO = 8 g/l)

Aínda que nos experimentos levados a cabo anteriormente se viu que traballando con DQO elevada se facilitaba a operación do sistema, para levar a cabo a posta en marcha con alimentación en continuo empregouse unha auga residual de 8 g DQO/l (similar á do experimento 3), pois neste caso empregar valores máis baixos permitía traballar nos rangos de operación máis fiables da bomba de alimentación da que se dispón. O factor de aumento ou diminución do caudal de alimentación fíxose en 1,5 tal e como se comentou anteriormente.

A operación comenzo cunha VCO de influente de 0,2 kg DQO/m³·d (Figura 5.23), fixando os niveis máximo e mínimo da % VCO_{res} de actuación en 70 e 50, respectivamente, ata o día 2 da operación (Figura 5.24). Estes valores de partida, relativamente elevados, tomáronse a partir da experiencia obtida da operación en descontinuo, e coa seguridade que supoñía comenzar cun valor de VCO de influente tan baixa. O feito de subministrar substrato de forma continua ó reactor eliminou os problemas que aparecían no modo de alimentación descontinua, no que o sistema necesitaba unha importante achega inicial de substrato para comenzar a degradar. Ó cabo de dous días comprobouse que no novo modo de operación o sistema comenzo a ter unha elevada actividade bacteriana polo que se decidiu baixa-los niveis máximo e mínimo de actuación ata 60 e 40, respectivamente (Figura 5.24). Estes valores mantivéronse durante 4 días máis, momento no que se

descendeu o nivel máximo a 50, xa que semellaba que o aumento de carga estaba a ser moi rápido, de 0,2 a 2 kg DQO/m³·d en soamente catro días (Figura 5.23). A pesar do rápido aumento de carga dos primeiros 6 días, o sistema non deu mostras de desestabilización en termos de perda de eficacia de eliminación de DQO, que se mantivo superior ó 95 % (Figura 5.24).

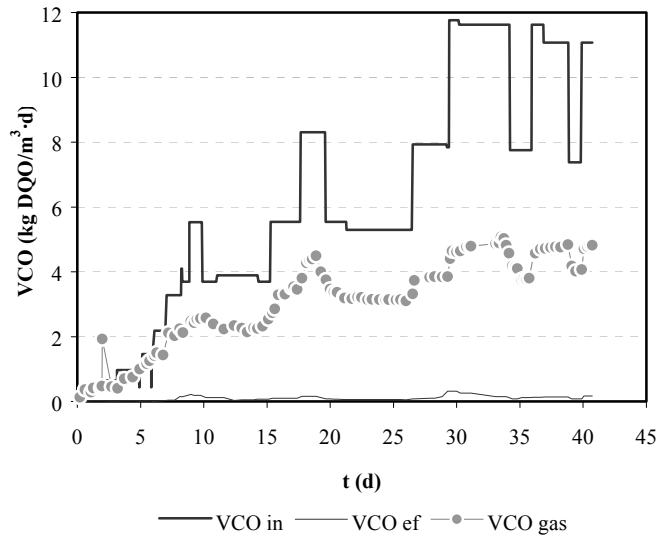


Figure 5.23. Velocidade de Carga Orgánica (VCO) do influente (*in*), do efluente (*ef*) e do biogás (*gas*) durante a posta en marcha en continuo (DQO = 8 g/l).

Durante o período que vai dende o día 6 ata o día 26, momento no que se volveron cambia-los niveis máximo e mínimo de actuación ata 70 e 50, respectivamente (Figura 5.24), a operación transcorreu sen problemas cun aumento de carga dende 2 ata aproximadamente 6 kg DQO/m³·d. Este último cambio nos valores da % VCO_{res} que determinan a actuación decidiuse en función da elevada porcentaxe de eliminación de DQO que se estaba a acadar (superior ó 95 %), e que se mostra na Figura 5.24. Así mesmo, o comportamento da relación AI/AT (Figura 5.25) indicaba que non había problemas de acumulación de ácidos dentro do sistema traballando con concentracións de AT de 3-3,5 g CaCO₃/l.

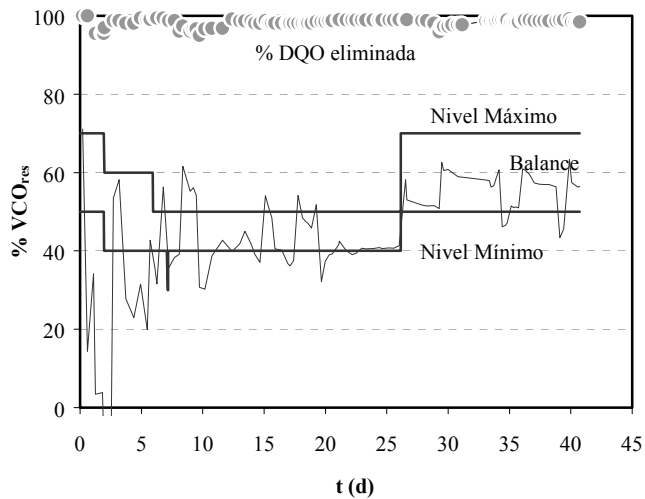


Figura 5.24. Porcentaxe da Velocidade de Carga Orgánica residual (% VCO_{res}), porcentaxe de eliminación de DQO e niveis máximo e mínimo da mesma variable que determinan a actuación durante a posta en marcha en continuo (DQO = 8 g/l).

Neste período de operación púidose observar que, a pesar das elevadas eficacia e estabilidade do sistema, a porcentaxe de DQO convertida en metano non era superior ó 60 %. O inverso deste valor correspondíase exactamente co Balance (Figura 5.24) segundo o cal a aplicación decide a actuación, e como se pode observar na Figura 5.23, os cambios de caudal (aumentos ou diminucións) foron sucedéndose en función dos resultados do balance obtido. Os tempos de espera para a actuación, tanto no caso de sobrepasa-lo nivel máximo como no de descender do nivel mínimo de % VCO_{res} , establecéronse en 24 h durante os 5 primeiros días, mentres que posteriormente probouse a traballar con valores de ata 48 h. Comprobouse que o sistema tiña unha considerable autonomía de decisión para axusta-la operación con tempos de espera de 24 h, que era o suficientemente curto para poder aproveita-la capacidade da biomasa, e o suficientemente longo para non levar a estados de desestabilización ó equipo.

O cambio de niveis máximo e mínimo de actuación (Figura 5.24) na última etapa de operación (a partir do día 26 ata o final do experimento) deu lugar a un incremento de VCO de influente ata 8-12 kg DQO $m^3 \cdot d$ (Figura 5.23). Aínda que se observou unha lixeira baixada da eficacia do sistema en termos de eliminación de DQO (Figura 5.24), foi practicamente desprezable, xa que os valores mantivéronse en todo momento superiores ó 95 %. Así mesmo, a relación AI/AT (Figura 5.25) non deu mostras de desestabilización.

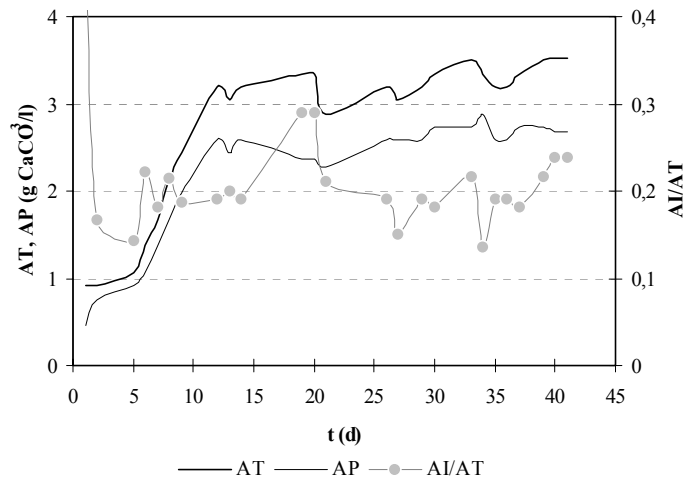


Figure 5.25. Alcalinidade Total (AT), Alcalinidade Parcial (AP) e relación Alcalinidade Intermedia/Alcalinidade Total (AI/AT) durante a posta en marcha en continuo (DQO = 8 g/l).

Os valores de alcalinidade (Figura 5.25) durante os primeiros dez días de operación foron aumentando de forma gradual, ata acadar os 3-3,5 g CaCO₃/l de AT que se manterían practicamente constantes durante o resto do experimento. A relación AI/AT foi sempre inferior a 0,3, excepto pequenos aumentos puntuais, que garantían en todo momento que non estaba tendo lugar á acumulación de ácidos. Baseándose nos valores da alcalinidade e na eficacia do sistema para a eliminación de DQO, comprobouse que a baixa conversión aparente de DQO a metano obtida era causada polos erros na medida do caudal de gas cando a cantidade producida é considerable.

4 Conclusións

Neste capítulo presentouse o desenvolvemento dun sistema de control para a posta en marcha automática de reactores anaerobios. O software implementado presenta a vantaxe de empregar soamente unha variable do proceso adquirida de *forma on-line*, a produción de biogás, aínda que para realiza-lo balance que determina a actuación precisa de outras variables adquiridas de *forma off-line*, e introducidas por teclado no PC; ese sería o caso da porcentaxe de metano no biogás ou da DQO da alimentación.

A estratexia aplicada a un reactor alimentado en descontinuo, presentou o problema de ter que introducir un parámetro que determina a actuación, a porcentaxe de carga orgánica residual (% CO_{res}), que tiña que ser fixada de forma arbitraria, baseándose no coñecemento adquirido. Esta variable resultou insuficiente para operar de forma autónoma, polo que se recorreu ó uso dunha segunda variable, o tempo de espera máximo entre pulsos de gas k , que conxuntamente coa % CO_{res} permitiu mellora-la autonomía do sistema, sen necesidade da interacción do operario, excepto para resolver os problemas de tipo mecánico ou hidráulico que apareceron na montaxe, chegando desa forma a unha carga de influente de 9 kg DQO/m³·d, cunha eficacia en termos de eliminación de DQO superior ó 90 %. Estas condicións foron acadadas mediante o autoaxuste da propia estratexia de arranque cuns valores de % CO_{res} e de k establecidos en 25-35 % e 5, respectivamente. Viuse que o intervalo encontrado para a porcentaxe de carga residual depende do propio proceso, así como do momento no que se atopa a operación, xa que cos valores máis baixos resulta moi lento o primeiro arranque do sistema, mentres que unha vez que esta en marcha é aconsellable traballar cos valores máis baixos para evitar sobrealimentacións. O valor de k , depende fundamentalmente do grao de seguridade que se quere ter no sistema, xa que del depende a activación da alimentación nos posibles períodos de estancamento na produción de gas.

O problema que supón fixa-la % CO_{res} como un valor fixo, púidose solucionar operando con alimentación en continuo, xa que eso permitiu establecer un intervalo de % VCO_{res} de actuación cun nivel máximo e un mínimo, no canto dun valor único, o cal lle deu unha maior flexibilidade ó sistema. Este modo de operación permite efectua-lo balance en continuo, aínda que debido ás características do medidor de gas, o balance levouse a cabo de forma pseudo-continua. Desta maneira acadouse una carga de influente de 9-12 kg DQO/m³·d e unha eficacia de eliminación da DQO superior ó 95 % en 41 días de operación, traballando entre un valores da % VCO_{res} do 40 e o 50%, e finalmente do 50-70 %. Este cambio no modo de operación permitiu obter unha aplicación con capacidade para facer autoaxuste da VCO que o sistema pode tratar, xa que a propia estratexia introduce

as alternativas de aumento, descenso ou mantemento da velocidade de carga orgánica de influente actual. Isto permitiría o emprego da estratexia, non só para realiza-la posta en marcha, senón tamén para a operación do equipo en estado estacionario ou en casos propios de estados non-estacionarios, como poden se-las entradas de axentes inhibitorios no reactor, shocks térmicos, etc.

As limitacións do sistema de medición de gas foron a principal causa de desaxustes no balance de materia e, consecuentemente, na estratexia de operación, xa que se trata da variable clave do proceso para determina-la actuación. O emprego dun caudalímetro máis fiable para o obxectivo de control permitiría elimina-la causa fundamental de cambios bruscos nas condicións de operación.

5 Referencias

- Ahring B.K., Schmidt J.E., Winther-Nielsen M., Macario A.J.L., Conway de Macario E. (1993). Effect of medium composition and sludge removal on the production, composition and architecture of thermophilic (55 °C) acetate utilising granules from an upflow anaerobic sludge blanket reactor. *Appl. Environ. Microbiol.* **59**(8), 2538-2545.
- Alibhai K.R.K. and Forster C.F. (1986). Physicochemical and biological characteristics of sludges produced in anaerobic upflow sludge blanket reactors. *Enzyme Microb. Technol.* **8**(10), 601-606.
- Alphenaar P.A., Perez M.C., van Berkel W.J.H. and Lettinga G. (1992). Determination of the permeability and porosity of anaerobic sludge granules by size exclusion chromatography. *Appl. Microbiol. Biotechnol.* **36**, 795-799.
- Andras E., Kennedy K.J. and Richardson D.A. (1989). Test for characterising settleability of anaerobic sludge. *Appl. Environ. Microbiol.* **58**, 614-623.
- Beefink H.H. and Staugaard P. (1986). Structure and dynamics of anaerobic bacterial aggregates in a gas-lift reactor. *Appl. Environ. Microbiol.* **52**(5), 1139-1146.
- Britz T.J., Noeth C. and Lategan P.M. (1988). Nitrogen and phosphate requirement for the anaerobic digestion of a petrochemical effluent. *Water Res.* **22**(2), 163-169.
- Dolfing J., Griffioen A., van Neerven A.R.W. and Zevenhuizen L.P.T.M. (1985). Chemical and bacteriological composition of granular methanogenic sludge. *Can. J. Microbiol.* **31**, 744-750.
- Forster C.F. (1992). Anaerobic upflow sludge blanket reactors: Aspects of their microbiology and their chemistry. *J. Biotechnol.* **17**(3), 221-232.
- Fukuzaki S., Chang Y., Nishio N. and Nagai S. (1991a). Characteristics of granular methanogenic sludge grown on lactate in a UASB reactor. *J. Ferment. Bioeng.* **72**(6), 465-472.
- Fukuzaki S., Nishio N. and Nagai S. (1991b). Chemical composition and kinetic properties of granular methanogenic sludge grown on propionate. *J. Ferment. Bioeng.* **72**(5), 405-407.
- Fukuzaki S., Nishio N., Sakurai N. and Nagai S. (1991c). Characteristics of methanogenic granules grown on propionate in an upflow anaerobic sludge blanket (UASB) reactor. *J. Ferment. Bioeng.* **71**(1), 50-57.

- Gantzer C.J., Cunningham A.B., Gujer W., Gutekunst B., Heijnen J.J., Lightfoot E.N., Odham G., Rittmann B.E., Rosenberg E., Stolzenbach K.D. and Zehnder A.J.B. (1989). Exchange processes at fluid-biofilm interface. In: W.G. Characklis and P.A. Wilderer (Eds.). *Structure and function of biofilm*. 73-90. Wiley, Chichester.
- Grotenhuis J.T.C., Kissel J.C., Plugge C.M., Stams A.J.M. and Zehnder A.J.B. (1991a). Role of substrate concentration in particle size distribution of methanogenic granular sludge in UASB reactors. *Water Res.* **25**(1), 21-27.
- Grotenhuis J.T.C., Smit M., Plugge C.M., Yuansheng X., van Lammeren A.A.M., Stams A.J.M. and Zehnder A.J.B. (1991b). Biological composition and structure of granular sludge adapted to different substrates. *Appl. Environ. Microbiol.* **57**(7), 1942-1949.
- Guiot S.R., Pauss A., and Costerton J.W. (1992). A structured model of the anaerobic granule consortium. *Water Sci. Technol.* **25**(7), 1-10.
- Henze M. and Harremoes P. (1983). Anaerobic treatment of wastewater in fixed film reactors - a literature review. *Water Sci. Technol.* **15**(8/9), 1-101.
- Hickey R.F., Wu W.M., Veiga M.C. and Jones R. (1991). Start-up, operation, monitoring and control of high-rate anaerobic systems *Water Sci. Technol.* **24**(8), 207-255.
- Hong Y., Lettinga G. and Willers H. (1988). Use of the modified UASB for the anaerobic treatment of beet sugar molasses. *Poster Papers Fifth International Symposium on anaerobic Digestion*. 533-539. May, 22th -26th. Bologna, Italy.
- Hulshoff Pol L.W. and Lettinga G. (1986). New technologies of anaerobic wastewater treatment. *Water Sci. Technol.* **18**(12), 41-53.
- Hulshoff Pol L.W., Velzeboer C.T.M., de Zeeuw W.J. and Lettinga G. (1983). Granulation in UASB reactors. *Water Sci. Technol.* **15**(8/9), 291-304.
- Hulshoff Pol L.W., Dolfig J., de Zeeuw W., Lettinga G. (1982). Cultivation of well adapted pelletised methanogenic sludge. *Biotechnol. Letters.* **4**, 329-332.
- Jetten M.S.M., Stams A.J.M. and Zehnder A.J.B. (1992). Methanogenesis from acetate: A comparison of the acetate metabolism in *Methanotrix soehngenii* and *Methanosarcina* sp. *FEMS Microbiol. Rev.* **88**, 181-198.
- Koornneef E., Macario A.J.L., Grotenhuis J.T.C. and Conway de Macario E. (1990). Methanogens revealed immunologically in granules from five

upflow anaerobic sludge blanket (UASB) bioreactors grown on different substrates. *FEMS Microbiol. Ecol.* **73**, 225-230.

- Kosaric N., Blaszczyk R., Orphan L. and Valladares J. (1990). The characteristics of granules from Upflow Anaerobic Sludge Blanket reactors. *Water Res.* **24**(12), 1473-1477.
- Lema J.M., Méndez R., Iza J., García P. and Fernández-Polanco F. (1991). Chemical reactor engineering concepts in design and operation of anaerobic treatment processes. *Water Sci. Technol.* **24**(8), 79-86.
- Lettinga G. (1995). Anaerobic digestion and wastewater treatment systems. *Antonie van Leeuwenhoek.* **67**(1), 3-28.
- Lettinga G., Hobma S.W., Hulshoff Pol L.W., de Zeeuw W.J., de Jong P., Grin P. and Roersma R. (1983). Design, operation and economy of anaerobic treatment. *Water Sci. Technol.* **15**(8/9), 177-195.
- Lettinga G., Hobma S.W., Klapwijk A., Van Velsen A.F.M. and de Zeeuw W.J. (1980). Use of the Upflow Sludge Blanket (USB) reactor concept for biological wastewater treatment. *Biotechnol. Bioeng.* **22**, 699-734.
- MacLeod F.A., Guiot S.R. and Costerton J.W. (1990). Layered structure of bacterial aggregates produced in an upflow anaerobic sludge bed and filter reactors. *Appl. Environ. Microbiol.* **56**(6), 1598-1607.
- Morgan J.W., Evison L.M. and Forster C.F. (1991). The internal architecture of anaerobic sludge granules. *J. Chem. Technol. Biotechnol.* **50**, 211-226.
- Murray W.D. and van den Berg L. (1982). Effects of nickel, cobalt and molybdenum on the performance of methanogenic fixed-film reactors. *Appl. Environ. Microbiol.* **42**(3), 502-505.
- Reynolds G.F. (1975). The generation of methane from waste materials. *Appropriate Technology.* **2**(2), 11.
- Rinzema A., Alphenaar A. and Lettinga G. (1993a). Anaerobic digestion of long chain fatty acids in UASB reactors and Expanded Granular Sludge Bed reactors. *Process Biochem.* **28**(8), 527-537.
- Rinzema A., Lettinga G., and Van Veen H. (1993b). Anaerobic digestion of triglyceride emulsions in expanded granular sludge bed reactors with modified sludge separators. *Environ. Technol.* **14**(5), 423-432.
- Ross W.R. (1984). The phenomenon of sludge pelletisation in the anaerobic treatment of maize processing waste. *Water S.A.* **4**, 197-204.

- Rutter P.R., Dazzo F.B., Freter R., Gingell D., Jones G.W., Kjelleberg S., Marshall K.C., Mrozek H., Rades-Rohkohl E., Robb I.D., Silverman M. and Tylewska S. (1984). Mechanisms of adhesion. In: K.C. Marshall (Ed.). *Microbial Adhesion and Aggregation*. Springer-Verlag, Berlin. 5-20.
- Schmidt J.E. and Ahring B.K. (1994). Extracellular polymers in granular sludge from different Upflow Anaerobic Sludge Blanket (UASB) reactors. *Appl. Microbiol. Biotechnol.* **42**(2/3), 457-462.
- Schmidt J.E. and Ahring B.K. (1993). Effects of magnesium on thermophilic acetate-degrading granules in Upflow Anaerobic Sludge Blanket (UASB) reactors. *Enzyme Microbiol. Technol.* **15**(4), 304-310.
- Schmidt J.E., Macario A.J.L., Ahring B.K. and Conway de Macario E. (1992). Effect of magnesium on methanogenic subpopulation in a thermophilic acetate-degrading granular consortium. *Appl. Environ. Microbiol.* **58**(3), 862-868.
- Soto M., Méndez R. and Lema J.M. (1993). Operacion y control de digestores anaerobios (I). *Ing. Quim.* **25**(294), 467-474.
- ten Brummeler E., Hulshoff Pol L.W., Dolfig J., Lettinga G. and Zehnder A.J.B. (1985). Methanogenesis in an Upflow Anaerobic Sludge Blanket reactor at pH 6 on an acetate propionate mixture. *Appl. Environ. Microbiol.* **49**(6), 1472-1477.
- Van der Last A.R.M., and Lettinga G. (1992). Anaerobic treatment of domestic sewage under moderate climatic conditions using upflow reactors at increased superficial velocities. *Water Sci. Technol.* **25**(7), 167-178.
- van Lier J.B., Sanz J.L. and Lettinga G. (1996). Effect of temperature on the anaerobic thermophilic conversion of volatile fatty acids by dispersed and granular sludge. *Water Res.* **30**(1), 199-207.
- van Lier J.B., Groeneveld N. and Lettinga G. (1994). Characteristics and development of thermophilic methanogenic sludge in compartmentalised upflow reactors. *Biotechnol. Bioeng.* **50**(2) 115-124.
- Veiga M.C., Soto M., Méndez R. and Lema J.M. (1990). A new device for measurement and control of gas production by bench scale anaerobic digesters. *Water Res.* **24**(12), 1551-1554.
- Vellinga S.H.J., Hack P.J.F.M. and Van der Vlugt A.J. (1986). New type high rate anaerobic reactor. *Proceedings Water Treatment Conference. Anaerobic treatment: a grown up technology*. 547-562. Aquatech'86. September 15th 19th. Amsterdam, The Netherlands.

- Wiegant W.M. and de Man A.W.A. (1986). Granulation of biomass in thermophilic anaerobic sludge blanket reactors treating acidified wastewater. *Biotechnol. Bioeng.* **28**(5), 718-727.
- Winther-Nielsen M. and Ahring B.K. (1990). Degradation of volatile fatty acids in a thermophilic UASB-reactor. In: C. Christiansen, L. Munck and J. Villadsen (Eds.). *5th European Congress on Biotechnology*. 192. Munksgaard International Publisher, Copenhagen, Denmark.
- Wu W.M., Thiele J.H., Jain M.K. Pankratz H.S., Hickey R.F. and Zeikus J.G. (1993). Comparison of rod- versus filament-type methanogenic granules: Microbial population and reactor performance. *Appl. Microbiol. Biotechnol.* **39**(6), 795-803.
- Wu W.M., Hickey R.F. and Zeikus J.G. (1991). Characterisation of metabolic performance of methanogenic granules treating brewery wastewater: Role of sulphate reducing bacteria. *Appl. Environ. Microbiol.* **57**(12), 3438-3449.
- Zinder S.H. (1990). Conversion of acetic acid to methane by thermophiles. *FEMS Microbiol. Rev.* **75**(2/3), 125-138.

Capítulo 6

Capítulo 6

Monitorización e diagnose dunha planta piloto anaerobia para tratamento de augas residuais de alta carga

Resumo

O obxectivo do traballo presentado neste capítulo foi o desenvolvemento dun sistema de monitorización e diagnose aplicado ó tratamento de auga residual a escala piloto ou industrial. Estas tarefas foron levadas a cabo combinando tecnoloxía PLC-PC, xestionada dende un programa en Windows'95 sobre un PC.

A obtención de datos dende os dispositivos de medida e o establecemento dos parámetros de operación fíxose a través do PLC, que foi o responsable de enviar toda a información ó PC mediante un protocolo estándar de comunicacións RS-232. O propio PLC controlaba unha serie de procesos de control como o pretratamento físico-químico da auga residual e os avisos de alarma sobre os fallos dos equipos.

Os datos recollidos polo PC foron validados e filtrados mediante diferentes técnicas para eliminar ruídos e artefactos, e poder así levar a cabo o diagnóstico dos estados do proceso de forma máis eficaz. Para realizar esta tarefa empregouse unha base de regras implementada en Matlab, que constituía a base dun *sistema experto*, dentro do programa global desenvolvido en Visual Basic. Dispoñíase, así mesmo, dun xestor de datos en Access, onde se almacenaba toda a información do proceso.

O sistema foi probado nunha planta a escala piloto, nun entorno industrial, para o tratamento de augas residuais procedentes da fabricación de taboleiro de fibra. O reactor era un sistema híbrido de 1,1 m³ que combina un UASB (Upflow Anaerobic Sludge Blanket) na parte inferior cun UAF (Upflow Anaerobic Filter) na parte superior.

1 Introducción

O tratamento anaerobio de augas residuais é un proceso complexo no que interveñen diferentes microorganismos e rutas metabólicas para levar a cabo a degradación da materia orgánica a unha mestura de metano e dióxido de carbono como compoñentes principais (Lema *et al.*, 1991; Renard *et al.*, 1988). Aínda que se probou que o tratamento anaerobio é unha tecnoloxía válida para o tratamento de augas residuais concentradas (Fernandez *et al.*, 1995; Steyer *et al.*, 1995), o control aplicado a procesos anaerobios está practicamente restrinxido ó control das variables ambientais, como pH, temperatura, etc., (Heinzle *et al.*, 1993), empregando controladores simples do tipo PID (proporcional integral derivativo) ou *on-off*. Neste senso propuxéronse alternativas de control empregando un número de variables limitadas e con estratexias simples de actuación. Buffière *et al.* (1995) empregaron o pH e o caudal de gas para operar un leito fluidizado, conseguindo un incremento da VCO dende 35 ata 105 kg DQO/m³·d en menos de 5 días sen desestabiliza-lo reactor, e permitindo ó sistema adaptarse ós cambios na concentración do influente.

O problema da automatización dos procesos biotecnolóxicos débese a que non existen no mercado, ou ben son sistemas cun custo demasiado alto para a súa aplicación de forma extensiva, analizadores *on-line* de variables fundamentais do proceso, como a DQO ou a alcalinidade. Por outro lado, resulta difícil obter unha medición fiable do estado ou da concentración de microorganismos presentes no reactor, co que soamente se poden establece-las condicións de operación óptimas de forma empírica. Estas poden se-las razóns de que nos últimos tempos se dedicara unha importante actividade investigadora no desenvolvemento e mellora de sistemas de monitorización, diagnose e en xeral control de procesos anaerobios (Henze, 1997). Os sistemas de control de procesos empregados a nivel industrial son de tipo simple como se mencionou anteriormente e, na maioría dos casos, opérase de forma manual. Sen embargo, as plantas de tratamento de auga residual poden ser operadas adecuadamente por expertos cun coñecemento profundo do proceso, o que indica que se trata dunha tarefa de coñecemento intensivo. Neste senso, é importante dispoñer dun sistema que teña capacidade para aportar toda a información posible sobre o estado da planta. Esta información permitiría establece-las bases do sistema de diagnose e as seguintes accións de control.

1.1 Metodos de control avanzados

Existen moitas formas de incorpora-lo coñecemento experto nun sistema de control de procesos. Sen embargo, a maioría dos casos posibles pódense reducir a dous esquemas básicos de control, directo e supervisor ou indirecto (Konstantinov,

1993; Konstantinov *et al.*, 1993). Os sistemas de control directo son aqueles nos que os módulos de coñecemento están dentro do propio lazo de control, operando como controladores PID estándar, aínda que en xeral teñen implementados algoritmos non-lineais máis complicados. Estes módulos poden ser considerados controladores *fuzzy* cando implementan este tipo de lóxica. Xeralmente, este esquema de control directo, aínda que resulta útil en moitos casos, está limitado a problemas de baixo nivel de coñecemento.

Os sistemas supervisores ou indirectos están compostos por dous niveis xerárquicos cunha clara diferenciación da súa función. O grupo de tarefas de control estándar, como a filtración, adquisición de datos, control, etc. están comprendidas no nivel baixo, que é equivalente os sistemas de control convencionais; mentres que o nivel máis elevado representa a base de coñecemento do proceso. Este nivel constitúe o *sistema experto* que contribúe de forma determinante no desempeño óptimo das tarefas de baixo nivel.

Xeralmente a actuación realízase sobre a bomba de alimentación (Moletta *et al.*, 1994; Fell e Wheatley, 1995; Monroy *et al.*, 1995, 1996; Giraldo-Gómez e Duque, 1998), aínda que existen outras posibilidades, que veñen reflectidas na literatura. Guwy *et al.* (1997) axustaron a capacidade tampón no dixestor mediante a adición de NaHCO_3 , aínda que o control da alcalinidade no sistema non evitou as variacións nas concentracións de CO_2 e H_2 na fase gas, nin do caudal de gas producido. Alatiqi *et al.* (1990) actuaron sobre a achega de enerxía calorífica e a bomba de alimentación, mentres que Mindriany *et al.* (1997) variaron a velocidade de recirculación no proceso de tratamento de efluentes da industria de produción de aceite de palma. Outra posibilidade sería o axuste de pH mediante a adición de ácido ou base (Denac *et al.* 1990).

A continuación procederase a describi-las características específicas das diferentes técnicas que se poden empregar para desempeña-los diferentes niveis das actividades de control. Debido á propia natureza dos procesos anaerobios, e ó feito de que o seu control é unha tarefa complexa, tense recorrido ós diferentes tipos de control avanzado, ben de forma independente, ou mesmo combinando as súas vantaxes para obter así sistemas máis versátiles.

1.1.1 Control adaptativo

Os controladores adaptativos teñen un uso frecuente nos procesos biotecnolóxicos en xeral. Na Figura 6.1 móstrase a estrutura básica deste tipo de lazos de control. A variable controlada, por exemplo o pH, é retroalimentada ó controlador, onde se compara co valor de referencia, correspondente ó pH óptimo de operación, e o

controlador actúa sobre as variables de proceso (como adición de ácido ou base) para acadalo devandito valor óptimo.

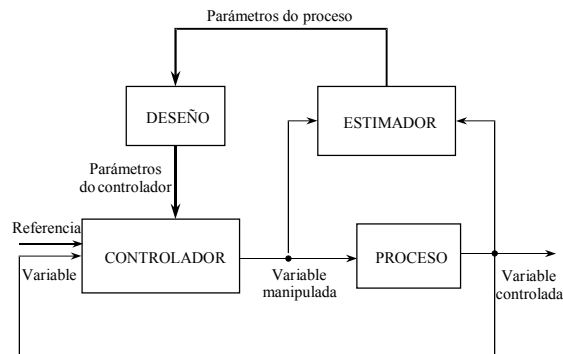


Figura 6.1. Estructura básica dun lazo de control adaptativo.

A dixestión anaerobia é un proceso complexo onde a dinámica é non-lineal, variable co tempo, e pode presentar retardo no tempo de resposta do sistema, polo que a calidade do control con parámetros fixados é moi pobre. Para resolver este problema os lazos de control teñen outros lazos adicionais que consisten nun estimador e nun módulo de deseño. A estimación permite determinar unha parte dos parámetros do modelo lineal en-tempo-discreto de forma *on-line*. Esta estimación lévase a cabo cada tempo de mostraxe, empregando un algoritmo que ten como entrada as variables manipuladas e as variables controladas. Baseándose neste modelo, o módulo de deseño calcula os parámetros do controlador mediante outro algoritmo que pode ser de diferentes tipos (Gausiana Lineal Cuadrática (GLC), Varianza Mínima Xeralizada (VMX), etc.). Con este procedemento é posible cambia-los parámetros do controlador de forma dinámica, mellorando así os resultados do control.

Neste tipo de controladores, ten unha gran importancia dispoñer dun modelo adecuado que permita representa-lo proceso. No caso da dixestión anerobia téñense proposto diferentes modelos, máis ou menos complexos (Andrews, 1969; Mosey, 1983; Denac *et al.*, 1988; Heinzle *et al.*, 1993). Pavlostathis e Giraldo-Gómez (1991) fixeron unha revisión de parámetros cinéticos como a velocidade específica máxima de utilización do substrato, a constante de saturación, así como as velocidades de crecemento e de mortandade dos microorganismos.

Na literatura pódense atopar traballos sobre o desenvolvemento de controladores adaptativos que linealizan o proceso (Bastin e Dochain, 1990; Simeonov e Stoyanov, 1995). Habitualmente emprégase a DQO como variable de entrada (Dochain e Bastin, 1984, 1985; Renard *et al.*, 1988;), co que a aplicación industrial

se ve limitada pola necesidade de analizadores de DQO *on-line*. Outras posibilidades estarían nos parámetros da fase gasosa, como caudal ou composición. Neste senso, Dochain *et al.* (1991) propuxeron o emprego da concentración de hidróxeno no biogás. Monroy *et al.* (1995, 1996) operaron un UASB de 2 l cun esquema de control adaptativo que solo requiría o caudal de metano como entrada, calculando o tempo de residencia hidráulico que cumpría aplicar. Con esta estratexia conseguiron un aumento de carga dende 0,5 ata 2 kg DQO/m³·d en 80 días.

1.1.2 Estimación do estado

Unha característica común na enxeñería de bioprocesos é a existencia de variables importantes que son habitualmente difíciles de medir, ou ben con tempos de resposta moi longos. A supervisión e control de procesos biotecnolóxicos require unha determinación rápida e fiable dos parámetros clave do proceso para o que as técnicas de control ofrecen dúas posibilidades, filtros e observadores, que permiten a estimación *on-line* de variables non-medibles. A diferenza entre filtros e observadores vén dada polo feito de que un observador é un estimador determinístico, mentres que un filtro presenta natureza estocástica. Para confeccionar un algoritmo de estimación do estado do proceso, requírese un modelo dinámico do proceso, que constitúe a característica distintiva con respecto ós denominados *software sensors*, nos que se empregan modelos estáticos. Os *software sensors* están baseados na formulación de ecuacións alxébricas simples coas que se pode determina-las variables non-medibles. Sen embargo no caso dos procesos que presentan modelos non-lineais - o cal é bastante habitual - débense empregar observadores non lineais ou filtros. Na maioría dos casos nos que se empregan estimadores de estado nos procesos biotecnolóxicos, trátase de filtros non lineais, entre os cales está moi estendido o filtro de Karman.

A estrutura básica dun observador ou filtro móstrase na Figura 6.2. A entrada de control é introducida no proceso e no modelo. A saída do proceso e do modelo son comparados, proporcionando o valor residual á unidade de corrección que modifica o modelo do proceso na medida necesaria.

Premier *et al.*, (1997) traballaron con modelos de caixa negra para controla-los parámetros de operación dun leito fluidizado nas fases de desestabilización, facendo prediccións e validando as prediccións cos datos recentes e actuais do proceso.

Bernard *et al.* (1998) desenvolveron estimadores das variables do proceso de dixestión anaerobia, empregando un modelo dinámico que permite relaciona-las variables estimadas coas adquiridas *on-line*. Estes estimadores eran empregados

como un elemento de control adicional en casos tan habituais na operación industrial, como poden se-los fallos de sensores ou o exceso de ruído, que impiden o emprego do sinal con propósitos de control.

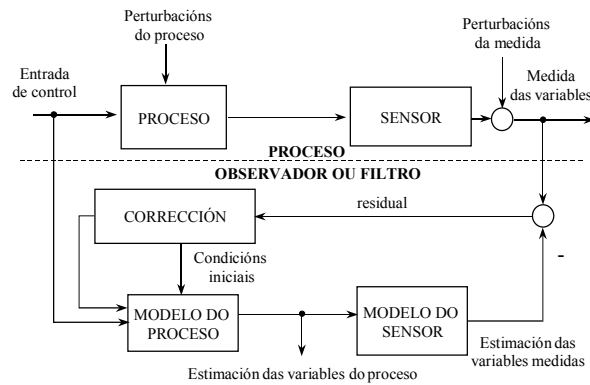


Figura 6.2. Estructura básica dun observador ou filtro.

1.1.3 Modelización baseada en redes neuronais

A desvantaxe dos procedementos de estimación do estado do proceso é que precisan da modelización, o cal require moito tempo e non sempre é posible. Unha forma de evitar este inconveniente sería empregando redes neuronais artificiais para predici-las variables clave do proceso. Unha rede neuronal artificial consiste en diferentes elementos interconectados chamados neuronas. Na Figura 6.3 móstrase a estrutura dunha neurona simple, na que se pode observar que hai diferentes entradas (S) e unha ou varias saídas (D). Cada entrada multiplícase por un peso (W), dependendo da variable da que se trate, obtendo unha suma de entradas ponderadas que representa o nivel de activación da neurona (I). A saída dunha neurona calcúlase empregando o devandito nivel de activación e a chamada función de transferencia. Esta función é frecuentemente unha función loxística, a veces chamada función Fermi ou función sigmoideal, do tipo $1/(1+\exp(-I))$.

Una rede feed-forward é un tipo especial de rede neuronal artificial habitualmente empregada, polo que presenta un grande interese. Este tipo de estrutura contén diferentes capas, nas que a saída serve de alimentación da seguinte capa, pero non da mesma capa ou da capa anterior. Neste tipo de redes encontramos unha capa de entrada, unha ou máis capas ocultas e unha capa de saída, como se mostra na Figura 6.3. O número de redes neuronais por capa, o número de capas ocultas e a elección da función de tranferencia específica depende da tarefa para a cal se empregue a rede.

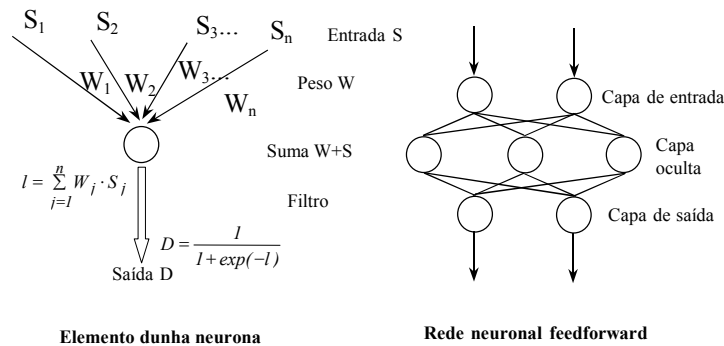


Figura 6.3. Estructura das redes neuronais.

Para axusta-la rede a un proceso é necesario adestrala. Isto significa que, por exemplo, se deben elixi-los pesos (W) de maneira que a saída da rede se axuste coa saída do sistema, para un sinal de entrada dado. Esta tarefa pode levarse a cabo empregando diferentes procedementos, dentro dos cales un dos máis populares é o denominado de retropropagación, que axusta de forma repetida os pesos das entradas, co fin de minimiza-la diferenca entre a saída actual da rede e a saída desexada. Cando se consegue unha diferenca suficientemente baixa entre a saída actual e a saída desexada, considérase que a rede está adestrada, co cal se pode empregar para o fin previsto cos valores de peso (W) fixados.

A vantaxe da modelización con redes neuronais é que non se precisan modelos de proceso para levar a cabo a estimación, sendo útil tamén para procesos non-lineais. Como desvantaxe encontramos que non existe un procedemento fiable para a determinación do número de neuronas por capa, ou do número de capas ocultas, así como para a elección da función de transferencia específica. Ademais moitas veces precísase de moitos intentos para adestra-la rede sen chegar a poder garanti-la certeza de que os resultados se mellorarán.

Wilcox *et al.* (1995) propuxeron un sistema de redes neuronais para a monitorización e control das perturbacións dun reactor anaerobio mediante a medida *on-line* da alcalinidade no sistema, afirmando que ten capacidade para recoñecer de forma rápida o estado do proceso.

Fell e Wheatley (1995) estudaron comparativamente a aplicación de control adaptativo e redes neuronais para operar un UAF de 10 l que trataba auga residual dunha planta de produción de café. Ámbolos modelos empregaban o contido en SST e SST da fase líquida e a composición de CO₂ na fase gas, como datos *on-line* para controla-lo caudal de alimentación ó sistema. A aplicación de control adaptativo permitiu responder ás variacións de DQO, aínda que se seguían mantendo fluctuacións no caudal e na calidade do biogás. A estratexia baseada no

emprego de redes neuronais probou poder operar de forma adecuada con 30-40 horas de adestramento, mantendo niveis desexados na calidade do efluente e do gas producido.

Como se comentou anteriormente, resulta moi difícil separar cada tipo de técnica de control avanzado, xa que nos últimos tempos teñense feito moitos traballos que combinan algunhas delas. Häck e Köhne (1996) desenvolveron un sistema de diagnóstico do proceso de tratamento de augas residuais urbanas, baseado en redes neuronais, que permiten estimar variables medidas *on-line* e a DQO. Os valores adquiridos son comparados cos estimados, descartando aqueles considerados erróneos, ben por fallo dos sensores ou por calquer tipo de perturbación no proceso. O sistema mostrou unha boa correlación entre a estimación e a medida, podendo ser empregado para a adaptación óptima do proceso as condicións actuais, baseándose nos datos previos.

Emmanouilides e Petrou (1997) empregaron redes neuronais adestradas para identifica-los estados do proceso de dixestión anaerobia, simulada mediante un modelo matemático (Buhr e Andrews, 1977). As redes neuronais mostraron vantaxes claras sobre as estratexias de control tradicional, debido fundamentalmente á adaptación *on-line* da estrutura. Empregaron algoritmos de retropropagación, quimiotaxe e busca aleatoria para o adestramento da rede, encontrando que resultaba moito máis rápido cos dous últimos que coa retropropagación.

1.1.4 Control fuzzy

Os expertos en procesos usan cualificativos do tipo "un pouco elevado", "suficiente", "baixo", "pequeno", etc. para razoar sobre o estado do sistema ou sobre a solución dun problema. Empregando este tipo de razoamento, Zadeh (1965) desenvolveu por primeira vez a teoría de series *fuzzy* ou difusas, que representa unha teoría (tamén denominada lóxica *fuzzy* ou difusa) que emprega unha linguaxe baseada no coñecemento e que pode ser aplicada a procesos anaerobios.

A idea clave da teoría de series *fuzzy* está en substituí-los valores falso (0) e verdadeiro (1) por un gradiente continuo en todo o intervalo [0,1]. Isto permite a introducción de etiquetas lingüísticas para clasifica-lo valor da variable (p.e. alto, medio e baixo), que son posteriormente procesadas de forma automática. A representación destes valores lévase a cabo empregando funcións de pertenza que permiten asocia-lo valor da etiqueta lingüística da variable cun valor numérico pertencente ó intervalo [0,1]. O devandito valor numérico representa o grao de pertencia da variable (do proceso real) na serie *fuzzy* en concreto. Na Figura 6.4

móstrase un exemplo da distribución do grao de pertenza de cada etiqueta lingüística en función dos valores reais da variable estudiada. Esta distribución correspóndese máis cunha estimación subxectiva do experto, que cunhas regras obxectivas que poidan ser extensibles a calquera variable. Para procesa-las variables lingüísticas deben empregarse operadores lingüísticos do tipo AND, OR, etc., en regras IF-THEN.

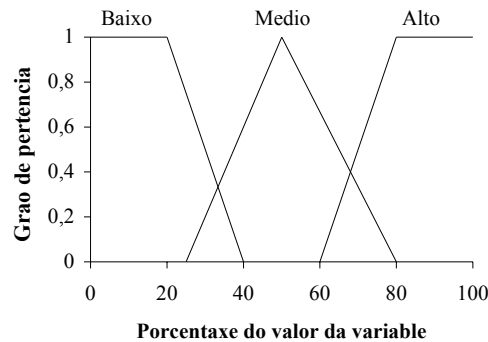


Figura 6.4. Exemplo dos valores lingüísticos dunha variable

Boscolo *et al.* (1993) desenvolveron un sistema de control baseado en lóxica *fuzzy*, para o control dun dixestor anaerobio a escala piloto. Os parámetros considerados foron o TRH (Tempo de Residencia Hidráulico), VCO (Velocidade de Carga Orgánica), pH, AT (Alcalinidade Total), AGV (Ácidos Graxos Volátiles), NH_3 , Q_{gas} (Caudal de gas), CH_4 e k_s (Constante cinética de primeira orde), implementados en 370 regras, que permitiron de forma relativamente simple, controla-la velocidade de alimentación e de recirculación do equipo.

Marsili-Libelli e Müller (1996) presentaron un algoritmo *fuzzy* adaptativo de clasificación, que permitía diagnosticar e controlar o estado dunha planta de dixestión mediante a identificación de catro rexións na produción de gas e no seu contido en hidróxeno: inhibición, normal, toxicidade e sobrecarga. Müller *et al.* (1997) compararon o comportamento dun reactor anaerobio a escala piloto en presenza e ausencia do sistema de control *fuzzy*, baseando as medidas de control na concentración de hidróxeno e no caudal do biogás, empregando auga residual industrial. O controlador mostrou capacidade para diminuír nun 44 % o efecto tóxico dun tensoactivo aniónico engadido á auga.

Giraldo-Gómez e Duque (1998) propuxeron un controlador *fuzzy* moi simple baseado no pH de saída do reactor para realiza-la posta en marcha dun reactor a escala laboratorio. O control implementado probou ser robusto e fiable ante situacións de inhibición no sistema, permitindo obter VCO máximas de 38 kg DQO/m³-d cunha eficacia de depuración de DQO do 60 %.

A combinación das técnicas de control é especialmente relevante entre redes neuronais e lóxica *fuzzy*, xa que aínda que as redes neuronais teñen a capacidade de aprender, funcionan como unha caixa negra, resultando moi difícil ou incluso imposible saber canto afecta cada unha das capas ou elementos da rede na calidade do control. Por outro lado, o control *fuzzy* é transparente pero non ten capacidade para aprender de forma dinámica. As estratexias de control neuro-*fuzzy* (Shimizu e Ye, 1995) permiten aproveita-las vantaxes de cada unha das dúas técnicas, axustando as funcións de pertenza de acordo cos patróns de variación das variables de estado, recoñecidas mediante redes neuronais. Esta alternativa permite cambiar os valores máximos e mínimos da función de pertenza, pero non o axuste de cada función coas súas correspondentes etiquetas lingüísticas, polo que se pode considerar outra arquitectura diferente de redes neuronais *fuzzy* (Shimizu e Ye, 1995), na que se une a inferencia *fuzzy* a unha rede neuronal. Neste caso as variables de entrada da rede son escaladas de 0 a 1, permitindo facer esta graduación empregando lóxica *fuzzy*, e da mesma maneira obteremos unha saída no intervalo [0,1] que a propia rede optimiza mediante o adestramento, e que é necesario *defuzzificar* para poder levar a cabo o control do sistema.

Steyer *et al.* (1997) aplicaron un sistema híbrido de redes neuronais *fuzzy* para diagnosticar-la operación nun leito fluidizado tratando viñazas. Os datos procedentes do proceso tratáronse con lóxica *fuzzy* para obter un vector patrón do comportamento, que se clasificou en categorías que representarían os diferentes estados da operación, de acordo con regras de discriminación *fuzzy*. Para levar a cabo esta clasificación empregouse unha rede neuronal, así como para identificar os estados perigosos para os microorganismos, fallos de bombas, obturación de tuberías ou mala regulación de temperatura, en tempo real de proceso.

1.1.5 Sistemas expertos

Os métodos de control avanzado requiren medidas fiables e poden fallar se se producen alteracións no metabolismo bacteriano, que non poden ser descritas por modelos matemáticos. Por outro lado, na maioría dos casos requírese da presenza dun operador experto a pé de planta para supervisar-lo funcionamento do propio sistema de control. Unha das formas de evitar en gran medida estes problemas é dispoñendo dun *sistema experto*.

Un *sistema experto* é un programa de ordenador que ten a capacidade de resolver os problemas dunha maneira similar á que empregaría un experto humano. Aplícanse a casos nos que o coñecemento é fundamentalmente de natureza heurística, nos que é necesario tomar decisións, e non se poden definir algoritmos porque serían demasiado complexos para ser implementados e aplicados nunha escala de tempo adecuada.

Como se pode observar na Figura 6.5, un *sistema experto* estrutúrase en varios elementos (Huber *et al.*, 1991). Na base de coñecemento represéntase o coñecemento empregando diferentes técnicas como poden se-las regras, obxectos, fórmulas ou procedementos. O módulo de xestión de coñecemento permite implementar e manexar o coñecemento dentro da base. O motor de inferencia interpreta o coñecemento representado e permite a dedución de novo coñecemento. O *interface* co operador humano permite a achega de suxestións ou pistas ó operador, ó mesmo tempo que permite o plantexamento de preguntas sobre detalles do proceso, a introducción de datos *off-line*, así como de novos valores de consigna. O *interface* co sistema de xestión de datos permite a adquisición dos datos dos dispositivos de media e a introducción dos puntos de consigna para os controladores.

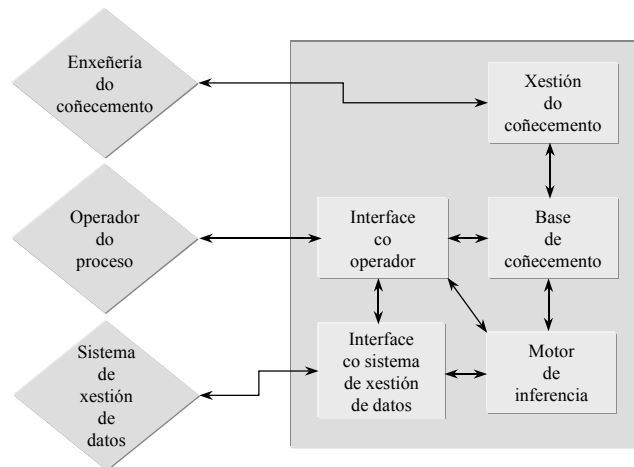


Figura 6.5. Estructura básica dun sistema experto

As necesidades máis importantes dun *sistema experto* aplicado a un proceso anaerobio son a capacidade para representar coñecemento dependente do tempo, para procesar coñecemento impreciso ou incompleto e para combinar regras simples con outras baseadas en modelos. O desenvolvemento dun *sistema experto* para a supervisión e control dun proceso pódese levar a cabo en varias etapas. A adquisición do coñecemento sobre o proceso, a estruturación e formalización dese coñecemento, a implementación e por último a comprobación e ampliación da base de coñecemento.

A adquisición do coñecemento supón unha das etapas máis importantes, e consiste na busca de síntomas das fases ou estados característicos do proceso (como estados de inhibición, toxicidade, sobrecargas, etc.). Aínda que estes estados do proceso reflicte directamente o estado fisiolóxico dos microorganismos, non é necesario dispoñer de coñecemento detallado sobre a fisioloxía, aínda que ese coñecemento

debe ser empregado no caso de que se dispoña del. Débense formular hipóteses baseándose nos síntomas observados con criterios de validación que permitan facer un diagnóstico fiable. O sistema proporciona as deducións resultantes, así como as solucións posibles para volver ó estado estacionario de operación. Unha vez completada a base de coñecemento, débese estruturar e formalizar para a súa implementación empregando ferramentas de programación adecuadas. A ampliación a partir do prototipo realízase a *posteriori* de forma gradual, sendo esta unha vantaxe con respecto ós algoritmos de programación nos que non é posible aportar novo coñecemento unha vez que están desenvolvidos e axustados.

Ladiges e Kayser (1993, 1994) desenvolveron sistemas expertos *on-line* e *off-line* para operar plantas de tratamento de augas residuais urbanas. O sistema *on-line* reconece os fallos da planta a partir dos sinais adquiridos, a partir dos cales leva a cabo a diagnose, aportando os consellos oportunos para o control da planta, sen realizalo directamente. O sistema *off-line* contribúe á diagnose proporcionando a selección das novas consignas de operación para establece-lo control do proceso. Ámbolos sistemas contaban con bases de coñecemento para diversos tipos de efluentes, combinando diferentes modelos e algoritmos.

Un dos problemas críticos que se deben afrontar á hora de formular un *sistema experto* é a capacidade de operación en tempo real. Serra *et al.* (1993) desenvolveron un *sistema experto* en tempo real nun entorno G2 para aplicar a plantas de tratamento de augas residuais urbanas. O sistema dispoñía dun *interface* que permitía a adquisición de datos *on-line*, dun algoritmo predictivo para o control do osíxeno disolto e dun *interface* gráfico co usuario. O algoritmo empregaba datos obtidos dos dispositivos de medida da planta, e dun sensor software que estimaba a velocidade de consumo de osíxeno. Todos estes elementos aparecían integrados nunha base de coñecemento que incluía regras de detección, diagnose, predicción e operación, capacitando o sistema para manexar unha gran cantidade de situacións usuais ou hipotéticas, nas que se debe considerar información cualitativa e cuantitativa.

Moletta *et al.* (1994) empregaron un sistema de control baseado en regras, no que se consideraba a variación de tres parámetros (pH, concentración de hidróxeno na fase gas e caudal de biogás), actuando sobre a bomba de alimentación dun leito fluidizado anaerobio para o tratamento de augas residuais procedentes da industria de destilería de viños, tanto a escala laboratorio como a escala piloto. Con esta estratexia acadaron unha velocidade de carga orgánica de 30 kg DQO/m³·d, partindo dun valor de 5,8 kg DQO/m³·d.

Chynoweth *et al.* (1994) desenvolveron un sistema de medida e de control *on-line* con estratexias *feed-back* para a avaliación e optimización do funcionamento dun dixestor monoetapa. Empregaron a composición de metano no

biogás como parámetro clave nun algoritmo de control e de optimización adaptativo da temperatura no reactor. Este algoritmo estaba implementado nun *sistema experto* que empregaba a produción de metano e o tempo de residencia hidráulico para detectar de forma automática as posibles anomalías que aconteceran na operación (sobrecarga, inhibición ou operación por debaixo da capacidade do sistema), e permiti-la recuperación do equipo. Estes autores encontraron que o NADH (Nicotinamida Adenin Dinucleótido – forma reducida) era unha variable que permitía detectar de forma inmediata as perturbacións que tiñan lugar sobre a actividade microbiana.

Pullammanappallil *et al.* (1995) desenvolveron e implementaron un sistema soporte de decisión *on-line* para a operación dunha planta anaerobia de tratamento de efluentes de cerveceira a escala industrial. Este sistema empregaba un algoritmo de control predictivo feed-forward para identifica-los valores das consignas de operación óptimas, empregando medidas *on-line* do carbono orgánico e do caudal do influente. Os puntos de consigna establecidos eran implementados na planta mediante un PLC.

Pullammanappallil *et al.* (1998) empregaron estratexias do tipo sistemas expertos para cambia-las velocidades de dilución do proceso de acordo con catro posibles estratexias: unha lei de control convencional de valores de consigna; unha lei de control baseada no mantemento de eficacias de proceso constantes; operación en descontinuo; e operación con coeficientes de dilución constantes.

O obxectivo deste traballo é o desenvolvemento dun sistema que xestione a adquisición de datos *on-line*, a monitorización e a diagnose dunha planta anaerobia de tratamento de auga residual. Os parámetros introducidos nun PLC (Programmable Logic Controller) e os elementos de control final da planta (bombas de alimentación, recirculación, etc.) pódense modificar polo operador. O sistema incorpora alarmas do proceso e dos fallos dos equipos de medida. O software tamén incorpora unha base de datos, que permite adoptar decisións a partir dos datos adquiridos.

2 Materiais e métodos

A descrición do sistema pode establecerse considerando dúas partes ben diferenciadas: a) o equipo necesario para a adquisición (Lorenzo *et al.*, 1998), análise e diagnóstico dos datos; e b) a planta piloto (dixestor anaerobio, tratamento físico-químico, etc.) e os dispositivos de medida.

O equipo necesario para a adquisición móstrase nas Figuras 6.6 e 6.7. Na Figura 6.6 pódese ver o cadro de control ó que chegan tódolos sinais do proceso. Na Figura 6.7 móstranse os elementos de hardware empregados para a monitorización e diagnose da planta (controladores de dispositivos eléctricos, variadores de frecuencia das bombas, PLC's e PC).

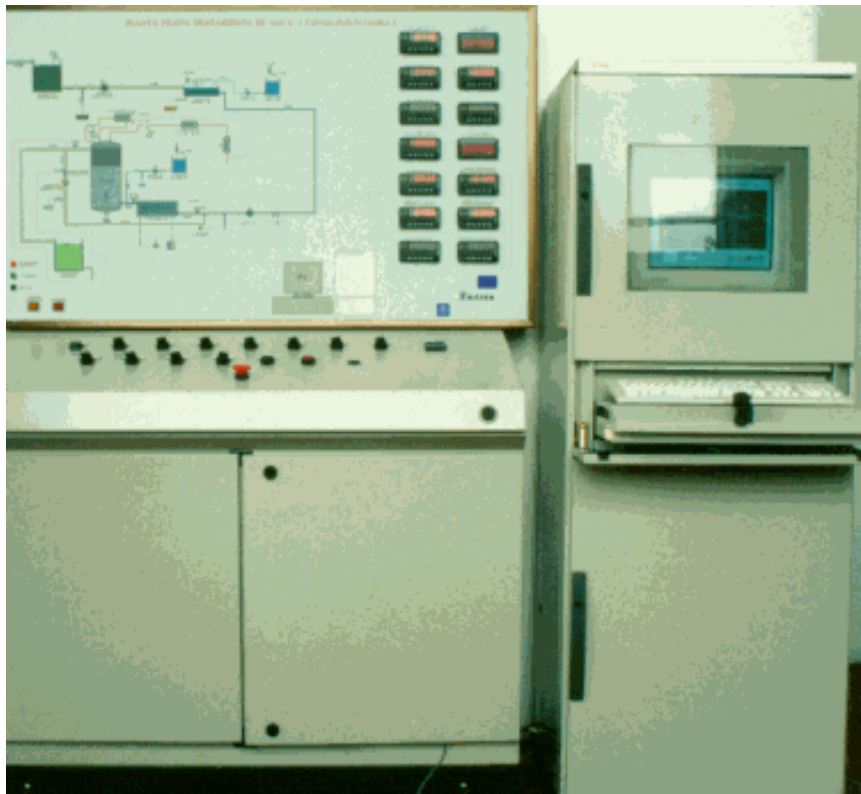


Figura 6.6. Vista do panel de control.



Figura 6.7. Vista dos elementos de hardware empregados para a monitorización e diagnose da planta.

2.1 Software e hardware

Consideráronse diferentes ferramentas de desenvolvemento, co fin de construír unha aplicación capaz de monitorizar e diagnosticar a operación nunha planta anaerobia de tratamento de auga residual.

As características principais desta aplicación debían ser:

- Potencia e flexibilidade no filtrado de sinal, esencial para obter datos fiables do sistema de adquisición.
- Facilitade na implementación dun sistema de regras experto que diagnosticase o estado da planta en todo momento, dende a posta en marcha do sistema.
- Unha estrutura de almacenamento de datos robusta e segura que permitise:
 - Recoller toda a información procesada polo sistema dende a súa posta en marcha.
 - Restauración do sistema ó seu estado previo, ante calquera caída.
 - Realización de análise *on-line* do sistema.

- Integración con outras ferramentas do entorno Windows (controles Active X, servidores de datos, comunicación dde (dynamic data exchange), etc.).
- Xestión de comunicacións, permitindo a recollida e emisión de sinais a través dunha tarxeta conectada a un porto serie RS-232.
- Modularidade.
- Xestión concorrente de recursos e eventos.
- *Interface "amigable"* co usuario, que permita ó operador coñecer dunha forma sinxela o estado actual da planta e a súa evolución no tempo, e que informe das accións que se deben realizar para emendar os posibles problemas que surxan no devandito sistema.

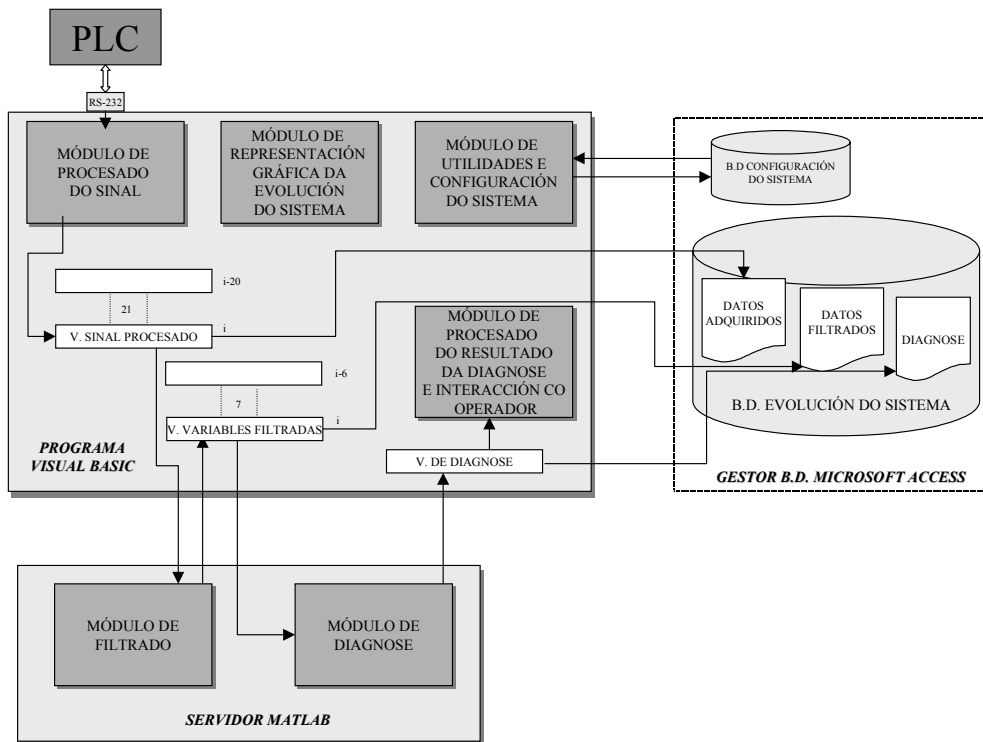


Figura 6.8. Esquema do software desenvolvido.

O entorno de desenvolvemento elixido foi Visual Basic 5.0, Access 7.0 e Matlab 5.2, xa que cumprían as condicións anteriormente expostas e permitía:

- Integración de controles Active X, precisos para a explotación das grandes vantaxes que ofrecía, de cara á realización dos módulos de filtrado de sinal e diagnose, unha ferramenta para cálculos científicos e de enxeñería como Matlab.
- O emprego de Microsoft Jet (motor de inferencia da base de datos que incorpora Microsoft Access) e por conseguinte o acceso á base de datos (BD) mediante un driver nativo, con tódalas vantaxes que carrega e o manexo mediante SQL (Structured Query Language) da información almacenada na BD.
- A aplicación rematada era un auténtico arquivo .exe cun gran rendemento na súa execución, comparable en moitos casos a un código xerado por aplicacións realizadas en linguaxe C.
- Acceso a datos externos mediante controladores ISAM (Indexed Sequential Access Method).
- Acceso a BD remotas e conexión con outras aplicacións a través de Internet (na previsión de poder realiza-la análise do rendemento da planta dende puntos xeográficos dispersos).

A aplicación finalmente desenvolvida (Figura 6.8) estaba composta de varios módulos, todos eles concorrentes e integrados nun mesmo *interface* de usuario. A execución da aplicación inicializaban unha instancia do servidor de Matlab para que, cando se desexa interactuar co devandito servidor, o acceso sexa o máis rápido posible.

2.1.1 Módulo de adquisición e almacenamento de sinal

O sistema recolle, a través da tarxeta de entrada que conecta o PC co PLC, a información das variables que definen o estado da planta. O período de tempo entre cada unha das adquisicións é configurable dende o módulo de utilidades. No caso de detectar información claramente errónea discrimínase e recóllese de novo. A información recibida almacénase nunha base de datos (definida polo operador no momento de inicia-lo experimento).

A estendida aplicación industrial de PLC's, debido á súa robustez en entornos industriais, probou amplamente a súa utilidade e conveniencia para este tipo de tarefas. A comunicación entre o PLC e o PC lévase a cabo mediante un protocolo estándar RS-232, que fai posible o desenvolvemento dun intercambio interactivo de información. O PC pode actuar sobre os elementos da planta a través do PLC.

Pódense distinguir dúas tarefas diferentes considerando a operación da planta: a) aquelas que non dependen directamente ou non afectan directamente á operación

do dixestor (pretratamento, acendido/apagado de axitadores, niveis dos tanques, etc.); e b) aquelas que controlan a operación da planta anaerobia de auga residual (bombas de alimentación e recirculación, adición de nutrientes e alcalinidade). O primeiro grupo de accións estaban controladas dende o PLC en lazos pechados e as segundas pódense controlar dende o PC a través do PLC.

Previendo a posibilidade de xestión da planta en tempo real dende diferentes puntos xeográficos, incorporouse a posibilidade de realiza-la posta en marcha e parada da planta dende o PC, así como a posibilidade de modifica-los parámetros e set-points establecidos. Con este propósito tódalas alarmas ou avisos de fallos de equipos (Figura 6.9) son recollidos no PC, co que sería posible dispoñer da mesma información do proceso á que se ten acceso na planta.

QAI	Caudal de alimentación instantáneo
QGI	Caudal de gas instantáneo
QR	Caudal de recirculación
CH ₄	Porcentaxe de CH ₄ no biogás
H ₂	Composición de H ₂ no biogás
pH	pH
CO	Composición de CO no biogás
Ti	Temperatura do influente
Te	Temperatura do efluente
TA	Alcalinidade total
IA/TA	Alcalinidade intermedia/Alcalinidade total
DT_BRq_AC	Alarma da bomba do quentador
DT_RC	Alarma da resistencia do quentador
A_QMx_AE	Alarma de caudal máximo de alimentación
A_QMn_AE	Alarma de caudal mínimo de alimentación
A_QGI	Alarma de caudal mínimo de biogás
A_QMn_CH ₄	Alarma de porcentaxe mínima de CH ₄ no biogás
A_QMx_CO	Alarma de composición máxima de CO no biogás
A_H ₂ _Mx	Alarma de composición máxima de H ₂ no biogás
DT_AF	Alarma do axitador do tanque de floculante
DT_A_TqS	Alarma do axitador do tanque de sedimentación
DT_AN	Alarma do axitador do tanque de nutrientes
DT_BF	Alarma da bomba de floculante
DT_BN	Alarma da bomba de nutrientes
DT_BA_1	Alarma da bomba de alimentación #1
DT_BA_2	Alarma da bomba de alimentación #2
DT_BRq	Alarma da bomba de recirculación
NMn_TqF	Alarma de nivel mínimo no tanque de floculante
NMn_TqN	Alarma de nivel mínimo no tanque de nutrientes

NB_TqS	Alarma de nivel mínimo no tanque de sedimentación
NB_TqE	Alarma de nivel mínimo no tanque de alimentación
Av_pH_Mn	Alarma por pH baixo
P_pH_P	Parada por pH baixo
A_TE_A	Alarma por temperatura de entrada alta
A_TE_B	Alarma por temperatura de entrada baixa
A_PA	Operación automática PLC
PC_Active	Operando PC
C_AP	Posta en marcha da planta
OA_PA	Posta en marcha automática da planta
OP_PA	Parada automática da planta
OA_BA_2	Operando bomba de alimentación #2
OA_BN	Operando bomba de nutrientes
OA_BRq	Operando bomba de recirculación
CQ_B2	Consigna de bomba de alimentación #2
CQ_BN	Consigna de bomba de nutrientes
CQ_BRq	Consigna de bomba de recirculación

No PLC instalouse un programa de arranque que permitise continua-la operación normal no caso de que o PC estivese fóra de servizo. Este programa revisa a presenza ou ausencia de sinal de actuación sobre as bombas. No modo de operación dende o PLC considéranse uns valores de referencia de seguridade para a operación dos elementos que controla o PC (as tres bombas de velocidade variable). Ademais, no caso de fallo xeral dos sistemas de control (PC e PLC) a planta pode ser operada en forma manual. Este modo de operación serve, asemade, para facer un chequeo do sistema e permite traballar con equipos similares ós que podería haber nunha instalación industrial (Kispert *et al.*, 1995; Pullammanappallil *et al.*, 1995, 1998).

O PLC xestiona tódolos sinais e datos que aportan información sobre o estado da planta dende os diferentes LED's presentes no panel. A información recollida destes sinais correspóndese ós diferentes valores dos parámetros, así como ó estado das bombas, motores, niveis, etc.

2.1.2 Módulo de filtración

A filtración de sinal lévase a cabo cun módulo desenvolvido en Matlab. Este módulo filtra as variables para elimina-lo ruído, procesando os últimos 21 valores recollidos de cada variable. A interacción co sistema é a seguinte:

- Unha vez que as variables son recollidas, envíase ó servidor de Matlab unha matriz que almacena tódolos datos susceptibles de ser filtrados.
- Os vector de datos filtrados é enviado e recollido na BD.

2.1.2.1 Filtros de sinal

Para levar a cabo esta tarefa, pódense empregar diferentes filtros dependendo do tipo de datos e das características do ruído do sinal. Propuxéronse diversas técnicas lóxicas e matemáticas (Labarrere *et al.*, 1982; Astola *et al.*, 1990; Ragot *et al.*, 1990), aínda que a configuración deste módulo podería mellorarse incorporando novos filtros no futuro.

Eliminación de valores aberrantes (AB)

Dentro dos sinais dun proceso, resulta normal encontrarse con puntos aillados correspondentes a valores aberrantes ou imposibles. Para eliminar estes datos pódese establecer un rango entre un valor máximo M e un valor mínimo m, fóra dos cales non existe posibilidade de que se encontren valores operacionais. Cando se rexistra un valor fóra dese rango é automaticamente substituído polo inmediatamente anterior.

Eliminación de grandes variacións (COR)

Resulta frecuente que un sensor, ben sexa por ruído na comunicación entre o sensor e o dispositivo de adquisición, ou ben por unha obstrución temporal do sensor, proporcione sinais desprazados nunha orde de magnitude. Sabendo que en certos sinais esa variación é imposible, propúxose o seguinte corrector lóxico:

$$yf(t) = y(t) + A$$

onde,

$yf(t)$ é a variable filtrada,

$y(t)$ é a variable sen filtrar,

$$A_2 = A + [y(t-1) - y(t)] \quad \text{se} \quad |y(t-1) - y(t)| > VM \text{ (Máxima variación posible)}$$

$$A_2 = 0 \quad \text{se} \quad A + [y(t-1) - y(t)] < R \text{ (Retorno á diferencia normal)}$$

Filtro pasabaixos de primeira orde limitada en magnitude (POLM)

Un filtro pasabaixos dixital de primeira orde é unha solución rápida a un problema de filtrado de ruído. Sen embargo, no sinal típico dun proceso, aparecen normalmente cambios bruscos ou dunha magnitude importante que é desexable conservar sen filtrar. Propúxose o emprego dun filtro de primeira orde conservando as variacións de magnitude maiores a un valor limiar establecido L . O filtro pode expresarse como:

$$yf(t) = (1-w) \cdot yf(t-1) + w \cdot y(t) \quad \text{se } |y(t) - yf(t-1)| > L$$

$$yf(t) = y(t) \quad \text{se } |y(t) - yf(t-1)| \leq L$$

onde w é a frecuencia dixital de corte.

Filtro Winsorizing (WZ)

Neste filtro considérase unha fiestra móbil de tamaño $n = 2m + 1$. Os valores do sinal que se vai filtrar denomínanse y_{i+j} , onde j é o intervalo $[-m, +m]$ e i é o índice correspondente ó centro da fiestra. O sinal filtrado obtense a partir da seguinte ecuación:

$$yf_i = \frac{1}{n-r-s} \sum_{j=m+r}^{m-s} y_{i+j} \quad (i > m)$$

onde y_{i+j} son os valores y_{i+j} ordenados de menor a maior; r son os valores máis pequenos e s os valores maiores, para seren eliminados mediante a filtración. Por cuestións de simetría considérase $s = r$. Ademais, considéranse porcentaxes do sinal e non unicamente números enteiros, sendo $2r$ a porcentaxe de valores eliminados por filtración, onde $r \in [0, 0,5]$.

Consideremos que $a (= f, v) = m, f$ a parte enteira de a e v a parte fraccional, co que o filtro se pode escribir como:

$$yf_i = \frac{1}{(1-2r) \cdot n} \left\{ (1-f) y_{i-m+f} + \sum_{j=-m+f+1}^{m-f-1} y_{i+j} + (1-f) y_{i+m-f} \right\} \quad (r \in [0, 0,5])$$

O filtro permite conservar cambios bruscos no sistema eliminando o ruído mediante un filtro mediano. De feito, este filtro é un compromiso entre un filtro mediano e un filtro por media sobre unha fiestra móbil. Un valor de r próximo a 0,5 corresponde a un filtro por mediana, mentres que $r = 0,1$ equivale a un filtro por media móbil.

2.1.3 Módulo de diagnose

Tendo en conta os posibles fallos e o coñecemento que se ten do sistema, desenvolveuse unha base de regras en Matlab para levar a cabo a diagnose. O módulo de diagnose é o responsable de determina-lo estado do proceso como unha función da historia da operación (variables *on-line* e *off-line*) analizando os 7 últimos vectores de datos procesados e filtrados. Neste senso, o *sistema experto* debía ser capaz de predecir los futuros fallos, así como de anticiparse a posibles situacións indesexadas, que poderían desestabiliza-lo sistema. A saída do *sistema experto* efectúase mediante un *interface* gráfico co usuario que indica a situación actual do proceso e as accións que levará a cabo o operador. A interacción co sistema é similar á do módulo de filtración.

- Unha vez obtidas as variables filtradas, xera unha matriz con estes datos que é enviada ó servidor de Matlab.
- Os datos filtrados son analizados no servidor de Matlab para levar a cabo o diagnóstico do sistema, tendo en conta a evolución histórica dos últimos 7 vectores.
- O vector de diagnose é almacenado na BD.

2.1.4 Módulo de saída de diagnóstico e de interacción co operador

Unha vez recibida a información do módulo de diagnose, e dependendo dos resultados obtidos sobre o estado da planta, infórmase ó operador sobre as accións que se van levar a cabo no sistema.

2.1.5 Módulo de interface gráfico

O *interface* gráfica co usuario estaba dispoñible en calquera momento do proceso.

2.1.6 Módulo de utilidades e configuración do sistema

Este módulo permite a configuración do *interface* gráfico, das variables que van ser representadas, do número de figuras en cada pantalla, etc. Ademais, permitía configura-los parámetros que o sistema recollía e a estrutura do vector de entrada a través do porto RS-232, así como a frecuencia de mostraxe, ou a configuración da base de datos.

2.2 Planta piloto

A auga residual é producida nunha planta de fabricación de taboleiro de fibra e as súas características esenciais móstranse na Táboa 6.1. O baixo contido en nutrientes, así como a baixa alcalinidade da auga residual facía necesaria a adición de sales de nitróxeno e fósforo e bicarbonato para manter unha adecuada relación C/N/P dentro do dixestor. É importante sinalalo contido en sólidos en suspensión, a maior parte deles como sólidos en suspensión volátiles e coloides, debido ós cales era necesario facer un pretratamento físico-químico (Fernandez *et al.*, 1995). Ademais, atopouse presenza de posibles substancias posiblemente tóxicas, especialmente fenois.

Táboa 6.1. Composición da auga residual

<i>Composición da auga residual</i>		<i>Compostos minoritarios</i>	
<i>DQO total (g/l)</i>	9,80	<i>Fenois (g/l)</i>	1,30
<i>DQO soluble (g/l)</i>	9,60	<i>N-NH₄⁺ (ppm)</i>	25
<i>SST (g/l)</i>	0,30	<i>Alcalinidade (g/l)</i>	0,40
<i>SSV (g/l)</i>	0,25	<i>Temperatura (°C)</i>	50
<i>Ácido acético (g/l)</i>	0,70	<i>pH</i>	3,50
<i>Ácido propiónico (g/l)</i>	0,01		

Na Figura 6.9 móstrase o diagrama da planta piloto. A auga residual recóllese no tanque de alimentación onde se homeoxeneiza e se bombea a un sedimentador para a separación de sólidos mediante a adición de floculante. Este pretratamento permite a separación dunha importante fracción de compostos recalcitrantes (40 % da lignina e 80 % dos fenois) cos sólidos eliminados (70 %). Polo tanto minimízase o posible efecto tóxico sobre a biomasa do reactor.

O reactor é un híbrido UASB-UAF de 1,1 m³ (Figura 6.10) equipado cun caudalímetro de gas (Mass flow-meters Brooks Models E5860i Rosemount); caudalímetros de alimentación e recirculación (Electromagnetic flow-meters 7Me2531Siemens); dous termómetros Pt-100; un analizador de biogás (CH₄ and CO) (Ultramat22P Gas Analyser Siemens); un analizador de H₂ Sensotox 420 (Sensotran) e un pHmetro estándar. Os parámetros medidos por estes sensores son adquiridos cada 15 minutos, que se considerou un tempo o suficientemente curto comparado co tempo de resposta do sistema. Este período representaba unha fracción do 0,21 - 1,04 % do tempo de residencia hidráulico nas diferentes condicións de operación.

As medidas off-line leváronse a cabo cada día. Determináronse os AGV (Ácidos Graxos Volátiles) empregando un cromatógrafo de gases (Hewlett Packard 5840A) equipado cun Detector de Ionización de Chama (DICH), seguindo o método descrito por Fernández *et al.* (1995). A Demanda Química de Osíxeno (DQO)

determinouse seguindo un método semi-micro (Soto *et al.*, 1989), mentres que para medi-la alcalinidade como CaCO_3 levouse a cabo unha valoración con ácido sulfúrico (Jenkins, 1983; Ripley *et al.*, 1986).

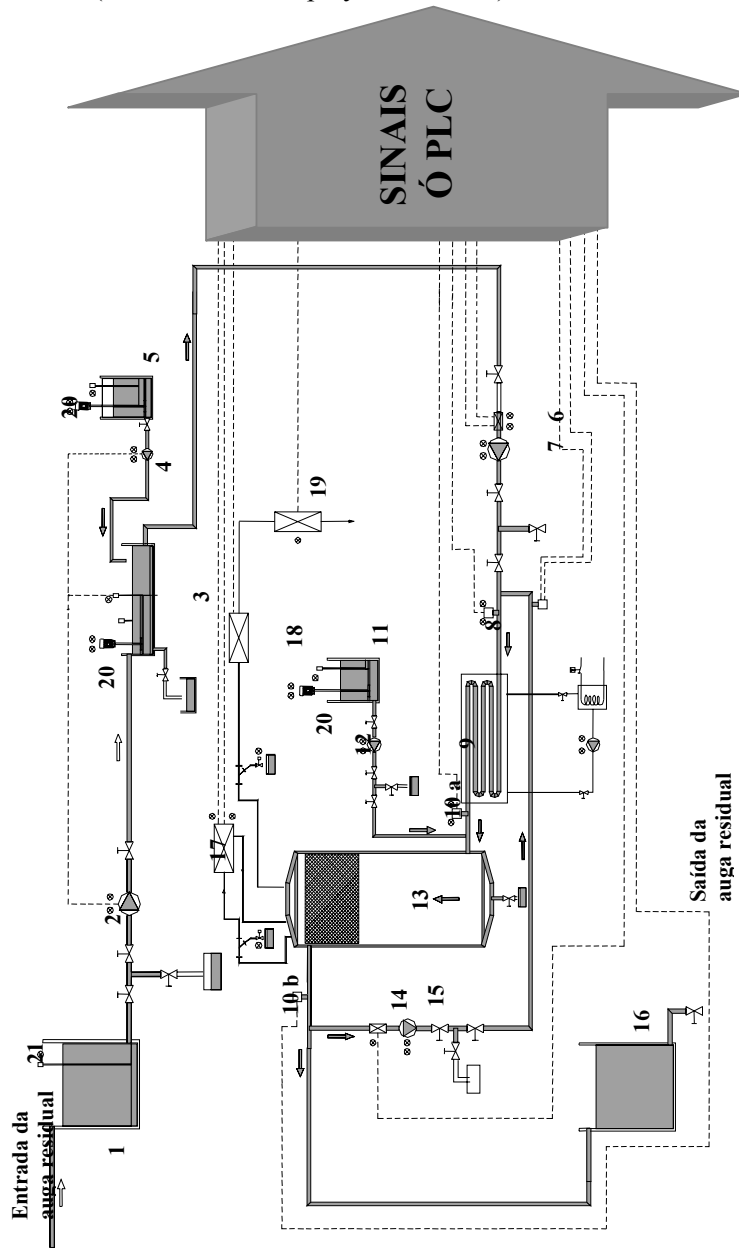


Figura 6.9. Diagrama esquemático da planta piloto: 1.- Tanque de alimentación; 2.- bomba de alimentación; 3.- tanque de sedimentación; 4.- bomba de adición de floculante; 5.- tanque de floculante; 6, 14.- caudalímetros de líquido; 7.- bomba de alimentación #2; 8.- pHmetro; 9.- intercambiador de calor; 10a, 10b.- Pt-100; 11.- tanque de nutrientes; 12.- bomba de nutrientes; 13.- dixestor anaerobio; 15.- bomba de recirculación; 16.- tanque de efluente. 17.- analizador de gas (CO e CH_4); 18.- caudalímetro de gas; 19.- analizador de H_2 ; 20.- axtador; 21.- sensor de nivel.



Figura 6.10. Vista do reactor híbrido na planta piloto.

O PLC controla directamente o proceso de pretratamento físico-químico, co seguinte protocolo de control: A posta en marcha e parada da bomba de alimentación #1 (Figura 6.9) está comandada polo PLC en función do nivel de líquido no tanque de sedimentación. O tempo de operación da bomba de floculante axústase como unha función do tempo de operación da bomba de alimentación #1, de maneira que se engada a dose de floculante previamente determinada como óptima. Ámbalas dúas bombas aportan un caudal constante, de maneira que a tarefa de control lévase a cabo actuando sobre o tempo de operación de cada bomba. Establecéronse dous rangos para os valores máximo e mínimo de referencia de pH e T, ós que ten lugar a operación óptima. Desta maneira, pódense presentar dúas situacións diferentes, cando o pH sae do rango 6,5-7,5 produciríase unha primeira alarma, e cando sae do rango 6,0-8,0 tería lugar a parada da operación.

Por outro lado, as bombas de alimentación #2, de recirculación e de adición de nutrientes estaban comandadas polo PC a través do PLC, actuando sobre o selector de frecuencia que regula a velocidade de operación da bomba.

Ademais dos parámetros adquiridos dos diferentes dispositivos de medida (pH, temperatura, caudais de biogás, alimentación e recirculación, e composición de biogás en CH₄, CO e H₂), existen dous integradores que permitían avaliar e mostrar o volume total de auga alimentada ó sistema, así como o volume acumulado do biogás producido. Non había comunicación entre os integradores e o PLC, polo que a integración estimábase a partir dos valores instantáneos. As diferencias entre os valores obtidos con este método e os calculados polos integradores do PLC eran menores do 1,5 %.

Durante un período da operación, o caudal de alimentación distribuíuse en pulsos, co obxectivo de obter unha biomasa máis resistente ás sobrecargas hidráulicas ou orgánicas, xa que estes pulsos representan pequenos shocks. Sen embargo, este modo de operación creou problemas na adquisición de datos, xa que a bomba de alimentación xeraba perturbacións eléctricas cada vez que se activaba, polo que se cambiou ó modo de operación en continuo.

3 Resultados

3.1 Filtrado de sinal

Tomouse un período da mostraxe de 15 minutos. Os filtros empregados para os diferentes sinais mostraron resultados satisfactorios para 10 experimentos de duración entre 5 e 25 días. Na Figura 6.11 móstrase un exemplo dos resultados obtidos da filtración. Os filtros empregados para cada sinal foron:

- Caudal de gas (QG): WZ (n = 21; r = 0,2).
- Caudal de alimentación (QA): WZ (n = 21; r = 0,2), POLM (w = 0,8; L = 150).
- Metano (CH₄): COR (MV = 7; R = 3), WZ (n = 21; r = 0,49).
- Monóxido de carbono (CO): COR (MV = 100; R = 50), WZ (n = 5; r = 0,49).
- Caudal de recirculación (QR): WZ (n = 21; r = 0,2), AB (M = 300; m = 0).
- pH (pH): AB (M = 80, m = 30), WZ (n = 21; r = 0,2).
- Temperatura do influente (Ti): WZ (n = 21; r = 0,49), COR (VM = 5; R = 3)
- Temperatura do efluente (Te): WZ (n = 21; r = 0,49), COR (VM = 5; R = 3)

3.2 Base de regras

Desenvolveuse unha base de regras para diagnose dos diferentes eventos e fallos, que poden aparecer durante a operación do sistema. Converteuse cada sinal en valores cualitativos para seren empregados polo sistema experto de acordo cos valores operacionais. A conversión cualitativa realizouse de forma non difusa empregando limiares, aínda que unha vez probada a congruencia tanto da conversión cuantitativa/cualitativa dos sinais como da base de regras, ámbalas dúas poderían ser estendidas ó caso difuso, o que aportaría maior robustez ó diagnóstico.

Dividiuse a diagnose en catro áreas, que representaban os problemas asociados á acidificación ou toxicidade do sistema; ós caudais de alimentación e recirculación; os problemas relacionados co subsistema de temperatura; e por último a tendencia do proceso.

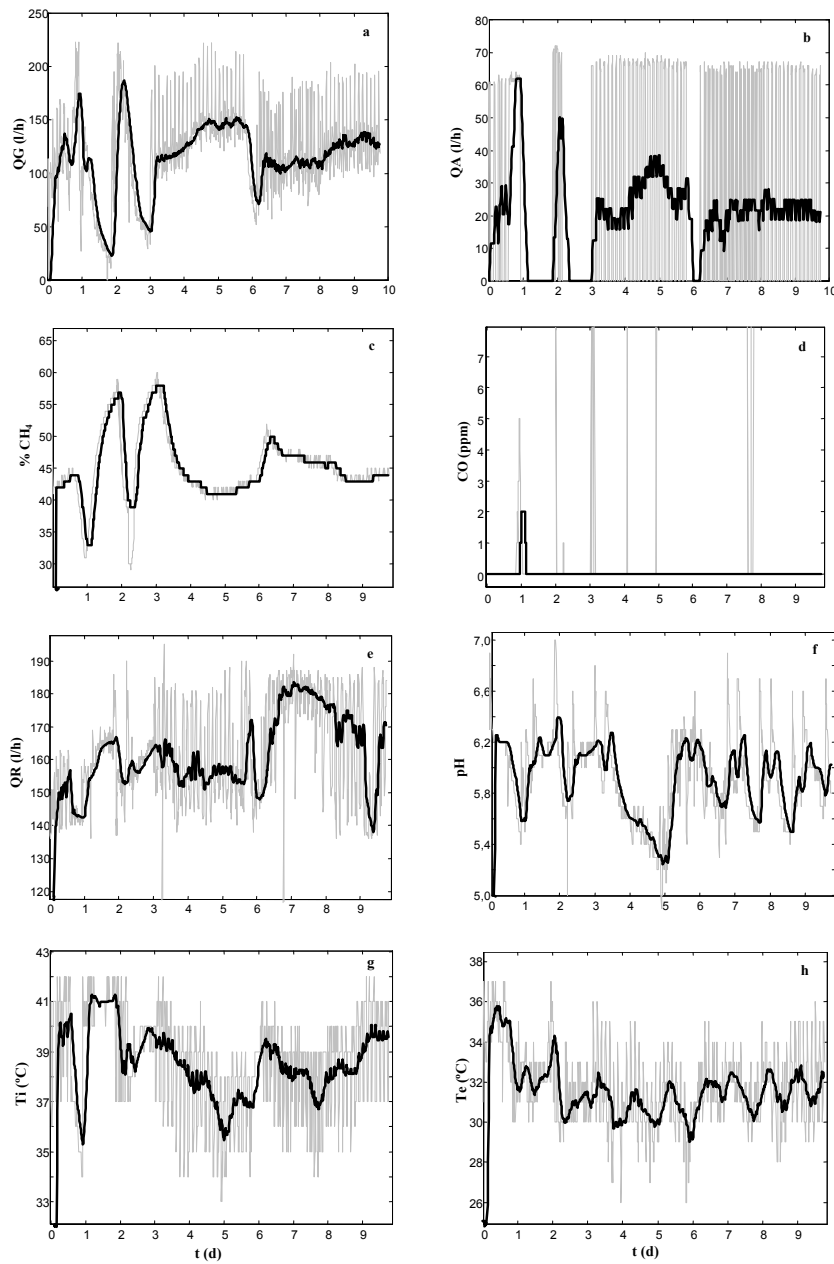


Figura 6.11. Sinais filtrados. a) Caudal de gas (Q_G); b) Caudal de alimentación (Q_A); c) Porcentaxe de metano ($\% CH_4$); d) Composición de CO (CO); e) Caudal de recirculación (Q_R); f) pH; g) Temp. do influente (T_i); h) Temp. do efluente (T_e).

3.2.1 Valores cualitativos seleccionados

- **QG (l/h):** 4 = Alto (QG > 200)
3 = Crítico (200 > QG > 150)
2 = Normal (150 > QG > 60)
1 = Baixo (QG < 60)
- **CH₄ (%):** 4 = Normal (CH₄ > 45)
3 = Baixo (45 > CH₄ > 37)
2 = Moi baixo (37 > CH₄ > 32)
1 = Extremadamente baixo (CH₄ < 32)
- **CO (ppm):** 2 = Maior que cero (CO > 0,5)
1 = Cero (CO < 0,5)
- **QA (l/h):** 4 = Alto (QA > 30)
3 = Medio (30 > QA > 10)
2 = Normal (10 > QA > 0)
1 = Cero (QA < 0)
- **QR (l/h):** 4 = Normal (QR > 150)
3 = Crítico (150 > QR > 135)
2 = Baixo (QR < 135)
1 = Cero (QR < 0,5)
- **pH:** 4 = Alto (pH > 8,0)
3 = Normal (8,0 > pH > 6)
2 = Baixo (6 > pH > 5,5)
1 = Moi baixo (pH < 5,5)
- **Ti (°C):** 3 = Alto (Ti > 44)
2 = Normal (44 > Ti > 39)
1 = Baixo (Ti < 39)
- **Te (°C):** 4 = Alto (Te > 36)
3 = Normal (36 > Te > 32)
2 = Baixo (32 > Te > 25)
1 = Moi baixo (Te < 25)
- **dT (intervalo de temperaturas) (°C):**
3 = Alto ((Ti-Te) > 6,5)
2 = Normal (6,5 > (Ti-Te) < 5,5)
1 = Baixo ((Ti-Te) < 5,5)

3.2.2 Regras de acidificación e toxicidade

Se **CH₄** é *Normal* e o **Estado previo** é *Sobrecarga*

e se **QA** é *Alto*

e se **CO** é *Cero*

Entón *Estado actual* é "*Acidificación media*"
Debido a unha sobrecarga hidráulica

Se **CH₄** é *Normal* e o **Estado previo** é *Acidificación media*

e se **QA** é *Alto*

e se **CO** é *Cero*

Entón *Estado actual* é "*Acidificación baixa*"
Debido a unha sobrecarga hidráulica

Se **CH₄** é *Normal* e **Estado previo** é *Acidificación baixa* ou *Normal*

e se **QA** é *Alto*

e se **CO** é *Cero*

Entón *Estado actual* é "*Normal*"

Se **CH₄** é *Normal* e o **Estado previo** é *Sobrecarga*

e se **QA** é *Normal*

e se **CO** é *Cero*

Entón *Estado actual* é "*Acidificación media*"
Debido a unha sobrecarga orgánica

Se **CH₄** é *Normal* e o **Estado previo** é *Acidificación media*

e se **QA** é *Normal*

e se **CO** é *Cero*

Entón *Estado actual* é "*Acidificación baixa*"
Debido a unha sobrecarga orgánica

Se **CH₄** é *Normal* e **Estado previo** é *Acidificación baixa* ou *Normal*

e se **QA** é *Normal*

e se **CO** é *Cero*

Entón *Estado actual* é "*Normal*"

Se **CH₄** é *Baixo* e **Estado previo** é *Sobrecarga*

Entón *Estado actual* é "*Estado previo*"
ou Posible fallo no sensor de CH₄

Se **CH₄** é *Moi Baixo* e o **Estado previo** é *Normal*

Entón *Estado actual* é "*Normal*"
ou Posible fallo no sensor de CH₄

Se **CH₄** é *Extremadamente baixo* e **Estado previo** é *Normal*

Entón *Estado actual* é "*Estado previo*"
ou Posible fallo no sensor de CH₄

-
- Se **CH₄** é *Baixo* e **Estado previo** é *Normal*
e se **QA** é *Alto* e **QG** é *Alto* ou *Crítico*
Entón *Estado actual é "Acidificación baixa"*
Debido a unha sobrecarga hidráulica
e se **QA** é *Alto* e **CO** é *maior que cero*
Entón *Estado actual é "Sobrecarga"*
Debido a unha sobrecarga hidráulica
e se **QA** é *non Alto* e **QG** é *Baixo*
Entón *Estado actual é "Toxicidade"*
e se **QA** é *non Alto*
Entón *Estado actual é "Normal"*
ou Posible fallo no sensor de CH₄
- Se **CH₄** é *Baixo* e **Estado previo** é *Normal*
e se **QA** é *Normal* e **QG** é *Alto* ou *Crítico*
Entón *Estado actual é "Acidificación baixa"*
Debido a unha sobrecarga orgánica
e se **QA** é *Normal* e **CO** é *maior que cero*
Entón *Estado actual é "sobrecarga"*
Debido a unha sobrecarga orgánica
- Se **CH₄** é *Baixo* e **Estado previo** é *Acidificación baixa*
Entón *Estado actual é "Acidificación media"*
Debido á mesma causa que levou ó estado anterior
- Se **CH₄** é *Moi baixo* e **Estado previo** é *Acidificación baixa* ou *Acidificación media*
e se **QA** é *Alto*
Entón *Estado actual e "Sobrecarga"*
Debido á mesma causa que levou ó estado anterior
- Se **CH₄** é *Extremadamente baixo* e **Estado previo** é *Acidificación baixa* ou *Acidificación media* ou *Sobrecarga*
e se **QA** é *Alto*
Entón *Estado actual é "Sobrecarga"*
Debido á mesma causa que levou ó estado anterior
- Se **Estado previo** é *Normal* e **pH** é *Baixo*
e se **QA** é *Alto*
Entón *Estado actual é "Acidificación baixa"*
Debido a unha Sobrecarga hidráulica
- Se **Estado previo** é *Acidificación baixa* e **pH** é *Moi baixo*
e se **QA** é *Alto*
Entón *Estado actual é "Acidificación media"*
-

Debido a unha Sobrecarga hidráulica
Se **Estado previo** é *Acidificación media* e **pH** é *Moi baixo*
e se **QA** é *Alto* **CO** é *maior que cero*
Entón *Estado actual* é *"Sobrecarga"*
Debido a unha Sobrecarga hidráulica

Se **Estado previo** é *Normal* e **pH** é *Baixo*
e se **QA** é *Normal*
Entón *Estado actual* é *"Acidificación baixa"*
Debido a unha Sobrecarga orgánica
Se **Estado previo** é *Acidificación baixa* e **pH** é *Moi baixo*
e se **QA** é *Normal*
Entón *Estado actual* é *"Acidificación media"*
Debido a unha Sobrecarga orgánica
Se **Estado previo** é *Acidificación media* e **pH** é *Moi baixo*
e se **QA** é *Normal* **CO** é *maior que cero*
Entón *Estado actual* é *"Sobrecarga"*
Debido a unha Sobrecarga orgánica

3.2.3 Regras do sistema de control de temperatura

Se **Ti** é *Baixa* e **dT** é *Normal* e **Te** é *Baixa*
e se **QA** é *Alto* e **QR** é *Normal*
Entón *Estado actual* é *"o sistema de calefacción non ten capacidade para mante-la temperatura adecuada no reactor debido ó elevado caudal de alimentación"*
Debido a unha Sobrecarga hidráulica
e se **QA** é *non alto* e **QR** é *Normal*
Entón *Estado actual* é *"Descenso de temperatura debido a unha consigna errónea ou a un fallo no sistema de calefacción "*
e se **pH** é *Normal* e **QR** é *Baixo* ou *Cero*
Entón *Estado actual* é *"fallo no sistema de recirculación que afecta á temperatura"*

Se **Ti** é *Normal* e **dT** é *Alta* e **Te** é *Baixa* ou *Moi baixa*
e se **pH** é *Normal* e **QR** é *Normal*
Entón *Estado actual* é *"existen axentes externos, que afectan á temperatura do sistema"*
ou "Posible fallo no sensor Te"

Se **Ti** é *Alta*

e se **QA** é Normal
Entón Estado actual é "existen axentes externos, que afectan á temperatura do sistema"
"Débense cambia-las consignas do controlador"

Se **Ti** é Alta
e se **pH** é Normal e **QR** é Normal
Entón "Posible fallo no sensor Ti"

Se **Ti** é Normal e **dT** é Normal e **Te** é Alta
e se **pH** é Normal e **QR** é Normal
Entón "Posible fallo no sensor Te"

3.2.4 Regras de caudal

Se **QA** é Cero e **QR** é Cero
Entón Estado actual é "Parada das bombas de alimentación e recirculación"
e/ou "Problema de comunicación PLC-PC "

Se **QA** é Cero e **QR** é non Cero
Entón Estado actual é "Parada da bomba de alimentación"
ou "Fallo no sensor QA"

Se **QR** é Cero e **QA** é non Cero
Entón Estado actual é "Parada da bomba de recirculación"
e se **Ti** é Normal
"Fallo no sensor RF"

Se **QA** é Alto
Entón Estado actual é "Aumento do caudal de alimentación"

Se **Estado previo** (nas últimas catro horas) é "Parada da bomba de recirculación"
e se **pH** é non Normal
Entón Estado actual é "Problemas coa recirculación que afectan ó sensor de pH"
ou "Fallo no sensor de pH"

3.2.5 Regras sobre a tendencia do sistema

Se **Estado actual** é Acidificación baixa ou Acidificación media debido a unha sobrecarga hidráulica
e se **QA** é Alto

e **pH** é *Baixo* e **QG** é *Crítico* e **CH₄** é *Moi Baixo* ou *Extremadamente baixo*
e **CO** é *maior que cero*

Entón *Estado actual é "O proceso tende a empeorar"*

Se **Estado actual** é *Acidificación baixa* ou *Acidificación media* debido a unha *sobrecarga orgánica*

e se **QA** é *Normal*

e **pH** é *Baixo* e **QG** é *Crítico* e **CH₄** é *Moi Baixo* ou *Extremadamente baixo*
e **CO** é *maior que cero*

Entón *Estado actual é "O proceso tende a empeorar"*

Se **Estado actual** é *Acidificación baixa* ou *Acidificación media* debido a unha *sobrecarga hidráulica*

e se **QA** é *Normal*

e **pH** é *Baixo* e **QG** é *Normal* e **CH₄** é *Baixo* e **CO** é *Cero*

Entón *Estado actual é "O proceso tende a mellorar"*

Se **Estado actual** é *Acidificación baixa* ou *Acidificación media* debido a unha *sobrecarga orgánica*

e se **QA** é *Normal*

e **pH** é *Baixo* e **QG** é *Normal* e **CH₄** é *Baixo* e **CO** é *Cero*

Entón *Estado actual é "O proceso tende a mellorar"*

Se **Estado actual** é *Acidificación baixa* ou *Acidificación media* debido a unha *sobrecarga hidráulica*

e se **QA** é *Alto*

e **pH** é *Baixo* e **QG** é *Crítico* e **CH₄** é *Baixo* e **CO** é *Cero*

Entón *Estado actual é "O proceso presenta unha situación crítica pseudoestacionaria"*

Se **Estado actual** é *Acidificación baixa* ou *Acidificación media* debido a unha *sobrecarga orgánica*

e se **QA** é *Normal*

e **pH** é *Baixo* e **QG** é *Crítico* e **CH₄** é *Baixo* e **CO** é *Cero*

Entón *Estado actual é "O proceso presenta unha situación crítica pseudoestacionaria"*

Se **QA** é *Alto* e **QG** é *Crítico* ou *Alto* e **pH** é *Baixo*

e se **CH₄** non variou nas últimas 6 horas

Entón *Estado actual é "Acidificación baixa" e "O proceso tende a empeorar"*

3.2.6 Observacións

Durante o primeiro período de operación con alimentación en descontinuo, unha parada na bomba de alimentación inferior a 5 horas non se detectaba como fallo. De feito a bomba operou durante unha gran parte dos experimentos cunha media de dúas horas e media de intervalo de parada, e nese caso unha parada inferior ás cinco horas non afectaba á operación normal.

En determinados experimentos, o nivel de temperatura foi máis baixo do normal. Estes valores foron considerados perigosos e así se fixo aparecer nos resultados do diagnóstico. Podería ser útil establece-la influencia doutras variables sobre a temperatura.

3.3 Diagnose da operación

Para valida-lo conxunto sistema de adquisición-filtrado-base de regras, consideráronse os datos obtidos en experimentos previamente realizados (Puñal *et al.*, 1999), levando a cabo a simulación como unha operación *on-line*.

Por simplicidade, de cara á representación gráfica, identificouse cada un dos diagnósticos en cada área (acidificación, caudais, temperatura e tendencia) cun número, correspondendo sempre o cero ó estado normal.

Os valores seleccionados para cada área de diagnose foron:

- *Estado de acidificación ou toxicidade*
 1. Acidificación baixa por sobrecarga hidráulica
 2. Acidificación baixa por sobrecarga orgánica
 3. Acidificación media por sobrecarga hidráulica
 4. Acidificación media por sobrecarga orgánica
 5. Sobrecarga hidráulica (=Acidificación alta por sobrecarga hidráulica)
 6. Sobrecarga orgánica (=Acidificación alta por sobrecarga orgánica)
 7. Toxicidade
- *Sistema de control de temperatura*
 1. Descenso de temperatura por consigna errónea ou fallo no sistema de calefacción
 2. O sistema de calefacción non ten capacidade para mante-la temperatura adecuada no reactor debido ó elevado caudal de alimentación
 3. Fallo no sensor T_i
 4. Fallo no sistema de recirculación, que afecta á temperatura
 5. Existen axentes externos que afectan á temperatura do sistema ou fallo no sensor T_e

- *Caudais e pH*

1. Parada da bomba de alimentación ou fallo no caudalímetro de alimentación
2. Aumento do caudal de alimentación
3. Parada da bomba de recirculación ou fallo no caudalímetro de recirculación
4. Problemas coa recirculación que afectan ó sensor de pH
5. Parada das bombas de alimentación e recirculación e/ou fallo nas comunicacións PLC-PC

- *Tendencia do proceso*

O proceso tende a empeorar

O proceso tende a mellorar

O proceso presenta un estado crítico pseudoestacionario

3.3.1 Fallo de equipos

O equipo traballa cun TRH de 2 días e aliméntase cun substrato de 10 g DQO/l, aplicando por tanto unha VCO de 5 kg DQO/m³·d. Na Figura 6.12 móstranse os datos resultantes da adquisición *on-line* e da filtración. Neste experimento houbo problemas de comunicación PLC-PC. A primeira vez que esto sucedeu (día 0,5-1), o PLC non recibiu a orde de parada de bomba de alimentación dende o PC (estábase operando en modo descontinuo), polo que houbo un funcionamento en continuo e a conseguinte sobrealimentación, que aparece reflectida na diagnose de caudais na Figura 6.13. A segunda vez, o fallo foi na frecuencia fixada no variador da mesma bomba (día 2-2,2), que deu lugar a outro aumento da alimentación ó reactor (Fallo 2 na Figura 6.13). Despois destas anomalías foi necesario axustar manualmente o volume de líquido alimentado, parando a bomba de alimentación (días 1,5-2 e 2,2-3, respectivamente), como se pode observar nos valores de caudal de alimentación (QA) na Figura 6.12 e no diagnóstico de caudais na Figura 6.13 (Fallo 1). Nos dous casos observáronse sinais de sobrecarga no aumento do caudal de biogás, así como no descenso da porcentaxe de CH₄ e na presenza de CO (Figura 6.12). A porcentaxe de metano descendeu ata un 35 %, cando tivo lugar a primeira sobrealimentación, aínda que se recuperou ata valores superiores ó 55% no mesmo día, unha vez que se fixo o axuste manual do caudal de alimentación. Neste caso detectáronse 3 ppm de CO, mentres que o caudal de gas presentou un aumento durante o fallo, cun rápido descenso en canto se corrixiu o fallo. No segunda sobrealimentación o efecto foi menor en calquera das variables da fase gas, xa que a porcentaxe de CH₄ variou entre o 38 e o 55 %, sen chegar a detectarse CO.

Na Figura 6.14 pódense observa-los diferentes niveis de acidificación durante o experimento. A primeira sobrecarga hidráulica (día 1,5) deu lugar a un estado de

acidificación media (3), debido ó incremento de CO no biogás. Durante a segunda sobrecarga, soamente se observou un descenso na composición de CH₄ no biogás, permanecendo en cero a concentración de CO, polo que o estado diagnosticado foi de acidificación baixa (1).

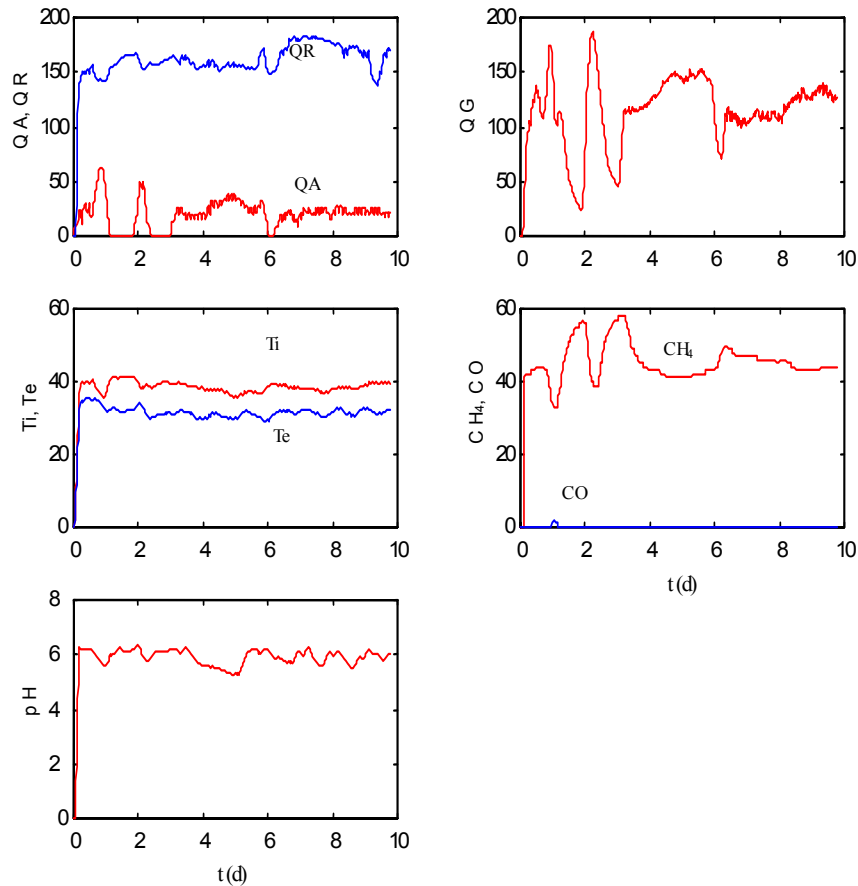


Figura 6.12. Evolución dos datos filtrados no experimento de fallo de equipos. QA - Caudal de alimentación; QR - Caudal de recirculación; QG - Caudal de gas; Ti - Temperatura do influente; Te - Temperatura do efluente (TRH = 2 d, S_i = 10 g DQO/l, VCO = 5 kg DQO/m³·d).

Dende o día 4,5 ata o 5,5 tivo lugar un lixeiro aumento do caudal de alimentación como se pode observar nas Figuras 6.12 e 6.13, aparecendo nesta última como fallo 2 no diagnóstico de caudais. Este aumento de caudal de alimentación, aínda que non foi moi elevado, tivo repercusión no caudal de biogás producido, que experimentou un incremento; así como na porcentaxe de metano no biogás, que

estivo en torno ó 40 %. Estes síntomas leves, pero claros de sobrecarga hidráulica, levaron a diagnosticar unha acidificación baixa (estado 3), xa que non houbo presenza de CO (Figura 6.14).

Posteriormente (día 6) produciuse unha parada na alimentación, co cambio de consignas para o axuste do caudal de alimentación, que aparece reflectida nas Figuras 6.12 e 6.13.

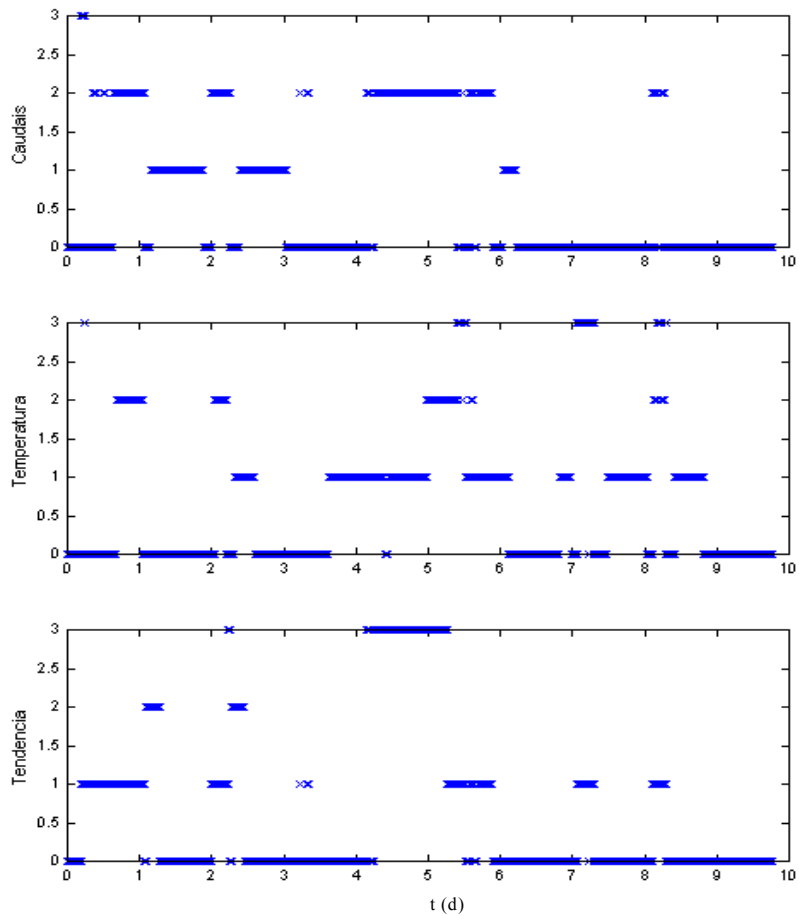


Figura 6.13. Diagnose de caudais, temperatura e tendencia no experimento de fallo de equipos ($TRH = 2 d$, $S_i = 10 g DQO/l$, $VCO = 5 kg DQO/m^3 \cdot d$).

En canto á evolución da temperatura do sistema, cabe sinalar que se mantivo, en xeral, en valores inferiores ós estimados como adecuados para o proceso, polo que se detectaron unha gran cantidade de fallos distribuídos ó longo de todo o proceso. A Figura 6.13, que corresponde ó sistema de control de temperatura, indica fallos 1 ("descenso de temperatura debido a unha consigna errónea"); 2 ("o sistema non ten capacidade para mante-la temperatura no reactor debido ó elevado caudal de alimentación"); e 3 ("fallo no sistema de calefacción ou no sensor T_i "). O fallo 1 apareceu cos descensos observados na temperatura do efluente atribuídos a unha mala consigna, aínda que en todo momento houbo unha relativa incapacidade do sistema para mante-la temperatura adecuada no reactor. O fallo 2 correspondeuse coas sobrecargas hidráulicas debido á gran cantidade de auga alimentada ó reactor, sendo neses casos máis evidente que o sistema de calefacción non conseguía mante-la temperatura no dixestor. O fallo 3 indica unha gran diferenza entre as temperaturas de influente e efluente, atribuíndo esta anomalía a un fallo mecánico que non se chegou a producir.

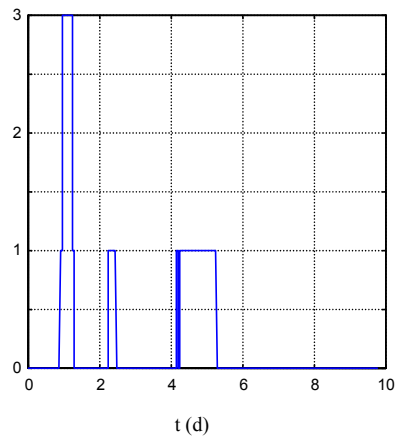


Figura 6.14. Diagnose do estado de acidificación no experimento de fallo de equipos ($TRH = 2 d$, $S_i = 10 g DQO/l$, $VCO = 5 kg DQO/m^3 \cdot d$).

En canto ás tendencias diagnosticadas (Figura 6.13), podemos observar que cando tiveron lugar as dúas primeiras sobrecargas hidráulicas, diagnosticouse estado 1 (o proceso tende a empeorar), seguido dun estado 2 (o proceso tende a mellorar), cando se recuperaron as condicións de operación adecuadas. Despois da segunda parada da alimentación diagnosticouse un estado 3 (día 4,5), correspondente a un estado crítico pseudoestacionario, debido a que o sistema mostrou un aumento progresivo do caudal do biogás cun descenso na porcentaxe de CH_4 , sen que se chegaran a detectar valores críticos en ningunha das dúas variables, nin tampouco no CO do biogás. Posteriormente, co aumento de alimentación, detectouse un estado 1 no día 5 (o proceso tende a empeorar), debido os sinais de

desestabilización, que neste caso, foron máis leves que nos dous anteriores. O último estado 1 detectado (o proceso tende a empeorar), corresponde a un pequeno aumento no caudal de biogás con descenso na porcentaxe de metano, sen que se chegara a determinar acidificación, polo que se podería tomar como unha indicación de que puido haber un pequeno aumento na concentración de DQO do influente.

3.3.2 Sobrecarga hidráulica

O equipo traballa cun TRH de 1 día e aliméntase cun substrato de 15 g DQO/l, aplicando por tanto unha VCO de 15 kg DQO/m³·d.

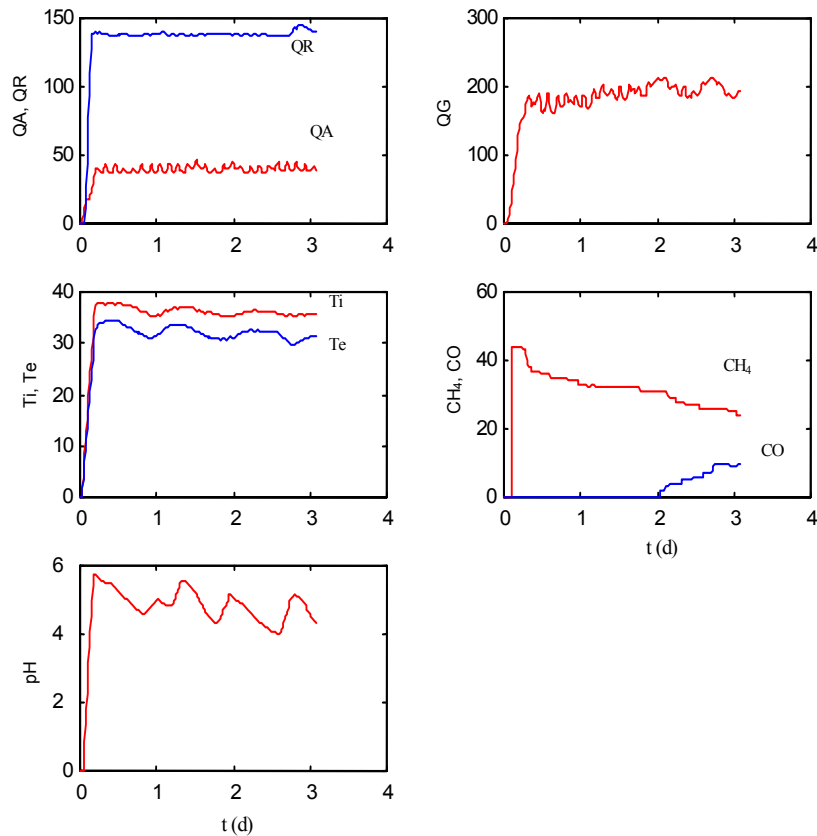


Figura 6.15. Evolución dos datos filtrados no experimento de sobrecarga hidráulica. QA - Caudal de alimentación; QR - Caudal de recirculación; QG - Caudal de gas; Ti - Temperatura do influente; Te - Temperatura do efluente (TRH = 1 d, $S_i = 15$ g DQO/l, VCO = 15 kg DQO/m³·d).

Os datos adquiridos *on-line* deste experimento tras seren filtrados, móstranse na Figura 6.15, no que a VCO de operación foi superior ó valor de deseño do equipo, que se encontra en 6-8 kg DQO/m³·d. A porcentaxe de metano no biogás descendeu progresivamente dende un valor inicial de 43 ata 23 %, mentres que a concentración de CO soamente foi detectable cando a porcentaxe de CH₄ foi inferior ó 30 %. A progresión no descenso da porcentaxe de metano permitiu establecer diferentes niveis de acidificación, xa que o valor variou dende 43 ata 35 % nos primeiros 0,4 días de operación (Figura 6.15), correspondentes a un estado de acidificación baixa por sobrecarga hidráulica (estado 1) (Figura 6.16). Dende o día 0,4 ata o día 2 a porcentaxe de metano descendeu dende o 35 ata o 28 %, detectándose por primeira vez CO no biogás. Este período corresponde a unha acidificación media por sobrecarga hidráulica na Figura 6.16 (estado 3). No último tramo do experimento, dende o día 2 ata o día 3 a porcentaxe de metano continuou a descender ata o valor final de 23 %, mentres que a concentración de CO no biogás foi en aumento ata chegar a 11 ppm (Figura 6.12), correspondéndose cun estado de sobrecarga orgánica con acidificación alta (5) na Figura 6.16).

O pH foi bastante baixo durante todo o experimento, presentando incrementos puntuais coa adición extra de bicarbonato ó reactor, necesaria durante todo o experimento (Figura 6.15)

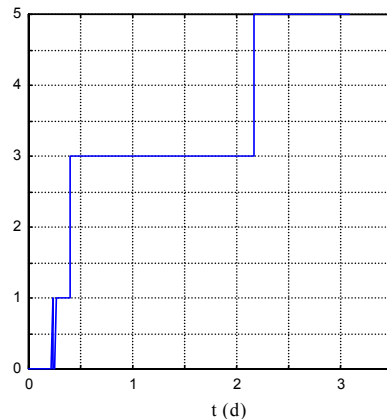


Figura 6.16. Diagnose do estado de acidificación no experimento de sobrecarga hidráulica ($TRH = 1 d$, $S_i = 15 g DQO/l$, $VCO = 15 kg DQO/m^3 \cdot d$).

Neste caso o diagnóstico nas áreas de caudais, temperatura e tendencia foi moi claro, á vista da evolución dos datos do proceso (Figura 6.15). A Figura 6.17, correspondente ós fallos relativos a caudais de alimentación ou recirculación, indica un caudal de alimentación demasiado alto (Fallo 2) durante todo o experimento. Polo que respecta á temperatura, o sistema de control non tivo capacidade para mante-los valores adecuados dentro do reactor, debido ó elevado

caudal de alimentación (Fallo 2). En canto á tendencia do proceso, durante os dous primeiros días detectouse un estado 2 ("o proceso tende a empeorar"); e posteriormente un estado 3 ("o proceso presenta un estado crítico pseudoestacionario") ata o final do experimento, correspondente á sobrecarga hidráulica, dado que non se cambiaron as condicións de operación.

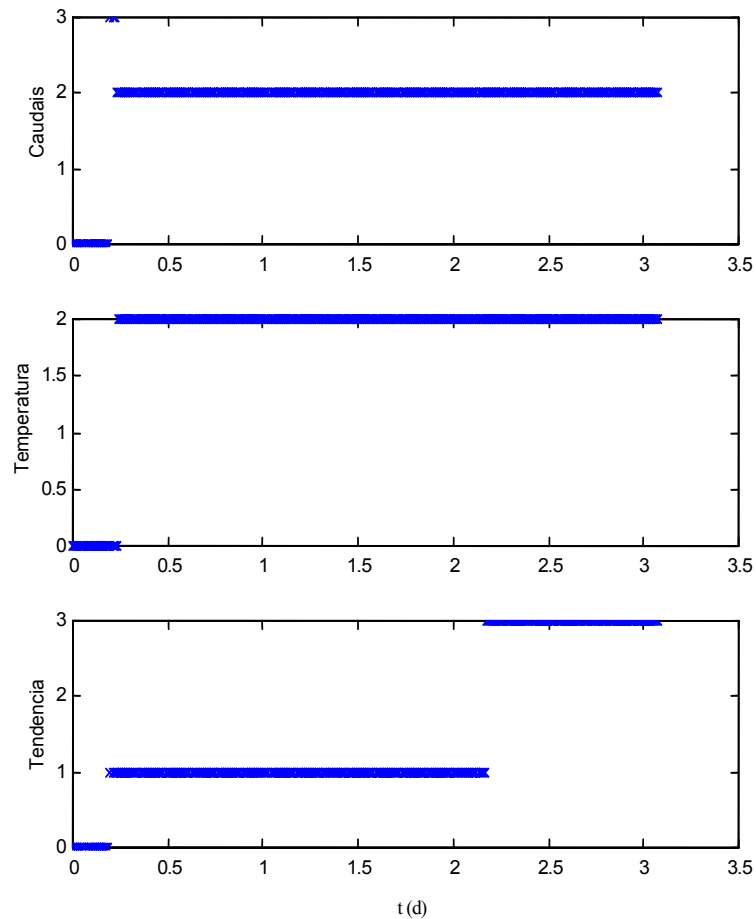


Figura 6.17. Diagnose de caudais, temperatura e tendencia no experimento de sobrecarga hidráulica ($TRH = 1 d$, $S_i = 15 g DQO/l$, $VCO = 15 kg DQO/m^3 \cdot d$).

3.3.3 Sobrecarga orgánica

Decidiuse establecer un protocolo experimental que permitira testa-lo modo de alimentación en continuo, así como a resposta de diagnóstico a unha sobrecarga orgánica. O experimento consistiu nun incremento repentino da concentración de DQO do influente, mantendo ese valor durante unha semana, e recuperando posteriormente o valor previo tras unha parada da bomba de alimentación durante un fin de semana. O TRH mantido durante o experimento foi de 3 días, variando a concentración de influente dende 5 ata 25, e finalmente de novo 5 g DQO/l, aplicando polo tanto velocidades de carga orgánica sucesivas de 1,67, 8,33 e de novo 1,67 kg DQO/m³·d. O esquema seguido móstrase na Figura 6.18.

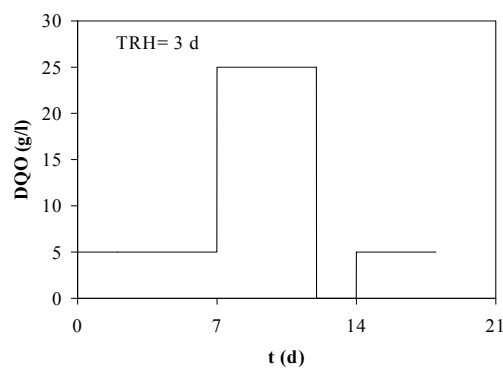


Figura 6.18. Protocolo experimental.

Durante a sobrecarga o caudal de gas aumentou proporcionalmente ó aumento de VCO do influente, equivalendo a cinco veces o valor de partida. A resposta dos compoñentes traza do biogás manifestouse soamente no CO, xa que non se puideron medir variacións na concentración de hidróxeno. O aumento na concentración de CO soamente se puido apreciar cando a porcentaxe de CH₄ xa presentaba o valor mínimo acadado durante o experimento (35 %), dificultando, polo tanto, o emprego desta variable como un sinal de previsión sobre problemas operacionais. O pH controlouse mediante o incremento da adición de bicarbonato, mantendo o seu valor sempre por encima de 6,5 durante todo o experimento.

Os resultados obtidos neste experimento móstranse na Figura 6.19. A forma de alimentación en continuo deu lugar a menos interferencias (eléctricas, ruído, etc.) sobre o sinal subministrado polos dispositivos de medida en xeral, e en particular, sobre o caudal de gas de saída do reactor e a súa composición, co que se simplificou a filtración do sinal de proceso. Sen embargo, presentáronse outras interferencias no caudal de gas e na súa composición debido á aspiración de aire que tivo lugar no reactor, provocada por diferencias de presión entre o interior e o

exterior do dixestor cando se traballa a caudais elevados de alimentación e recirculación.

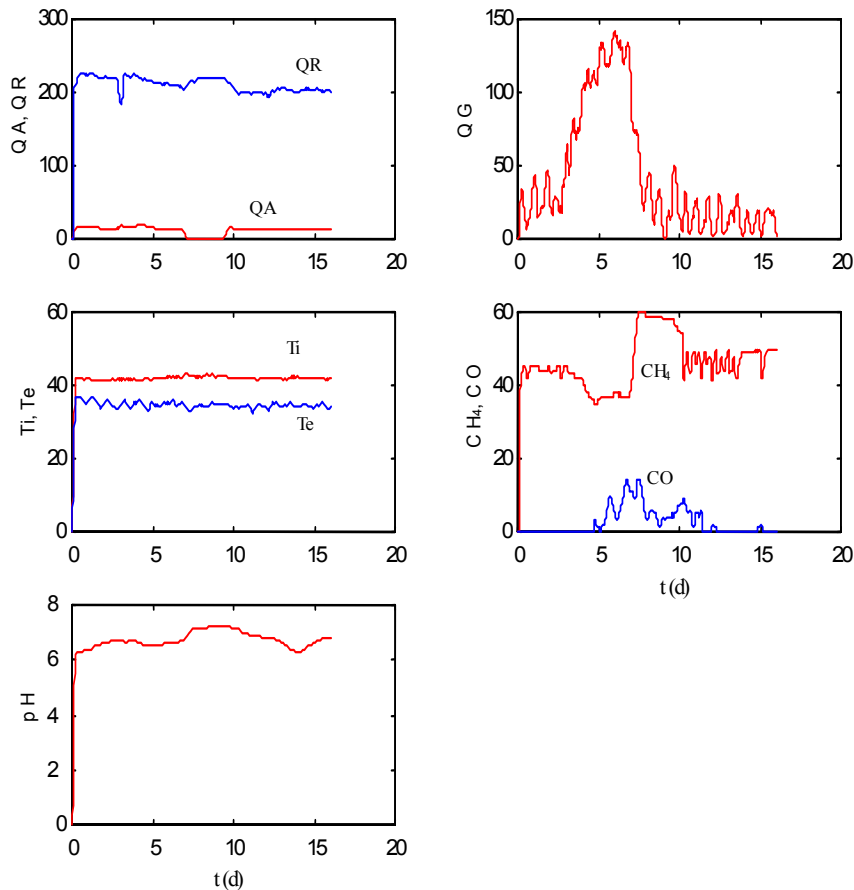


Figura 6.19 Evolución dos datos filtrados no experimento de sobrecarga orgánica. QA - Caudal de alimentación; QR - Caudal de recirculación; QG - Caudal de gas; Ti - Temperatura do influente; Te - Temperatura do efluente (TRH = 3 d; DQO = 5→25→5 kg/m³; VCO = 1,67→8,33→1,67 kg DQO/m³·d).

Na Figura 6.19 pódese observar cómo a composición de metano no biogás descende gradualmente dende 45 ata 35 % dos días 3 ó 5, debido ó aumento de DQO do influente, detectando así mesmo 3 ppm de CO no gas, co cal se diagnostica unha acidificación baixa debida á sobrecarga orgánica (2) (Figura 6.20). Dos días 5 ó 7 mantívose o valor da porcentaxe de CH₄ no biogás, así como o do caudal do gas, cun incremento gradual da concentración de CO ata 17 ppm. Isto levou a un diagnóstico de acidificación media debida a unha sobrecarga

orgánica, sen chegar a sobrecarga, xa que se mantivo o pH e a porcentaxe de CH₄ sen variacións. Cando se parou a bomba de alimentación durante 2 días (días 7-9), a porcentaxe de CH₄ aumentou de novo ata o 60 %, recuperando o valor inicial (anterior á sobrecarga) despois da parada de dous días da bomba de alimentación.

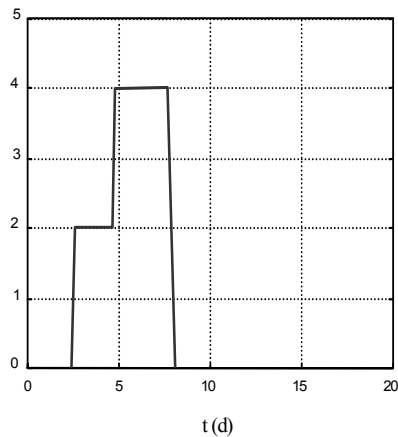


Figura 6.20. Diagnose do estado de acidificación no experimento de sobrecarga orgánica (TRH = 3 d; DQO = 5→25→5 kg/m³; VCO = 1,67→8,33→1,67 kg DQO/m³·d).

Os resultados obtidos da diagnose de caudais, temperatura e tendencia deste experimento móstranse na Figura 6.21. Na Figura 6.21 pódese apreciar a detección da parada da bomba de alimentación (1) durante os días 7-9, coincidindo co fin de semana de parada. Os resultados acadados con respecto ás tendencias mostran os estados 1 ("o proceso tende a empeorar") cando se detectou acidificación baixa e media, e o estado 2 ("o proceso tende a mellorar") coa parada da bomba e o aumento progresivo na porcentaxe de metano ata o 60 % (Figura 6.19), así como no descenso do caudal de biogás ata valores normais, e da súa concentración de CO ata cero.

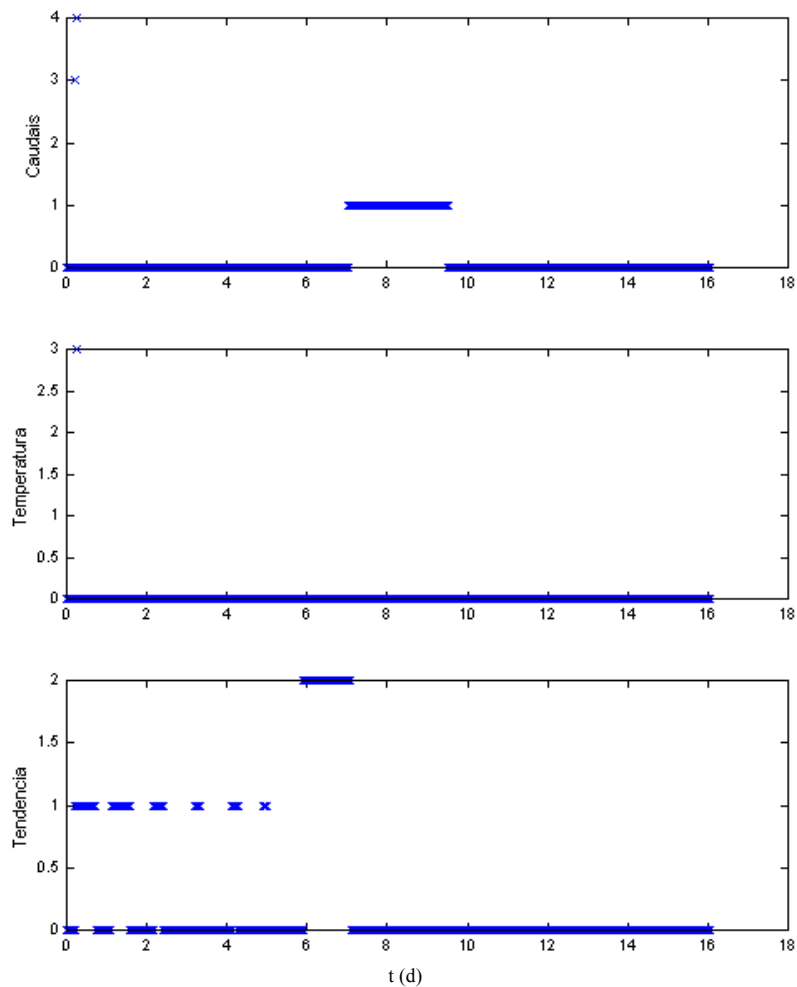


Figura 6.21. Diagnose de caudais, temperatura e tendencia no experimento de sobrecarga orgánica (TRH = 3 d; DQO = 5 → 25 → 5 kg/m³; VCO = 1,67 → 8,33 → 1,67 kg DQO/m³·d).

3.3.4 Perspectivas

O seguinte paso que permitiría mellora-lo proceso de diagnose sería a *fuzzificación* das variables, co fin de aplicar ferramentas *fuzzy* para diagnostica-lo estado do proceso. Dous aspectos nos que se está a explorar son a variación da certeza dun

fallo con respecto á súa repetición no tempo, e o emprego de relacións físicas coñecidas entre as diferentes variables do proceso co fin de estandarizalo máximo posible a variabilidade da magnitude do sinal nos diferentes experimentos ou en diferentes condicións experimentais.

Unha primeira aproximación da *fuzzificación* das variables do proceso móstranse na Figura 6.22, nas que se μ representa o grao de pertencencia. Tamén se considerou a concentración de H_2 no biogás de acordo cos resultados obtidos dos últimos experimentos nos que se monitorizou a devandita variable.

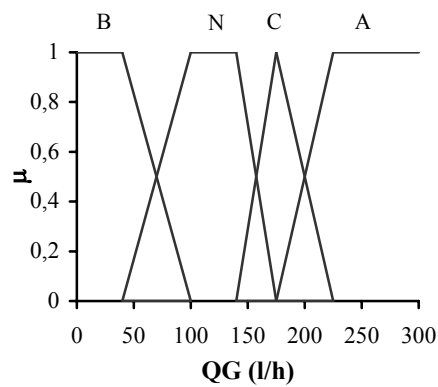


Figura 6.22a. Caudal de gas (QG)

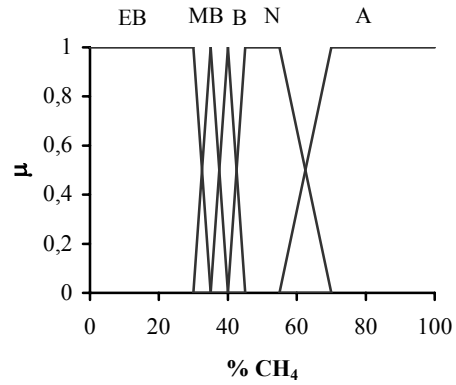


Figura 6.22b. Porcentaxe CH_4

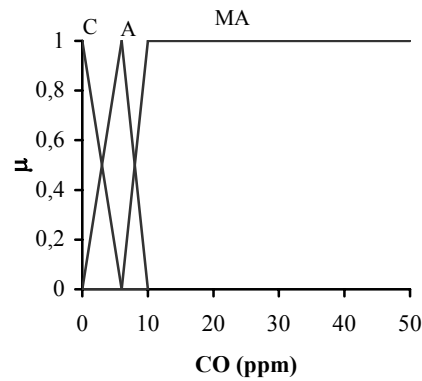


Figura 6.22c. Composición CO

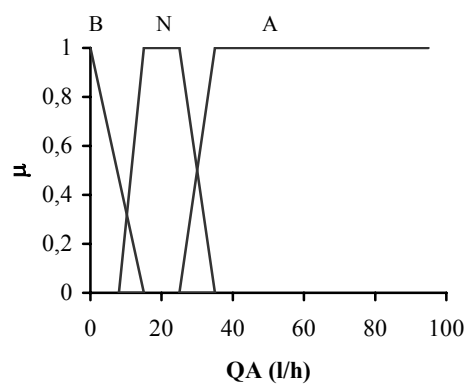


Figura 6.22d. Caudal de alimentación (QA)

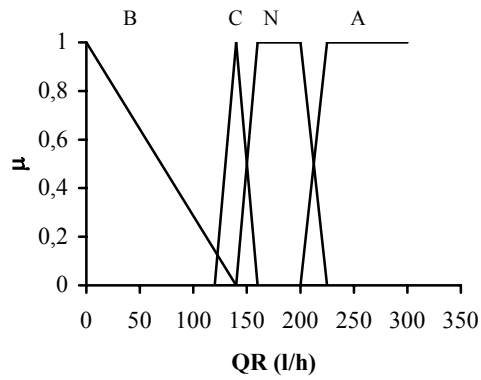


Figura 6.22e. Caudal de recirculación (QR)

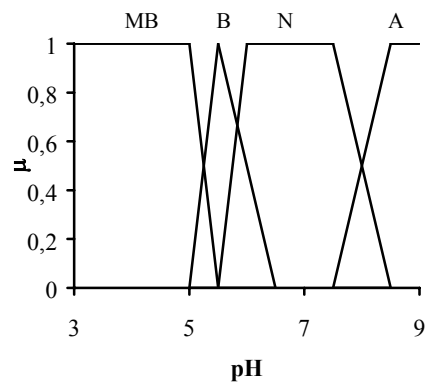


Figura 6.22f. pH

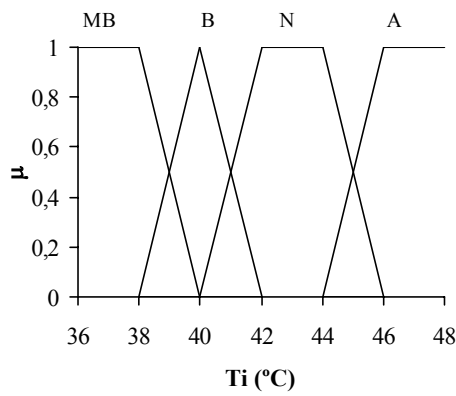


Figura 6.22g. Temperatura do influente (Ti)

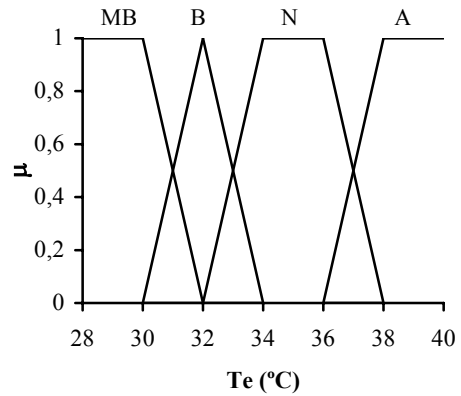


Figura 6.22h. Temperatura do efluente (Te)

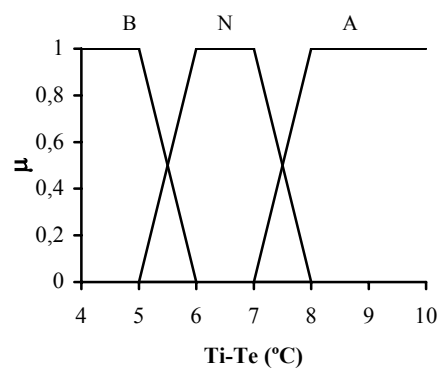


Figura 6.22i. Intervalo de temperatura (dT)

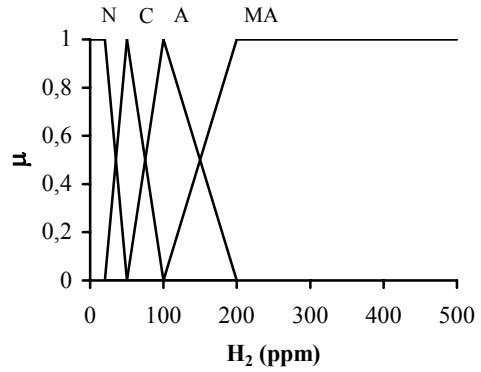


Figura 6.22j. Composición de H₂

Figura 6.22. Funcións de pertencia das variables do proceso. EB- Extremadamente Baixo; MB- Moi Baixo; B- Baixo; N- Normal; C- Crítico; A- Alto; MA- Moi Alto.

Tendo en conta que cada unha das variables aporta unha información que debe ser analizada de forma particular, pódense establecer diferentes estruturas *fuzzy* para cada unha delas. Os universos de discurso das variables asociadas ó proceso foron particionadas en sete valores lingüísticos, representados mediante funcións de pertenza de forma triangular e trapezoidal para obter unha diagnose máis detallada.

4 Conclusións

Neste capítulo desenvólvese un sistema de adquisición e diagnose cunha combinación PLC-PC, aplicado ó tratamento anaerobio de auga residual da industria productora de taboleiro de fibra. A flexibilidade, fiabilidade e seguridade do sistema desenvolvido fan que sexa adecuado para o seu emprego en entornos industriais, permitindo operar unha planta anaerobia de tratamento de auga residual en diferentes graos de control, incluso cando algún dos elementos está fóra de servicio.

O PLC permite establece-las súas propias consignas no caso de querer levar a cabo un control máis simple do que se podería realizar dende o PC, ou ben cando este último non está a funcionar. O software desenvolvido e implementado no PC permite adquirir-los sinais de forma simple, así como a súa filtración para a eliminación de ruidos e artefactos e o seu almacenamento en bases de datos. Estas tarefas leváronse a cabo empregando un programa soporte en Visual Basic. Os módulos de filtración e almacenamento de datos, desenvolvidos en Matlab e MS Access, respectivamente, son xestionados dende o programa soporte. O módulo de diagnose, desenvolvido en Matlab, analiza a resposta dos diferentes sensores e determina o estado do proceso, permitindo prever posibles desestabilizacións antes de que tivesen lugar, ó aportar información sobre a tendencia. Os resultados obtidos da diagnose mostran que o sistema ten capacidade para determinar anomalías na operación dos microorganismos establecendo o estado de acidificación actual cun rango que vai dende a normalidade na operación ata a sobrecarga por causas orgánicas ou hidráulicas, pasando por dous estados intermedios. Así mesmo, tamén se poden determinar fallos nos elementos mecánicos do sistema, que afectan ós caudais ou ás temperaturas, e que poderían levar a estados de inestabilidade. A determinación da tendencia permite ter coñecemento sobre o estado futuro do sistema e tomar precaucións para evitar desestabilizacións que poderían danar ós microorganismos. Os resultados da diagnose son, así mesmo, almacenados na base de datos como estados previos do sistema.

As medidas *on-line* das diferentes variables como o caudal de gas ou a composición de CH₄, CO e H₂ empréganse conxuntamente de forma eficaz para a determinación do estado real do sistema. Nalgúns casos, a perturbación afecta máis a unha variable que a outra, por exemplo cando tivo lugar un fallo de temperatura, o parámetro máis sensible, e que presentou un incremento maior e máis rápido foi o H₂ na fase gas. Ademais, cando se produciron sobrecargas hidráulicas ou orgánicas, detectouse CO na fase gas, aínda que a variación da composición de CH₄ foi sempre, polo menos, tan rápida coma as outras variables e nalgúns casos máis rápida.

5 Referencias

- Alatiqi I.M., Dadkhah A.A. and Jabr N.M. (1990). Dynamics and multivariable control analysis for anaerobic digestion. *Chem. Eng. Journal*. **43**, 81-89.
- Andrews J.F. (1969). Dynamic model of the anaerobic digestion process. *J. Sanit. Eng. Div. Proc. ASCE*. **95**(1), 95-116.
- Astola J., Haavisto P. and Neuvo Y. (1990). Vector Median Filters. *Proceedings of the IEEE*. **78**(4), 678-689.
- Bastin G. and Dochain D. (1990). *On-line estimation and adaptive control of bioreactors*. Elsevier Ed. Amsterdam, The Netherlands.
- Bernard O., Dochain D., Genovesi A., Puñal A., Pérez Alvarino D., Steyer J.P. and Lema J.M. (1998). Software sensor design for an anaerobic wastewater treatment plant. In: *Proceedings of International Workshop on Decision and Control in Waste Bio-Processing. (on CD-ROM)*, 212-213. February, 25-27th. Narbonne, France.
- Boscolo A., Mangiavacchi C., Drius F., Rongione F., Pavan P. and Cecchi F. (1993). Fuzzy control of an anaerobic digester for the treatment of the organic fraction of municipal solid waste (MSW). *Water Sci. Technol.* **27**(2), 57-68.
- Buffière P., Steyer J.P. and Moletta R. (1995) A new control strategy for highly loaded anaerobic digestion processes. In: *Proceedings of International Workshop on Monitoring and Control of Anaerobic Digestion Process*, 85-89. December, 6-7th. Narbonne, France.
- Buhr H.O. and Andrews J.F. (1977). The thermophilic anaerobic digestion process. *Water Res.* **11**, 129-143.
- Chynoweth D.P., Svoronos S.A., Lyberatos G, Harman J.L., Pullammanappallil P.D., Owens J.M. and Peck M.J. (1994). Real-time expert system control on anaerobic digestion. *Water Sci. Technol.* **30**(12), 21-29.
- Denac M., Miguel A. and Dunn I.J. (1988). Modelling dynamic experiments on the anaerobic degradation of molasses wastewater. *Biotechnol. Bioeng.* **31**, 1-10.
- Denac M., Lee P.L., Newell R.B. and Greenfield P.F. (1990). Automatic control of effluent quality from a high-rate anaerobic treatment system. *Water Res.* **24**(5), 583-586.
- Dochain D., Bastin G. (1984). Adaptive identification and control algorithms for non-linear bacterial growth systems. *Automatica*. **20**, 621-634.
- Dochain D., Bastin G. (1985). Stable adaptive controllers for waste treatment by anaerobic digestion. *Environ. Technol. Letters*. **6**, 584-593.

- Dochain D., Perrier M. and Pauss A. (1991). Adaptive control of the hydrogen concentration in anaerobic digestion. *Ind. Eng. Chem. Res.* **30**, 129-136.
- Emmanouilides C. and Petrou L. (1997). Identification and control of anaerobic digesters using adaptive, on-line trained neural networks. *Computers Chem. Eng.* **21**(1), 113-143.
- Fell C.J. and Wheatley A.D. (1995) A comparison of adaptive and neural network control models for the anaerobic digestion of industrial effluents. In: *Proceedings of International Workshop on Monitoring and Control of Anaerobic Digestion Process*, 85-89. December, 6-7th. Narbonne, France.
- Fernández J.M., Méndez R. and Lema J.M. (1995). Anaerobic treatment of Eucalyptus fibreboard manufacturing wastewater by a hybrid USBF lab-scale reactor. *Environ. Technol.* **16**(7), 677-684.
- Giraldo-Gómez E. and Duque M. (1998). Automatic start-up of a high rate anaerobic reactor using a fuzzy logic control system. In: *Fifth Latin-american Workshop-Seminar Wastewater Anaerobic Treatment*. October, 27-30th. Viña del Mar, Chile.
- Guwy A.J., Hawkes F.R., Wilcox S.J. and Hawkes D.L. (1997). Neural network and on-off control of bicarbonate alkalinity in a fluidised-bed anaerobic digester. *Water Res.* **31**(8), 2019-2025.
- Häck M and Köhne M. (1996). Estimation of wastewater process parameters using neural networks. *Water Sci. Technol.* **33**(1), 101-115.
- Heinzle E., Dunn I.J. and Ryhiner G.B. (1993). Modelling and control of anaerobic wastewater treatment. *Advances Biochem. Eng. Biotechnol.* **48**, 79-114.
- Henze M. (1997). Trends in advanced wastewater treatment. *Water Sci. Technol.* **35**(10), 1-4.
- Huber D., Hitzmann B. and Rode M. (1991). Advanced control methods and expert systems. *BFE.* **8**(6), 348-354.
- Jenkins S.R. Morgan J.M. and Sawyer C.L. (1983). Measuring anaerobic sludge digestion and growth by a simple alkalimetric titration. *J.W.P.C.F.* **55**(5), 448-453.
- Kispert R.G., Stafford D.A., Wentworth R.L. and Crabtree D. (1995). Development and installation of a remote process control system for anaerobic digestion. In: *Proceedings of International Workshop on Monitoring and Control of Anaerobic Digestion Process*, 85-89. December, 6-7th. Narbonne, France.
- Konstantinov K.B. (1993). Control of bioprocesses using knowledge based approaches. In: *Proceedings of Annual Meeting of Society for Fermentation and Bioengineering*, **4**, 253-265. November. Osaka, Japan.

-
- Konstantinov K.B., Aarts R. and Yoshida T. (1993). Expert Systems in bioprocess control: requisite features. In: Fiechter A. (Ed.). *Advances Biochem. Eng. Biotechnol.* **48**, 169-191. Springer-Verlag. Berlin, Germany.
- Ladiges G. and Kayser R. (1993). On-line and off-line expert systems for the operation of wastewater treatment plants. *Water Sci. Technol.* **28**(11/12), 315-323.
- Ladiges G. and Kayser R. (1994). Applied off-line expert system for effluent, operational and technical problems of wastewater treatment plants. *Water Sci. Technol.* **30**(2), 157-164.
- Labarrere M., Krief J.P. and Gimonet B. (1982). *Le filtrage et ses applications*. Ed. Cepadues. Paris, France.
- Lema, J.M., Méndez, R., Iza, J., García, P. and Fernández-Polanco, F. (1991). Chemical reactor engineering concepts in design and operation of anaerobic treatment processes. *Wat. Sci. Technol.*, **24**(8), 79-86.
- Lorenzo A., Puñal A., Roca E., Hernández C. and Lema J.M. (1998). A PLC-PC real time data acquisition and supervision system for industrial wastewater treatment plants. In: *Proceedings of International Workshop on Decision and Control in Waste Bio-Processing. (on CD-ROM)*. February, 25-27th. Narbonne, France.
- Marsili-Libelli A. and Müller A. (1996). Adaptive fuzzy pattern recognition in the anaerobic digestion process. *Pattern Recognition Letters.* **17**, 651.
- Moletta R., Escoffier Y., Ehlinger F., Coudert J.P. and Leyris J.P. (1994). On-line automatic control system for monitoring an anaerobic fluidized bed reactor: Response to organic overload. *Water Sci. Technol.* **30**(12), 11-20.
- Monroy O., Álvarez-Ramírez J. and Fermat R. (1996). A mass balance strategy for the robust control of anaerobic digestion. In: *Proceedings of International Workshop on Monitoring and Control of Anaerobic Digestion Process*, 52-56. December, 6-7th. Narbonne, France.
- Monroy O., Álvarez-Ramírez J., Cuervo F. and Fermat R. (1996). An adaptive strategy to control anaerobic digesters for wastewater treatment. *Ind. Eng. Chem. Res.* **35**, 3442.
- Mosey F.E. (1983). Mathematical modelling of the anaerobic digestion process: Regulatory mechanisms for the formation of short-chain volatile fatty acids from glucose. *Water Sci. Technol.* **15**, 209-232.
- Mindriany S., Wisjnuaprpto and Liza (1997). Recirculation rate as process control in palm oil mill effluent biodegradation at acidogenic phase of two-stage anaerobic digestion using circulating bed reactor. In: *Proceedings of 8th International Conference on Anaerobic Digestion.* **3**, 63-66. May, 25-29th. Sendai, Japan.
-

-
- Müller A., Marsili-Libelli S., Aivasidis A., Lloyd T., Kroner S. and Wandrey C. (1997). Fuzzy control of disturbances in a wastewater treatment plant. *Water Res.* **31**(12), 3157-3167.
- Pavlostathis S.G. and Giraldo-Gómez E. (1991). Kinetics of anaerobic treatment. *Water Sci. Technol.* **24**(8), 35-59.
- Premier G.C., Dinsdale R., Guwy A.J., Hawkes F.R., Hawkes D.L. and Wilcox S.J. (1997). Simple black-box models predicting potential control parameters during disturbances to a fluidised bed anaerobic reactor. *Water Sci. Technol.* **36**(6/7), 229-237.
- Pullammanappallil P.D., Ramsay I.R., Newell R.B., Keller J., Lee P.L. and Newland M. (1995). An automatic online decision support system for the operation of high-rate anaerobic wastewater treatment plants. In: *Proceedings of International Workshop on Monitoring and Control of Anaerobic Digestion Process*, 85-89. December, 6-7th. Narbonne, France.
- Pullammanappallil P.C., Svoronos S.A., Chynoweth D.P. and Lyberatos G. (1998). Expert systems for control of anaerobic digesters. *Biotechnol. Bioeng.* **58**(1), 13-22.
- Puñal A., Lorenzo A., Roca E., Hernández C. and Lema J.M. (1999). Advanced monitoring of an anaerobic pilot plant treating high strength wastewaters. *Water Sci. Technol.* (in press).
- Ragot J., Darouach M., Maquin D. and Bloch G. (1990). *Validation de données et diagnostic*. Ed. Hermes. Paris, France.
- Renard P., Dochain R., Bastin G., Naveau H. and Nyns E. J. (1988). Adaptive control of anaerobic digestion process. A pilot-scale application. *Biotechnol. Bioeng.* **31**, 287-294.
- Ripley L.E., Boyle W.C. and Converse J.C. (1986). Improved alkalimetric monitoring for anaerobic digestion of high strength wastes. *J.W.P.C.F.* **58**(5), 406-411.
- Serra P., Lafuente J., Moreno R., de Prada C. and Poch M. (1993). Development of a real-time expert system for wastewater treatment plants control. *Control Eng. Practice.* **1**(2), 329-335.
- Shimizu K. and Ye K. (1995). Development of intelligent bioreactor systems. *Sensors and Materials.* **7**(4), 233-247.
- Simeonov I. and Stoyanov S. (1995). Dynamic output compensator control of methane fermentation. In: *Proceedings of International Workshop on Monitoring and Control of Anaerobic Digestion Process*, 30-35. December, 6-7th. Narbonne, France.

- Soto M., Veiga M.C., Méndez R. and Lema J.M. (1989). Semi-micro COD determination method for high salinity wastewater. *Environ. Technol. Lett.* **10**(5), 541-548.
- Steyer J.P., Amouroux M. and Moletta R. (1995). Process modelling and control to improve stable operation and optimisation of anaerobic digestion processes. In: *Proceedings of International Workshop on Monitoring and Control of Anaerobic Digestion Process*, 30-35. December, 6-7th. Narbonne, France.
- Steyer J.P., Rolland D., Bouvier J.C. and Moletta R. (1997). Hybrid fuzzy neural network for diagnosis - Application to the anaerobic treatment of wine distillery wastewater in a fluidized bed reactor. *Water Sci. Technol.* **36**(6/7), 209-217.
- Wilcox S.J., Hawkes D.L., Hawkes F.R. and Guwy A.J. (1995). A neural network based on bicarbonate monitoring to control anaerobic digestion. *Water Res.* **29**(6), 1465-1470.
- Zadeh L.A. (1965). Fuzzy sets. *Information and control.* **8**, 338.

Conclusiones

Conclusiones

Neste traballo preséntanse diferentes estratexias para a posta en marcha, operación e control de reactores anaerobios de tratamento de augas residuais.

No capítulo tres faise un estudio comparativo da operación de dous filtros anaerobios (UAF), un deles alimentado de forma habitual (R1), mentres que no outro a alimentación é repartida en catro tomas distribuídas ó longo do dixestor (R2). A diferenza máis importante entre a operación dun filtro anaerobio de fluxo ascendente (UAF) mono-alimentado vs. un multi-alimentado estriba no comportamento hidrodinámico e na distribución de substrato ó longo do dixestor. A característica desexada é a mestura completa na fase líquida, xa que permite manter un nivel baixo de produtos intermedios de degradación, coma os AGV, favorecendo así a estabilidade do sistema. Por outro lado, mellórase o contacto entre os diferentes grupos tróficos, co que se favoreceron as diferentes reaccións na ruta metabólica (así coma a transferencia do intermediato hidróxeno). Cando a alimentación se introduce distribuída ó longo do sistema, o efecto de dilución obtido é semellante, en termos de concentración total, ó que se conseguiría recirculando unha fracción do efluente á entrada do sistema. Sen embargo, as características do substrato nas diferentes entradas son máis similares, co que o efecto de homoxeneidade no desenvolvemento dos diferentes grupos tróficos ó longo do reactor é maior. Por outro lado, a boa mestura conseguida na fase líquida mediante a estratexia de multi-alimentación confirmase polo feito de que o comportamento hidrodinámico é próximo a un RCTA.

A mestura na fase líquida e as características máis homoxéneas no substrato en todo o sistema, afectou ó diferente desenvolvemento da biomasa dentro dos dous UAF, mono-alimentado e multi-alimentado, o que explica a maioría das vantaxes obtidas cando se aplica a estratexia de multialimentación. O sistema multialimentado desenvolveu unha cantidade menor de biomasa, pero máis activa que no caso do monoalimentado. Os agregados bacterianos en R2 están máis balanceados en termos de diferentes grupos tróficos (hidrolíticos, acidoxénicos e metanoxénicos), o que permite obter unha actividade máis homoxénea nas diferentes zonas do sistema. En R2 o volume útil calculado ó final da operación é dun 87 %, mentres que en R1 soamente un 65 % permanece activo, maiormente debido á acumulación de biomasa. Aínda que non se esperaba unha diferenza no rendemento de biomasa nos reactores, este feito pode ser explicado por dúas razóns: i) A maior actividade metanoxénica do lodo na parte inferior de R2 produce unha maior velocidade de produción de gas, co que se favorece a expansión do lodo e a máis fácil saída do biogás, o que supón un importante axente de mestura; e ii) O incremento de fluxo bifásico (gas /líquido) en R2 provocou

unha maior fricción entre o fluído e o lodo, co que se facilita o continuo lavado de pequenas partículas de biomasa. Como consecuencia desto, obsérvase que a maior parte da biomasa ocluída en R2 formou gránulos densos, mentres que en R1 parte da biomasa, especialmente na zona inferior, presenta unha natureza floculenta.

As diferencias en eficacia nos dous sistemas fanse máis relevantes cando se traballa a altas VCO. Inicialmente, a una VCO inferior a 8 kg DQO/m³·d observáronse comportamentos similares en ámbolos reactores, pero a valores maiores, R2 mantivo sempre eficacias maiores en termos de eliminación de DQO. R2 mostrou soportar mellor que R1 ámbolos tipos de sobrecarga, orgánica e hidráulica, xa que recuperou o seu funcionamento normal nun período de tempo máis curto. Poderíase dicir que se obtén unha operación máis eficiente e estable cando se alimenta un filtro anaerobio *via* múltiples entradas, sendo estas vantaxes máis significativas cando se opera a altas velocidades de carga orgánica. A estratexia de multialimentación permite eliminar, ou polo menos minimizar, os dous problemas máis importantes cando se traballa con UAF: i) a existencia de camiños preferenciais e a obturación do leito; e ii) a baixa eficacia na parte superior do reactor.

No capítulo catro propónse unha nova estratexia de posta en marcha, baseada na modificación da relación C/N da alimentación. Consiste en manter unha alimentación baixa en nitróxeno durante as dúas primeiras semanas de operación e un posterior cambio a unha alimentación balanceada en nitróxeno. Esta estratexia implementouse nun reactor filtro anaerobio (FA) a escala de laboratorio e probouse durante un mes, comparando os resultados cos obtidos nun reactor alimentado con substrato balanceado en Nitróxeno dende a posta en marcha. A limitación en Nitróxeno na alimentación a un reactor anaerobio de biopelícula durante a primeira fase da posta en marcha favorece a adhesión bacteriana, aínda que cando esta limitación se prolonga, produce un crecemento máis baixo da biomasa. Tamén se comproba que non hai un descenso significativo na concentración de biomasa suspendida, nin nas actividades metanoxénicas específicas, asociado coa maior adhesión durante este curto período. De acordo co que se observou, conclúese que unha deficiencia de nitróxeno promove unha maior produción e liberación ó medio de SPE, que poden ser particularmente beneficiosas para a adhesión da primeira capa de microorganismos. A nova estratexia permite obter unha maior adhesión da biomasa sobre o soporte (36 % maior en SSV), aínda que as concentracións de biomasa ocluída se manteñen, sendo maior en ámbolos casos a actividade metanoxénica específica dos lodos. Como resultado, a capacidade metanoxénica do reactor é un 20% maior que a correspondente ó sistema alimentado con substrato balanceado. A estratexia podería implementarse en sistemas a maior escala, xa que non se atoparon desvantaxes no seu emprego. Dende un punto de vista práctico, e tendo en conta que unha relación C/N dada

podería obterse mediante a adición dunha fonte de Carbono (p.e. azucres), a súa aplicación sería factible e polo tanto xustificada en casos reais, xa que non existen problemas asociados coa dispoñibilidade de substratos limitados en nitróxeno.

No capítulo cinco preséntase o desenvolvemento dun sistema de control para a posta en marcha automática de reactores anaerobios. O software implementado presenta a ventaxa de empregar somentes unha variable do proceso adquirida de forma *on-line*, a produción de biogás. Sen embargo, para realiza-lo balance que determina a actuación precísanse outras variables introducidas *off-line*, tales como a porcentaxe de metano no biogás e a DQO da alimentación.

A estratexia, aplicada a un reactor alimentado en descontinuo, presentou o problema de ter que fixar a porcentaxe de carga orgánica residual ($\% \text{CO}_{\text{res}}$) como parámetro que determina a actuación. Este parámetro ten que ser seleccionadofixado de forma arbitraria, baseándose no coñecemento adquirido e resultou insuficiente para operar de forma autónoma, polo que se recorreu á implementación dunha segunda variable: o múltiplo do tempo de espera máximo entre pulsos de gas k . O emprego conxunto de ámbalas variables permitiu mellora-la autonomía do sistema, sen necesidade da interacción do operario, excepto para resolve-los problemas de tipo mecánico ou hidráulico que apareceron na montaxe. Operando desa forma acadouse unha carga de influente de 9 kg DQO/m³·d en 33 días de operación, cunha eficacia en termos de eliminación de DQO superior ó 90 %, alimentando unha auga residual de 22 g DQO /l. Estas condicións foron acadadas mediante o autoaxuste da propia estratexia de arranque cuns valores de $\% \text{CO}_{\text{res}}$ e de k establecidos en 25-35 % e 5, respectivamente. Viuse que o intervalo encontrado para a porcentaxe de carga residual depende do propio proceso, así como do momento no que se atopa a operación, xa que cos valores máis baixos resulta moi lento o primeiro arranque do sistema, mentres que unha vez que comenza a operación é aconsellable traballar cos valores máis baixos para evitar sobrealimentacións. O valor de k depende fundamentalmente do grao de seguridade que se precise no sistema, xa que del depende a activación da alimentación nos posibles períodos de estancamento na produción de gas.

O problema que supón fixa-la $\% \text{CO}_{\text{res}}$ como un valor fixo, púidose solucionar operando con alimentación en continuo, xa que eso permite establecer un intervalo da porcentaxe de VCO_{res} de actuación cun nivel máximo e un mínimo, en canto dun valor único, o que lle dá unha maior flexibilidade ó sistema. Este modo de operación permite efectua-lo balance en continuo, aínda que debido ás características do medidor de gas, o balance levouse a cabo de forma pseudo-continua. Desta maneira acadouse una carga de influente de 9-12 kg DQO/m³·d e unha eficacia de eliminación da DQO superior ó 95 % en 41 días de operación. A auga residual alimentada tiña unha concentración de 9 g DQO/l, mentres que o rango establecido para a porcentaxe de VCO_{res} foi, inicialmente, 40-50 % e,

finalmente, 50-70 %. Este cambio no modo de operación permitiu obter unha aplicación con capacidade para facer autoaxuste da VCO que o sistema pode tratar, xa que a propia estratexia introduce as alternativas de aumento, descenso ou mantemento da velocidade de carga orgánica de influente actual. Isto permite o emprego da estratexia, non só para realiza-la posta en marcha, senón tamén para a operación do equipo en estado estacionario ou en casos propios de estados non-estacionarios, como poden se-las entradas de axentes inhibitorios no reactor, shocks térmicos, etc.

As limitacións do sistema de medición de gas foron a principal causa de desaxustes no balance de materia e, consecuentemente, na estratexia de operación, xa que se trata da variable clave do proceso para determina-la actuación. O emprego dun caudalímetro máis fiable para o obxectivo de control permitiría elimina-la causa fundamental de cambios bruscos nas condicións de operación.

No capítulo seis desenvólvese un sistema de adquisición e diagnose cunha combinación PLC-PC, aplicado ó tratamento anaerobio de auga residual da industria productora de taboleiro de fibra. A flexibilidade, fiabilidade e seguridade do sistema desenvolvido fan que sexa adecuado para o seu emprego en entornos industriais, permitindo operar unha planta anaerobia de tratamento de auga residual en diferentes graos de control, incluso cando algún dos elementos está fóra de servicio.

O PLC permite establece-las súas propias consignas no caso de querer levar a cabo un control máis simple do que se podería realizar dende o PC, ou ben cando este último non está a funcionar. O software desenvolvido e implementado no PC permite adquiri-los sinais de forma simple, así como a súa filtración para a eliminación de ruídos e artefactos e o seu almacenamento en bases de datos. Estas tarefas leváronse a cabo empregando un programa soporte en Visual Basic. Os módulos de filtración e almacenamento de datos, desenvolvidos en Matlab e MS Access, respectivamente, son xestionados dende o programa soporte. O modulo de diagnose, desenvolvido en Matlab, analiza a resposta dos diferentes sensores e determina o estado do proceso, permitindo prever posibles desestabilizacións antes de que tiveran lugar, ó aportar información sobre a tendencia. Os resultados obtidos da diagnose mostran que o sistema ten capacidade para determinar anomalías na operación dos microorganismos establecendo o estado de acidificación actual cun rango que vai dende a normalidade na operación ata a sobrecarga por causas orgánicas ou hidráulicas, pasando por dous estados intermedios. Así mesmo, tamén se poden determinar fallos nos elementos mecánicos do sistema, que afectan ós caudais ou ás temperaturas, e que poderían levar a estados de inestabilidade. A determinación da tendencia permite ter coñecemento sobre o estado futuro do sistema e tomar precaucións para evitar desestabilizacións que poderían danar ós

microorganismos. Os resultados da diagnose son, asimismo, almacenados na base de datos como estados previos do sistema.

As medidas *on-line* das diferentes variables como o caudal de gas ou a composición de CH₄, CO e H₂ empréganse conxuntamente de forma eficaz para a determinación do estado real do sistema. Nalgúns casos, a perturbación afecta máis a unha variable que a outra, por exemplo cando tivo lugar un fallo de temperatura, o parámetro máis sensible, e que presentou un incremento maior e máis rápido foi o H₂ na fase gas. Ademais, cando se produciron sobrecargas hidráulicas ou orgánicas, detectouse CO na fase gas, aínda que a variación da composición de CH₄ foi sempre, polo menos, tan rápida coma as outras variables e nalgúns casos máis rápida.

Conclusions

Conclusions

In this work different start-up, operational and control strategies applied to anaerobic wastewater treatment are studied.

In chapter three, a study comparing the operation of two upflow anaerobic filter reactors is carried out. One of the reactors is fed lower down (R1), while in the other one, the influent is distributed *via* four entrances along the filter (R2). The main difference between the operation of a multi-fed UAF *versus* a single-fed one is their different hydrodynamic behaviour and the substrate distribution throughout the system. A completely mixed behaviour in the liquid phase is a desirable characteristic in anaerobic digesters, because it helps the concentration of intermediate products of degradation, i.e., volatile fatty acids, to be maintained at a lower level, facilitating stability. Moreover, the contact between the different trophic groups is enhanced, allowing the whole metabolic pattern to be completed (i.e. the interspecies hydrogen transfer). When feed is introduced throughout the system, the diluting effect is similar, in terms of overall concentration, to the one obtained by recycling part of the effluent. However, the characteristics of the substrate at the different entrances are more similar, which causes a more homogeneous development of the different trophic groups from the bottom to the top. Moreover, good mixing in the liquid phase is achieved by the multi-fed strategy, as this policy leads to hydrodynamic behaviour close to the CSTR.

The two facts mentioned above, namely mixing in the liquid phase and the more homogeneous characteristics of substrate throughout the system, induce a distinct development of biomass within R2 and R1 Upflow Anaerobic Filters. This explains most of the advantages obtained when a multi-fed strategy is applied. A smaller quantity of a much more active biomass develops in the R2. The bacterial consortium throughout R2 is more balanced in terms of the different trophic groups (hydrolytic, acidogenic and methanogenic) and this results in a more homogeneous activity in the different zones of the system. A useful volume of 87% is calculated for the R2 at the end of the operation while only 65% of R1 remains active, mainly due to more biomass accumulation in R1. Although a different biomass yield in the MFR and SFR is not expected, its presence may be explained by two facts: i) The higher methanogenic activity of sludge in the lower part of the R2 causes greater gas evolution, which promotes sludge expansion, allowing biogas to be released easily, which is an important factor affecting mixing; and ii) The increased biphasic (gas /liquid) flow in the R2 promotes greater friction between the fluid and the sludge, which causes a more continuous wash-out of small biomass particles. As a consequence of this, most of the occluded biomass in the R2 is

observed to form dense granules, while in the SFR part of the biomass, especially in the lower part, has a flocculent aspect.

The differences in efficiency of both systems becomes more relevant when operating at high OLR. Initially, at OLR lower than 8 kg COD/(m³·d) similar behaviour is observed but, at higher values, the R2 always maintains superior efficiency in terms of COD removal. The R2 proves to be better than the R1 in resisting both hydraulic and organic overloads, as it recovers its normal behaviour in a shorter period of time. As a final conclusion, more stable and more efficient operation is obtained when an upflow anaerobic filter is fed *via* multiple entrances, these advantages being more significant at higher organic loading rates. The multi-fed strategy allows the system to overcome, or at least to minimize, the two main problems associated with the use of UAF: i) preferential paths and clogging of the bed; and ii) the low efficiency of the upper part of the reactor.

In chapter four a new strategy, based on modifying the C/N feed ratio, is proposed for the start-up of anaerobic filters. It consists of maintaining nitrogen low in the influent during the first two weeks followed by a N balanced feed. Such a strategy is successfully implemented on a laboratory scale UAF reactor during an experiment lasting one month. A second reactor fed with N balanced substrate from the start-up, is operated as a control. The nitrogen limitation in the influent during the first phase of the start-up of the fixed film anaerobic reactors proves to favour bacterial biofilm formation; nevertheless when such limitation is prolonged, it results in a low biomass growth. It is also observed that no significant decrease of suspended biomass concentration and specific methanogenic activities is associated with the higher adhesion during the aforementioned short phase. According to the experimental results, it may be assumed that the nitrogen deficiency increases the production of Extracellular polymeric substances. Measurements of EPS could be particularly helpful in determining the adhesion of the first microbial layer. This new strategy leads to the improvement of biofilm formation in the support material (36% higher in VSS), although the concentration of the occluded biomass does not change significantly. As a result of the C/N strategy, the specific methanogenic activity is found to be higher for both biomasses (occluded and adhered) and the overall methanogenic conversion rate of the reactor is 20% higher, compared to the control reactor fed with N balanced substrate. The new strategy lead to a 36% higher VSS content in the attached sludge and to a 3% lower VSS content in the occluded sludge. The methanogenic activity tests confirms all of the previous results. An 18% higher total methanogenic capacity is obtained with the new strategy. The increase is due to both attached and occluded biomass, whose specific activity slightly increases. This new strategy has a positive influence on the quantity of attached biomass without affecting either its activity, or the growth and activity of the occluded microorganisms, resulting in a 5% higher COD removal

efficiency. It is evident how such a C/N based strategy could contribute to speed up the start-up phase. The strategy could in principle be applied to real-scale systems, as no drawback was found. From a more practical point of view, since high C/N ratios can easily be obtained by adding organic carbon sources, e.g. carbohydrates, its application would be rather easy and economical.

In chapter five a control system for managing the start up of anaerobic reactors is presented. The software that was implemented allowed the manipulation of the feed flow rate, using the gas flow rate as the only on-line variable. However, to carry out the mass balance in the reactor it is necessary to supply the software with other off-line acquired parameters, such as the methane percentage in the biogas and the COD of the influent.

The strategy is applied to a fed-batch reactor, using the percentage of residual organic load (% OL_{res}) as the key control parameter, which is the organic load fraction not degraded, established on the basis of acquired knowledge. This variable alone is not sufficient to operate the system independently. Therefore, another variable representing the multiple of the waiting time between two gas pulses (k) was introduced into the program. By using these two variables, operation of the system is improved without operator interaction, except when mechanical or hydraulic problems occurred. By using this strategy, an influent OLR of 9 kg COD/m³·d is reached in only 33 days, obtaining efficiency values, in terms of COD removal percentage, higher than 90 %. The influent COD concentration was 22 g COD /l. The % OL_{res} and k values are automatically adjusted by the software by 25-35 % and 5, respectively. It is observed that the range of the percentage of residual load for proper operation, depends on the moment of the process, as well as the influent COD concentration. When the value of % OL_{res} is too low, the initial start-up of the operation is very slow, while when the operation is in progress, its is necessary to work at lower values in order to avoid overloads. k values depend basically on the desired safety level, as it determines the activation of the feeding pump when biogas production decreases.

The problem of establishing a fixed % OL_{res} is overcome by feeding continuously instead of in batch. In this way, an interval for % OLR_{res} can be established with a minimum and a maximum level to decide on feed pump actuation. This operational mode allows the achievement of a continuous mass balance, although the features of the gas measurement device only permit the calculation of the balance in a pseudo-continuous way. With this new strategy an influent OLR of 9-12 kg COD/m³·d with a COD removal efficiency higher than 95 %, was reached in 41 days. The COD concentration of the wastewater was 9 g/l, while the interval established for % OLR_{res} was initially 40-50 % and finally, 50-70 %. The change in the operational mode allows the automatic adjustment of the influent OLR of the digester in order to achieve stable operation. The system

developed includes the possibilities of increase, decrease and maintenance of the present influent organic loading rate. In this way, the strategy can also be applied to operate the digester in steady-state or in the usual unsteady-state cases, such as the presence of an inhibitory agent, thermal shocks, etc.

The limitations of the gas measurement device were the main cause of errors in the mass balance, and, consequently, in the operational strategy, as the gas flow rate is the key variable of the process in order to decide on the most appropriate strategy. The use of a more reliable gas flow-meter is therefore recommended to eliminate these errors.

In chapter six an acquisition and diagnosis system, combining PLC-PC technology is presented for application to the anaerobic treatment of wastewater produced in a fibreboard factory. The flexibility, reliability and safety of the application make it suitable for use in an industrial environment. The anaerobic wastewater treatment plant can be operated at different control levels, even when any of the elements is out of order. The PLC has its own set-points, which facilitate control of the plant even when the control unit in the PC is out of order. The software, developed and implemented in the PC manages the signal acquisition. The signals are filtered in order to avoid noise and stored for subsequent retrieval in a simple way. These tasks are carried out using a support program developed in Visual Basic. Filtering and storage modules, written in Matlab and MS Access, respectively, are managed from the support program. The diagnosis module, developed in Matlab, analyses the response of the different sensors and determines the state of the process and, most importantly, permits the prediction of further destabilisation using process trends data. The results obtained from diagnosis show the capacity of the system to determine anomalies in the operation of microorganisms, establishing the current acidification state in a range between normal and overload due to hydraulic or organic causes, with two intermediate states. Besides, it is also possible to determine faults in the mechanical elements of the system, which affect operational flow rates and temperatures and that could lead into unstable states. The results obtained from diagnosis are, as well, stored in the data base as previous states of the system.

The use of the on-line measurements of different variables such as gas flow, together with CH₄, CO and H₂ composition can be used efficiently to assess the current behaviour of the reactor. In some cases, the perturbation affects one variable more than another, e.g. when temperature failure occurred, the most sensitive response of the process is the quick increase in H₂ composition. Besides, when an organic or hydraulic overload is applied, CO rapidly appears in the gas phase. However, the variation in CH₄ composition is always, at least, as fast as the others and in some cases faster.

Apéndice

Apéndice

1 Listado do programa de arranque en descontinuo

```

/*****
/* This is a Lab Windows application that calls TWO LabDriver */
/* functions for Analog Input and Analog Output.                */
/*****
#include "C:\lw\include\lwsystem.h"
#include "C:\lw\include\formatio.h"
#include "C:\lw\include\dataacq.h"
int getSlotToUse();
void ai_ao_xmpl();
/*****
void main ()
{
    /* 'brd' specifies the slot number of board */
    int brd;
    double act_time,begin_time;
    char day[11];
    char hour[10];
    int file,parameters;
    long size;
    int mode_opening;
    int one,two,three hundred;
    brd = getSlotToUse (1, 1);
    if (brd != 0)
    ai_ao_xmpl (brd);
}
/*****
/* The following function gives the user a choice of doing an analog input, */
/* an analog output or to quit the program. The function returns after the */
/* user selects the quit option or after an error is received from a TWO */
/* LabDriver function.                */
/*****
void ai_ao_xmpl (brd)
int brd;
{
    /* 'brd_code' is board type parameter for Init_DA_Brds */
    int brd_code;
    /* 'err_num' is error returned from library function calls */
    int err_num;
    /* 'chani' is the channel number for input */
    int chani;
    /* 'chano' is the channel number for output */

```

```
int chano;
/* 'chanparo' is the channel number for output */
int chanparo;
/* 'gain' is gain for input. Gain of 1 is used */
int gain;
/* 'valuei' is 12 bit digital value of voltage input*/
int valuei;
/* 'value' is 12 bit digital value of voltage output*/
int valueo;
/* 'valueparo' */
int valueparo;
/* 'choice' stores user's response for another run */
int choice;
/* 'done' is the flag used to determine when to quit the program */
int done;
/* 'voltsi' is the floating point value converted from/to 'value' input*/
double voltsi;
/* 'voltso' is the floating point value converted from/to 'value' output*/
double voltso;
/* 'voltsparo' is the floating point value converted from/to 'value' output*/
double voltsparo;
/* definition of variables used in the program */
int stop,noend,t_max_steps;
double times_full;
/* Time of feeding pump activation */
int tpump;
/* Feeding pump flow rate */
double fpump;
/* Influent COD */
double COD;
/* Working volume of the gas flowmeter */
double VolFlwmtr;
/* Percentage of Methane in the biogas */
int Methane;
/* Data acquisition period */
int tfile;
/* Multiple of maximum waiting period between two consecutive pulses */
int m_wait_steps;
/* Value of pump activation*/
int Activation;
int firstfilling,level_variation,filling_pump,flask_filled,change;
double
OLGAS,OLIN,OLGAS_Actual,fillingpump,start_time_writing,start_time_filling,act_time,
last_step_time,
t_previous_step,t_present_step;
int file,parameters;
```

```
int character;
  int option;
  char day[11];
  char hour[10];
/* Initialize Board */
err_num = Init_DA_Brds (brd, &brd_code);
if (err_num != 0) {
  FmtOut ("\nerror of inicialization of the board is %d", err_num);
  FmtOut ("\nError.The program will end.");
  return;
}
done = 0;
gain = 1;
chano=0;
  voltso=5;
  err_num = AO_VScale (brd, chano, voltso, &valueo);
  if (err_num != 0)
  {
    FmtOut ("\nThe error de AO_Vscale is %d", err_num);
    return;
  }
stop=1;
  noend=1;
  firstfilling=1;
  OLGAS=0;
  flask_filled=0;
  times_full=0;
  chanparo=3;
/*  chani=1; */
parameters=OpenFile("c:\param.txt",1,1,1);
  ScanFile(parameters,"%d|%f|%f|%f|%d|%d|%d|%d|",

&tpump,&fpump,&COD,&VolFlwmtr,&Methane,&Activation,&tfile,&chani,&m_wait_steps);
  CloseFile(parameters);
FmtOut ("\nPARAMETERS OF REACTOR R1");
  FmtOut ("%d|%f|%f|%f|%d|%d|%d|%d|",
    tpump,fpump,COD,VolFlwmtr,Methane,Activation,tfile,chani,m_wait_steps);
file=OpenFile("reactor.txt",0,1,1);
  if (file==-1)
    FmtOut ("\nError in file opening");
Fmt(day,datestr());
  Fmt(hour,timestr());
  FmtFile(file,"%s|%s|%s|%f|%f|%d|%f|%f|%f|%d|%d|%d|%d|\n",day,hour,
```



```
"I",times_full,OLGAS,tpump,fpump,COD,VolFlwmtr,Methane,Activation,tfile,m_wait_steps);
    CloseFile(file);
    OLGAS_Actual=VolFlwmtr*Methane*0.0262;
    start_time_writing=timer();
    firstfilling=1;
    while(noend)
    {
        /* Check if the pause channel is activated to introduce new data */
        AI_Clear (brd);
        err_num = AI_Read (brd, chanparo, gain, &valueparo);
        AI_Scale (brd, gain, valueparo, &voltsparo);
        if (voltsparo>2)
            stop=1;
        if (stop)
        {
            FmtOut ("\nPARAMETERS OF REACTOR R1");
            FmtOut ("\n1 - The time of feeding pump activation is %d seconds",tpump);
            FmtOut ("\n2 - The feeding pump flow rate is %f m3/s",fpump);
            FmtOut ("\n3 - The influent COD is %f Kg/m3",COD);
            FmtOut ("\n4 - The working volume of the gas flow-meter is %f m3",VolFlwmtr);
            FmtOut ("\n5 - The percentage of methane in the biogas is of %d percent",Methane);
            FmtOut ("\n6 - The percentage of residual organic load is of %d percent",Activation);
            FmtOut ("\n7 - The data acquisition period is of %d seconds",tfile);
            FmtOut ("\n8 - The input acquisition channel on the board is %d",chani);
            FmtOut ("\n9 - The waiting time multiple is %d",m_wait_steps);
            character='A';
            while (character!='Y' && character!='y' && character!='N' && character!='n')
            {
                FmtOut ("\n Do you want to change some of these parameters [Y/N] ");
                ScanIn ("%c", &character);
            }
            if (character=='Y' || character=='y')
            {
                change=1;
                while(change)
                {
                    FmtOut ("\nPARAMETERS OF REACTOR R1 (CANAL 1)");
                    FmtOut ("\n1 - The time of feeding pump activation is %d seconds",tpump);
                    FmtOut ("\n2 - The feeding pump flow rate is %f m3/",fpump);
                    FmtOut ("\n3 - The influent COD is %f Kg/m3",COD);
                    FmtOut ("\n4 - The working volume of the gas flow-meter is %f
m3",VolFlwmtr);
                    FmtOut ("\n5 - The percentage of methane in the biogas is of %d percent
",Methane);
```

```
        FmtOut ("\n6 - The percentage of residual organic load is of %d percent
",Activation);
        FmtOut ("\n7 - The data acquisition period is of %d seconds ",tfile);
        FmtOut ("\n8 - The input acquisition channel on the board is %d ",chani);
        FmtOut ("\n9 - The waiting time multiple is %d",m_wait_steps);
FmtOut ("\n Choose the parameter you want to change (1-9) ");
        FmtOut ("\n 0 to end ,10 to modify all the parameters ");
        ScanIn ("%d", &option);
if (option==0)
        change=0;
if (option==1 || option == 10)
        {
        FmtOut ("\n1 - The time of feeding pump activation is %d seconds",tpump);
        FmtOut ("\nIntroduce the new value ");
        ScanIn ("%d", &tpump);
        }
if (option==2 || option == 10)
        {
        FmtOut ("\n The feeding pump flow rate is %f m3/s",fpump);
        FmtOut ("\nIntroduce the new value ");
        ScanIn ("%f", &fpump);
        }
if (option==3 || option == 10)
        {
        FmtOut ("\n The influent COD is %f Kg/m3",COD);
        FmtOut ("\nIntroduce the new value ");
        ScanIn ("%f", &COD);
        }
if (option==4 || option == 10)
        {
        FmtOut ("\nThe working volume of the gas flow-meter is %f m3",VolFlwmtr);
        FmtOut ("\nIntroduce the new value ");
        ScanIn ("%f", &VolFlwmtr);
        }
if (option==5 || option == 10)
        {
        FmtOut ("\nThe percentage of methane in the biogas is of %d
percent",Methane);
        FmtOut ("\nIntroduce the new value ");
        ScanIn ("%d", &Methane);
        }
if (option==6 || option == 10)
        {
        FmtOut ("\nThe percentage of residual organic load is of %d percent
",Activation);
        FmtOut ("\nIntroduce the new value ");
```

```
        ScanIn ("%d", &Activation);
    }
if (option==7 || option == 10)
    {
    FmtOut ("\n The data acquisition period is of %d seconds ",tfile);
    FmtOut ("\nIntroduce the new value ");
    ScanIn ("%d", &tfile);
    }
if (option==8 || option == 10)
    {
    FmtOut ("\n The input acquisition channel on the board is %d ",chani);
    FmtOut ("\nIntroduce the new value ");
    ScanIn ("%d", &chani);
    }
if (option==9 || option == 10)
    {
    FmtOut ("\n The waiting time multiple is %d",m_wait_steps);
    FmtOut ("\nIntroduce the new value ");
    ScanIn ("%d", &m_wait_steps);
    }
}
OLGAS_Actual=VolFlwmtr*Methane*0.0262;
file=OpenFile("reactor.txt",0,1,1);
    if (file==-1)
        FmtOut("\nError in file opening");
Fmt(day,datestr());
    Fmt(hour,timestr());
    FmtFile(file,"%s|%s|%s|%f|%f|%d|%f|%f|%f|%d|%d|%d|%d|\n",day,hour,

"P",times_full,OLGAS,tpump,fpump,COD,VolFlwmtr,Methane,Activation,tfile,m_wait_st
eps);
    CloseFile(file);
parameters=OpenFile("c:\param.txt",0,0,1);
    FmtFile(parameters,"%d|%f|%f|%f|%d|%d|%d|%d|%d|",
        tpump,fpump,COD,VolFlwmtr,Methane,Activation,tfile,chani,m_wait_steps);
    CloseFile(parameters);
}
/*Second activation */
FmtOut ("\nPARAMETERS OF THE SECOND ACTIVATION ");
FmtOut ("\n1 - The time of feeding pump activation is %d seconds",tpump2);
    FmtOut ("\n2 - The feeding pump flow rate is %f m3/s",fpump2);
    FmtOut ("\n3 - The influent COD is %f Kg/m3",COD2);
    FmtOut ("\n4 - The working volume of the gas flow-meter is %f m3",VolFlwmtr2);
    FmtOut ("\n5 - The percentage of methane in the biogas is of %d percent",Methane2);
    FmtOut ("\n6 - The percentage of residual organic load is of %d percent",Activation2);
    FmtOut ("\n7 - The data acquisition period is of %d seconds",tfile2);
```

```
    FmtOut ("\n8 - The input acquisition channel on the board is %d",chani2);
character='A';
    while (character!='S' && character!='s' && character!='N' && character!='n')
    {
        FmtOut ("\n Do you want to change some of these parameters [S/N] ");
        ScanIn ("%c", &character);
    }
if (character=='S' || character=='s')
    {
        change=1;
        while(change)
        {
/*FIRST ACTIVATION*/
if (firstfilling==1)
    {
        Fmt(hour,timestr());
        FmtOut ("\n FIRST ACTIVATION OF THE FEEDING PUMP %s",hour);
        OLGAS=0;
        OLIN=tpump*fpump*COD;
        start_time_filling=timer();
        AO_Write(brd,chano,valueo);
        filling_pump=1;
        firstfilling=0;
        last_step_time=timer();
    }
/*Read the input channel, if it is 0 volts it means that the flask is filled*/
AI_Clear (brd);
    err_num = AI_Read (brd, chani, gain, &valuei);
    if (err_num != 0)
        FmtOut ("\nerror from AI_Read is %d", err_num);
    else {
        AI_Scale (brd, gain, valuei, &voltsi);
    }
if (voltsi<2.5)
    {
        /*if the flask was filled and there are 4 volts this means that it is already empty*/
        flask_filled=0;
    }
/*if the input is of 0 volts the flask is filled*/
if (voltsi>5 && flask_filled==0)
    {
        t_max_steps=0;
        act_time=timer();
        if (act_time-last_step_time<0)
            act_time=act_time+86400;
        t_present_step=act_time-last_step_time;
```

```
/*if it is not the first step since the pump was activated, verify that time has not been
exceeded*/
    if(OLGAS!=0)
    {
        if (t_present_step>t_previous_step*m_wait_steps)
            t_max_steps=1;
    }
/*time of the last step is recorded to know the delay of the next step*/
    last_step_time=timer();
    t_previous_step=t_present_step;
flask_filled=1;
    times_full++;
    OLGAS=OLGAS+OLGAS_Actual;
    OLIN=tpump*fpump*COD;
Fmt(hour,timestr());
    FmtOut ("\n NUMBER OF FLASK FILLING R1 %f %s", times_full,hour);
    FmtOut ("\n PERCENTAGE OF RESIDUAL OL %f",((OLIN-OLGAS)/OLIN)*100
);
/*the pump is activated if the percentage of residual OL reached the imposed level or if
time between steps exceeded*/
    if((((OLIN-OLGAS)/OLIN)*100<=Activation)||t_max_steps)
    {
        file=OpenFile("reactor.txt",0,1,1);
        if (file==-1)
            FmtOut("\nError in file opening");
    }
Fmt(day,datestr());
    Fmt(hour,timestr());
FmtFile(file,"%s|%s|%s|%f|%f\n",day,hour,"B",times_full,OLGAS);
    CloseFile(file);
Fmt(hour,timestr());
    FmtOut ("\n PUMP ACTIVATION %s",hour);
OLGAS=0;
    OLIN=tpump*fpump*COD;
    start_time_filling=timer();
    AO_Write(brd,chano,valueo);
    filling_pump=1;
}
}
/*if the pump is working check if the filling time exceeded to stop the pump*/
    if (filling_pump)
    {
        act_time=timer();
        if (act_time-start_time_filling<0)
            act_time=act_time+86400;
        if (act_time-start_time_filling>tpump)
        {
```

```
        AO_Write(brd,chano,0);
        filling_pump=0;
        Fmt(hour,timestr());
        FmtOut("\n PUMP STOPPED .... %s",hour);
    }
}
/* check the time elapsed to write data on the file */
act_time=timer();
if (act_time-start_time_writing<0)
    act_time=act_time+86400;
if (act_time-start_time_writing>tfile)
    {
    file=OpenFile("reactor.txt",0,1,1);
    if (file==-1)
        FmtOut("\nError in file opening");
    Fmt(day,datestr());
    Fmt(hour,timestr());
    FmtFile(file,"%s|%s|%s|%f%f\n",day,hour,"T",times_full,OLGAS);
    CloseFile(file);
    start_time_writing=timer();
    }
/* clear */
    FmtOut ("\nReinitializing the board in slot %d", brd);
    Init_DA_Brds (brd, &brd_code);
    FmtOut ("\nGoodbye!\n");
}
/*
* This routine initializes all the AT or MC Series boards in the system and
* returns the slot number of the MIO-16 or Lab-PC to be used in the example.
*/
int getSlotToUse (OKtoUseMIO16, OKtoUseLABPC)
int OKtoUseMIO16, /* is non-zero if OK to return an MIO-16 slot/ID */
    OKtoUseLABPC; /* is non-zero if OK to return an LAB-PC slot/ID */
{
    int slot, slotToUse, boards[8], numMIO16s, numLABPCs;
    slotToUse = 0;
    numMIO16s = 0;
    numLABPCs = 0;
    for (slot=1; slot<9; slot++)
        Init_DA_Brds (slot, &boards[slot - 1]);
    cls ();
    FmtOut("\n\n\t\t\tSlot/ID Board Type");
    for (slot=0; slot<8; slot++)
        switch (boards[slot])
        {
            case -1: FmtOut("\n\t\t\t %d  -----",slot+1);
```

```
        break;
    case 0 :
    case 1 :
    case 2 :
    case 3 :
    case 4 :
    case 5 :
    case 6 : FmtOut("\n\t\t\t %d   MIO-16",slot+1);
            if (OKtoUseMIO16)
            {
                numMIO16s++;
                slotToUse = slot + 1;
            }
            break;
    case 7 : FmtOut("\n\t\t\t %d   DIO-24",slot+1);
            break;
    case 8 : FmtOut("\n\t\t\t %d   DIO-32F",slot+1);
            break;
    case 9 : FmtOut("\n\t\t\t %d   LAB-PC",slot+1);
            if (OKtoUseLABPC)
            {
                numLABPCs++;
                slotToUse = slot + 1;
            }
            break;
    default: FmtOut("\n\t\t\t %d   -----",slot+1);
            break;
    }
if (OKtoUseMIO16 && OKtoUseLABPC)
{
    if (numMIO16s == 1 && numLABPCs == 0)
        FmtOut("\n\n\t\t\tThe MIO-16 in slot %d will be used.",slotToUse);
    else if (numMIO16s == 0 && numLABPCs == 1)
        FmtOut("\n\n\t\t\tThe Lab-PC in slot %d will be used.",slotToUse);
    else if (numMIO16s == 0 && numLABPCs == 0)
        FmtOut("\n\n\t\t\tThere are no MIO-16s or Lab-PCs in this system.");
    else
    {
        FmtOut("\n\nPlease enter the slot/ID of the MIO-16 or Lab-PC you wish to use: ");
        ScanIn ("%d",&slotToUse);
    }
}
}
else if (OKtoUseMIO16)
{
    if (numMIO16s == 1)
        FmtOut("\n\n\t\t\tThe MIO-16 in slot %d will be used.",slotToUse);
}
```

```
else if (numMIO16s == 0)
    FmtOut("\n\n\t\tThere are no MIO-16s in this system.");
else
    {
        FmtOut("\n\nPlease enter the slot/ID of the MIO-16 or you wish to use: ");
        ScanIn ("%d",&slotToUse);
    }
}
else if (OKtoUseLABPC)
    {
        if (numLABPCs == 1)
            FmtOut("\n\n\t\tThe Lab-PC in slot %d will be used.",slotToUse);
        else if (numLABPCs == 0)
            FmtOut("\n\n\t\tThere are no Lab-PCs in this system.");
        else
            {
                FmtOut("\n\nPlease enter the slot/ID of the Lab-PC you wish to use: ");
                ScanIn ("%d",&slotToUse);
            }
    }
}
return slotToUse;
FmtOut("\n\n\n\n");
}
```


2 Listado do programa de arranque en continuo

```

/*****
***/
/*****
***/
#include "C:\lw\include\lwsystem.h"
#include "C:\lw\include\formatio.h"
#include "C:\lw\include\dataacq.h"
#include "C:\msvc\include\math.h"
int getSlotToUse();
void ai_ao_xmpl();
/*****
***/
void main ()
{
  /* 'brd' specifies the slot number of board */
  int brd;
  double act_time,begin_time;
  char dia[11];
  char hora[10];
  int fichero,parametros;
  long tamano;
  int modo_apertura;
  int uno,dos,trescientos;
  brd = getSlotToUse (1, 1);
  if (brd != 0)
  ai_ao_xmpl (brd);
}
/*****
***/
/* The following function gives the user a choice of doing an analog input, */
/* an analog output or to quit the program. The function returns after the */
/* user selects the quit option or after an error is received from a DOS */
/* LabDriver function. */
/*****
***/
void ai_ao_xmpl (brd)
int brd;
{
  /* 'brd_code' is board type parameter for Init_DA_Brds */
  int brd_code;
  /* 'err_num' is error returned from library function calls */
  int err_num;
  /* 'chani' is the channel number for input */

```

```
int chani;
/* 'chano' is the channel number for output */
int chano;
/* 'chanparo' is the channel number for output */
int chanparo;
/* 'gain' is gain for input. Gain of 1 is used */
int gain;
/* 'valuei' is 12 bit digital value of voltage input*/
int valuei;
/* 'value' is 12 bit digital value of voltage output*/
int valueo;
/* 'valueparo' */
int valueparo;
/* 'choice' stores user's response for another run */
int choice;
/* 'done' is the flag used to determine when to quit the program */
int done;
/* 'voltsi' is the floating point value converted from/to 'value' input*/
double voltsi;
/* 'voltso' is the floating point value converted from/to 'value' output*/
double voltso;
/* 'voltsparo' is the floating point value converted from/to 'value' output*/
double voltsparo;
int parada,nofin;
double veces_lleno_TRH;
double veces_lleno_tot;
/* tiempo de funcionamiento de la bomba */
int tbomba;
/* caudal de bomba de alimentación */
double cbomba;
/* DQO de la alimentación */
double DQO;
/* Volumen del caudalímetro*/
double VolCau;
/* Volumen del reactor*/
double VolReac;
/* Porcentaje de metano */
int Metano;
/* tiempo de escritura en el fichero*/
int tfichero;
/* valor de actuacion de la bomba*/
double Bal_Min, Bal_Max;
double Tem_Bal_Min,Tem_Bal_Max;
int nivel_variacion,llenando_bomba,matraz_lleno,modificar,num_dias;
double COA, COG,llenandobomba,TRH;
double inicio_tiempo_escritura,act_time,ant_time;
```

```
double timer_inicio_TRH,tiempo_funcionamiento_TRH,tiempo_excedido_balance;
double timer_excedido_balance;
double tiempo_medio,ant_tiempo_medio,ecuacion;
double ecu_a,ecu_b;
double porcent_aument;
int fichero,parametros,aumento;
int caracter;
int opcion;
char dia[11];
char hora[10];
/* Initialize Board */
err_num = Init_DA_Brds (brd, &brd_code);
if (err_num != 0) {
    FmtOut ("\nerror de inicializacion de la tarjeta es %d", err_num);
    FmtOut ("\nSaliendo del programa a causa del error.");
    return;
}
done = 0;
gain = 1;
chano=0;
voltso=5;
nofin=1;
COG=0;
matraz_lleno=0;
veces_lleno_tot=0;
veces_lleno_TRH=0;
chanparo=3;
inicio_tiempo_escritura=timer();
timer_inicio_TRH=timer();
tiempo_medio=0;
ant_tiempo_medio=0;
parada=0;
aumento=-1;
num_dias=0;
act_time=-1;
parametros=OpenFile("c:\param.txt",1,1,1);
    ScanFile(parametros,"%f%f%f%f%d%f%f%f%f%f%f%f%f%d%f",
    &cbomba,&DQO,&VolReac,&VolCau,&Metano,&Bal_Min,&Bal_Max,&Tem_Bal_Min,
    &Tem_Bal_Max,&ecu_a,&ecu_b,&porcent_aument,&tfichero,&chani);
    CloseFile(parametros);
FmtOut ("\n RECOGIENDO PARAMETROS DE INICIO ACTUACION ");
    FmtOut ("%f%f%f%f%d%f%f%f%f%f%f%f%f%f%f",
    cbomba,DQO,VolReac,VolCau,Metano,Bal_Min,Bal_Max,Tem_Bal_Min,
    Tem_Bal_Max,ecu_a,ecu_b,porcent_aument,tfichero,chani);
fichero=OpenFile("reactor.txt",0,1,1);
```

```
if (fichero==-1)
    FmtOut("\nError abriendo el fichero");
Fmt(dia,datestr());
Fmt(hora,timestr());
FmtFile(fichero,"%s|%s|%s|%f|%f|%f|%d|%f|%f|%f|%f|%f|%d\n",dia,hora,
        "I",cbomba,DQO,VolReac,VolCau,Metano,Bal_Min,Bal_Max,
        Tem_Bal_Min,Tem_Bal_Max,ecu_a,ecu_b,porcent_ument,tfichero);
CloseFile(fichero);
/*escalamos el valor de salida para activar la bomba al valor */
/*que tenemos en el fichero de parametros*/
voltso=ecu_b*pow(cbomba,ecu_a);
FmtOut ("\n la salida en voltios es %f", voltso);
err_num = AO_VScale (brd, chano, voltso, &valueo);
if (err_num != 0)
    {
        FmtOut ("\nEl error de AO_VScale es %d", err_num);
        return;
    }
AO_Write(brd,chano,valueo);
inicio_tiempo_escritura=timer();
while(nofin)
    {
        /* comprobamos si el canal de paro esta activado para introducir
        nuevos datos */
        AI_Clear (brd);
        err_num = AI_Read (brd, chanparo, gain, &valueparo);
        AI_Scale (brd, gain, valueparo, &voltsparo);
        /* parada=1; */
        if (voltsparo>2)
            parada=1;
        if (parada)
            {
                FmtOut ("\nPARAMETROS DE LA ACTUACION ");
                FmtOut ("\n1 - El caudal de bomba de alimentacion es %f m3/s",cbomba);
                FmtOut ("\n2 - El DQO de la alimentacion es %f Kg/m3",DQO);
                FmtOut ("\n3 - El Volumen del reactor es %f m3",VolReac);
                FmtOut ("\n4 - El Volumen del caudalimetro es %f m3",VolCau);
                FmtOut ("\n5 - El Porcentaje de metano es del %d por ciento",Metano);
                FmtOut ("\n6 - El valor minimo del balance es %f",Bal_Min);
                FmtOut ("\n7 - El valor maximo del balance es %f",Bal_Max);
                FmtOut ("\n8 - Tiempo de espera actuacion cuando el balance rebasa el minimo es
                %f",Tem_Bal_Min);
                FmtOut ("\n9 - Tiempo de espera actuacion cuando el balance rebasa el maximo es
                %f",Tem_Bal_Max);
                FmtOut ("\n10 - El porcentaje de aumento/disminución del caudal de la bomba es
                %f",porcent_ument);
```

```
FmtOut ("\n11 - El valor de la cte a de la ecuacion de conversion c/v es %f",ecu_a);
  FmtOut ("\n12 - El valor de la cte b de la ecuacion de conversion c/v es %f",ecu_b);
FmtOut ("\n13 - El tiempo de escritura a fichero es de %d segundos",tfichero);
FmtOut ("\n14 - El canal de recogida es %d",chani);
caracter='A';
while (caracter!='S' && caracter!='s' && caracter!='N' && caracter!='n')
{
  FmtOut ("\n Desea modificar alguno de estos parametros [S/N] ");
  ScanIn ("%c", &caracter);
}
  if (caracter=='S' || caracter=='s')
  {
    modificar=1;
    while(modificar)
    {
      FmtOut ("\nPARAMETROS DE LA ACTUACION ");
      FmtOut ("\n1 - El caudal de bomba de alimentacion es %f m3/s",cbomba);
      FmtOut ("\n2 - El DQO de la alimentacion es %f Kg/m3",DQO);
      FmtOut ("\n3 - El Volumen del reactor es %f m3",VolReac);
      FmtOut ("\n4 - El Volumen del caudalimetro es %f m3",VolCau);
      FmtOut ("\n5 - El Porcentaje de metano es del %d por ciento",Metano);
      FmtOut ("\n6 - El valor minimo del balance es %f",Bal_Min);
      FmtOut ("\n7 - El valor maximo del balance es %f",Bal_Max);
      FmtOut ("\n8 - Tiempo de espera actuacion cuando el balance rebasa el minimo es
%f",Tem_Bal_Min);
      FmtOut ("\n9 - Tiempo de espera actuacion cuando el balance rebasa el maximo es
%f",Tem_Bal_Max);
      FmtOut ("\n10 - El porcentaje de aumento/disminución del caudal de la bomba es
%f",porcent_aument);
      FmtOut ("\n11 - El valor de la cte a de la ecuacion de conversion c/v es %f",ecu_a);
      FmtOut ("\n12 - El valor de la cte b de la ecuacion de conversion c/v es %f",ecu_b);
      FmtOut ("\n13 - El tiempo de escritura a fichero es de %d segundos",tfichero);
      FmtOut ("\n14 - El canal de recogida es %d",chani);
      FmtOut ("\nIndique el parametro que desea modificar (1-14) ");
      FmtOut ("\n 0 para terminar ,15 para modificarlos todos ");
      ScanIn ("%d", &opcion);
      if (opcion==0)
        modificar=0;
      if (opcion==1|| opcion == 15)
      {
        FmtOut ("\nEl caudal de bomba de alimentaciϷn es %f m3/s",cbomba);
        FmtOut ("\nIntroduce el nuevo valor ");
        ScanIn ("%f", &cbomba);
      }
      if (opcion==2|| opcion == 15)
      {
```

```
FmtOut ("\nEl DQO de la alimentación es %f Kg/m3",DQO);
FmtOut ("\nIntroduce el nuevo valor ");
ScanIn ("%f", &DQO);
}
if (opcion==3 || opcion == 15)
{
FmtOut ("\nEl Volumen del reactor es %f m3",VolReac);
FmtOut ("\nIntroduce el nuevo valor ");
ScanIn ("%f", &VolReac);
}
if (opcion==4 || opcion == 15)
{
FmtOut ("\nEl Volumen del caudalímetro es %f m3",VolCau);
FmtOut ("\nIntroduce el nuevo valor ");
ScanIn ("%f", &VolCau);
}
if (opcion==5 || opcion == 15)
{
FmtOut ("\nEl Porcentaje de metano es del %d por ciento",Metano);
FmtOut ("\nIntroduce el nuevo valor ");
ScanIn ("%d", &Metano);
}
if (opcion==6 || opcion == 15)
{
FmtOut ("\nEl valor minimo del balance es %f",Bal_Min);
FmtOut ("\nIntroduce el nuevo valor ");
ScanIn ("%f", &Bal_Min);
}
if (opcion==7 || opcion == 15)
{
FmtOut ("\nEl valor maximo del balance es %f",Bal_Max);
FmtOut ("\nIntroduce el nuevo valor ");
ScanIn ("%f", &Bal_Max);
}
    if (opcion==8 || opcion == 15)
    {
        FmtOut ("\nTiempo de espera actuacion cuando el balance rebasa el minimo
%f",Tem_Bal_Min);
        FmtOut ("\nIntroduce el nuevo valor ");
        ScanIn ("%f", &Tem_Bal_Min);
    }
    if (opcion==9 || opcion == 15)
    {
        FmtOut ("\nTiempo de espera actuacion cuando el balance rebasa el maximo
%f",Tem_Bal_Max);
        FmtOut ("\nIntroduce el nuevo valor ");
```

```
    ScanIn ("%f", &Tem_Bal_Max);
    }
    if (opcion==10 || opcion == 15)
    {
        FmtOut ("\n10 - El porcentaje de aumento/disminución del caudal de la
bomba es %f",porcent_ument);
        FmtOut ("\nIntroduce el nuevo valor ");
        ScanIn ("%f", &porcent_ument);
    }
    if (opcion==11 || opcion == 15)
    {
        FmtOut ("\n11 - El valor de la cte a de la ecuacion de conversion c/v es
%f",ecu_a);
        FmtOut ("\nIntroduce el nuevo valor ");
        ScanIn ("%f", &ecu_a);
    }
    if (opcion==12 || opcion == 15)
    {
        FmtOut ("\n12 - El valor de la cte b de la ecuacion de conversion c/v es
%f",ecu_b);
        FmtOut ("\nIntroduce el nuevo valor ");
        ScanIn ("%f", &ecu_b);
    }
    if (opcion==13 || opcion == 15)
    {
        FmtOut ("\nEl tiempo de escritura a fichero es de %d segundos",tfichero);
        FmtOut ("\nIntroduce el nuevo valor ");
        ScanIn ("%d", &tfichero);
    }
    if (opcion==14 || opcion == 15)
    {
        FmtOut ("\nEl canal de recogida es %d",chani);
        FmtOut ("\nIntroduce el nuevo valor ");
        ScanIn ("%d", &chani);
    }
}
fichero=OpenFile("reactor.txt",0,1,1);
if (fichero==-1)
    FmtOut("\nError abriendo el fichero");
Fmt(dia,datestr());
Fmt(hora,timestr());
FmtFile(fichero,"%s|%s|%s|%f||||%f|%f|%f|%d|%f|%f|%f|%f|%f|%f|%f|%d\n",dia,hora,
"P",cbomba,DQO,VolReac,VolCau,Metano,Bal_Min,
Bal_Max,Tem_Bal_Min,Tem_Bal_Max,ecu_a,ecu_b,
porcent_ument,tfichero);
CloseFile(fichero);
```

```
parametros=OpenFile("c:\param.txt",0,0,1);
FmtFile(parametros,"%f%f%f%f%f%d%f%f%f%f%f%f%f%f%f%d|%d|",
        cbomba,DQO,VolReac,VolCau,Metano,Bal_Min,Bal_Max,Tem_Bal_Min,
        Tem_Bal_Max,ecu_a,ecu_b,porcent_ument,tfichero,chani);
CloseFile(parametros);
/*volvemos a mandar el voltaje de salida de la bomba por si acaso vario cbomba*/
    voltso=ecu_b*pow(cbomba,ecu_a);
    err_num = AO_VScale (brd, chano, voltso, &valueo);
    if (err_num != 0)
    {
        FmtOut("\nEl error de AO_VScale es %d", err_num);
        return;
    }
    AO_Write(brd,chano,valueo);
}
parada=0;
}
TRH=Tem_Bal_Min;
COA=(cbomba*DQO*24*3600)/VolReac;
COG=(VolCau*Metano*(2.62/100)*24*3600)/VolReac;

if (act_time-timer_inicio_TRH<0)
    act_time=act_time+86400;
tiempo_funcionamiento_TRH = act_time - timer_inicio_TRH;
if(tiempo_funcionamiento_TRH > TRH)
{
    veces_lleno_TRH=0;
    timer_inicio_TRH=timer();
    num_dias=0;
    FmtOut("\ninicio tiempo del TRH*4 %f ",TRH);
}
/*Si todavia no se lleno el matraz una vez en el TRH */
/*actual tomamos el ultimo tiempo_medio*/
if (veces_lleno_TRH==0)
    tiempo_medio=ant_tiempo_medio;
else
{
    ant_tiempo_medio=tiempo_medio;
    tiempo_medio=tiempo_funcionamiento_TRH/veces_lleno_TRH;
}
/*si el matraz se lleno por lo menos una vez iniciamos el control*/
if (tiempo_medio!=0)
{
    ecuacion=(COA-(COG/tiempo_medio))/COA;
if (ecuacion>=Bal_Max && aumento!=1)
{
```



```
    timer_excedido_balance=timer();
    aumento=1;
fichero=OpenFile("reactor.txt",0,1,1);
    if (fichero==-1)
        FmtOut("\nError abriendo el fichero");
Fmt(dia,datestr());
    Fmt(hora,timestr());
    FmtFile(fichero,"%s|%s|%s|%f|%f|%f|%f|%f|%f\n",dia,hora,"E",cbomba,ecuacion,
    tiempo_medio,veces_lleno_tot,veces_lleno_TRH,tiempo_funcionamiento_TRH);
    CloseFile(fichero);
FmtOut("\n%s|%s|%s|ecu %f|cbom %f|tmed %f\n",dia,hora,"E",ecuacion,cbomba,
    tiempo_medio);
}
if (ecuacion<=Bal_Min && aumento!=0)
    {
        timer_excedido_balance=timer();
        aumento=0;
        fichero=OpenFile("reactor.txt",0,1,1);
        if (fichero==-1)
            FmtOut("\nError abriendo el fichero");
        Fmt(dia,datestr());
        Fmt(hora,timestr());
        FmtFile(fichero,"%s|%s|%s|%f|%f|%f|%f|%f|%f\n",dia,hora,"B",cbomba,ecuacion,
        tiempo_medio,veces_lleno_tot,veces_lleno_TRH,tiempo_funcionamiento_TRH);
        CloseFile(fichero);
        FmtOut("\n%s|%s|%s|ecu %f|cbom %f|tmed %f\n",dia,hora,"B",ecuacion,cbomba,
        tiempo_medio);
    }
if (aumento != -1)
    {
        act_time=timer();
        if (act_time-timer_excedido_balance<0)
            act_time=act_time+86400;
        tiempo_excedido_balance = act_time - timer_excedido_balance;
        if (aumento==1)
            if (tiempo_excedido_balance > Tem_Bal_Max)
                {
                    /*calculamos cuanto aumenta el caudal de la bomba*/
                    cbomba=cbomba/porcent_aument;
                }
        /*aumentamos el voltaje de salida*/
        parametros=OpenFile("c:\param.txt",0,0,1);
        FmtFile(parametros,"%f|%f|%f|%f|%d|%f|%f|%f|%f|%f|%f|%d|%d|",
        cbomba,DQO,VolReac,VolCau,Metano,Bal_Min,Bal_Max,Tem_Bal_Min,
        Tem_Bal_Max,ecu_a,ecu_b,porcent_aument,tfichero,chani);
        CloseFile(parametros);
        voltso=ecu_b*pow(cbomba,ecu_a);
    }
```

```
err_num = AO_VScale (brd, chano, voltso, &valueo);
if (err_num != 0)
{
  FmtOut ("\nEl error de AO_VScale es %d", err_num);
  return;
}
AO_Write(brd,chano,valueo);
timer_excedido_balance=timer();
fichero=OpenFile("reactor.txt",0,1,1);
if (fichero==-1)
  FmtOut("\nError abriendo el fichero");
Fmt(dia,datestr());
Fmt(hora,timestr());

FmtFile(fichero,"%s|s|s|s|f|f|f|f|f|f|f|f\n",dia,hora,"D",cbomba,ecuacion,
tiempo_medio,veces_lleno_tot,veces_lleno_TRH,tiempo_funcionamiento_TRH);
CloseFile(fichero);
FmtOut("\n%s|s|s|ecu          %f|cbom          %f|tmed
%f\n",dia,hora,"D",ecuacion,cbomba,
tiempo_medio);
FmtOut("\nel voltaje de salida es %f",voltso);
inicio_tiempo_escritura=timer();
aumento=-1;
}
if (aumento==0)
  if (tiempo_excedido_balance > Tem_Bal_Min)
  {
    /*calculamos cuanto aumenta el caudal de la bomba*/
    cbomba=cbomba*porcent_aument;
    /*aumentamos el voltaje de salida*/
    parametros=OpenFile("c:\param.txt",0,0,1);
    FmtFile(parametros,"%f|f|f|f|f|f|d|f|f|f|f|f|f|f|f|f|d|d|",
cbomba,DQO,VolReac,VolCau,Metano,Bal_Min,Bal_Max,Tem_Bal_Min,
Tem_Bal_Max,ecu_a,ecu_b,porcent_aument,tfichero,chani);
    CloseFile(parametros);
    voltso=ecu_b*pow(cbomba,ecu_a);
    err_num = AO_VScale (brd, chano, voltso, &valueo);
    if (err_num != 0)
    {
      FmtOut ("\nEl error de AO_VScale es %d", err_num);
      return;
    }
    AO_Write(brd,chano,valueo);
    timer_excedido_balance=timer();
    fichero=OpenFile("reactor.txt",0,1,1);
    if (fichero==-1)
```

```
        FmtOut("\nError abriendo el fichero");
        Fmt(dia,datestr());
        Fmt(hora,timestr());

FmtFile(fichero,"%s|s|s|s|f|f|f|f|f|f|f|f\n",dia,hora,"A",cbomba,ecuacion,
        tiempo_medio,veces_lleno_tot,veces_lleno_TRH,tiempo_funcionamiento_TRH);
        CloseFile(fichero);
        FmtOut("\n%s|s|s|s|ecu          %f|cbom          %f|tmed
%f\n",dia,hora,"A",ecuacion,cbomba,
        tiempo_medio);
        FmtOut("\nel voltaje de salida es %f",voltsi);
        inicio_tiempo_escritura=timer();
        aumento=-1;
    }
}
}
/*leemos el canal de entrada, si es 0 voltios indica que el matraz se ha llenado*/
AI_Clear (brd);
err_num = AI_Read (brd, chani, gain, &valuei);
if (err_num != 0)
FmtOut ("\nerror from AI_Read is %d", err_num);
else {
    AI_Scale (brd, gain, valuei, &voltsi);
}
if (voltsi<2.5)
{
    /*si el matraz estaba lleno y hay 4 voltios indica que ya se a vaciado*/
    matraz_lleno=0;
}
/*si la entrada es de 0 voltios el matra se ha llenado*/
if (voltsi>5 && matraz_lleno==0)
{
    act_time=timer();
    /*si no es el primer paso desde que se lleno la bomba, */
    /*comprobamos que no se halla excedido en tiempo*/
    matraz_lleno=1;
    veces_lleno_tot++;
    veces_lleno_TRH++;
    inicio_tiempo_escritura=timer();
    Fmt(dia,datestr());
    Fmt(hora,timestr());
    FmtOut("\n%s|s|s|s|ecu %f|cbom %f|tmed %f\n",dia,hora,"G",ecuacion,cbomba,
        tiempo_medio);
}
act_time=timer();
if (act_time-inicio_tiempo_escritura<0)
```

```
    act_time=act_time+86400;
if (act_time-inicio_tiempo_escritura>tfichero)
{
    fichero=OpenFile("reactor.txt",0,1,1);
    if (fichero==-1)
        FmtOut("\nError abriendo el fichero");
    Fmt(dia,datestr());
    Fmt(hora,timestr());
    FmtOut("\nEscritura a fichero");
    FmtFile(fichero,"%s|%s|%s|%f|%f|%f|%f|%f|%f|%f|%f\n",dia,hora,"F",cbomba,ecuacion,
    tiempo_medio,veces_lleno_tot,veces_lleno_TRH,tiempo_funcionamiento_TRH);
    CloseFile(fichero);
    inicio_tiempo_escritura=timer();
}
}
/* clear */
FmtOut ("\nReinitializing the board in slot %d", brd);
Init_DA_Brds (brd, &brd_code);
FmtOut ("\nGoodbye!\n");
}
/*
* This routine initializes all the AT or MC Series boards in the system and
* returns the slot number of the MIO-16 or Lab-PC to be used in the example.
*/
int getSlotToUse (OKtoUseMIO16, OKtoUseLABPC)
int OKtoUseMIO16, /* is non-zero if OK to return a MIO-16 slot/ID */
    OKtoUseLABPC; /* is non-zero if OK to return an LAB-PC slot/ID */
{
    int slot, slotToUse, boards[8], numMIO16s, numLABPCs;
    slotToUse = 0;
    numMIO16s = 0;
    numLABPCs = 0;
    for (slot=1; slot<9; slot++)
        Init_DA_Brds (slot, &boards[slot - 1]);
    cls ();
    FmtOut("\n\n\t\t\tSlot/ID Board Type");
    for (slot=0; slot<8; slot++)
        switch (boards[slot])
        {
            case -1: FmtOut("\n\t\t\t %d  -----",slot+1);
                    break;
            case 0 :
            case 1 :
            case 2 :
            case 3 :
            case 4 :
```

```
case 5 :
case 6 : FmtOut("\n\t\t\t %d   MIO-16",slot+1);
        if (OKtoUseMIO16)
        {
            numMIO16s++;
            slotToUse = slot + 1;
        }
        break;
case 7 : FmtOut("\n\t\t\t %d   DIO-24",slot+1);
        break;
case 8 : FmtOut("\n\t\t\t %d   DIO-32F",slot+1);
        break;
case 9 : FmtOut("\n\t\t\t %d   LAB-PC",slot+1);
        if (OKtoUseLABPC)
        {
            numLABPCs++;
            slotToUse = slot + 1;
        }
        break;
default: FmtOut("\n\t\t\t %d   -----",slot+1);
        break;
}
if (OKtoUseMIO16 && OKtoUseLABPC)
{
    if (numMIO16s == 1 && numLABPCs == 0)
        FmtOut("\n\n\t\t\tThe MIO-16 in slot %d will be used.",slotToUse);
    else if (numMIO16s == 0 && numLABPCs == 1)
        FmtOut("\n\n\t\t\tThe Lab-PC in slot %d will be used.",slotToUse);
    else if (numMIO16s == 0 && numLABPCs == 0)
        FmtOut("\n\n\t\t\tThere are no MIO-16s or Lab-PCs in this system.");
    else
    {
        FmtOut("\n\nPlease enter the slot/ID of the MIO-16 or Lab-PC you wish to use: ");
        ScanIn ("%d",&slotToUse);
    }
}
else if (OKtoUseMIO16)
{
    if (numMIO16s == 1)
        FmtOut("\n\n\t\t\tThe MIO-16 in slot %d will be used.",slotToUse);
    else if (numMIO16s == 0)
        FmtOut("\n\n\t\t\tThere are no MIO-16s in this system.");
    else
    {
        FmtOut("\n\nPlease enter the slot/ID of the MIO-16 or you wish to use: ");
        ScanIn ("%d",&slotToUse);
    }
}
```

```
    }  
  }  
  else if (OKtoUseLABPC)  
  {  
    if (numLABPCs == 1)  
      FmtOut("\n\n\t\tThe Lab-PC in slot %d will be used.",slotToUse);  
    else if (numLABPCs == 0)  
      FmtOut("\n\n\t\tThere are no Lab-PCs in this system.");  
    else  
    {  
      FmtOut("\n\nPlease enter the slot/ID of the Lab-PC you wish to use: ");  
      ScanIn ("%d",&slotToUse);  
    }  
  }  
  return slotToUse;  
  FmtOut("\n\n\n\n");  
}
```

Publicacións

Publicacións

Lorenzo A., **Puñal A.**, Roca E., Hernández C. and Lema J.M. (1998). A PLC-PC real time data acquisition and supervision system for industrial wastewater treatment plants. *Decision and Control in Waste Bio-Processing*. CD-ROM, Cemagref, Agro and INRA (Eds.). Montpellier, France.

Bernard O., Dochain D., Genovesi A., **Puñal A.**, Pérez Alvaríño D., Steyer J.P. and Lema J.M. (1998). Software sensor design for an anaerobic wastewater treatment plant. *Decision and Control in Waste Bio-Processing*. CD-ROM, Cemagref, Agro and INRA (Eds.). Montpellier, France.

Puñal A., Méndez R. and Lema J.M. (1998). The Multi-fed Anaerobic Filter: Development and Features. *Journal of Environmental Engineering*. **68**, 1188-1192.

Puñal A., Méndez R. and Lema J.M. (1999). Characterisation and Comparisson of Biomasses from Single- and Multi-fed Upflow Anaerobic Filters. *Bioresource Technology*. **68**, 293-300

Puñal A., Lorenzo A., Roca E., Hernández C. and Lema J.M. (1999). Advanced monitoring of an anaerobic pilot plant treating high strenth wastewaters. *Water Science and Technology*. (in press).

Puñal A., Trevisan M., Rozzi A. and Lema J.M. (1999). Influence of C/N ratio on the start-up of Up-flow Anaerobic Filter Reactors. *Water Research*. (submitted)