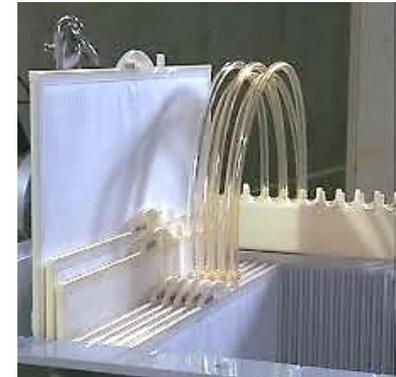


Influencia de las características del licor de mezcla en los parámetros de operación de Biorreactores de Membrana urbanos e industriales



Cátedra FACSA de innovación
en el ciclo integral del agua

UNIVERSITAT
JAUME·I

Elena Zuriaga Agustí
Técnico I+D+i FACSA

ÍNDICE

01 **Introducción**

02 **Objetivos**

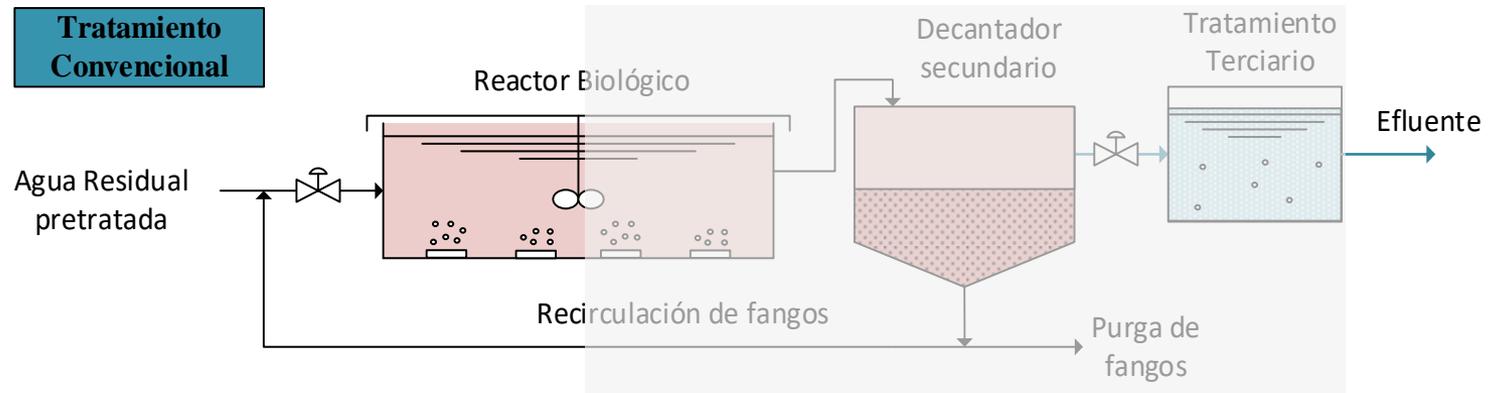
03 **Material y Métodos**

04 **Resultados y Discusión**

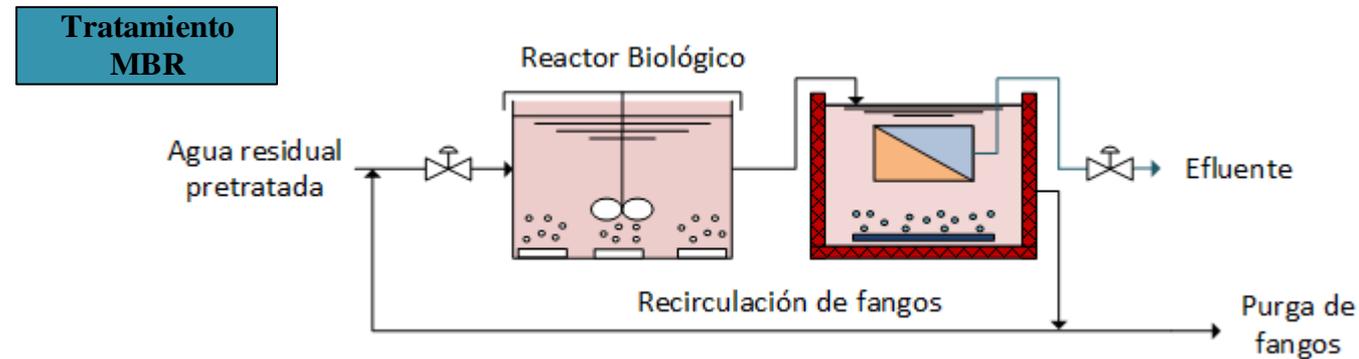
05 **Conclusiones**

Introducción

- Proceso de fangos activos convencional



- Proceso Biorreactor de Membranas (MBR)



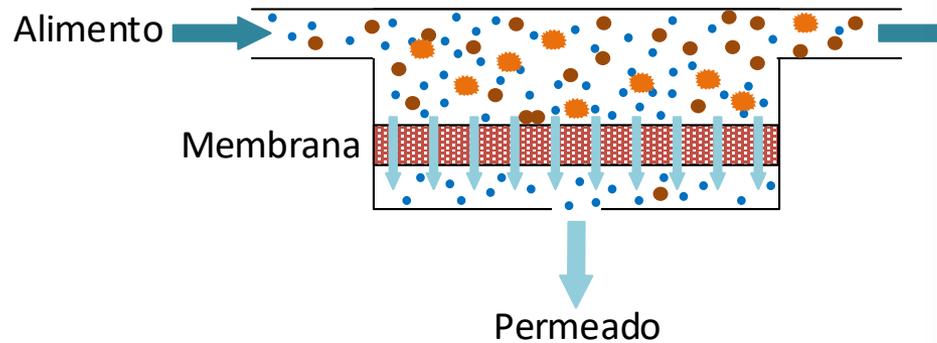
Introducción

➤ Ventajas del MBR:

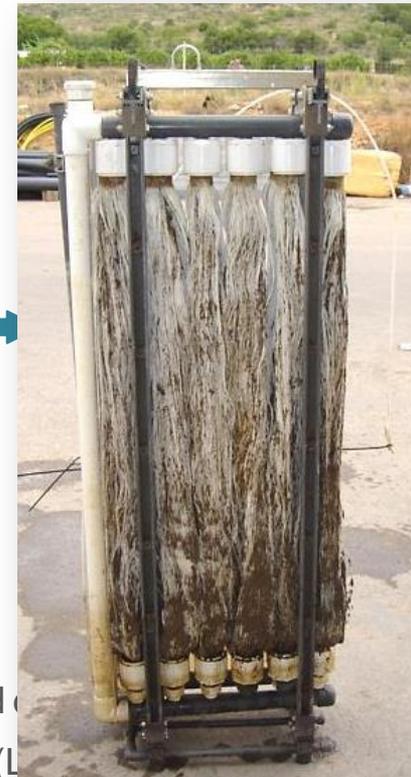
- Mayor calidad del agua tratada → Permite su reutilización
- Tamaño compacto de la planta → Permite operar con elevada concentración de biomasa
- Baja producción de fangos → Permite ahorrar en costes de gestión de fangos

➤ Inconvenientes del MBR:

- Mayor coste de inversión inicial y de operación
- Ensuciamiento de las membranas



MICROFILTRACIÓN	ULTRAFILTRACIÓN
0,1-1 μm	0,005-0,1 μm

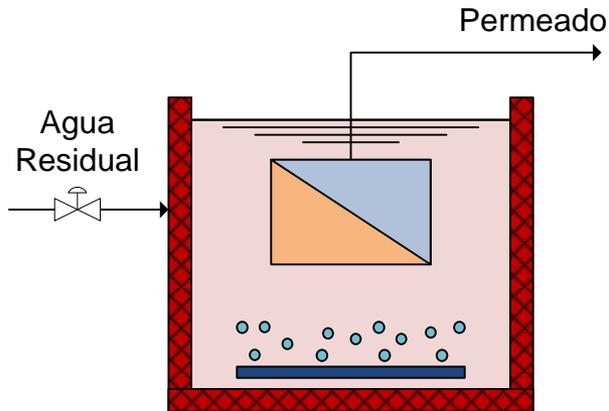


Densidad (Jp):
Jp (L

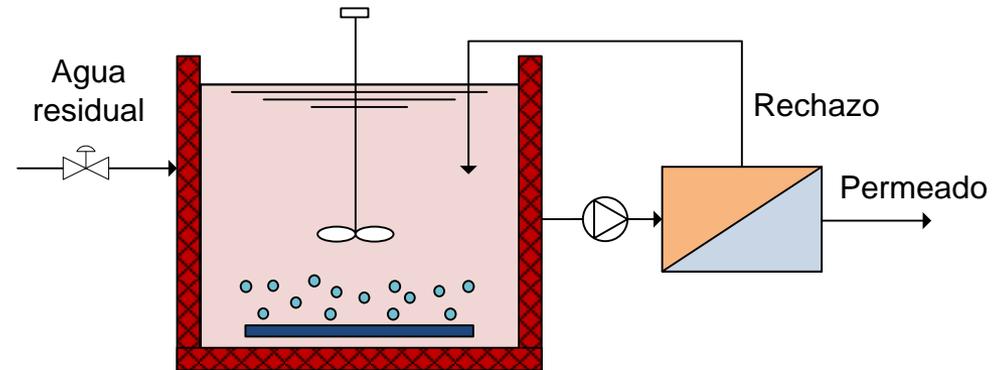
BIORREACTOR DE MEMBRANAS (MBR)

➤ Configuración del MBR:

MBR con membranas sumergidas:



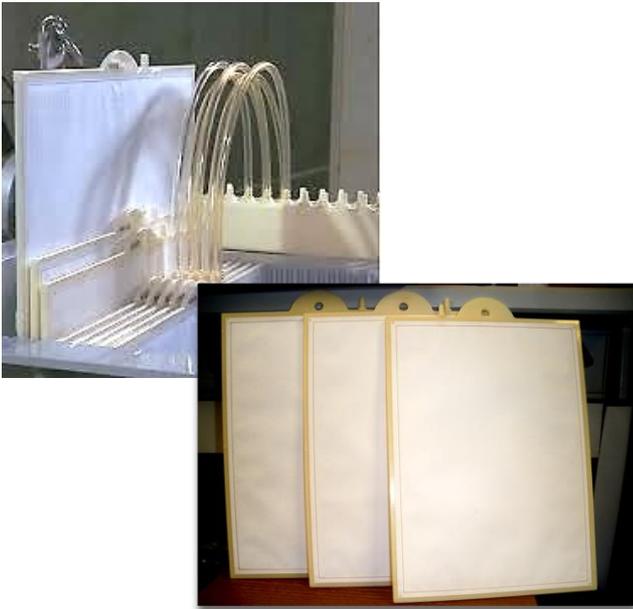
MBR con membranas externas:



Parámetro	Membrana sumergida	Membrana externa
Costes de aireación	Altos (90%)	Bajos (20%)
Costes de bombeo	Muy bajos (10%)	Altos (60-80%)
Flujo de operación	Bajo (10-60 L/m ² ·h)	Alto (40-120 L/m ² ·h)
Frecuencia de limpieza	Baja	Alta
Costes de operación	Menores	Mayores
Inversión inicial	Mayor	Menor
PTM	Menor (0.05-0.5 bar)	Mayor (0.5-5 bar)

➤ Tipos de membranas utilizadas en MBR:

Membranas planas



Membranas de fibra hueca



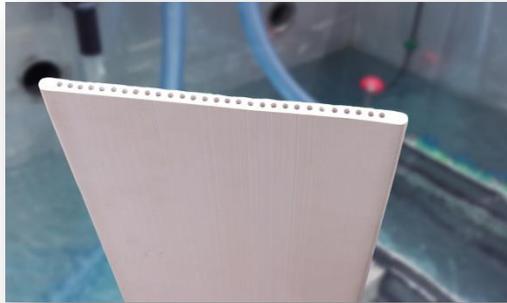
Membranas tubulares



FIBRA HUECA	PLANAS	TUBULARES
Menor superficie requerida	Mayor superficie requerida	Mayor superficie requerida
Menor energía de agitación	Mayor energía de agitación	Mayor energía de bombeo
Sumergida en el reactor biológico	Sumergida en el reactor biológico	Externa al reactor biológico
Concentración óptima 8.000 mg/L	Concentración óptima 10.000-12.000 mg/L	Concentración óptima 15.000-20.000 mg/L
Flujo a caudal medio 25-30 L/m ² h	Flujo a caudal medio 18-30 L/m ² h	Flujo a caudal medio 50-65 L/m ² h
PTM 0.1-0.3 bar	PTM 0.03-0.1 bar	PTM 0.1-0.5 bar
Flujo perpendicular	Flujo perpendicular	Flujo tangencial

➤ Proyecto H2020 REMEB:

- Desarrollo y validación de un tratamiento de aguas residuales innovador, basado en un MBR cerámico con membranas fabricadas con materiales reciclados.



➤ Ensuciamiento de las membranas o *fouling*:

- Adsorción y deposición de microorganismos, coloides y precipitados orgánicos e inorgánicos.



Produce un descenso de la densidad de flujo de permeado



Presión transmembranal



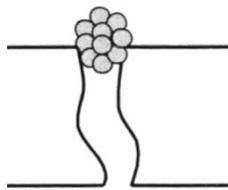
Costes de operación

➤ Ensuciamiento Reversible:

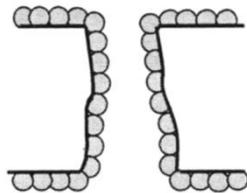
- Las partículas se depositan sobre la superficie de la membrana.

➤ Ensuciamiento Irreversible:

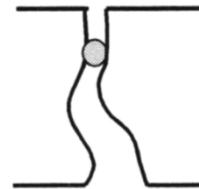
- Las partículas taponan el interior de los poros de la membrana.



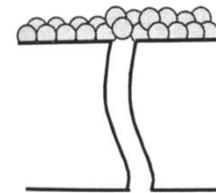
Formación de agregados



Disminución del poro

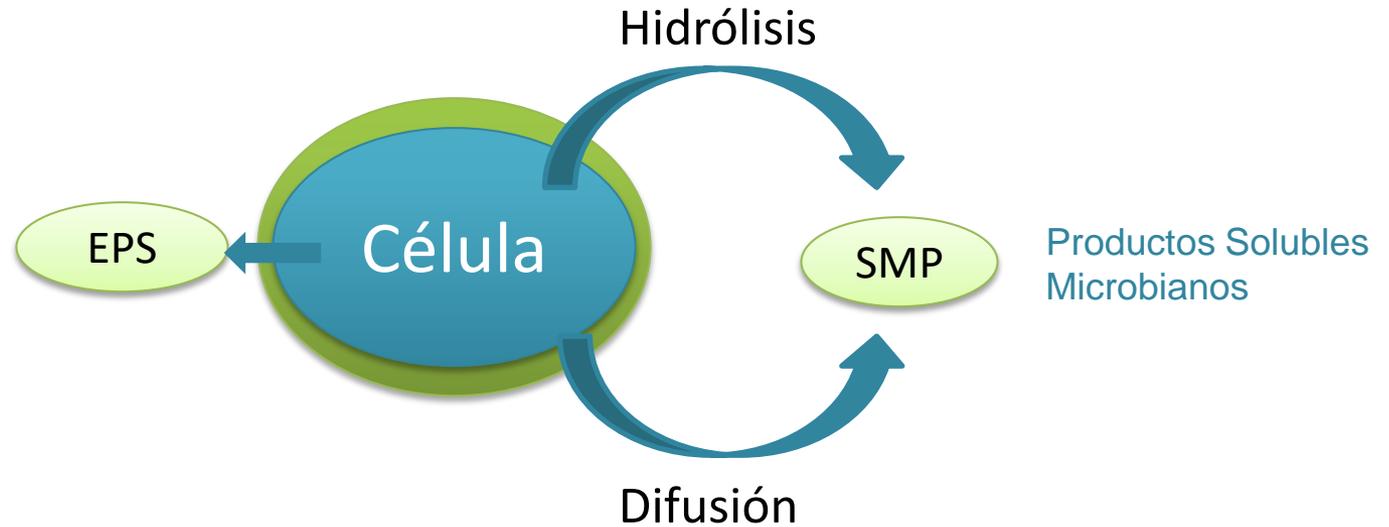


Bloqueo de poro

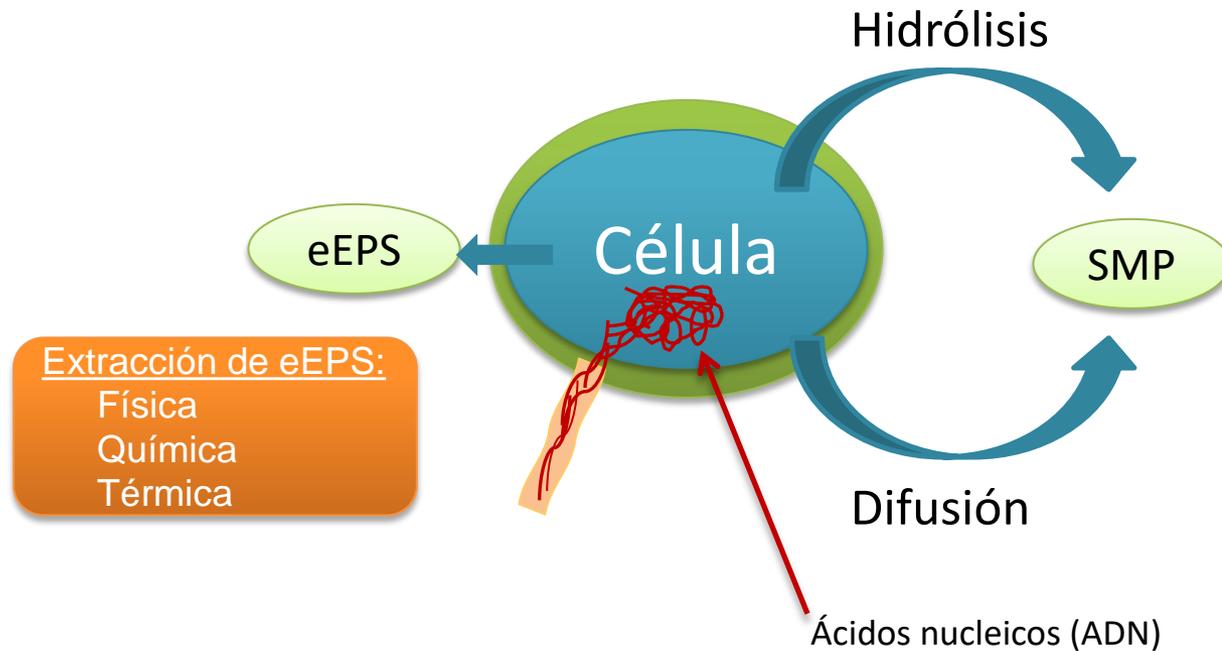


Formación de torta o capa gel

- En el MBR el ensuciamiento viene causado principalmente por las **Sustancias Poliméricas Extracelulares (EPS)**.



- En el MBR el ensuciamiento viene causado principalmente por las **Sustancias Poliméricas Extracelulares (EPS)**.



- **Precauciones en la Extracción de eEPS**

Extracción agresiva → Rotura membrana celular → Liberación de ácidos nucleicos

Interferencias método extracción y métodos analíticos

- **Consecuencias:** Concentraciones erróneas Proteínas y Carbohidratos

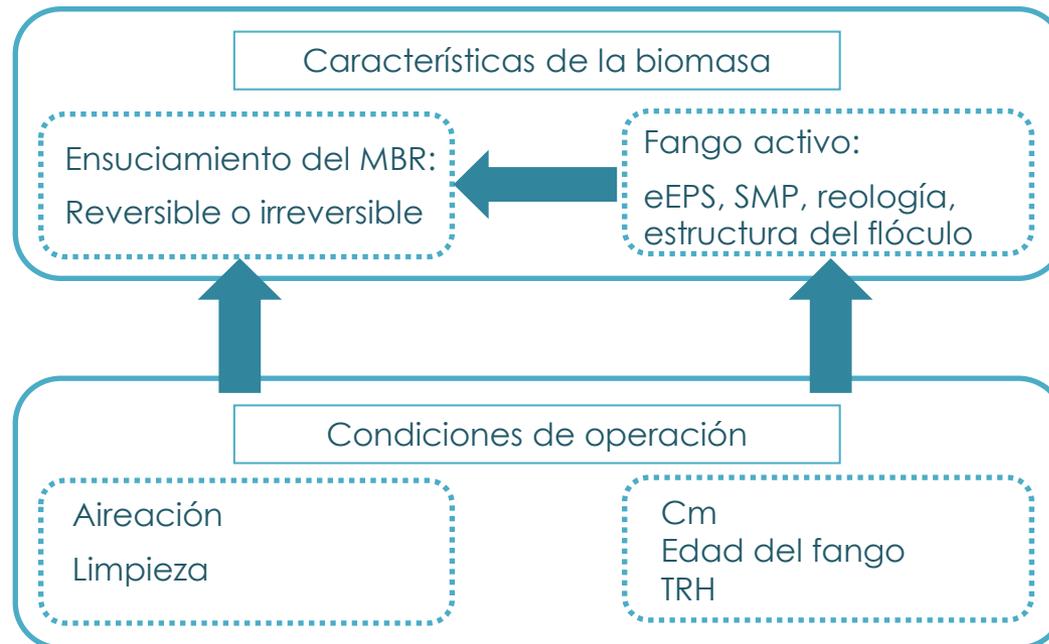
➤ Parámetros de operación

- Parámetros biológicos de un proceso de fangos activos:

$$\text{Carga másica} \rightarrow C_m (\text{kg DBO}_5 / \text{kg SSVLM} \cdot \text{d}) = \frac{Q \cdot \text{DBO}_{5,e}}{V \cdot \text{SSVLM}}$$

$$\text{Edad del fango} \rightarrow \theta(d) = \frac{V \cdot \text{SSLM}}{Q_w \cdot \text{SS}_w + Q_s \cdot \text{SS}_s}$$

$$\text{Tiempo de retención hidráulico} \rightarrow \text{TRH}(h) = \frac{V}{Q}$$



ÍNDICE

01 Introducción

02 **Objetivos**

03 Material y Métodos

04 Resultados y Discusión

05 Conclusiones

Objetivos

El principal objetivo es el estudio de las **características físicas y químicas del licor de mezcla en Biorreactores de Membrana (MBR)** y su correlación con los parámetros de operación de la instalación.

Para conseguir este objetivo, se plantean los siguientes objetivos específicos:

- **Caracterización física** del licor de mezcla procedente de **un MBR que trata aguas residuales urbanas y dos MBR que tratan efluentes procedentes de dos plantas de tratamiento de residuos orgánicos municipales.**
- **Caracterización química** del licor de mezcla, a través de la determinación de la concentración de proteínas y carbohidratos tanto de los **productos solubles microbianos (SMP)**, como de las **sustancias poliméricas extracelulares extraídas (eEPS).**
- **Comparación** de las concentraciones de proteínas y carbohidratos contenidas en los SMP y las eEPS **de los MBR estudiados.**
- **Análisis de las correlaciones estadísticas.**

ÍNDICE

01 Introducción

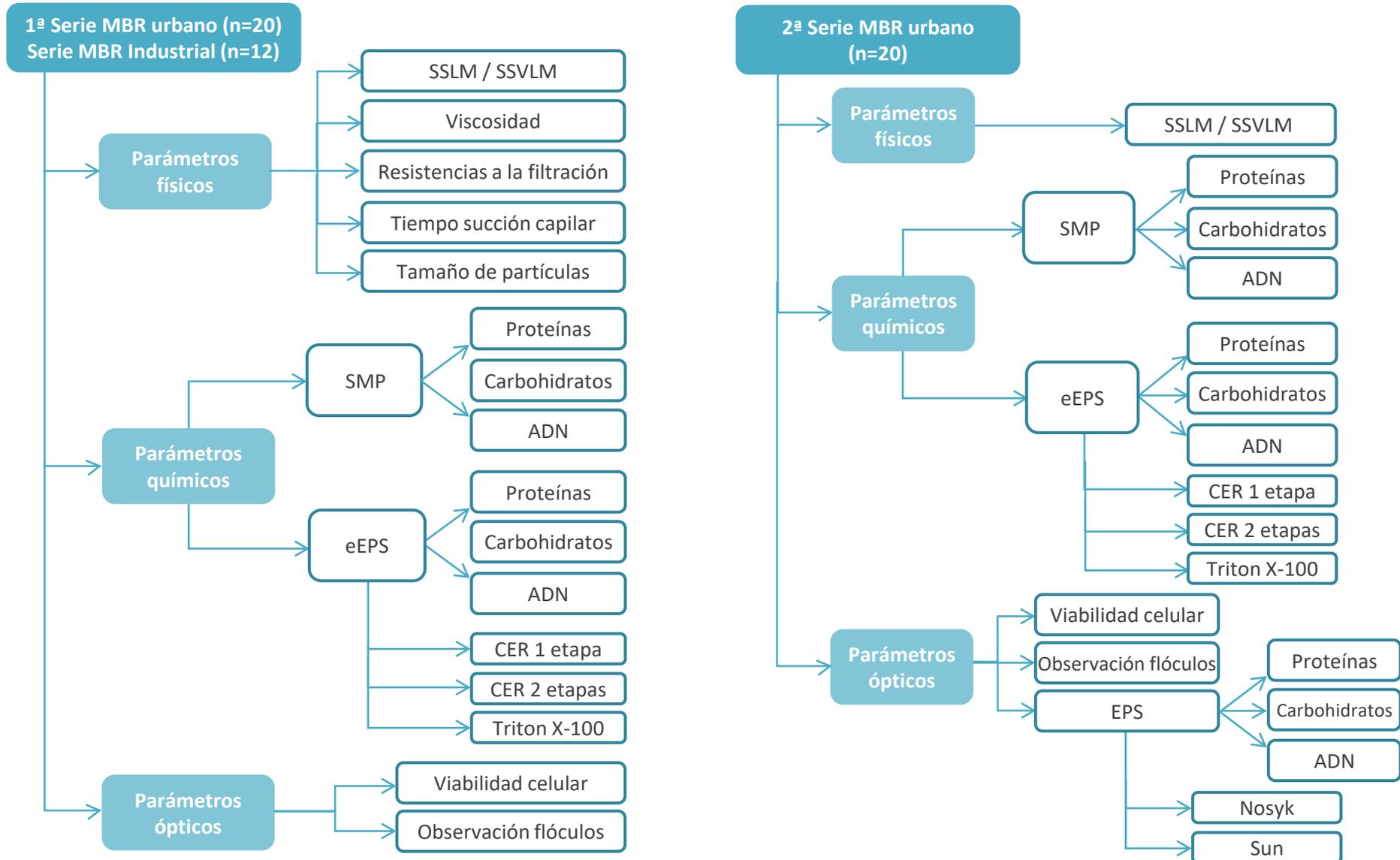
02 Objetivos

03 **Material y Métodos**

04 Resultados y Discusión

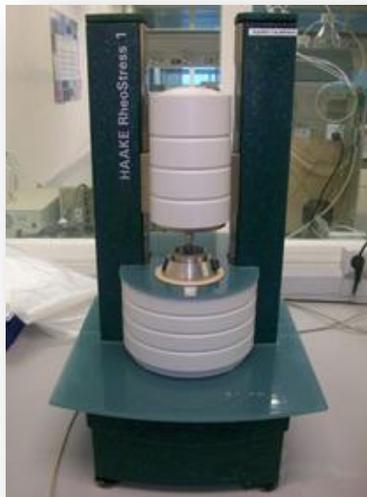
05 Conclusiones

Caracterización



➤ Caracterización física

- SSLM y SSVLM: medidos según la norma UNE-EN 77030 y UNE-EN 77034
- Viscosidad: Reómetro Haake RheoStress 1
- Tiempo de succión capilar: TSC 304 Triton Electronics
- Distribución del tamaño de partícula: Mastersizer 2000 (Malvern)
- Potencial Zeta y punto isoeléctrico de las eEPS y SMP en el Zetasizer Nano ZS 90 (Malvern)



Reómetro

Modelo de Ostwald

$$\eta = K \cdot \dot{\gamma}^{n-1} \quad \tau = K \cdot \dot{\gamma}^n$$

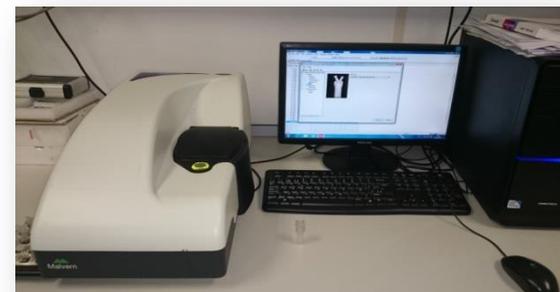
siendo K el índice de consistencia y n el índice de comportamiento del fluido



Tiempo Succión
capilar



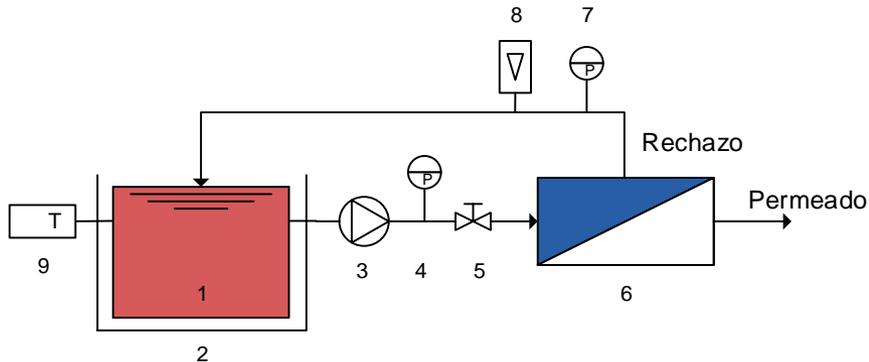
Distribución tamaño partículas



Potencial Zeta

➤ Caracterización física

- Resistencias a la filtración: Modelo de resistencias en serie de Bae y Tak (2005)



- Tanque de alimentación
- Baño termostático
- Bomba peristáltica de velocidad variable
- Manómetro de entrada
- Válvula reguladora de presión
- Módulo de membranas de filtración tangencial Rayflow®
- Manómetro de salida
- Rotámetro Tecfluid de rango 25-250 L/h
- Termómetro

$$R_T = R_m + R_{rev} + R_{irrev}$$

$$R_m = \frac{PTM}{\mu \cdot J_w}$$

$$R_{irrev} = \frac{PTM}{\mu \cdot J_w'} - R_m$$

$$R_{rev} = \frac{PTM}{\mu \cdot J_p} - R_m - R_{irrev}$$

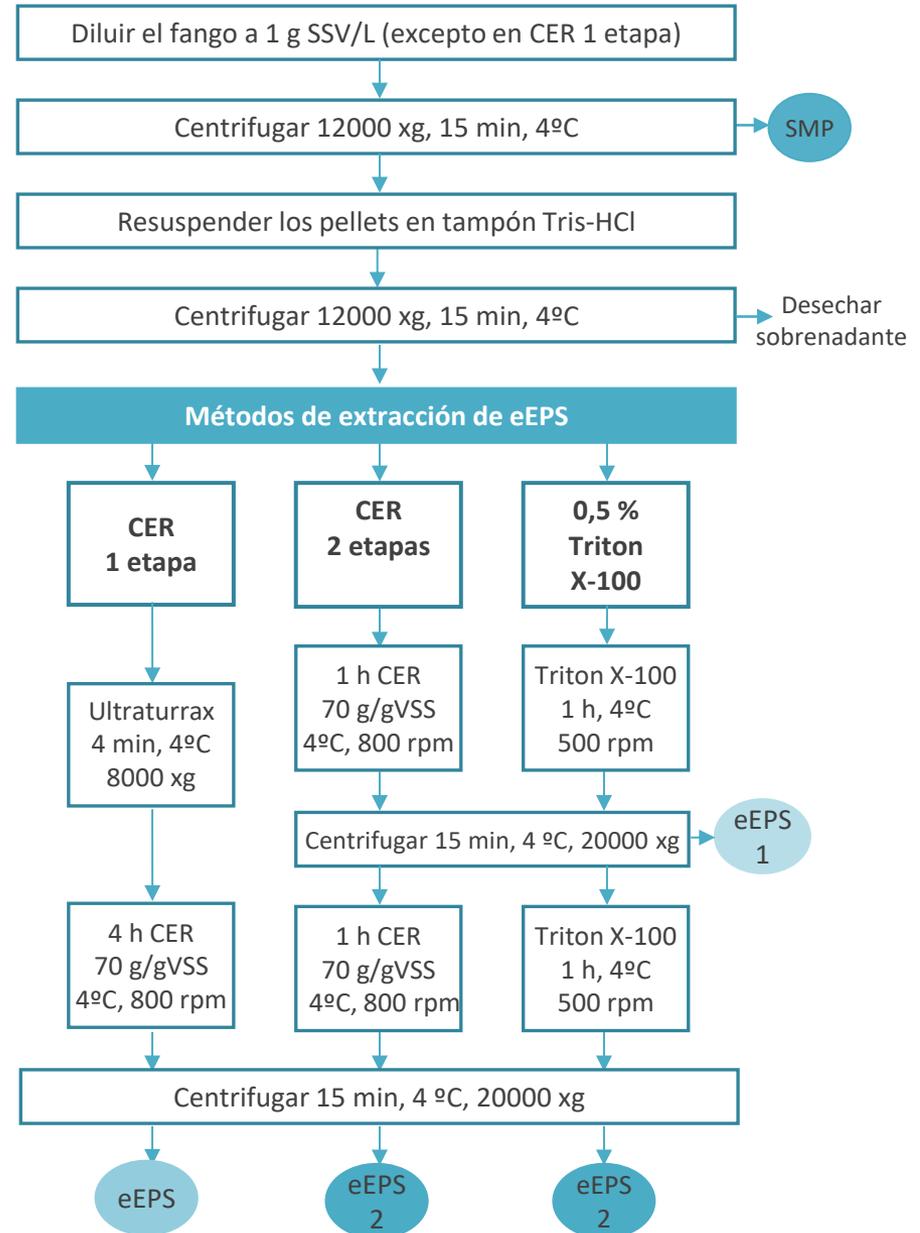


➤ Caracterización química

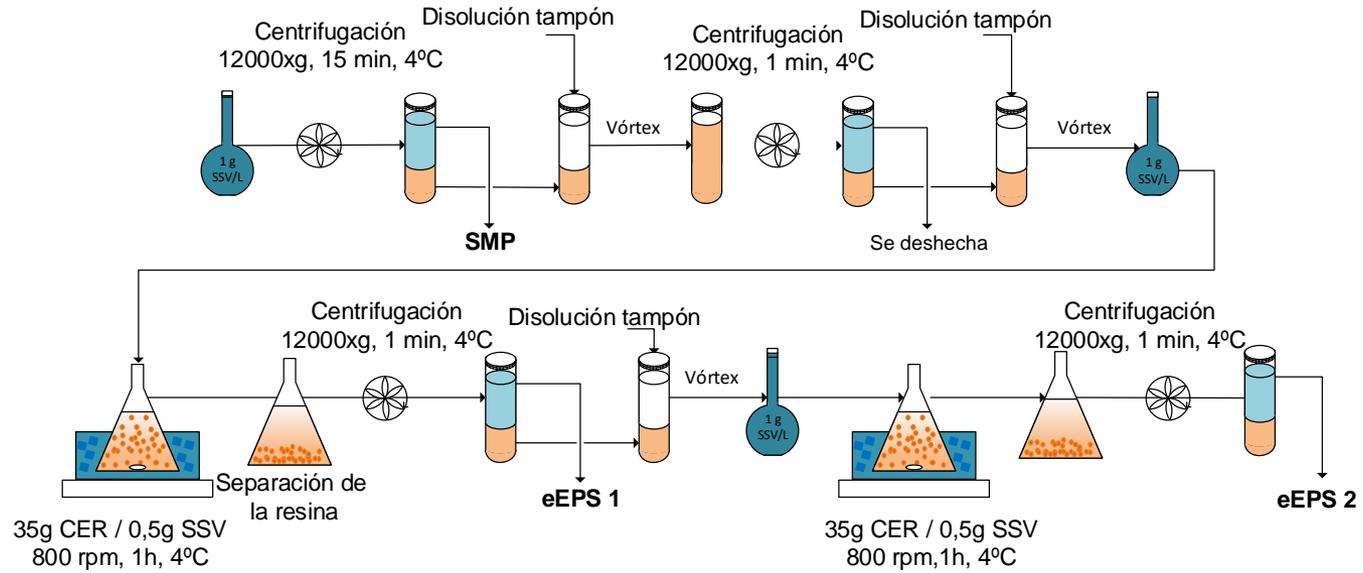
Métodos de extracción de EPS

1. Separación de los SMP
2. Extracción de las eEPS
3. Análisis de SMP y eEPS

$$\text{EPS} = \text{SMP} + \text{eEPS}$$



➤ Método de extracción de EPS con resina CER en 2 etapas



➤ Métodos de análisis de análisis de SMP y eEPS

Proteínas

Método BCA
"ácido bicinónico"
Método LOWRY



Carbohidratos

Método ANTRONA
Método DUBOIS



ADN

Método HS (0,2-100 ng)
Método BR (2-1000 ng)



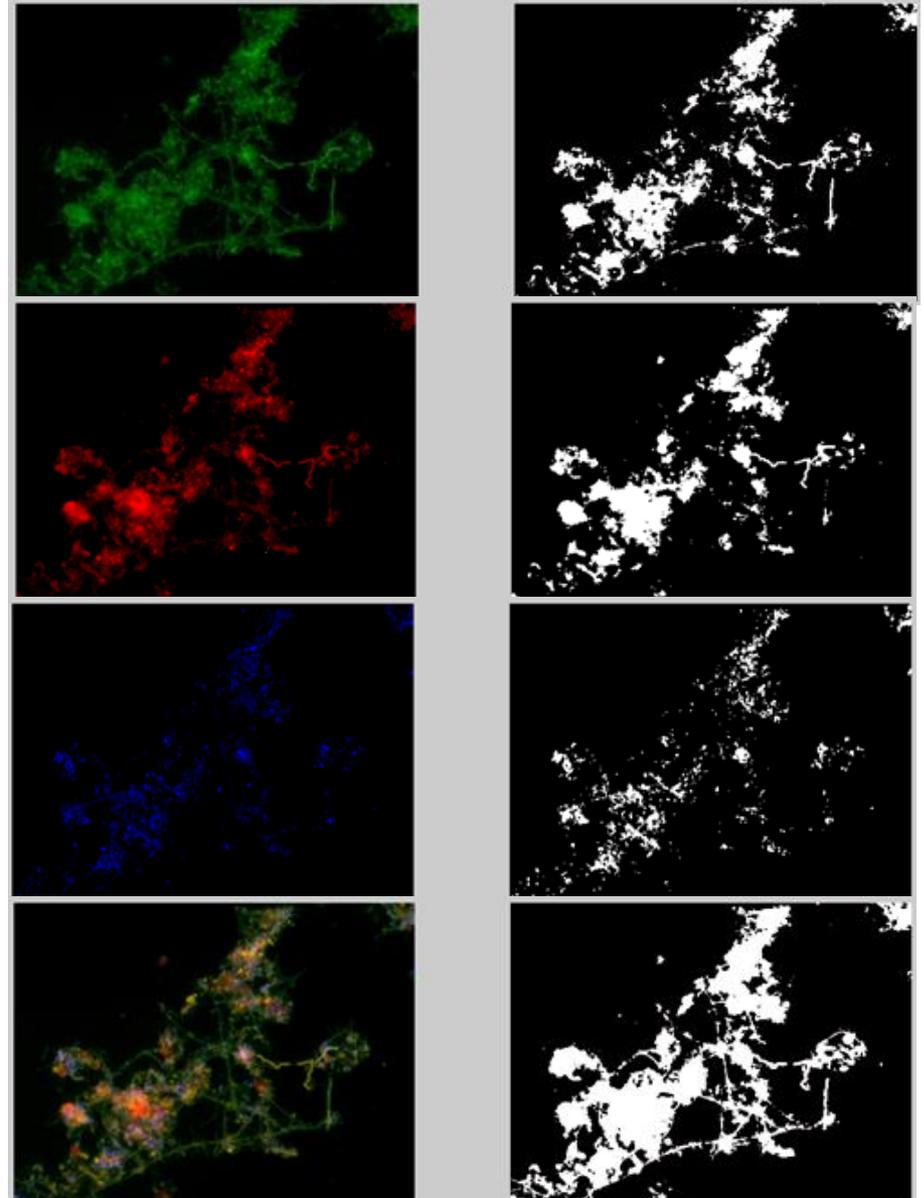
Fluoro-metro Qubit™
Invitrogen

➤ Caracterización microscópica

1. Fijación de la muestra con formaldehído 3.7%
2. Tinción
3. Observación microscopio de epifluorescencia
4. Análisis de imagen (Photoshop y MATLAB)

Fluorocromo	Tinción	$\lambda_{\text{excitación-emisión}}$ (nm)
Isotiocianato de fluoresceína (FITC)	Proteínas	490/510
NanoOrange	Proteínas	470/570
Concanavalina A isotiocianato de tetrametilrodamina (Tritc-Con A)	Carbohidratos	555/580
4',6-Diamidino-2-Phenylindole, Dihydrochloride(DAPI)	Ácidos nucleicos (ADN)	350/470
SYTO 9	Ácidos nucleicos (ADN)	482/500

Método	Proteínas	Carbohidratos	ADN
NOSYK	FITC	TRITC-Con A	DAPI
SUN	NanoOrange	TRITC-Con A	SYTO 9



ÍNDICE

01 Introducción

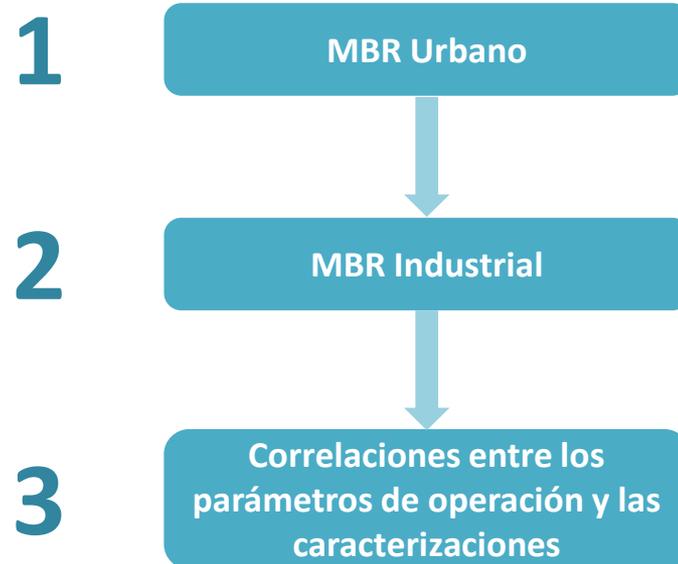
02 Objetivos

03 Material y Métodos

04 **Resultados y Discusión**

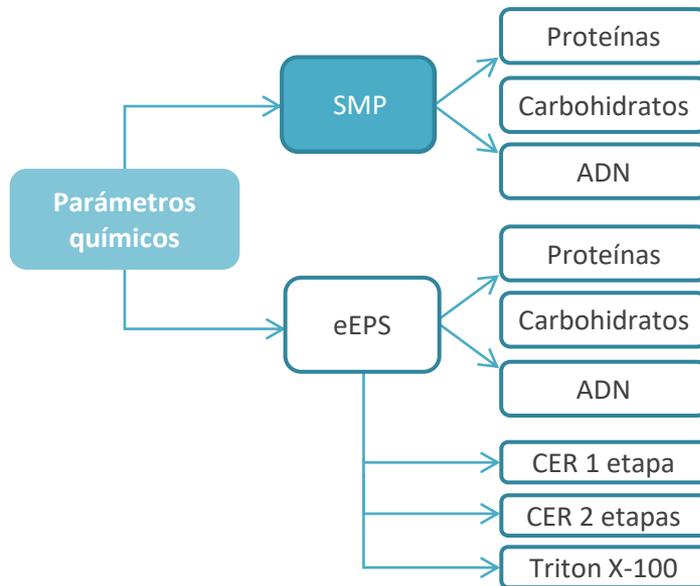
05 Conclusiones

Resultados y Discusión

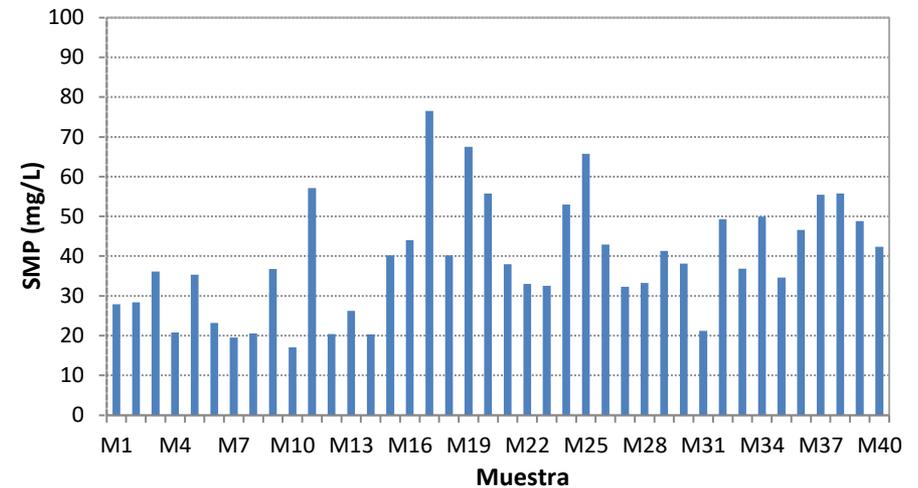


1 MBR Urbano

1.1 CARACTERIZACIÓN QUÍMICA DEL LICOR DE MEZCLA



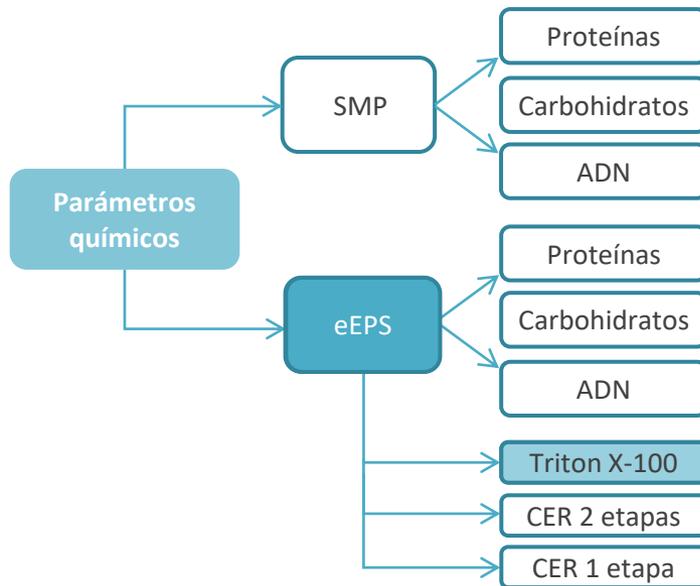
Concentración de los productos solubles microbianos (SMP) en las 40 muestras



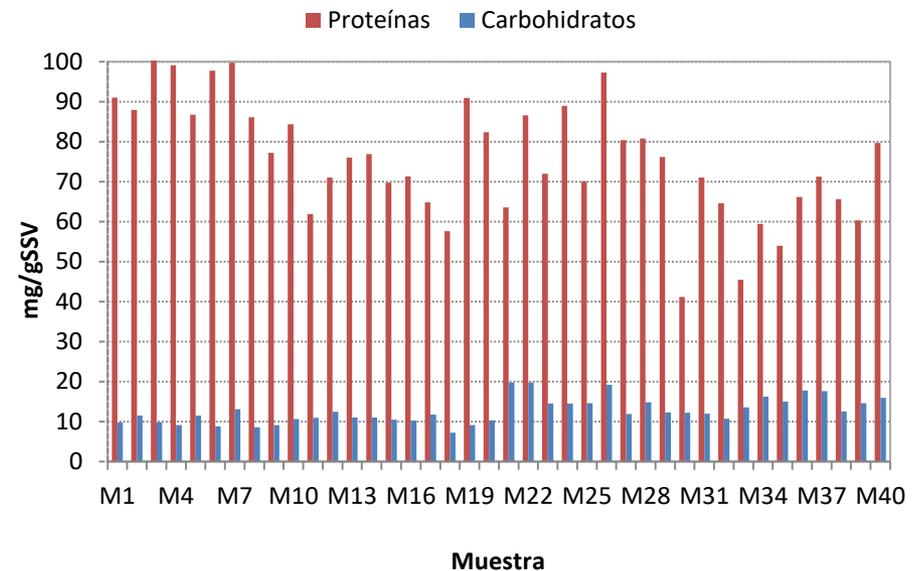
	SMP _{total} (mg/L)	Proteínas (mgBSA/L)	Carbohidratos (mgGlucosa/L)	ADN (mg/L)	P/C ratio
SMP	39.1 ± 14	22.9 ± 7	15.7 ± 13	0.53 ± 0.3	1.46

1 MBR Urbano

1.1 CARACTERIZACIÓN QUÍMICA DEL LICOR DE MEZCLA



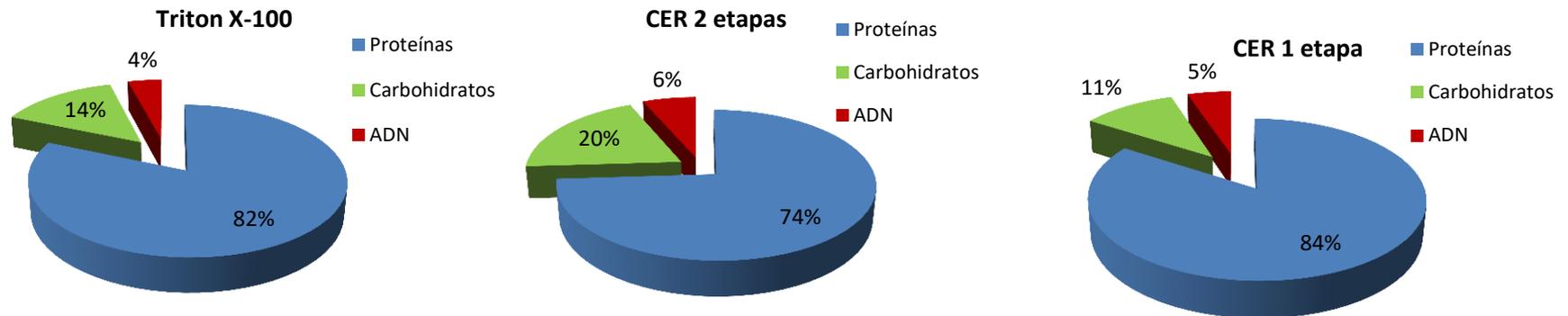
Concentración de proteínas y carbohidratos en las eEPS extraídas con **Triton X-100** en las 40 muestras



1 MBR Urbano

1.1 CARACTERIZACIÓN QUÍMICA DEL LICOR DE MEZCLA

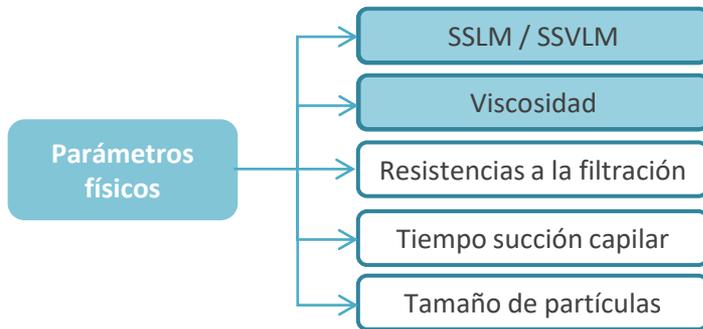
Distribución de proteínas, carbohidratos y ADN en las eEPS extraídas con los métodos Triton X-100, CER 1 etapa y CER 2 etapas



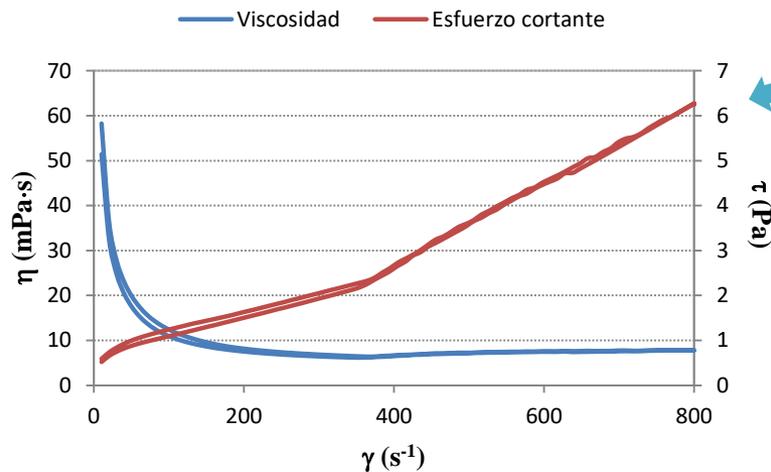
	eEPS (mg/gSSV)	Proteínas (mgBSA/gSSV)	Carbohidratos (mgGlucosa/gSSV)	ADN (mg/gSSV)	P/C ratio
Triton X-100	92.21 ± 15	75.7 ± 14.6	12.6 ± 3.2	3.9 ± 1.5	6
CER 2 etapas	21.93 ± 8	16.3 ± 8	4.07 ± 1.8	1.4 ± 0.7	4
CER 1 etapa	43.9 ± 9	37.2 ± 8	4.7 ± 1.2	1.9 ± 1.6	7.8

1 MBR Urbano

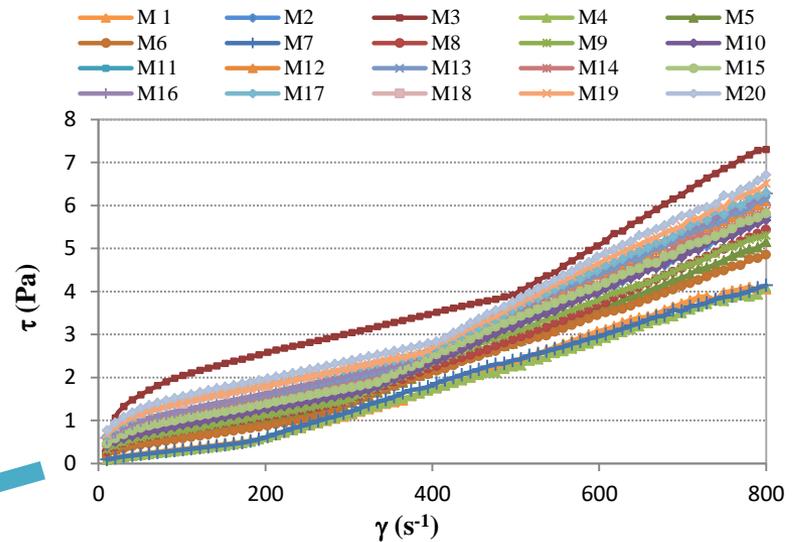
1.2 CARACTERIZACIÓN FÍSICA DEL LICOR DE MEZCLA



Viscosidad aparente y esfuerzo cortante frente a la velocidad de deformación



Evolución del esfuerzo cortante a diferentes velocidades de deformación

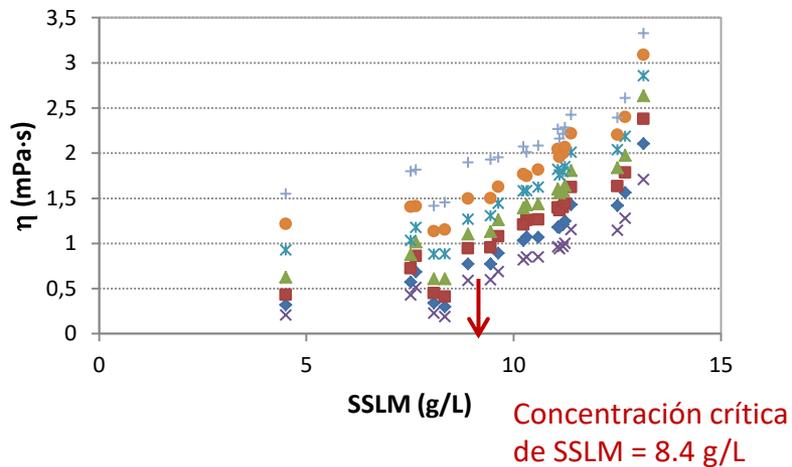


1 MBR Urbano

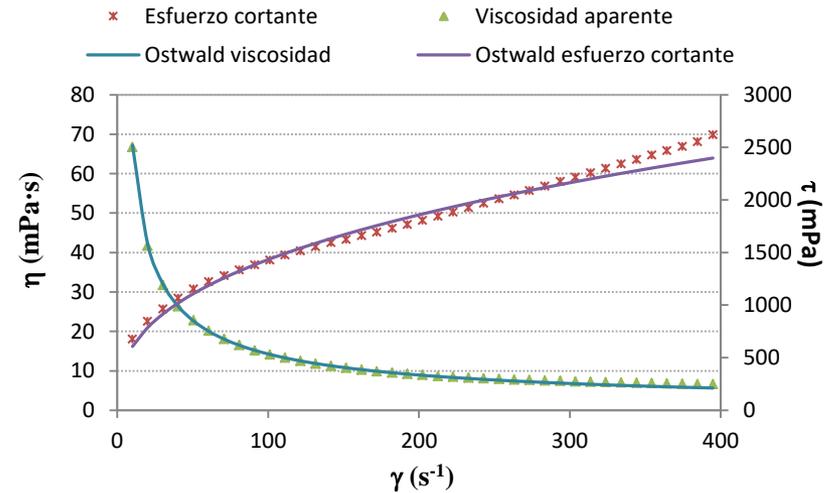
1.2 CARACTERIZACIÓN FÍSICA DEL LICOR DE MEZCLA

Evolución de la viscosidad aparente con la concentración de SSLM, a 7 velocidades de deformación, en régimen laminar

× 50.63 s⁻¹ ◆ 101.3 s⁻¹ ■ 151.9 s⁻¹ ▲ 202.5 s⁻¹ * 253.2 s⁻¹ ● 303.8 s⁻¹ + 354.4 s⁻¹

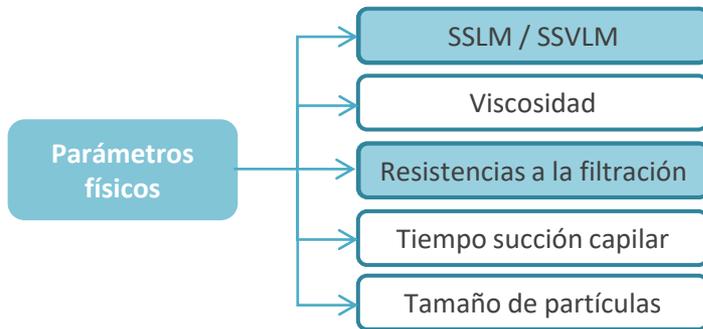


Reograma obtenido experimentalmente y ajuste obtenido mediante el modelo de Ostwald $\tau = K \cdot \dot{\gamma}^n$ ($n = 0.3752$, $k = 0.2545$ mPa·s)

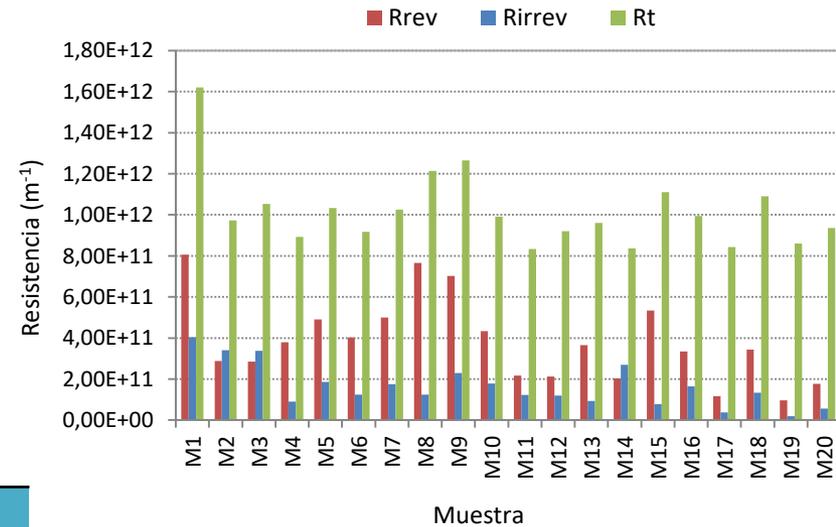


1 MBR Urbano

1.2 CARACTERIZACIÓN FÍSICA DEL LICOR DE MEZCLA



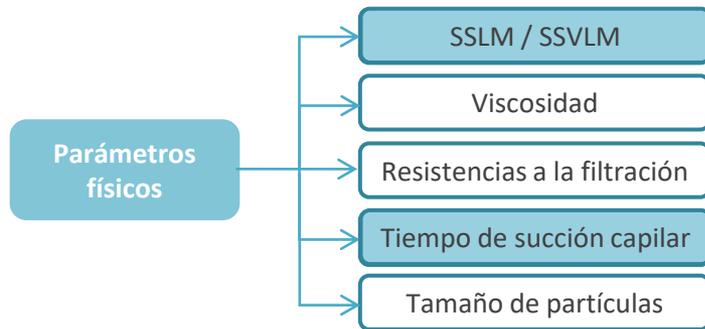
Resistencias a la filtración (R_{rev} , R_{irrev} y R_t)



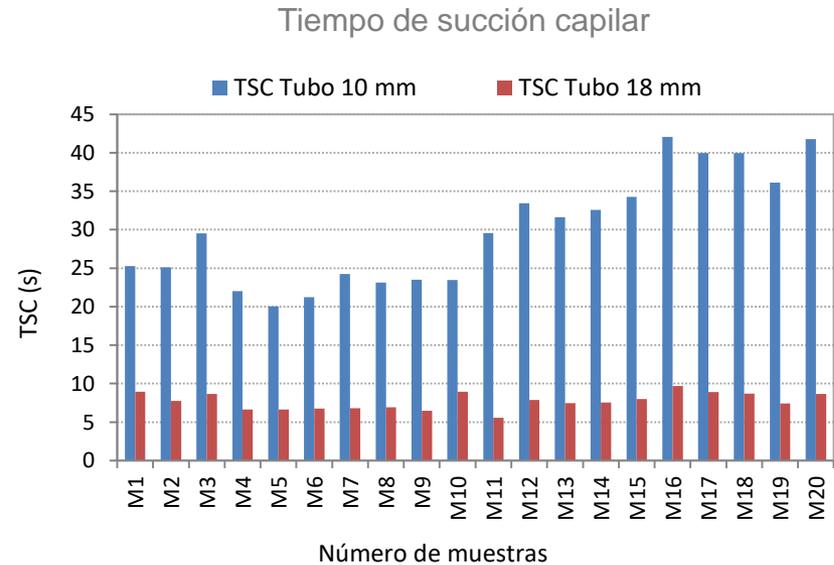
R_m (m^{-1})	R_{rev} (m^{-1})	R_{irrev} (m^{-1})	R_t (m^{-1})
3.55E+11	6.91E+11	2.36E+11	1.28E+12
27.6%	53.9%	18.4%	100%

1 MBR Urbano

1.2 CARACTERIZACIÓN FÍSICA DEL LICOR DE MEZCLA



Se ha encontrado correlación entre el TSC y la concentración de carbohidratos de los SMP

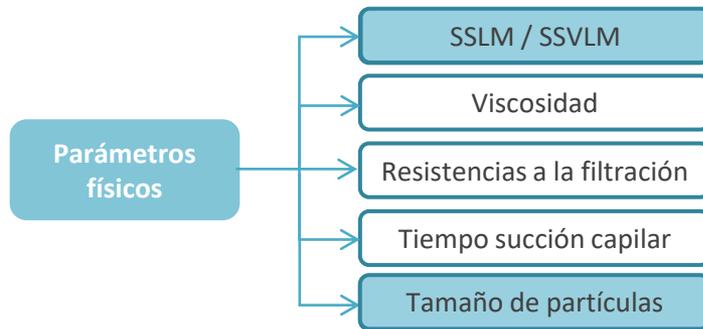


Rango SSLM (g/L)	SSLM (g/L)	SSVLM/SSLM	TSC (S)	TSC normalizado (s·L/g)	η (mPa·s)
7.5-8.5	7.90 ± 0.38	0.73	22.14 ± 2.25	2.80	4.63 ± 0.55
8.5-9.5	9.17 ± 0.39	0.72	23.31 ± 1.14	2.54	5.40 ± 0.06
9.5-10.5	10.06 ± 0.37	0.73	27.61 ± 7.64	2.74	5.69 ± 0.19
10.5-11.5	11.10 ± 0.27	0.72	34.23 ± 4.40	3.08	6.32 ± 0.33
11.5-12.5	12.49 ± 0.22	0.74	40.55 ± 1.05	3.25	7.06 ± 0.44

El fango es menos filtrable y el ensuciamiento mayor

1 MBR Urbano

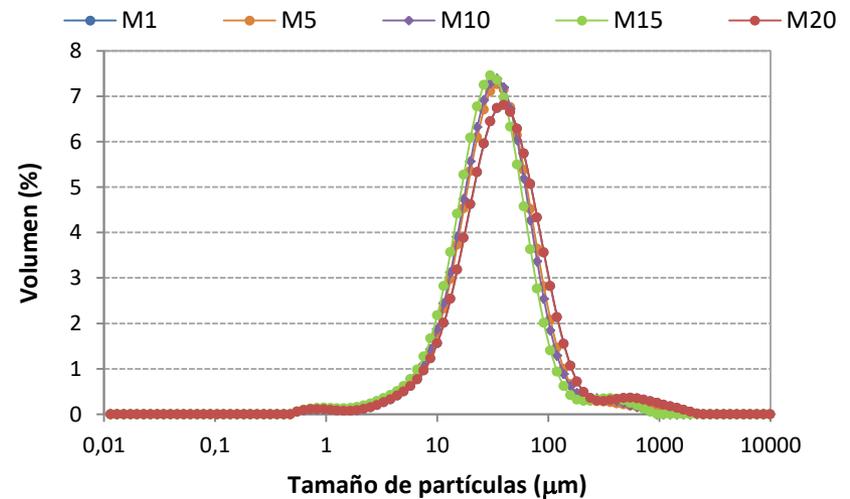
1.2 CARACTERIZACIÓN FÍSICA DEL LICOR DE MEZCLA



Se ha encontrado correlación entre la DTP:

- Positiva con el ensuciamiento de la membrana (R_t , R_{rev} y R_{irrev})
- Negativa con la viscosidad
- Positiva con la concentración de proteínas de los SMP y eEPS

Distribución del tamaño de partículas



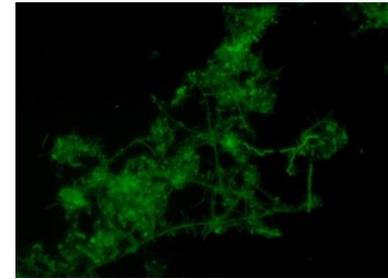
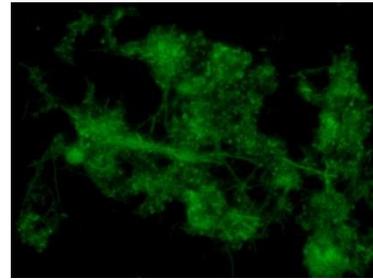
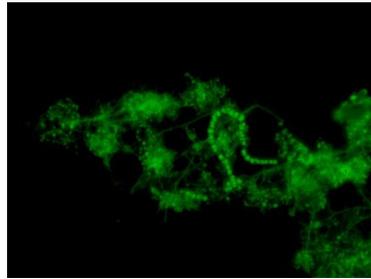
D [4,3] μm	47.5
d (0,1) μm	10
d (0,5) μm	29
d (0,9) μm	78

1 MBR Urbano

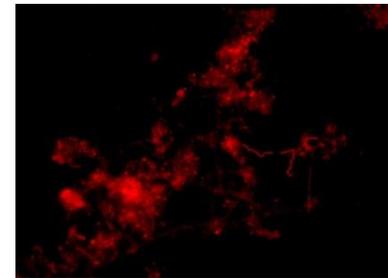
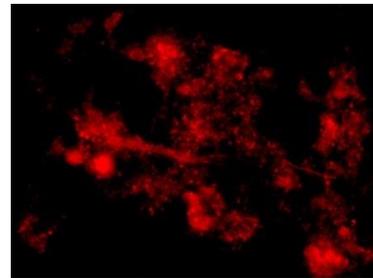
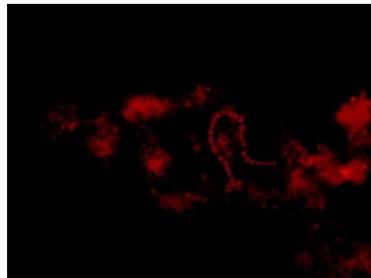
1.3 CARACTERIZACIÓN ÓPTICA

Microscopía de epifluorescencia, método de Nosyk

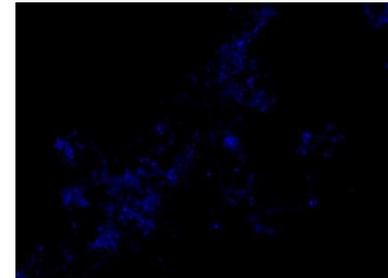
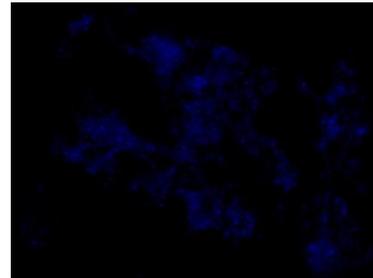
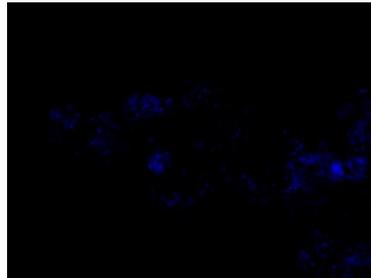
Proteínas



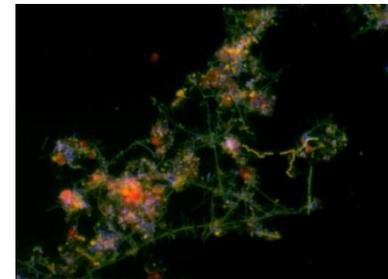
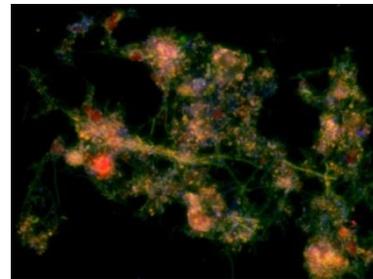
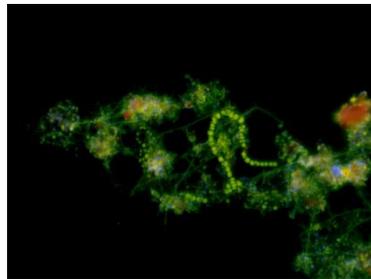
Carbohidratos



ADN



Proteínas +
Carbohidratos +
ADN



1 MBR Urbano

Microscopía de epifluorescencia, Nosyk

	Proteínas			Carbohidratos			ADN		
	%Media	SD	U	%Media	SD	U	%Media	SD	U
M1	83	17.9	3.6	18	12	2.4	16	32.5	5.4
M2	93	8.9	2.6	27	12.3	3.5	25	1.5	0.4
M3	83	17.3	3.7	20	7.9	1.7	17	13.8	3
M4	79	13.7	3.1	26	12.9	2.9	37	7.1	1.6
M5	70	17.2	3.7	35	15.6	3.3	58	20.2	4.2
M6	94	10.6	2.3	36	13.2	2.8	32	9	1.9
M7	86	19.3	4.2	43	15.3	3.3	56	15.4	3.4
M8	67	19.4	4.1	48	16.6	3.5	11	6	1.3
M9	72	11.6	2.4	38	10.4	2.2	20	8.5	1.8
M10	65	12.3	2.6	37	13.4	2.8	29	13.3	2.8
M11	70	15.9	3.4	24	12.8	2.7	31	11.6	2.5
M12	47	24.9	5.3	16	13.9	3	15	8.7	1.9
M13	73	17.5	3.8	29	15.5	3.2	11	6	1.3
M14	78	18	3.8	16	4.7	1	17	10	2.1
M15	88	10.1	2.2	20	8.7	1.9	18	4.2	0.9
M16	70	17.1	3.7	17	7	1.5	10	4.7	1
M17	94	11.4	2.5	52	18.5	4	24	12.7	2.8
M18	95	1.9	1.9	47	12.1	2.6	15	3.8	0.8
M19	94	9.8	2.1	42	17.9	3.9	25	10.1	2.2
M20	93	11.4	2.6	38	11.4	2.6	13	6.1	1.4

2 MBR Industrial

2.1 CARACTERIZACIÓN DEL AGUA RESIDUAL

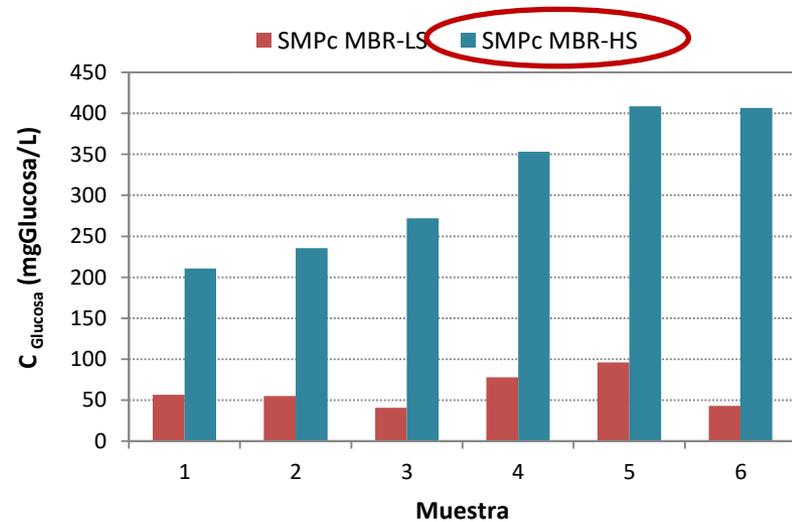
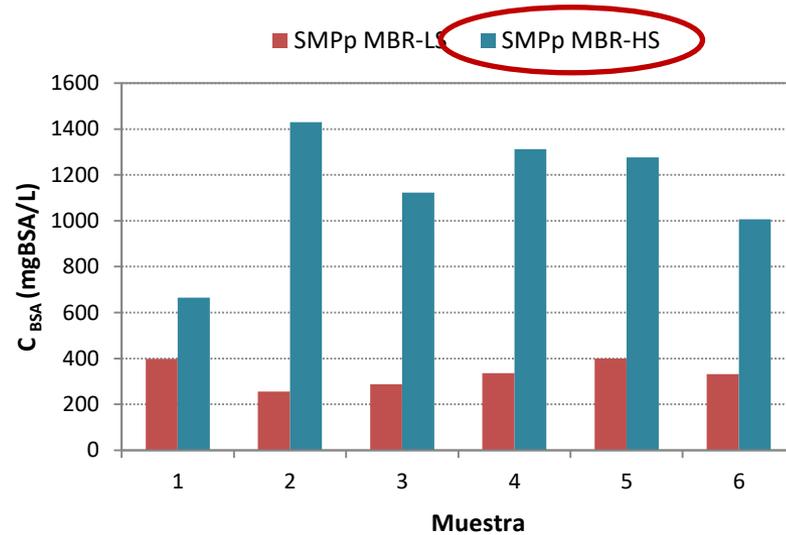
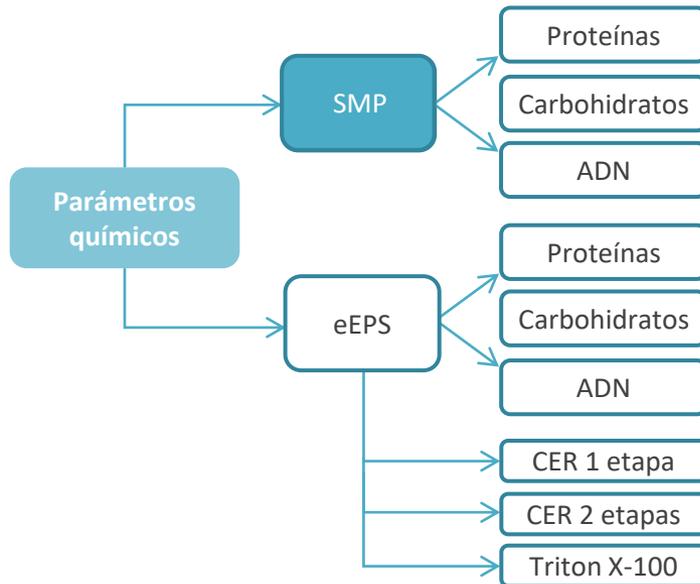
- **MBR-HS:** efluente procedente de la digestión anaerobia en **vía seca** y compostaje
- **MBR-LS:** efluente procedente de la digestión anaerobia en **vía húmeda** y compostaje

Agua Residual	MBR-LS	MBR-HS
pH	7.99 ± 0.10	7.99 ± 0.10
Conductividad (mS/cm)	16.26 ± 6.97	40.13 ± 4.65
SS (mg/L)	4401 ± 1812	12940 ± 1301
DQO (mg/L)	9430 ± 5944	32910 ± 7106
DQOs (mg/L)	3140 ± 1262	20927 ± 7635
NT (mg/L)	1879 ± 990	6267 ± 2666
NTs (mg/L)	790 ± 320	4890 ± 406
N-NH ₄ ⁺ (mg/L)	767 ± 324	3990 ± 410

Licor mezcla	MBR-LS			MBR-HS		
	SSLM (g/L)	SSVLM (g/L)	%SSVLM	SSLM (g/L)	SSVLM (g/L)	%SSVLM
1	27.83	18.81	67.57	25.23	14.63	57.92
2	13.06	10.07	77.15	26.59	16.79	63.63
3	17.17	13.13	76.45	20.06	14.63	72.97
4	19.38	15.10	77.90	21.67	16.69	77.02
5	22.53	18.05	80.73	24.14	18.61	77.09
6	23.62	18.68	79.14	20.83	15.50	74.42

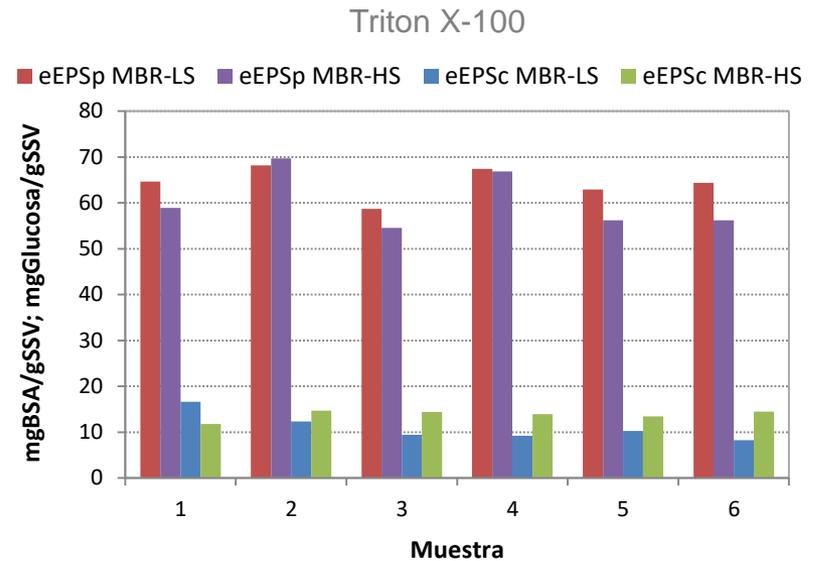
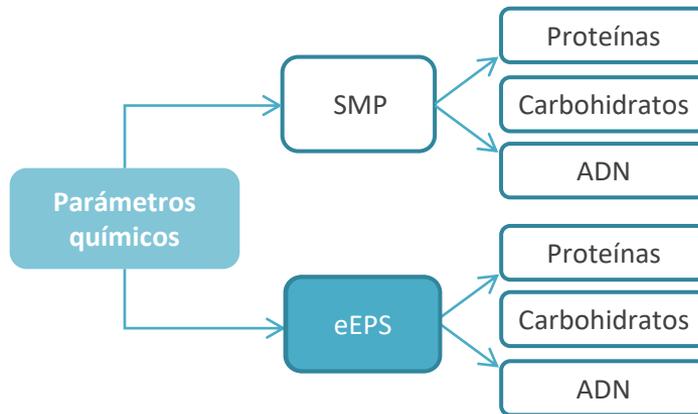
2 MBR Industrial

2.2 CARACTERIZACIÓN QUÍMICA DEL LICOR DE MEZCLA

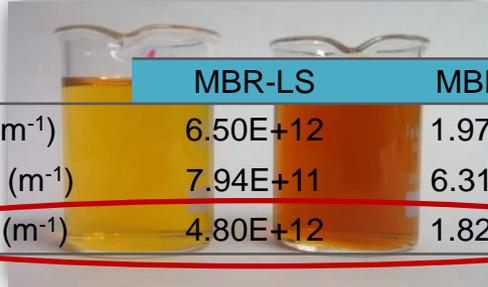


2 MBR Industrial

2.2 CARACTERIZACIÓN QUÍMICA DEL LICOR DE MEZCLA



2 MBR Industrial

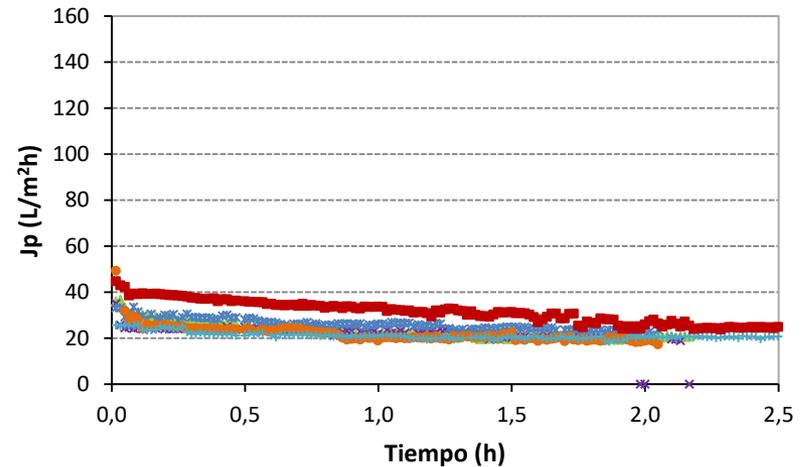
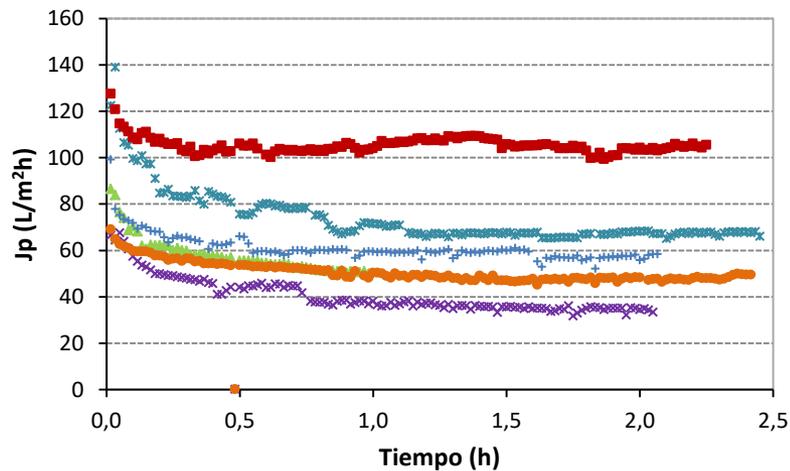



	MBR-LS	MBR-HS
R_t (m^{-1})	6.50E+12	1.97E+13 ↑
R_{irrev} (m^{-1})	7.94E+11	6.31E+11
R_{rev} (m^{-1})	4.80E+12	1.82E+13

Permeados MBR-LS y MBR-HS

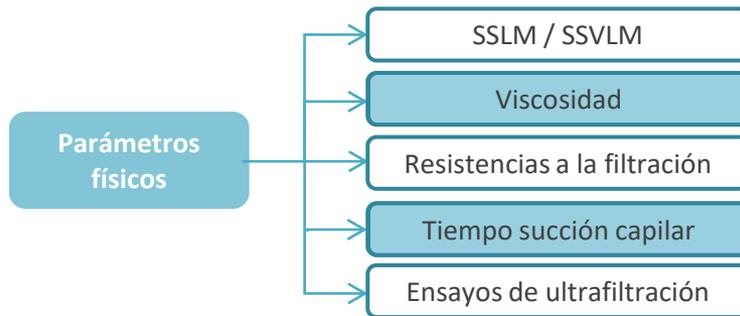
Menor SMP_{carbohidratos}

▲ 1 MBR-LS × 2 MBR-LS × 3 MBR-LS ● 4 MBR-LS + 5 MBR-LS ■ 6 MBR-LS ▲ 1 MBR-HS × 2 MBR-HS × 3 MBR-HS ● 4 MBR-HS + 5 MBR-HS ■ 6 MBR-HS



Debido a la mayor concentración de SMP y las características del agua residual

2 MBR Industrial

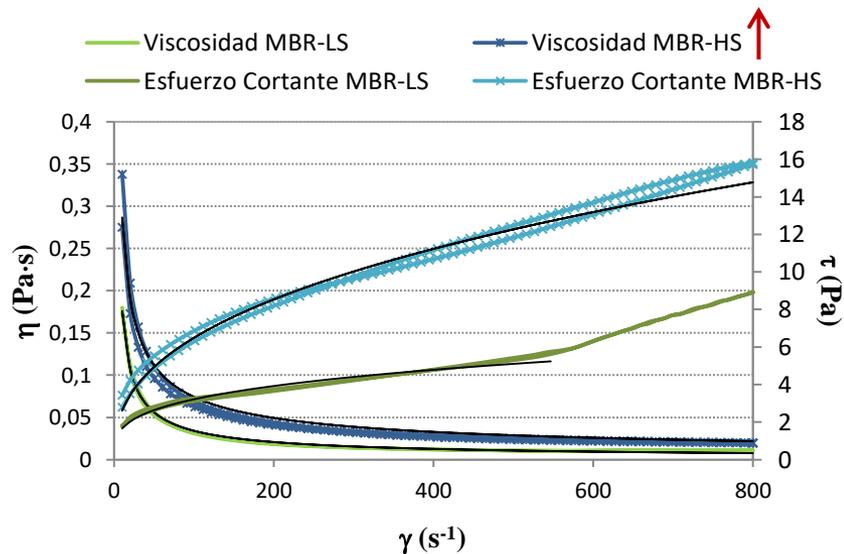


- TSC

El licor de mezcla del MBR-HS es menos deshidratable, ya que se obtuvieron valores de 1629 s, frente a 83.5 s en el MBR-LS.



Mayor concentración de SMP_{carbohidratos}



3 Correlaciones entre los parámetros de operación y las caracterizaciones

- Regresión de Mínimos Cuadrados Parciales (PLS)

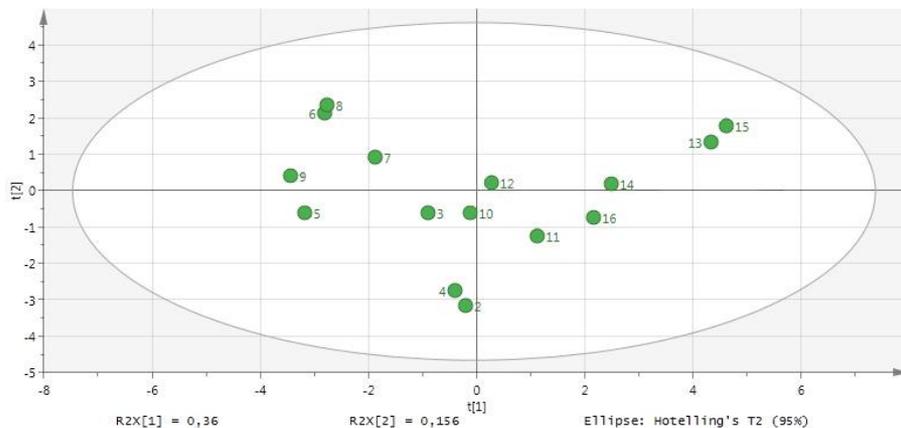
MBR Industrial → **MBR-LS**

Variable Y: **SMP** Variable X: Parámetros operación

Modelo	Nº Componentes	R ² X	R ² Y	Q ²
MBR-LS SMP	2	0.517	0.931 > 0.5	0.851 > 0.5

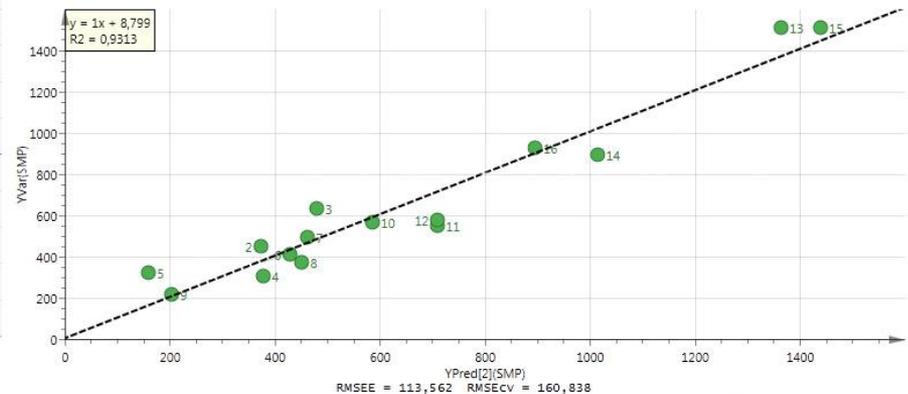
- R²X: varianza acumulada por las variables explicativas
- R²Y: coeficiente de correlación
- Q²: coeficiente de predicción

Gráfico de dispersión de las 15 observaciones



No existe ninguna observación anómala

Valores de la variable Y (SMP) observados frente a los predichos por el modelo



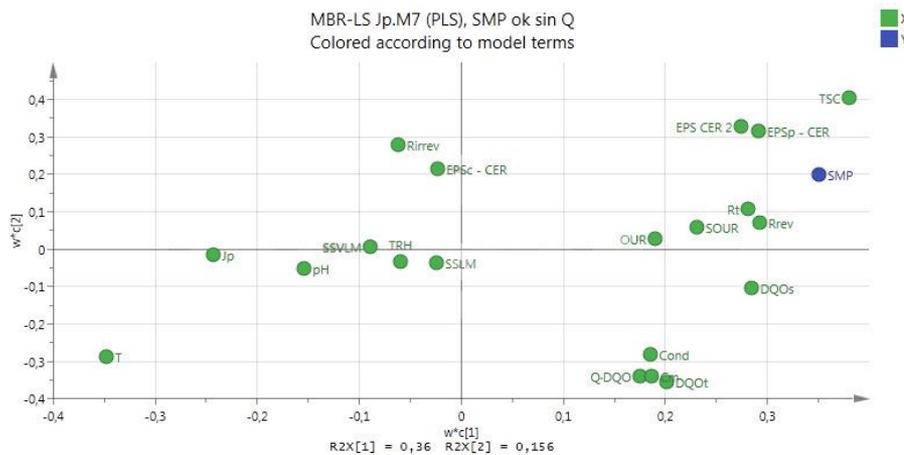
$y = 1 \cdot x + 0.8799$

$R^2 = 0.9313$

3 Correlaciones entre los parámetros de operación y las caracterizaciones

- MBR-LS

Dispersión de los pesos de la variable SMP
(Loading Scatter Plot)



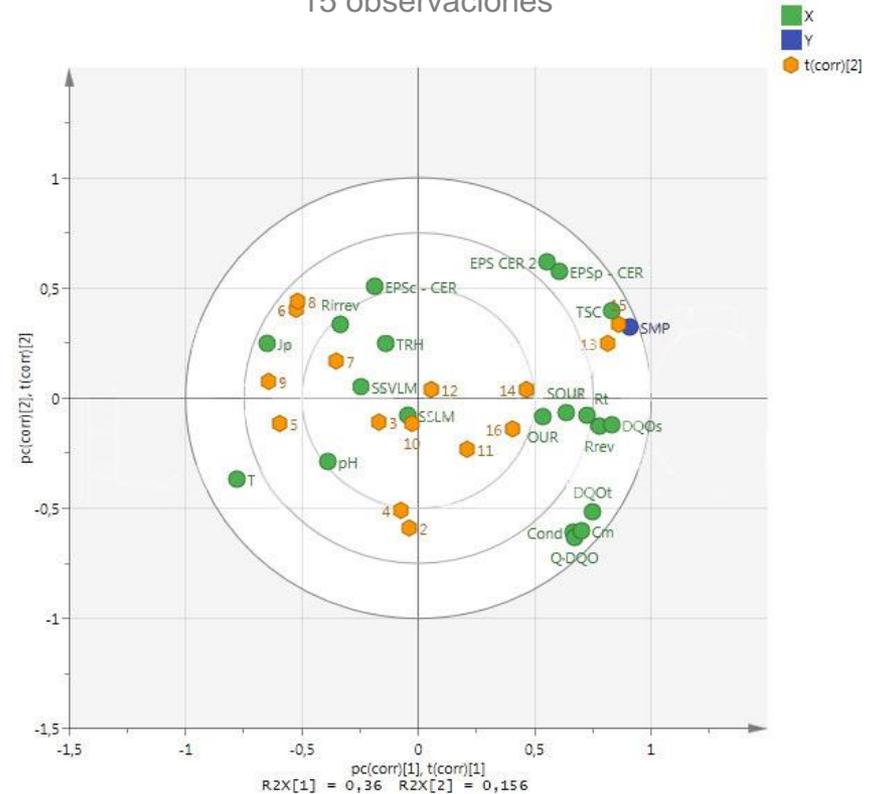
Los parámetros que menos influyen en la producción de SMP son:

- SSLM, SSVLM y TRH

Los parámetros con gran influencia son:

- TSC, por consiguiente la filtrabilidad del fango
- T inversamente
- DQO y Q-DQO
- Conductividad

Biplot. Círculos de correlación obtenidos para la variable Y (SMP) con las variables X estudiadas y las 15 observaciones



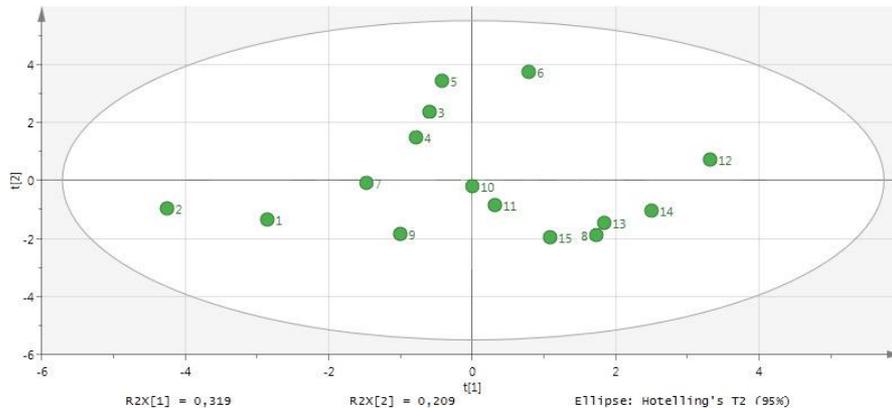
3 Correlaciones entre los parámetros de operación y las caracterizaciones

- MBR Industrial → **MBR-HS**

Variable Y: **SMP** Variable X: Parámetros operación

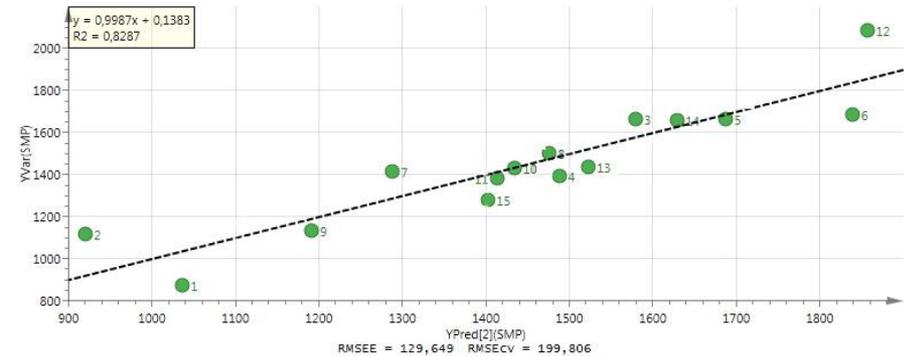
Modelo	Nº Componentes	R ² X	R ² Y	Q ²
MBR-HS SMP	2	0.528	0.829 > 0.5	0.561 > 0.5

Gráfico de dispersión de las 15 observaciones



No existe ninguna observación anómala

Valores de la variable Y (SMP) observados frente a los predichos por el modelo

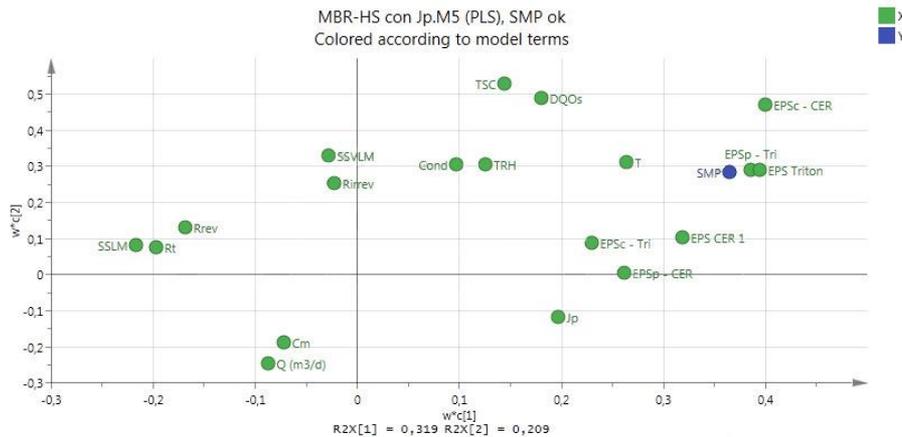


$$y = 0.9987 \cdot x + 0.1383 \quad R^2 = 0.8287$$

3 Correlaciones entre los parámetros de operación y las caracterizaciones

- MBR-HS

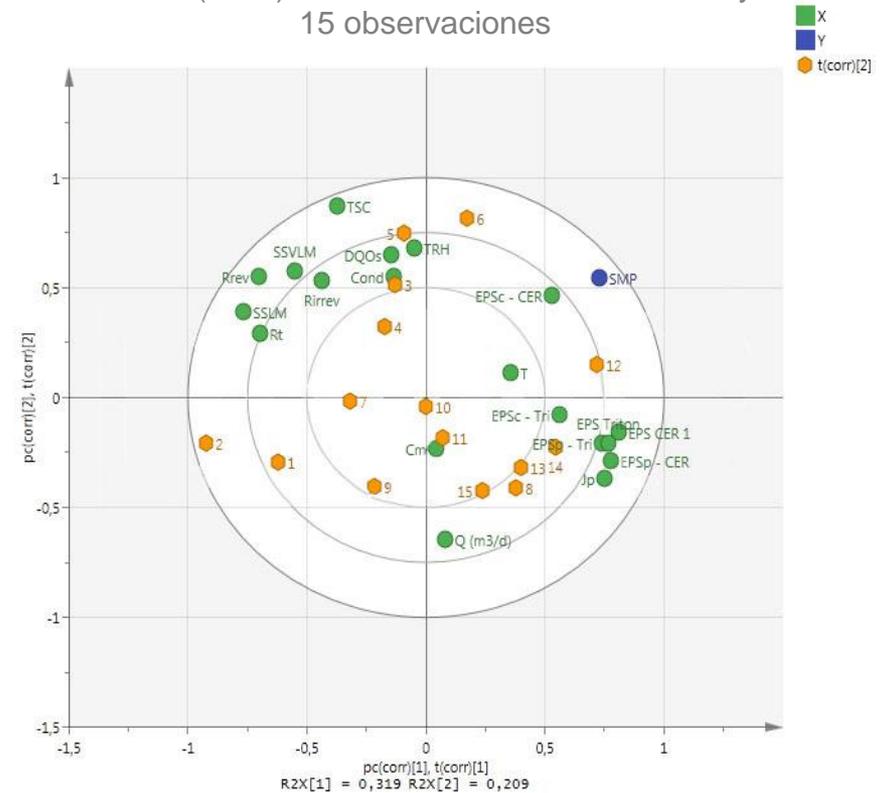
Dispersión de los pesos de la variable SMP
(Loading Scatter Plot)



Relación inversa de los SMP con:

- SSLM y SSVLM, debida a la concentración de SS en el lixiviado, que no corresponde a microorganismos
- TSC, Resistencias
- Conductividad apenas afecta, ya que variaciones bajas de la misma no afectan a la generación de SMP 40.13 ± 4.65 mS/cm frente a 16.26 ± 6.97 mS/cm

Biplot. Círculos de correlación obtenidos para la variable Y (SMP) con las variables X estudiadas y las 15 observaciones



ÍNDICE

01 Introducción

02 Objetivos

03 Material y Métodos

04 Resultados y Discusión

05 **Conclusiones**

Conclusiones

- En el MBR urbano no se observó influencia estadística de la carga másica sobre los parámetros de caracterización del fango activo, lo que fue debido a su escasa variación y su muy bajo valor.
- En el MBR urbano, un tiempo de retención hidráulico elevado, implicó bajos valores de viscosidad, por lo que se relacionó con mejores filtrabilidades del licor de mezcla y menor ensuciamiento.
- El mayor componente de las EPS son las proteínas.
- La viscosidad del licor de mezcla aumenta con la concentración de SSLM.
- Los resultados de las resistencias a la filtración del licor de mezcla reflejaron una mayor resistencia reversible que irreversible. Por consiguiente, el ensuciamiento de la membrana se debe principalmente a la formación de torta.
- Los SMP medidos en los MBR industriales fueron muy superiores a los del MBR urbano, siendo de 1400 mg/L en el caso del MBR-HS debido a la elevada conductividad y DQO no biodegradable, lo que produce un estrés bacteriano muy elevado.

GRACIAS!

Elena Zuriaga Agustí
Técnico I+D+i FACSA
ezuriaga@facsa.com



Cátedra FACSA de innovación
en el ciclo integral del agua

UNIVERSITAT
JAUME I

Facsa^F
ciclo integral del agua