

ESCUELA TÉCNICA SUPERIOR DE INGENIEROS  
INDUSTRIALES Y DE TELECOMUNICACIÓN

UNIVERSIDAD DE CANTABRIA



***Trabajo Fin de Grado***

**Tratamiento biológico para eliminación de  
DQO a través de un proceso BAS  
(Biological treatment for COD removal  
throughout the BAS process)**

Para acceder al Título de

***Graduado/a en Ingeniería Química***

**Autor: Iván Salas Echezarreta**

TÍTULO	<b>Tratamiento biológico para la eliminación de DQO a través de un proceso BAS</b>		
AUTOR	<b>Iván Salas Echezarreta</b>		
DIRECTOR/CODIRECTOR	<b>Berta Galán Corta – Tamara Llano Astuy</b>		
TITULACIÓN	<i>Grado en Ingeniería Química</i>	FECHA	12/02/2018

### Palabras clave

BAS, MBBR, Fangos Activos, tratamiento de aguas residuales, DQO.

### Planteamiento del problema

Cualquier actividad industrial actual requiere conseguir una calidad mínima de los efluentes que genera. Uno de los grupos de contaminantes en aguas residuales más comunes es la contaminación orgánica, cuantificada con el indicador, entre otros, de Demanda Química de Oxígeno (DQO).

El proceso BAS consiste en la combinación de dos tecnologías de tratamiento biológico de aguas residuales; la primera, un reactor de lecho móvil (Moving Bed Biofilm Reactor) MBBR cuyo objetivo es reducir el contenido de DQO entrante a la segunda etapa, un tratamiento convencional de fangos activos, en el que se elimina la fracción de DQO restante. El proceso BAS está especialmente indicado para aguas residuales de alto valor de DQO. Este proceso tiene numerosas aplicaciones, siendo las más extendidas el tratamiento de aguas procedentes de la industria de la pasta y el papel, industria textil, azucareras, entre otras.

Este trabajo pretende, como objetivo principal, estudiar la viabilidad de la eliminación de DQO en aguas residuales de un proceso BAS a escala laboratorio. Para llevar a cabo el objetivo principal de este proyecto se analizará: (i) la eficacia de eliminación de DQO a lo largo de las dos etapas del proceso BAS; (ii) el comportamiento del sistema aplicando diferentes relaciones de nutrientes; (iii) el comportamiento de la etapa MBBR cuando se varía el volumen de llenado de soportes en el reactor; (iv) la influencia de la concentración de sólidos en la etapa de fangos activos.

La corriente residual empleada es un agua sintética con una alta cantidad de DQO (3000 mg O<sub>2</sub>/L) que está compuesta principalmente de fructosa. Un aporte externo de nitrógeno y fósforo es necesario para que se lleve a cabo la degradación del material orgánico; en este caso se añade urea y ácido fosfórico.

### Resultados

Durante la fase de experimentación se han modificado algunas variables que afectan al comportamiento del sistema:

- I. Concentración de nutrientes (C:N:P), variando entre 100:5:1 hasta 100:0,625:0,125.
- II. Caudal tomando como valor de referencia 0,3 L/h
- III. Volumen de llenado con soportes en la etapa MBBR, con valores del 5, 10 y 15%.

La influencia de estas variables se ha obtenido mediante la medida de DQO, sólidos en suspensión totales (SST) y pH en varios puntos del sistema experimental; en el influente principal y en las etapas MBBR y de FA.

## Conclusiones

Una vez estudiadas las dos etapas consecutivas del proceso de tratamiento biológico BAS a escala de laboratorio para la degradación de aguas residuales sintéticas con alta carga orgánica se concluye que:

- Se ha demostrado la viabilidad y estabilidad del proceso BAS para la eliminación de DQO de un agua sintética con valores de entrada 3000 mg O<sub>2</sub>/L bajo una concentración de nutrientes 100:5:1, logrando la estabilización del contenido de DQO del efluente de salida en torno a 100 mg O<sub>2</sub>/L, que supone rendimientos de eliminación superiores al 95 %.
- La concentración de nutrientes afecta de forma significativa al comportamiento del proceso BAS. La primera etapa (etapa MBBR) se ve muy poco afectada por la disminución de nutrientes, disminuye el rendimiento en torno a un 3 %. Sin embargo, la segunda etapa (etapa de fangos activos) experimenta una disminución del rendimiento, en torno a un 30 % al disminuir la concentración de nitrógeno y fósforo en el influente desde 100:5:1 hasta 100:0,625:0,125. Es decir, la etapa MBBR del proceso BAS es una etapa capaz de operar con una cantidad mínima de nutrientes y manteniendo los rendimientos de eliminación de DQO prácticamente constantes.
- La variación en el volumen de llenado de soportes en la etapa MBBR modifica ligeramente su rendimiento de eliminación de DQO, desde un 40 % hasta casi un 50 % para volúmenes de llenado del 5 y 15 %, respectivamente. Además, se observó que los soportes requieren de cierto tiempo (al menos 3-4 semanas) para el desarrollo de biomasa en su superficie.
- La cantidad de sólidos en suspensión totales en la etapa de fangos activos ha aumentado desde 0,2 g/L hasta situarse en torno a 0,7 g/L trabajando con una relación de nutrientes de 100:5:1. El tiempo necesario para este aumento en la cantidad de sólidos producido por el crecimiento bacteriano ha sido en torno a 1 mes. De igual manera, se observa que al aumentar la concentración de SST aumenta la eliminación de DQO en la etapa de fangos activos.
- Cuando se trabaja con relación de nutrientes baja (100:1,25:0,25-100:0,625:0,125) en la etapa de fangos activos proliferan los microorganismos filamentosos, generando el fenómeno indeseado llamado "bulking" que dificulta la separación de la parte sólida y líquida en la etapa de sedimentación.
- El pH del efluente para los experimentos llevados a cabo en este trabajo se encuentra en torno a 7, siendo el pH del influente en torno a 5,5.

## Bibliografía

- Ma, Jian. 2017. Determination of Chemical Oxygen Demand in Aqueous Samples with Non-Electrochemical Methods. *Trends in Environmental Analytical Chemistry*, 14, pp. 37-43, ISSN 2214-1588.
- Revilla Salas, M. 2017. *Análisis y modelado de un proceso BAS (Biofilm Activated Sludge) para el tratamiento biológico de aguas residuales de alta carga orgánica con limitación de nutrientes*. B. Galán Corta y J.R. Viguri Fuente, directores. Tesis doctoral, Universidad de Cantabria.

TÍTULO	<b>Biological treatment for COD removal throughout the BAS process</b>		
AUTOR	<b>Iván Salas Echezarreta</b>		
DIRECTOR/CODIRECTOR	<b>Berta Galán Corta – Tamara Llano Astuy</b>		
TITULACIÓN	<i>Grado en Ingeniería Química</i>	FECHA	12/02/2018

### Keywords

BAS, MBBR, Activated Sludges, wastewater treatment, COD.

### Scope

Nowadays, any industrial activity requires to achieve certain quality parameters of wastewater. One of the most common characterised pollutants in wastewater are biological contaminants, quantified by means of the index of Chemical Oxygen Demand (COD).

The BAS process consists of the combination of two technologies of biological wastewater treatment; the first, a Moving Bed Biofilm Reactor (MBBR) which objective is to reduce inlet COD to the second stage, a conventional activated sludges (AS) treatment, that removes most of the remaining COD. The BAS process is particularly suitable for wastewater with elevated levels of COD. This process is indicated in many applications, such as wastewater treatment from pulp and paper industry, textile industry and sugar refineries among others.

The main objective of this paper is to study the viability of COD removal in wastewater of a BAS process at laboratory scale. Within this project, it has been analysed: (i) effectiveness of COD removal at the two stages of the BAS process; (ii) system behaviour under different nutrient conditions; (iii) behaviour of the Moving Bed Biofilm Reactor as a function of the filling rate of carriers in the reactor; (iv) influence of total suspended solids concentration at the activated sludge stage.

The waste mainstream used consists of a high-COD synthetic water (3000 mg O<sub>2</sub>/L) which is mainly composed of fructose. An external addition of nitrogen and phosphorus is required in order to accomplish the degradation of the organic material; in this case, urea and phosphoric acid were used as N and P streams, respectively.

### Results

As the experimental stage was developed, some variables were modified which affected the system behaviour:

- I. Concentration of nutrients (C:N:P), varying between 100:5:1 and 100:0,625:0,125.
- II. Flowrate, with 0,3 L/h as a reference value.
- III. Filling rate of carriers in the MBBR stage, with values of 5, 10 and 15 %.

The influence of these variables have been obtained by measuring the COD, total of suspended solids and pH in some points of the experimental system; in the influent, MBBR and AS stages.

## Conclusions

Once the two consecutive stages of the BAS biological treatment process have been studied at laboratory scale for the degradation of synthetic wastewaters with high COD concentrations, the main conclusions obtained were:

- The viability of the BAS process for COD removal of a synthetic water with inlet values of 3000 mg O<sub>2</sub>/L under a nutrient concentration of 100:5:1 has been demonstrated, achieving stabilization of COD levels of the effluent around 100 mg O<sub>2</sub>/L, which results in overall performance indices higher than 95 %.
- The nutrient concentration affects severely to the BAS process behaviour. The first stage (MBBR) shows no variation at all, with just a 3% decrease of performance. However, the second stage (activated sludges) experiences a strong decrease of performance, around 30% in that stage by changing nitrogen and phosphorus levels in the influent from 100:5:1 to 100:0,625:0,125. In other words, the MBBR stage of the BAS process is a stage capable to operate with a minimal nutrient concentration, but maintaining the COD removal performance almost constant.
- The filling rate change in the MBBR stage changes slightly its COD removal performance, from 40 % to almost a 50 % for filling rates of 5 and 15 %, respectively. Besides, it is observed that the carriers require time, about 3-4 weeks, in order to achieve biomass growth in their surface.
- The amount of total suspended solids (TSS) in the activated sludges stage increased from 0,2 g/L to values around 0,7 g/L, working with a nutrient concentration of 100:5:1. Time necessary to achieve this TSS increase produced by the bacterial growth is about 1 month. In the same way, it is observed that the increment of the amount of TSS increases the COD removal in that stage as well.
- When working with a low nutrients concentration, the development of filamentous microorganisms in the activated sludges stage is observed, generating "bulking", which is an undesirable phenomenon.
- Effluent pH for the experiments performed in this paper is around 7, with a influent pH of 5,5.

## References

- Ma, J. 2017. Determination of Chemical Oxygen Demand in Aqueous Samples with Non-Electrochemical Methods. *Trends in Environmental Analytical Chemistry*, 14, pp. 37-43, ISSN 2214-1588.
- Revilla Salas, M. 2017. *Análisis y modelado de un proceso BAS (Biofilm Activated Sludge) para el tratamiento biológico de aguas residuales de alta carga orgánica con limitación de nutrientes*. B. Galán Corta y J.R. Viguri Fuente, directores. Tesis doctoral, Universidad de Cantabria.

# Índice

<b>1. Introducción</b> .....	<b>1</b>
<b>1.1. Caracterización de aguas residuales: aguas residuales industriales</b> .....	<b>1</b>
<b>1.2. Generación de residuos orgánicos en aguas e industria</b> .....	<b>2</b>
<b>1.3. Tratamiento biológico de aguas residuales</b> .....	<b>3</b>
<b>1.4. Indicadores de contaminación orgánica en aguas</b> .....	<b>4</b>
<b>1.5. Proceso BAS</b> .....	<b>4</b>
<b>1.6. Características de la etapa MBBR</b> .....	<b>6</b>
<b>1.7. Características de la etapa FA</b> .....	<b>7</b>
<b>1.8. Objetivos y alcance</b> .....	<b>9</b>
<b>2. Desarrollo</b> .....	<b>10</b>
<b>2.1. Descripción del sistema experimental</b> .....	<b>10</b>
<b>2.2. Metodología</b> .....	<b>13</b>
2.2.1. Mantenimiento del sistema experimental.....	13
2.2.2. Determinación de DQO mediante espectrofotometría UV-VIS .....	13
2.2.2.1. Fundamento teórico.....	14
2.2.2.2. Material .....	15
2.2.2.3. Procedimiento .....	16
2.2.2.4. Recta de calibrado .....	18
2.2.2.5. Repetibilidad del método.....	19
2.2.3. Determinación del caudal.....	20
2.2.4. Determinación de los sólidos en suspensión totales (SST) .....	20
2.2.5. Determinación del pH.....	21
<b>2.3. Análisis de resultados</b> .....	<b>21</b>
2.3.1. Robustez y viabilidad del sistema BAS para la eliminación de DQO .....	22
2.3.2. Influencia de la variación en la concentración de nutrientes .....	25
2.3.3. Influencia de la variación del caudal .....	28
2.3.4. Influencia de la variación del volumen de llenado con soportes en la etapa MBBR .....	29
2.3.5. Evolución de sólidos en suspensión totales .....	33
2.3.6. Evolución del pH .....	36
<b>3. Conclusiones</b> .....	<b>38</b>
<b>4. Referencias</b> .....	<b>40</b>

## Índice de Figuras

Figura 1. Residuos orgánicos en aguas generados en el año 2010 en Europa, por sectores (CWW BREF, 2016) Adaptado. ....	2
Figura 2. Ilustración del proceso BAS (Nitin et al., 2016). Adaptado. ....	5
Figura 3. Descripción gráfica de la etapa MBBR.....	6
Figura 4. Descripción gráfica de la composición típica de la etapa de fangos activos.....	7
Figura 5. Sistema experimental del trabajo propuesto.....	10
Figura 6. Detalle de la etapa MBBR.....	11
Figura 7. Biofilm Chip <sup>TM</sup> P.....	12
Figura 8. Detalle de la etapa FA.....	12
Figura 9. Degradación de agua sintética transcurridas 72 horas. ....	13
Figura 10. Equipo de filtración Millipore de muestras.....	16
Figura 11. Digestor P-Selecta “Multiplaces” precalentado a 150°C, con tubos de digestión.....	18
Figura 12. pH-metro Crison GLP 22.....	21
Figura 13. Diagrama temporal de sucesos en experimentación.....	22
Figura 14. Resultados de DQO por etapas y rendimientos correspondientes al primer escenario.....	23
Figura 15. Resultados de DQO por etapas y rendimientos correspondientes a la segunda etapa.....	24
Figura 16. DQO en etapas y rendimiento frente a diferentes relaciones de nutrientes. ....	26
Figura 17. Muestra de los microorganismos presentes en la etapa de FA para concentraciones bajas y altas de nutrientes. ....	27
Figura 18. Distribución de la DQO en cada etapa en función del caudal.....	28
Figura 19. Rendimiento y eliminación de DQO para el sistema MBBR con 10% y 15% de volumen de llenado.....	30
Figura 20. Comparación de soportes MBBR.....	31
Figura 21. DQO eliminada y rendimiento para un volumen de llenado del 5%.....	32
Figura 22. Evolución de SST y DQO eliminada para datos con diferentes condiciones de trabajo.....	34

Figura 23. Evolución de SST y DQO eliminada para el total de muestras en la etapa FA .....	34
Figura 24. Resultados de SST en el fondo del decantador de la etapa FA. ....	35
Figura 25. Representación de distribuciones de medias de pH .....	37

### Índice de Tablas

Tabla 1. Límites de concentración en el vertido de aguas residuales en zonas normales de DPH según el RD 509/1996.....	2
Tabla 2. Proporción de nutrientes estudiada en el influente.....	11
Tabla 3. Especificaciones técnicas del biofilm Chip <sup>TM</sup> .....	12
Tabla 4. Comparación de errores experimentales sobre resultados de DQO .....	19
Tabla 5. Resultados obtenidos con diferentes concentraciones de nutrientes.....	25
Tabla 6. Media de rendimientos globales y parciales de cada relación de nutrientes. .	27
Tabla 7. Datos de eliminación de DQO y eficiencia para MBBR con 10 y 15% de volumen de llenado .....	30
Tabla 8. DQO eliminada y rendimiento para un volumen de llenado de 5%.....	32
Tabla 9. Rendimientos medios de la etapa MBBR a diferentes volúmenes de llenado de soportes .....	33
Tabla 10. Resultados de SST en el fondo del decantador de la etapa FA. ....	35
Tabla 11. Datos de medias de pH para cada muestra .....	36

## **1. Introducción**

El agua es un recurso imprescindible en todos los ámbitos de la actividad humana. Con el actual intenso crecimiento poblacional y una actividad industrial a nivel global en constante desarrollo, preservar la calidad del agua es un reto de obligado cumplimiento; con lo cual supone todo un campo de estudio ofrecer soluciones técnica y económicamente viables que mantengan unos parámetros mínimos de calidad de las aguas, cumpliendo la legislación vigente y reduciendo al mínimo el deterioro de los ecosistemas circundantes.

Uno de los principales y más preocupantes grupos de contaminantes en aguas es la contaminación orgánica, pudiendo causar graves problemas a los medios acuáticos y a la salud humana. Los procesos de tratamiento de aguas biológicos constituyen una alternativa eficaz a la hora de eliminar carga contaminante orgánica, además de otros contaminantes como nitratos y fosfatos.

### **1.1. Caracterización de aguas residuales: aguas residuales industriales**

El Artículo 2 de la Directiva 91/271/CEE de la UE sobre el tratamiento de aguas define 3 tipos principales de aguas residuales:

- Aguas residuales industriales: todas las aguas residuales vertidas desde locales utilizados para efectuar cualquier actividad comercial o industrial, que no sean aguas residuales domésticas ni aguas de corriente pluvial.
- Aguas residuales domésticas: las aguas residuales procedentes de zonas de vivienda y de servicios y generadas principalmente por el metabolismo humano y las actividades domésticas.
- Aguas residuales urbanas: las aguas residuales domésticas o la mezcla de las mismas con aguas residuales industriales y/o aguas de corriente pluvial.

La caracterización de aguas residuales industriales resulta compleja debido a la gran diversidad de sectores industriales que generan residuos de diferente composición. Por lo tanto, es necesario analizar y valorar para cada industria qué alternativa es la más adecuada para el tratamiento de sus aguas residuales.

Independientemente de la naturaleza del residuo generado, éste debe cumplir la normativa de vertidos vigente. La Tabla 1 muestra los límites de vertido en zonas normales del Dominio Público Hidráulico (DPH) de DBO, DQO y sólidos en suspensión en base al RD 509/1996, sobre normas aplicables al tratamiento de aguas residuales urbanas.

Tabla 1. Límites de concentración en el vertido de aguas residuales en zonas normales de DPH según el RD 509/1996.

Parámetros	Concentración
<b>Demanda Bioquímica de Oxígeno (DBO, mg O<sub>2</sub>/L)</b>	75
<b>Demanda Química de Oxígeno (DQO, mg O<sub>2</sub>/L)</b>	125
<b>Total de sólidos en suspensión (mg/L)</b>	35

## 1.2. Generación de residuos orgánicos en aguas e industria

En la Figura 1 se muestran los principales sectores industriales de generación de residuos orgánicos, expresados en porcentaje de contribución para el año 2010 en la Unión Europea.

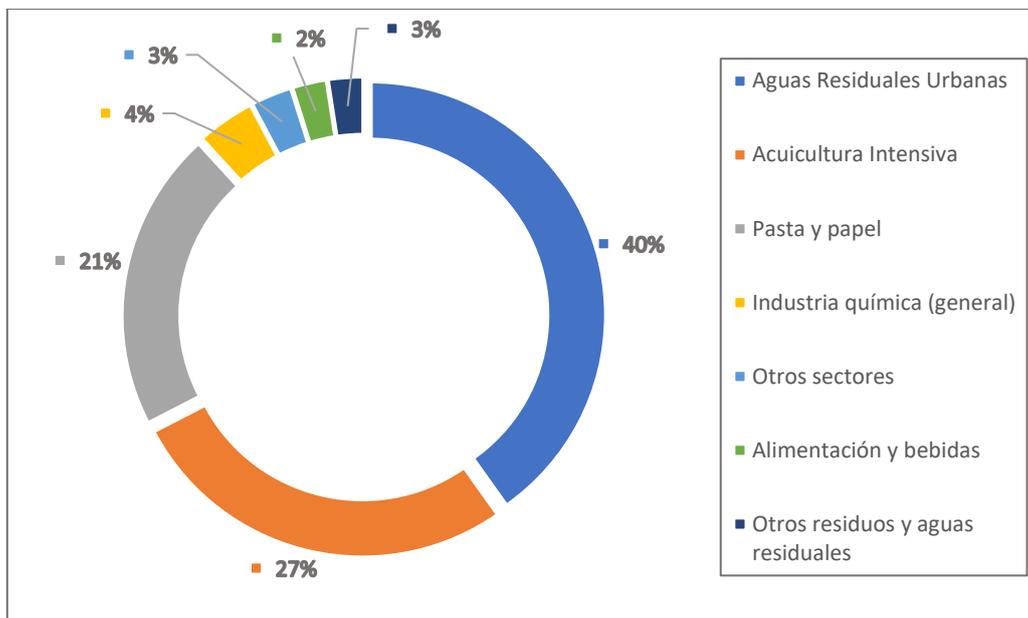


Figura 1. Residuos orgánicos en aguas generados en el año 2010 en Europa, por sectores (CWW BREF, 2016) Adaptado.

Se observa que el mayor porcentaje corresponde a las aguas residuales urbanas de carácter general (293 kton, 40 %), seguido del sector de la acuicultura intensiva (199 kton, 27 %) (Brinkmann et al. 2016).

En el ámbito de la industria, se observa que sólo el 21 % anual (152 kton) corresponde a uno de los sectores más importantes de la química industrial: la industria de la pasta y papel (Brinkmann et al. 2016).

La generación de residuos en aguas de la industria de la pasta y papel se produce a partir de sustancias extraídas de madera o de fibras recicladas, además de otros químicos usados en el procesado. Por lo general, la naturaleza del agua residual en este tipo de industria es un efluente con sólidos disueltos, en forma coloidal, con un alto contenido en carga orgánica y con un bajo nivel de nitrógeno y fósforo. Estos últimos compuestos han de ser añadidos a los tratamientos biológicos para permitir el desarrollo de la biomasa (Suhr et al. 2015).

En el caso general de industrias con generación de residuos orgánicos, el tratamiento biológico es la mejor alternativa, pues la biomasa se alimenta de esta carga orgánica y consigue eliminarla.

### **1.3. Tratamiento biológico de aguas residuales**

El tratamiento biológico de las aguas residuales consiste en la eliminación de materia orgánica soluble por medio de reacciones catalizadas por microorganismos y la separación de la biomasa generada del agua tratada, logrando así una eliminación de materia biodegradable y suspendida. Los principales procesos biológicos de tratamiento de aguas se diferencian en 5 grandes grupos (Ferrer y Seco, 2003):

- Procesos aerobios: procesos de fangos activos, digestión aerobia, filtros percoladores, filtros de desbaste, sistemas biológicos rotativos de contacto (RBC), biofiltros activados.
- Procesos anóxicos: denitrificación con cultivo en suspensión, y la denitrificación de película fija.
- Procesos anaerobios: digestión anaerobia, proceso anaerobio de contacto (UASB), filtro anaerobio, y lecho expandido.

- Procesos anaerobios, anóxicos o aerobios combinados: proceso de una o varias etapas.
- Proceso en estanques o lagunajes: lagunas aerobias, lagunas facultativas, lagunas anaerobias y lagunas de maduración o terciarias.

En este trabajo se ha estudiado el proceso *Biofilm Activated Sludge* que combina dos etapas aerobias en serie por ser la más adecuada para el tratamiento de aguas residuales con alta carga orgánica.

#### **1.4. Indicadores de contaminación orgánica en aguas**

Existen 3 principales índices de cara a analizar la cantidad de contaminantes orgánicos en aguas:

- Carbono Orgánico Total (COT): Se utiliza de cara a medir compuestos orgánicos solubles, pero no tiene en cuenta la fracción oxidable en la materia orgánica, que es responsable del fenómeno de eutrofización en medios acuosos (Ma, 2017).
- Demanda Bioquímica de Oxígeno (DBO): Mide la cantidad de oxígeno consumido por los microorganismos durante un determinado período de tiempo, generalmente de 5 días.
- Demanda Química de Oxígeno (DQO): Mide la cantidad de oxígeno disuelto mediante el consumo de un oxidante empleado, necesario para la oxidación del material orgánico, en condiciones ácidas y altas temperaturas.

El índice de DQO es el más empleado, ya que posee ventajas respecto al análisis de BOD: oxida completamente los compuestos orgánicos biodegradables y no biodegradables (Revilla, 2017) y su determinación experimental es más simple y rápida (Ma, 2017).

#### **1.5. Proceso BAS**

El proceso BAS consiste en la combinación de dos etapas (Figura 2): un reactor de lecho móvil *Moving Bed Biofilm Reactor* (en adelante MBBR) junto a un proceso convencional

de fangos activos. La etapa MBBR generalmente suele operar bajo condiciones limitadas de nutrientes, que resulta en un proceso estable, compacto y altamente eficiente con el que se logra una menor cantidad y una mayor calidad del lodo en la etapa de fangos activos (Malmqvist, Å et al. 2004). La etapa de fangos activos (en adelante FA) se encarga principalmente de eliminar la DQO particulada, como también de eliminar el exceso de biomasa que proviene de la etapa MBBR. Al encargarse la etapa MBBR de reducir la alta carga orgánica, la DQO entrante a la etapa FA se reduce, traduciéndose en una menor producción de fango. Además, el fango presenta características de sedimentabilidad muy buenas y posee menor riesgo del fenómeno “bulking” que un proceso único de fangos activos (Revilla, 2017).

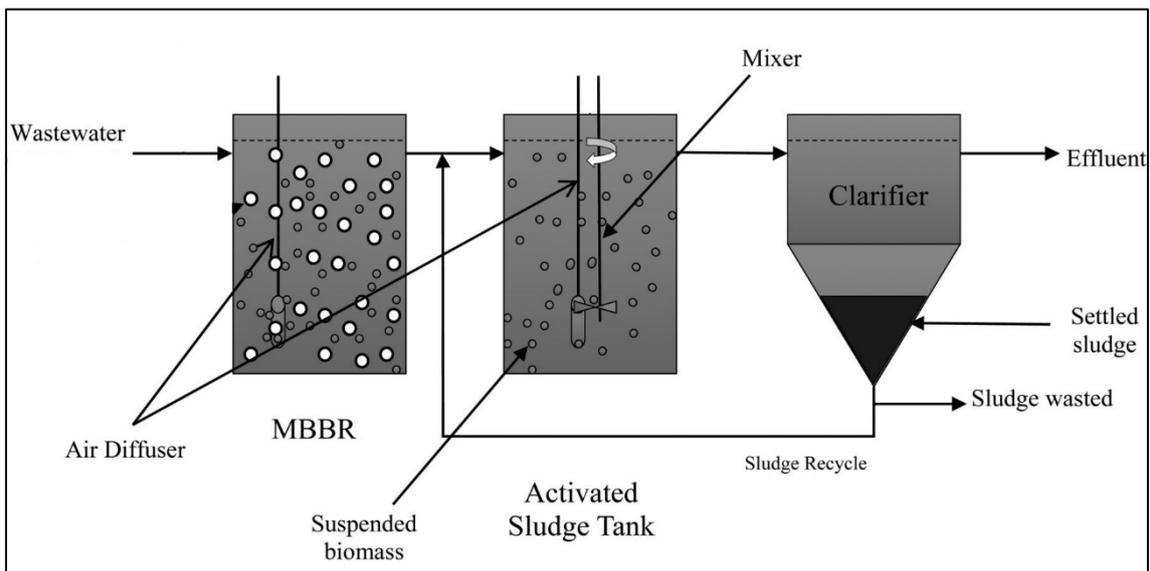


Figura 2. Ilustración del proceso BAS (Nitin et al., 2016). Adaptado.

Una de las aplicaciones más interesantes del proceso BAS es el tratamiento de aguas residuales procedentes de la industria de la pasta y papel, ya que las corrientes residuales generadas poseen una alta variabilidad de la carga contaminante; el MBBR logra estabilizar dicha variabilidad, actuando a modo de “pretratamiento” de cara a la siguiente etapa de fangos activos. Otras áreas de aplicación del proceso BAS son la industria petroquímica, industria farmacéutica, industria textil e industria alimentaria (van der Haandel y van der Lubbe, 2015).

### 1.6. Características de la etapa MBBR

La tecnología MBBR se desarrolla a finales de los años 80 en Noruega por Ødegaard, H. La idea detrás del desarrollo de esta tecnología es la de combinar las ventajas de los procesos de fangos activos y de procesos con biofiltros, sin incluir sus inconvenientes. A diferencia de otros procesos con biofiltros, la tecnología MBBR utiliza todo el volumen del tanque para el crecimiento de la biomasa, al igual que la tecnología de fangos activos, diferenciándose de esta tecnología en que el MBBR no necesita de recirculación de lodos, siendo una de sus principales ventajas (Ødegaard, 1999).

El proceso se basa en la formación de una biopelícula que se desarrolla bajo la adhesión de los microorganismos en un soporte o carrier de un material plástico. Los soportes poseen una alta superficie específica de cara a maximizar la cantidad de biomasa adherida, incrementando la eficacia respecto a reactores convencionales con flóculos biológicos (Revilla, 2017).

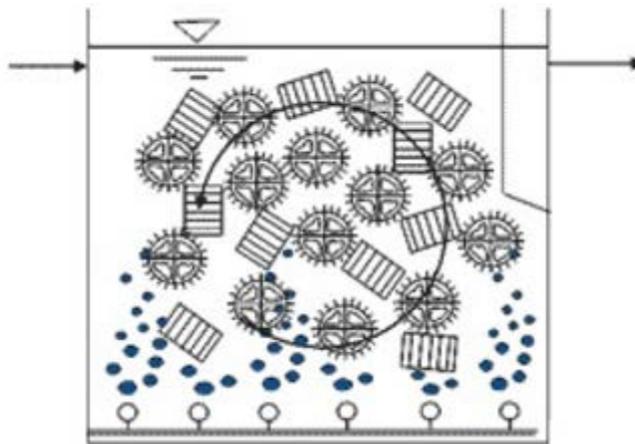


Figura 3. Descripción gráfica de la etapa MBBR

Como se muestra en la Figura 3, el reactor se encuentra en condiciones de mezcla completa, con un aporte de oxígeno disuelto desde la base para así también garantizar una buena condición de agitación del agua y de los soportes. Al encontrarse en libertad, los soportes chocan constantemente unos con otros, desprendiendo de forma continua el exceso de biomasa en los soportes, evitando así su colmatación y dando lugar a una elevada concentración de biomasa activa (Revilla, 2017).

Un volumen de la etapa es ocupado por los soportes; se recomienda en términos generales que el volumen de llenado por los soportes no supere el 70% (Ødegaard, 1999).

El proceso MBBR se puede aplicar a distintos tipos de aguas residuales; se ha probado su alta eficacia en corrientes residuales de industria de pesticidas (Bassin et al. 2017) aguas residuales de hospitales (Shokoohi et al. 2017) aguas de industria textil (Bering et al. 2017), entre otras.

### 1.7. Características de la etapa FA

El proceso biológico de fangos activos es una de las tecnologías de tratamiento biológico aerobio de aguas más extendidas en la actualidad dentro de la industria química y en el tratamiento de aguas residuales urbanas. Está basado en el mantenimiento de microorganismos en suspensión en el agua residual, agrupándose en flóculos, mientras la mezcla es aireada (Suhr et al. 2015).

Un proceso de fangos activos generalmente está formado por los siguientes componentes, como se muestra en la Figura 4 (Revilla, 2017):

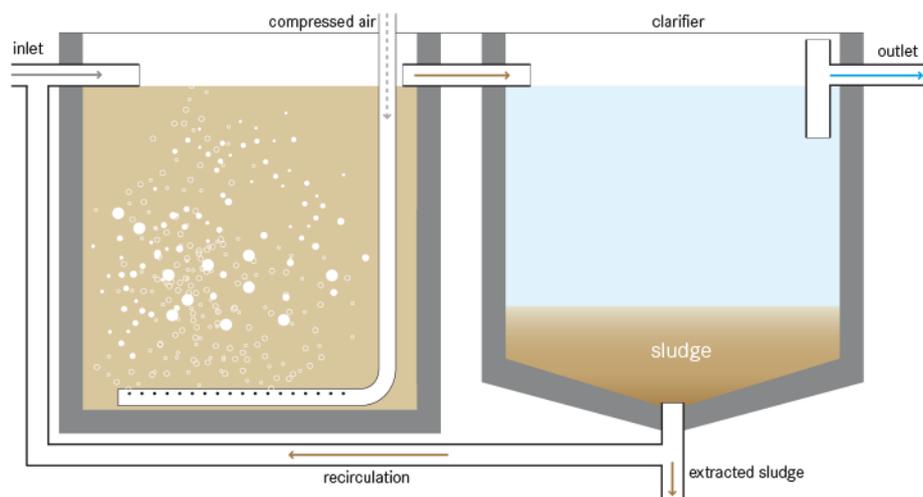


Figura 4. Descripción gráfica de la composición típica de la etapa de fangos activos (SSWM, 2014)

- Reactor aireado: la biomasa se encuentra en suspensión y entra en contacto con la corriente de entrada a través de la agitación que ofrece la aireación en la base del reactor, que a su vez actúa como aporte de oxígeno disuelto en la etapa.

Mantener unos buenos niveles de oxígeno disuelto en la etapa es fundamental de cara a su correcto funcionamiento.

- Tanque de decantación secundaria: se produce la separación, por una parte, de la biomasa que se compacta en el fondo del decantador, y por otra del líquido que queda clarificado, con una menor cantidad de sólidos en suspensión.
- Corriente de recirculación de fango: la mayor parte de microorganismos del decantador son recirculados al reactor.
- Corriente de purga o de extracción de fango: tanto el exceso como la edad del fango perjudican la eficacia del proceso, por lo que es necesario extraer fango del proceso cada cierto tiempo.

Los procesos de fangos activos poseen varias ventajas por las que su uso está extendido en el tratamiento de aguas: permiten el tratamiento de grandes cantidades de aguas residuales, la energía se suministra por métodos sostenibles (metabolismo de microorganismos con aire y agua) y se produce la degradación, generalmente, a compuestos menos perjudiciales (Suhr et al. 2015).

No obstante, ofrecen algunos problemas durante su operación:

- Una deficiencia de nutrientes se traduce en el crecimiento y predominancia de bacterias filamentosas. Idealmente, se desea un equilibrio entre bacterias formadoras de flóculo y bacterias filamentosas. Un exceso de bacterias filamentosas favorece la aparición del fenómeno de “bulking filamentoso”, que origina problemas en la separación líquido-sólido en la decantación secundaria. El bulking también puede aparecer en situaciones en las que se aporte poco oxígeno disuelto al sistema o por la deficiencia de sustrato fácilmente biodegradable (Revilla, 2017).
- Dependiendo de las características de la corriente de entrada, se puede generar un exceso de lodo importante, que debe ser gestionado como residuo sólido. (Suhr et al. 2015).

Es necesario, por tanto, determinar las características de la corriente de entrada que llega a la etapa de fangos activos y, a la vez, determinar la cantidad de nutrientes necesaria para garantizar el correcto funcionamiento de esta etapa.

### **1.8. Objetivos y alcance**

El objetivo general de este trabajo es evaluar la viabilidad de la eliminación de DQO de aguas residuales sintéticas empleando la tecnología Biofilm Activated Sludge (BAS).

Los objetivos específicos del trabajo son los siguientes:

- I. Estudio de la eficacia de eliminación de DQO utilizando el proceso biológico BAS.
- II. Estudio del comportamiento del sistema de tratamiento biológico BAS cuando se utilizan diferentes relaciones de nutrientes.
- III. Estudio del comportamiento de la etapa Moving Bed Biofilm Reactor (MBBR) cuando se varían el porcentaje de llenado de soportes del reactor MBBR.
- IV. Estudiar la influencia de la concentración de sólidos en la etapa de fangos activos en el porcentaje de eliminación de DQO en la etapa de fangos activos.

## 2. Desarrollo

### 2.1. Descripción del sistema experimental

El equipo en el que se ha desarrollado el presente trabajo se muestra en la Figura 5.



*Figura 5. Sistema experimental del trabajo propuesto*

Se compone de un tanque de almacenamiento de 35 L de capacidad, en el que se introduce el influente. El influente es un agua sintética que posee una DQO teórica de 3000 mg O<sub>2</sub>/L (Mohapatra, 2010), y está compuesto principalmente por fructosa, que es la principal fuente de DQO, además de otros nutrientes como una disolución de urea al 40 % y de ácido fosfórico al 72 %. Estos nutrientes actúan como aporte de carbono, nitrógeno y fósforo al sistema, respectivamente. La proporción de los nutrientes fue objeto de estudio de este trabajo de manera que en el influente sintético se dosificaron en las relaciones expresadas en la Tabla 2.

Tabla 2. Proporción de nutrientes estudiada en el influente

Nutrientes (C:N:P)	Fructosa (g/L)	Urea (mL/L)	H3PO4 (mL/L)
100:5:1	3	0,75	0,1275
100:2,5:0,5	3	0,375	0,064
100:1,25:0,25	3	0,188	0,032
100:0,625:0,125	3	0,094	0,016

El influente es impulsado por una bomba de diafragma “Prominent Beta/4” hacia la etapa MBBR. La etapa MBBR consta de un volumen total de 2,05 L, posee aireación en la base con el fin de generar oxígeno disuelto en la etapa y de agitar y, de forma complementaria, se incluye un agitador magnético con un imán en la base que permite conseguir una mejor mezcla en caso de que el caudal de aire sea insuficiente para este fin.



Figura 6. Detalle de la etapa MBBR

La etapa MBBR (Figura 6) posee inicialmente un volumen de llenado por soportes o carriers de un 10 %. Estos soportes son de material plástico del tipo Chip<sup>TM</sup>P (Revilla, 2017) y sus principales características se describen en la Tabla 3.



Figura 7. Biofilm Chip™P

Tabla 3. Especificaciones técnicas del biofilm Chip™P

Características	Biofilm Chip™ P
Volumen total unitario (mL)	3,4
Diámetro (mm)	3
Espesor (mm)	47
Superficie específica (m <sup>2</sup> /m <sup>3</sup> )	900

La siguiente etapa, de fangos activos, posee un volumen total de 4 L. Como se muestra en la Figura 8, la etapa por una parte posee el reactor en el que, mediante aireación, se consigue la mezcla completa y el contacto con el fango y, por otra, posee un decantador en el que se depositan los lodos, de forma que se obtenga un efluente clarificado, así como la compactación del fango de cara a su purga o a su recirculación. En este caso, el fango se recircula 2 veces al día mediante un compresor y, semanalmente, se extraen 200 mL de este fango compactado en el fondo del decantador.



Figura 8. Detalle de la etapa FA

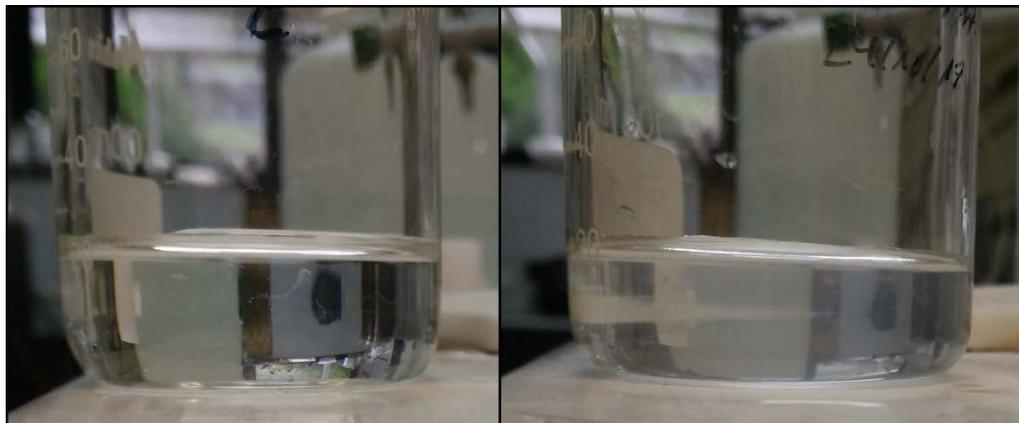
Por último, el decantador se conecta por la parte superior a un tanque de almacenamiento de 30 L de capacidad en el que se deposita el efluente clarificado. La toma de muestras se realiza en el tanque de almacenamiento del influente, en la etapa MBBR y en la parte superior del decantador de la etapa FA.

## 2.2. Metodología

### 2.2.1. Mantenimiento del sistema experimental

Durante el desarrollo del trabajo, el sistema experimental ha requerido de un mantenimiento rutinario de cara a su correcto funcionamiento. Para asegurar esto, se establecieron las siguientes pautas:

- La toma de muestras se realizó preferentemente en un rango horario determinado (Sousa et al. 2007), en este caso entre las 2 y 3 de la tarde. Se procede de esta manera al tener en cuenta los tiempos en los que se realiza la recirculación de fangos.
- El tanque de almacenamiento del influente se limpia diariamente. Igualmente, se preparan 15 litros de influente diarios y se introducen en el tanque una vez éste se encuentra limpio. Esto se hace así porque el agua sintética preparada se degrada al cabo de cierto tiempo. Para demostrar esto la Figura 9 se muestra la comparación entre un agua sintética preparada recientemente (parte izquierda) y otra con 72 horas de antigüedad (parte derecha, se aprecia turbidez).



*Figura 9. Degradación de agua sintética transcurridas 72 horas.*

- Todos los tubos se limpian antes y después del transcurso del fin de semana, ya que acumulan sólidos y pueden obstruir el sistema.

### 2.2.2. Determinación de DQO mediante espectrofotometría UV-VIS

La variedad de métodos para la determinación de DQO en aguas es muy amplia: métodos estandarizados mediante digestión, reacciones quimioluminiscentes,

espectroscopía de infrarrojo cercano (NIRR) (Sousa et al. 2007), o métodos aún en proceso de normalización como procesos electroquímicos (Ma, 2017).

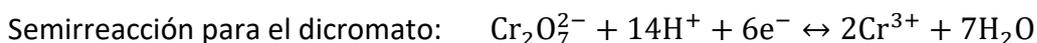
Al ofrecer la seguridad de un método normalizado y ampliamente citado (Ma, 2017), se ha decidido proceder según el método 5220D desarrollado por la American Public Health Association, que se basa en la determinación de DQO mediante la cantidad consumida de un fuerte oxidante, dicromato de potasio (American Public Health Association (APHA), 1999).

En concreto, se optará por cuantificar el consumo de dicromato mediante espectrofotometría en el rango UV-VIS.

Otros métodos han sido desarrollados con dicromato de potasio como oxidante; métodos comerciales enfocados al análisis en la industria, como los “Thermo Orion CODL00 y CODH00” y “Hach 8000 y 10212”, que reducen considerablemente el tiempo requerido. Sin embargo, tienen el inconveniente de que su coste económico es elevado, hasta 17 veces más caros que los métodos convencionales (Crespi y Huertas, 1986).

### **2.2.2.1. Fundamento teórico**

El fundamento teórico de este método consiste en que muchos contaminantes se pueden oxidar en caliente con dicromato ( $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ ). La DQO se define como la cantidad de oxígeno químicamente equivalente al  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$  consumido en este proceso (Harris, 2007).



Cada  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$  consume 6 electrones al reducirse para formar  $2\text{Cr}^{3+}$ , mientras que cada molécula de  $\text{O}_2$  consume 4 electrones. Esto establece una equivalencia: 1 mol consumido de  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$  en la oxidación equivale al consumo de 1,5 moles de  $\text{O}_2$  (Harris, 2007).

En este caso, el método 5220D indica que para DQO superiores a 100 mg  $\text{O}_2/\text{L}$  se determine la cantidad de iones  $\text{Cr}^{3+}$ , por lo tanto, se medirá mediante espectrofotometría el incremento de la concentración de los iones  $\text{Cr}^{3+}$ . Cuanta más

DQO en la muestra más dicromato se oxida, lo cual provoca un incremento de la presencia de iones  $\text{Cr}^{3+}$ , que absorben en torno a la región de 600 nm (Martínez, Merklíng, 2005).

#### 2.2.2.2. Material

El material requerido para llevar a cabo el análisis de muestras consiste en:

- Equipo de filtración Millipore con filtros de fibra de vidrio de 47 mm de diámetro y tamaño de poro 0,45  $\mu\text{m}$ .
- Vasos de precipitados de 100 ml.
- 2 matraces aforados de 100 ml.
- Tubos de digestión de 16 x 100 mm.
- Micropipetas 100  $\mu\text{L}$ -1 ml y 1-10 mL.
- Balanza de precisión.
- Tubos Falcon (almacenamiento de muestras).
- Agitador de tubos de digestión VELP Científica.
- Digestor P-Selecta preestablecido a 150°C.
- Cubetas de plástico.
- Espectrofotómetro Cecil CE 1020.

A su vez, los reactivos requeridos son:

- Disolución 0,0408M de dicromato de potasio. En balanza de precisión se pesan 1,2g de dicromato de potasio puro, se diluye con agua destilada y se añade y agita en un matraz aforado de 100 ml. Se prepara con carácter semanal para evitar la degradación con el paso del tiempo.
- Ácido sulfúrico concentrado (98 %). Previamente se pesan 5,5g de  $\text{Ag}_2\text{SO}_4$  y se añaden a 1 kg de ácido sulfúrico concentrado. Se deja reposar 2 días para que disuelva (APHA, 1999) y se agita levemente en el momento de su uso.
- Sulfato de mercurio puro.
- Disolución patrón de ftalato ácido de potasio (KHP) 0,00416M (850 mg/L). En balanza de precisión se pesan 0,085 g de KHP puro, se diluye con agua destilada

y se añade y agita en un matraz aforado de 100 mL. Se prepara con carácter semanal, debido al posible crecimiento de material biológico que degrada la disolución (APHA, 1999).

### 2.2.2.3. Procedimiento

En un tubo Falcon se recoge la muestra a medir. Es siempre preferible medir lo antes posible desde el momento que la muestra es tomada (APHA, 1999).

Esta muestra se filtra con el equipo de filtración que se muestra en la Figura 10. Una vez preparado todo el equipo de filtración, se agita varias veces el tubo Falcon de manera que los sólidos no se queden en el fondo y la muestra quede lo más homogénea posible (APHA, 1999).



*Figura 10. Equipo de filtración Millipore de muestras*

Una vez filtrado, se vierte el contenido en un vaso de precipitados.

Se preparan los tubos de digestión, tantos como muestras y réplicas se desee analizar.

Se añade una punta de espátula (aproximadamente 0,03g) de sulfato de mercurio en

cada uno de los tubos. El sulfato de mercurio se añade para formar complejos con el ión cloruro, que es la principal interferencia en este método de medida (APHA, 1999).

A continuación, con una micropipeta de rango 100  $\mu$ L-1 mL se añade la muestra en el tubo de digestión. En este caso, se añaden por cada tubo 0,25 mL de las muestras del tanque de entrada, y 0,5 mL de las etapas MBBR y FA. Posteriormente, se añaden 0,8 mL de la disolución 0,0408 M de dicromato de potasio y se añade agua destilada en cada uno de los tubos de digestión hasta llegar a un volumen de 2,5 mL.

Posteriormente, con una micropipeta de rango 1-10 mL se añaden 2,5 mL de ácido sulfúrico concentrado, obteniendo un volumen total de 5 mL. Al tratar con reactivos altamente corrosivos y al generarse vapores debido a la naturaleza exotérmica de la reacción, se opera en campana extractora, protegiendo zonas sensibles como manos y ojos con guantes y gafas de seguridad, respectivamente.

Una vez se completan todos los pasos anteriores, introducir en el agitador de tubos de digestión durante 10 segundos y colocar un tapón en cada uno de ellos, verificando detalladamente que tanto el tapón no tiene desperfectos y asegurando el cierre hermético.

Inmediatamente, se introducen los tubos en el digestor tal y como se muestra en la Figura 11, precalentado a 150°C, y se marca un tiempo de 2 horas de digestión (APHA, 1999).

Completada la digestión, se dejan enfriar durante 15 minutos en agua y posteriormente se dejan reposar al aire para que adquieran temperatura ambiente.

A continuación, se configura el espectrofotómetro. Se establece la longitud de onda de medida de cada una de las muestras en 600 nm (APHA, 1999; Ma, 2017). Se prepara una cubeta y se utiliza como cero de absorbancia agua destilada (Martínez, Merklíng, 2005). Hecho esto, se preparan tantas cubetas como tubos de digestión se tengan para medir. Se vierte el contenido del tubo hasta llenar 3 cuartas partes de la cubeta y se introduce en el espectrofotómetro, obteniéndose un valor de absorbancia. Este valor se introduce en la ecuación obtenida en la recta de calibrado, se multiplica por el factor de dilución adecuado y así se determina la DQO de la muestra.



Figura 11. Digestor P-Selecta "Multiplaces" precalentado a 150°C, con tubos de digestión

#### 2.2.2.4. Recta de calibrado

La disolución patrón de ftalato (850 mg O<sub>2</sub>/L) posee aproximadamente una DQO teórica de 1000 mg O<sub>2</sub>/L, es decir, la equivalencia en DQO es 1 mg de ftalato = 1,176 mg O<sub>2</sub>/L. Para la elaboración de la recta de calibrado se emplean 5 tubos de digestión. En cada uno de ellos se añade 0, 0,25, 0,5, 1, y 1,5 mL de disolución patrón. Añadido el patrón, se trata como una muestra más, añadiendo los reactivos empleados en el apartado anterior y llevando a una digestión de 2 horas, llegando a un volumen total de muestra de 5 ml. Teniendo en cuenta esta dilución, la concentración de ftalato en cada uno de los tubos es de 0, 42'5, 85, 170 y 255 mg/L, siendo la DQO teórica 0, 50, 100, 200 y 300 mg O<sub>2</sub>/L, respectivamente.

Una vez obtenidos los valores de absorbancia para cada una de las muestras patrón, se representa la absorbancia frente a la DQO teórica. Siempre debe restarse la absorbancia del primer patrón de DQO teórica 0 a todas las muestras (APHA, 1999).

Hecho esto, se construye la recta de calibrado mediante el método de mínimos cuadrados.

Finalmente, el contenido de DQO expresado en mg O<sub>2</sub>/L se describe a continuación en la ecuación 1:

$$DQO \text{ (mg O}_2\text{/L)} = \frac{\text{Abs}}{m} * \frac{V_{\text{total}}}{V_{\text{muestra}}} \text{ (ec. 1)}$$

Donde,

Abs es la absorbancia de la muestra medida en el espectrofotómetro.

m es la pendiente obtenida mediante el ajuste de los puntos de la recta de calibrado.

V<sub>total</sub> es el volumen de muestra total.

V<sub>muestra</sub> es el volumen añadido de muestra problema.

### 2.2.2.5. Repetibilidad del método

La metodología descrita se sometió a revisión 2 semanas después del comienzo del experimento, resultando en una mejora progresiva en los resultados obtenidos. La Tabla 4 muestra datos obtenidos 2 semanas antes de la revisión de la metodología y los datos correspondientes a los últimos días antes de la finalización del trabajo de experimentación.

Tabla 4. Comparación de errores experimentales sobre resultados de DQO

DQO (g/día)	Inicio experimento			Final experimento		
	Entrada	MBBR	FA	Entrada	MBBR	FA
Muestra 1	14,46	9,92	2,86	22,91	13,90	0,56
Muestra 2	17,55	14,78	12,65	22,31	13,86	0,59
Muestra 3	24,78	18,01	18,65	21,60	13,69	0,57
Muestra 4	22,16	17,93	17,37	21,60	13,49	0,10
Desviación estándar	4,62	3,80	7,17	0,63	0,19	0,23

Las variables de operación entre muestras son similares (en caudal, cantidad de nutrientes y volumen de llenado), por lo tanto, el valor de la desviación estándar observado corresponde únicamente a errores en la medición de muestras. En las muestras de inicio de la experimentación se observa un alto valor de la desviación estándar, no así con las muestras correspondientes al final del trabajo, en la que la desviación estándar, y por tanto el error experimental, se reduce considerablemente. Esto quiere decir que la forma de proceder con el método de medición de DQO se ha mejorado hasta apenas obtener desviaciones por errores experimentales, por lo que se confirma la repetibilidad del método.

### 2.2.3. Determinación del caudal

El caudal proporcionado por la bomba ha sido medido mediante la acumulación de efluente en el tanque de salida en un período de aproximadamente 24 horas, estimándose el caudal medio.

El caudal medio es medido en un recipiente graduado hasta los 10 litros en intervalos de 1 litro. Para mayor precisión, se dispone de una probeta de 500 ml para medir el volumen restante.

### 2.2.4. Determinación de los sólidos en suspensión totales (SST)

La determinación de SST se lleva a cabo en las muestras tomadas en MBBR y en la salida del decantador de FA y, además, en la muestra tomada semanalmente al purgar 200 mL de fangos en el fondo del decantador.

El material requerido consta del equipo de filtración (Figura 10) y de filtros de fibra de vidrio Millipore de 47 mm de diámetro y tamaño de poro 0,45  $\mu\text{m}$ . El filtro contiene humedad, por tanto, ha de secarse previamente durante 1 hora en estufa a 105°C. Después, se introduce en un desecador hasta que enfríe a temperatura ambiente.

Una vez enfriado, se pesa en balanza de precisión y se anota el peso del filtro seco. Inmediatamente después se introduce en el portafiltros del equipo de filtración. Después, se agita varias veces la muestra hasta que quede lo más homogénea posible, tomando un volumen fijado para filtrar, de entre 15 y 20 mL. Se inicia la succión de la bomba y, una vez finalizada la filtración, con unas pinzas, se toma con cuidado el filtro y se lleva de nuevo a la estufa durante al menos 1 hora a 105°C.

Finalmente, el filtro seco con sólidos se saca de la estufa y se pesa en la balanza de precisión, siendo la diferencia con el peso del filtro seco vacío la cantidad de sólidos recogida para esa muestra. Los SST se calculan según la ecuación 2:

$$\text{SST (gL}^{-1}\text{)} = \frac{(m_{\text{sólidos}} - m_{\text{vacío}}) * 1000}{V_{\text{muestra}}} \text{ (ec. 2)}$$

Donde,

$m_{\text{sólidos}}$  es el peso del filtro seco con los sólidos filtrados de la muestra

$m_{\text{vacío}}$  es el peso del filtro seco vacío

$V_{\text{muestra}}$  es el volumen introducido en el equipo de filtración, (constante 15 mL)

### 2.2.5. Determinación del pH

La medición de pH se realiza a una determinada temperatura, ya que el pH depende de esta variable, y se determina mediante un pH-metro Crison GLP 22.

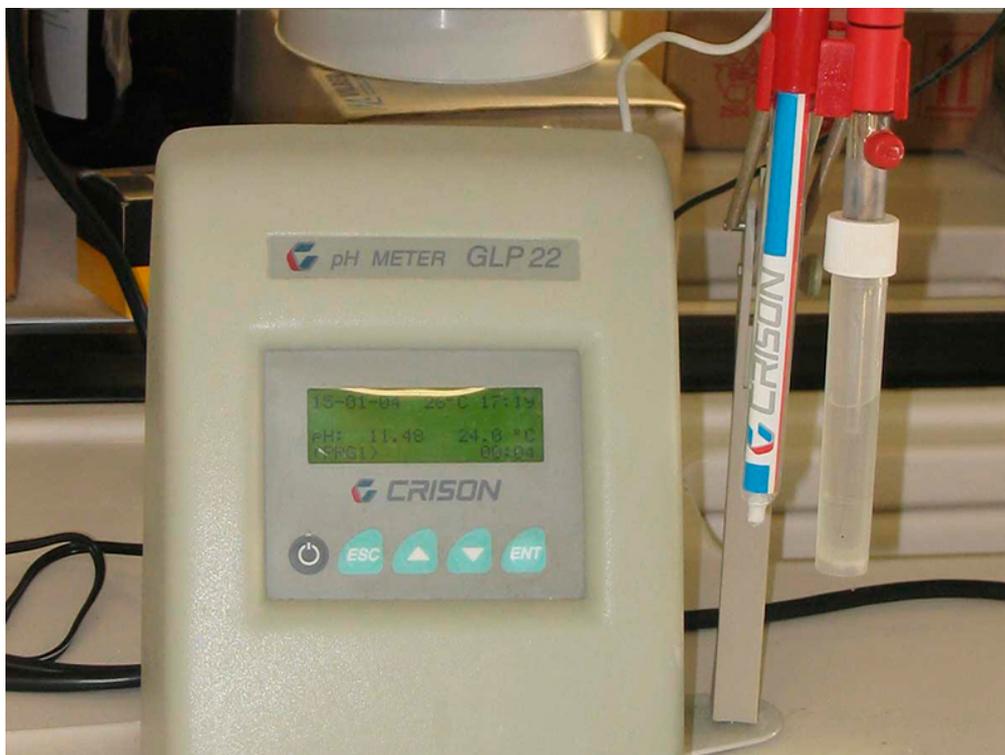


Figura 12. pH-metro Crison GLP 22

Antes de comenzar las medidas, se dejan reposar los tubos Falcon que contienen la muestra a temperatura ambiente durante unos minutos. Mientras tanto, se calibra el pH-metro con las disoluciones patrón.

Una vez listas las muestras y calibrado el pH-metro, se procede midiendo cada una, hasta obtener el valor estabilizado, anotándolo. En este caso se repite este proceso 3 veces para cada muestra, obteniendo así un valor medio de pH.

### 2.3. Análisis de resultados

Tanto el funcionamiento del sistema experimental como la toma de medidas se han desarrollado de manera continuada e ininterrumpida durante cuatro meses.

Durante este periodo se han modificado parámetros específicos del sistema de cara a observar su influencia. La Figura 13 representa las modificaciones más significativas en un diagrama temporal:

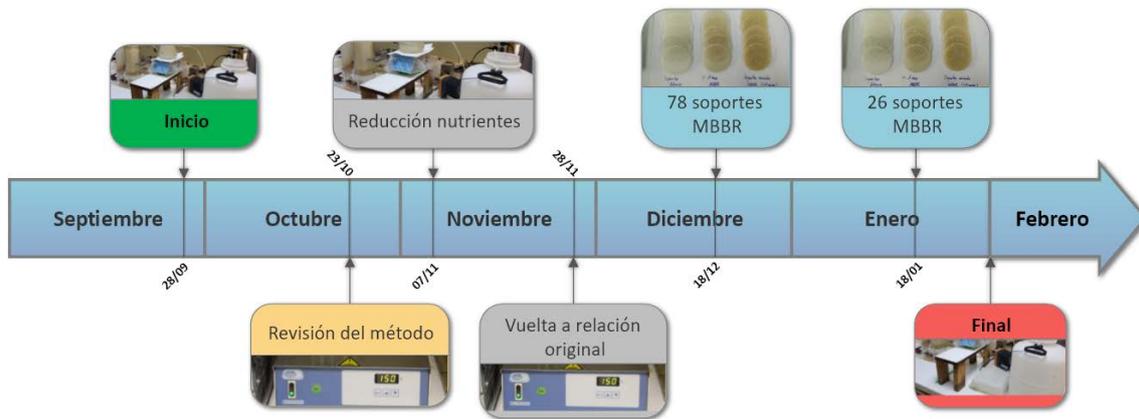


Figura 13. Diagrama temporal de sucesos en experimentación

En una primera fase, se desarrolló la puesta en marcha del sistema experimental, con una concentración de nutrientes (C:N:P) de 100:5:1 y un volumen de llenado del 10 % (52 soportes MBBR).

Posteriormente se establece la disminución progresiva de nutrientes, objeto de estudio de este trabajo, reduciendo a la mitad la cantidad de nitrógeno y fósforo cada semana, siendo el límite una relación 100:0,625:0,125, regresando a valores de partida (100:5:1) y manteniendo ésta hasta el final del experimento.

Una vez vista la influencia de la relación de nutrientes, y con los valores de referencia, en una tercera fase se añadieron 26 nuevos soportes en la etapa MBBR, sumando un total de 78 (volumen de llenado MBBR del 15 %). Finalmente, pasado un mes, se retiraron los 26 nuevos soportes más 26 de los contenidos inicialmente en el reactor (volumen de llenado MBBR del 5 %).

### 2.3.1. Robustez y viabilidad del sistema BAS para la eliminación de DQO

La demostración de la robustez y viabilidad del sistema BAS sigue, en este caso, 2 escenarios.

Los datos correspondientes al primer escenario se representan en la Figura 14.

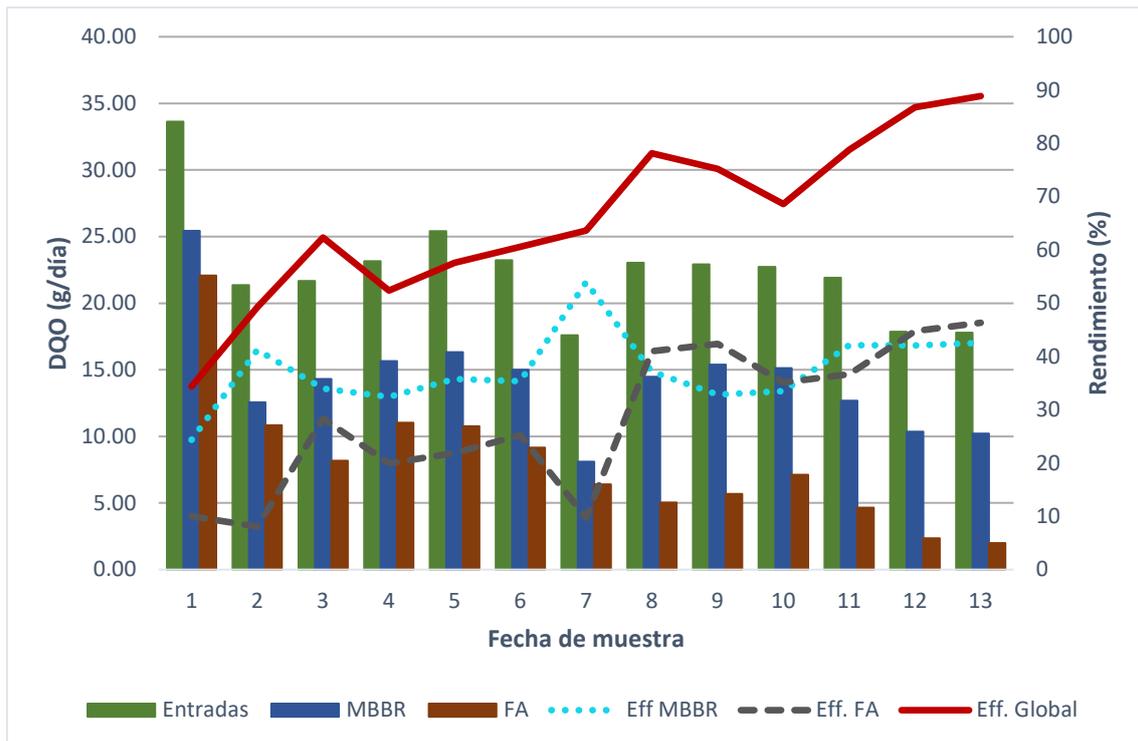


Figura 14. Resultados de DQO por etapas y rendimientos correspondientes al primer escenario

Como se muestra en la Figura 14, el primer escenario consiste en la evolución positiva del rendimiento del sistema BAS. La primera muestra representada se da en las condiciones de reintroducción de la relación de nutrientes 100:5:1, estando el día anterior el sistema bajo relación de nutrientes 100:0,625:0,125. Las condiciones de trabajo de todas las muestras representadas consisten en una relación de nutrientes 100:5:1, con un volumen de llenado de soportes del 10 % en MBBR.

Se aprecia la evolución del rendimiento global desde que es reintroducida la relación 100:5:1 hasta que transcurren 3 semanas, observándose un aumento desde el 40 % hasta casi el 90 % del rendimiento global del sistema BAS.

Cabe destacar la respuesta que ofrece la etapa de FA. Mientras se observa que el rendimiento de la etapa MBBR se mantiene sobre el 40 %, FA evoluciona favorablemente con la introducción de estos nutrientes, hasta llegar o incluso superar ese 40 % de rendimiento en la eliminación de DQO. Esto se observa también en la reducción, muestra por muestra, de la DQO en esa etapa medida en g/día.

A continuación, se representan en la Figura 15 los resultados correspondientes al segundo escenario.

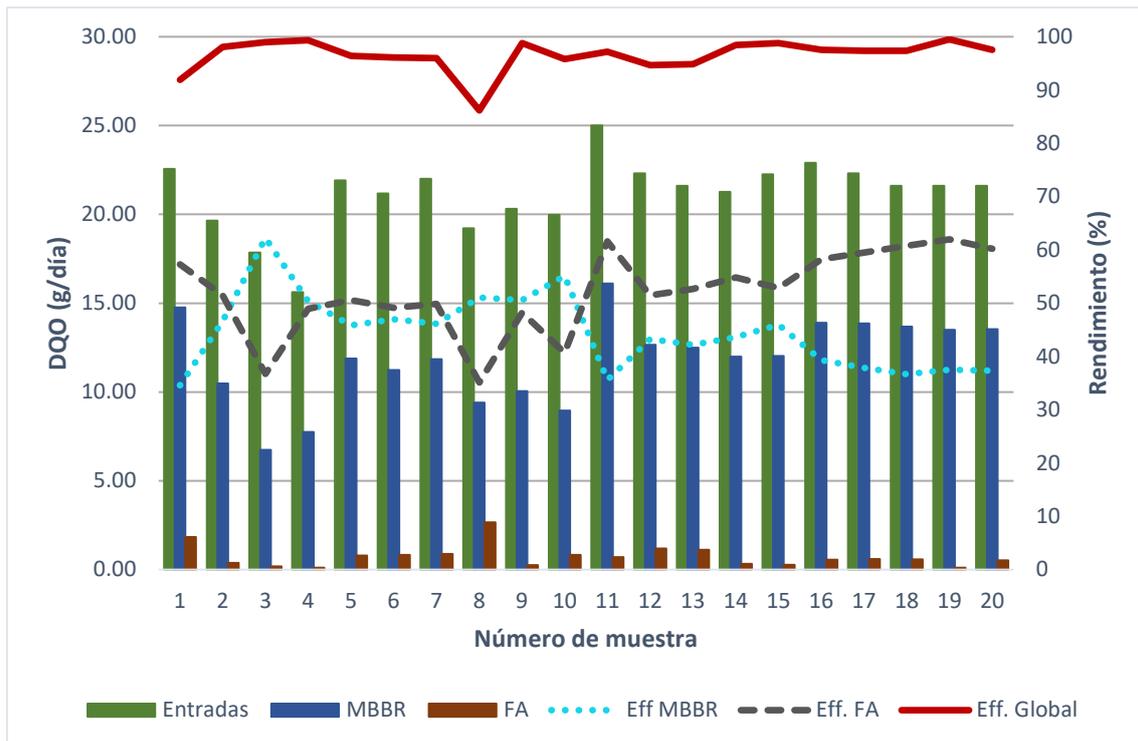


Figura 15. Resultados de DQO por etapas y rendimientos correspondientes a la segunda etapa

La Figura 15 describe la naturaleza del segundo escenario. Consiste en la finalización de la evolución, dando lugar a la estabilidad del sistema BAS. Las condiciones de trabajo de todas las muestras representadas consisten en una relación de nutrientes 100:5:1; las muestras del número 1 al 10 poseen un volumen de llenado de soportes en MBBR del 15 %, mientras que las muestras del número 11 al 20 es del 5 %.

En este escenario se aprecia la estabilidad del sistema, que logra rendimientos globales de más del 90 % de forma constante, demostrando la robustez del sistema a la hora de eliminar DQO.

Además, se da la circunstancia de la variación del volumen de llenado de los MBBR comentada anteriormente, en el que se observa la disminución de rendimiento para las muestras numeradas del 11 al 20. No obstante, no se aprecia esa variación en el rendimiento global; esto es debido al buen estado de la etapa de FA, que corrige esa disminución en el rendimiento y mantiene constante el rendimiento global del sistema BAS.

En resumen, se observa que el sistema BAS estudiado, una vez estabilizado y con concentraciones 100:5:1 de nutrientes, es un sistema muy eficaz y robusto para eliminar DQO.

### 2.3.2. Influencia de la variación en la concentración de nutrientes

Durante el desarrollo del experimento se ha variado durante un periodo de tiempo la cantidad de nutrientes añadida al sistema, concretamente nitrógeno (urea al 40 %) y fósforo (ácido fosfórico al 72 %), manteniendo la cantidad de carbono (fructosa) fija. La relación de nutrientes inicial se establece en una proporción Carbono-Nitrógeno-Fósforo (C:N:P) de 100:5:1, variando con carácter semanal en las siguientes proporciones: 100:2,5:0,5, 100:1,25:0,25 y 100:0,625:0,125.

En la Tabla 5 se recogen una serie de muestras representativas y en la Figura 16 se muestra el compendio de todos los resultados de estos experimentos.

*Tabla 5. Resultados obtenidos con diferentes concentraciones de nutrientes.*

Nutrientes	DQO E (g/día)	DQO MBBR (g/día)	DQO FA (g/día)	Rendimiento MBBR	Rendimiento FA	Rendimiento global
100:0,625:0,125	23,61	16,23	14,42	31,3	7,6	38,9
100:1,25:0,25	18,31	11,02	8,48	39,8	13,9	53,7
100:2,5:0,5	20,33	12,35	6,90	39,3	26,8	66,1
100:5:1	23,04	14,47	5,04	37,2	41,0	78,1

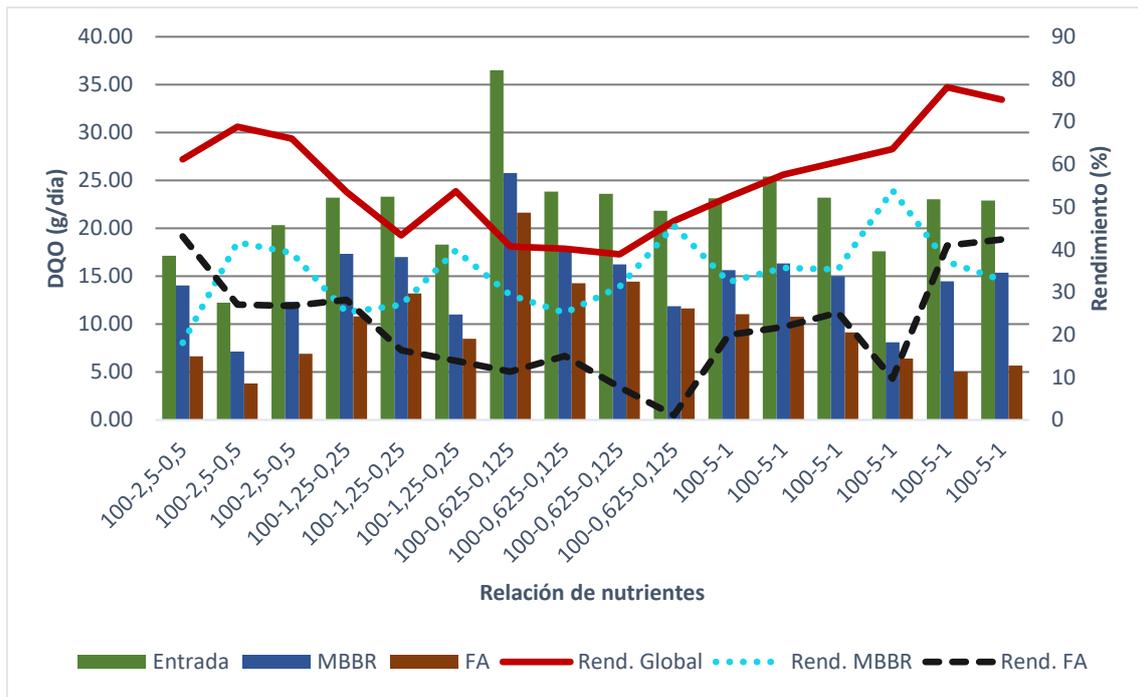


Figura 16. DQO en etapas y rendimiento frente a diferentes relaciones de nutrientes.

En la disminución progresiva de nutrientes se observa una clara disminución proporcional del rendimiento global del sistema BAS. Partiendo de una relación 100:2,5:0,5, se observa rendimientos globales en torno a un 65 %, tal y como refleja de igual manera la Tabla 6 en la que se recoge el rendimiento global medio.

Este escenario cambia cuando se reducen las relaciones a 100:1,25:0,25 y a 100:0,625:0,125. Para la relación 100:1,25:0,25 se estima una disminución de un 15 % (rendimiento global medio 50 %) y con la relación 100:0,625:0,125, la más baja, se tienen rendimientos globales en torno al 40 % (rendimiento global medio 41 %).

Por último, al retornar a la relación inicial de nutrientes, 100:5:1, se observa la recuperación paulatina del sistema, especialmente de la etapa de FA, que consigue elevar de nuevo el rendimiento global a más de un 70 % en las muestras recogidas 2 semanas después del funcionamiento en relaciones 100:0,625:0,125. Para muestras posteriores, como se demostró en el apartado 2.3.1., los rendimientos globales evolucionan a más del 90 %.

Tabla 6. Media de rendimientos globales y parciales de cada relación de nutrientes.

Nutrientes	Rendimiento global medio (%)	Desviación estándar (%)	Rendimiento MBBR (%)	Rendimiento FA (%)
100:5:1	76,7	2,08	35,0	41,7
100:2,5:0,5	65,38	3,15	33,0	32,3
100:1,25:0,25	50,18	4,85	30,7	19,5
100:0,625:0,125	41,63	3	32,8	8,8

Asimismo, la representación del rendimiento por etapas evidencia que el MBBR no se ve tan afectado por la variación de estos parámetros. Sin embargo, la etapa de FA sufre una severa disminución del rendimiento, llegando a picos en los que prácticamente no elimina DQO en la concentración 100:0,625:0,125, cuyo rendimiento medio se sitúa en un 8,8%.

En la Figura 17 se puede observar una muestra de los microorganismos que se encuentran en la etapa de FA al microscopio a 16 aumentos correspondiente a la relación 100:0,625:0,125 (nutrientes bajos, parte izquierda), y a la relación 100:5:1 (nutrientes altos, parte derecha).

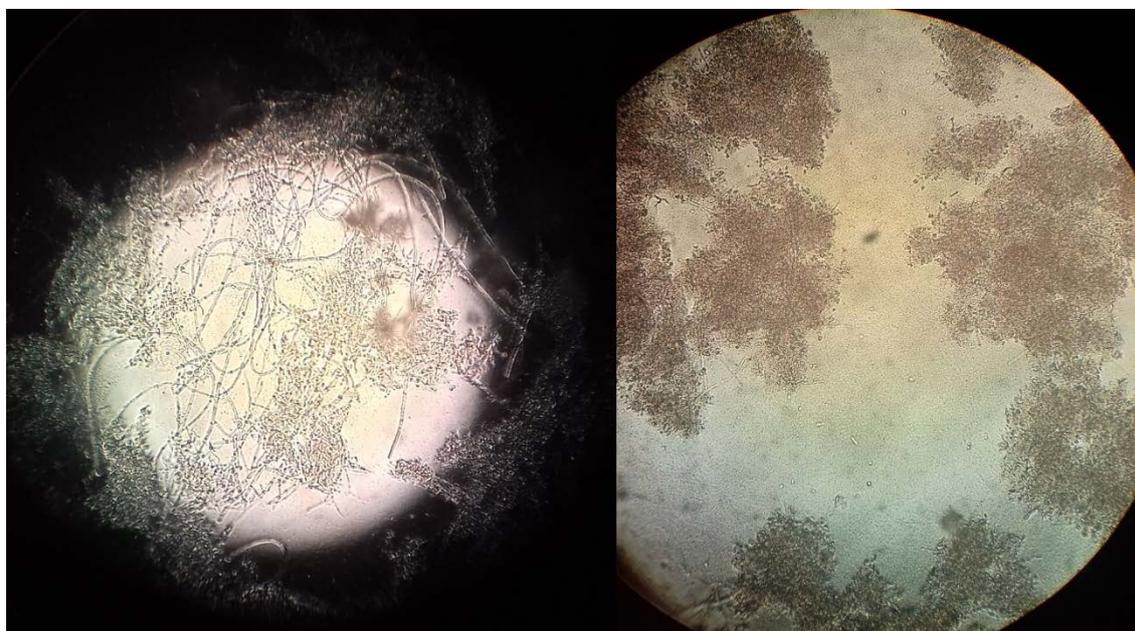


Figura 17. Muestra de los microorganismos presentes en la etapa de FA para concentraciones bajas y altas de nutrientes.

Los resultados de este análisis verifican de nuevo la hipótesis. Como se aprecia en la parte izquierda de la imagen, aparece gran cantidad de bulking filamentoso, que es un fenómeno indeseable propio de sistemas de FA con cantidad limitada de nutrientes. En la parte derecha se observa cómo el exceso de bulking filamentoso desaparece y los flóculos se agrupan, verificando el buen estado de la etapa de FA bajo concentraciones altas de nutrientes.

En vista de los resultados, se verifica que la variación de la concentración de nitrógeno y fósforo añadida al sistema BAS es un parámetro crítico de cara a su diseño; la disminución de nutrientes afecta de forma directa al rendimiento del sistema, concretamente a la etapa de FA.

### 2.3.3. Influencia de la variación del caudal

La variable caudal es fundamental a la hora del análisis del sistema BAS. Dependiendo de este parámetro, el tiempo de residencia se verá afectado, y por tanto también el contacto del influente con los soportes en la etapa MBBR y los lodos de la etapa FA.

Desde el comienzo se ha tratado de mantener un rango de caudales en torno a 0,3 L/h, si bien ha cambiado involuntariamente en ocasiones desde 0,2 L/h hasta 0,4 L/h, obteniendo así una distribución de DQO en cada etapa en función del caudal (Figura 18).

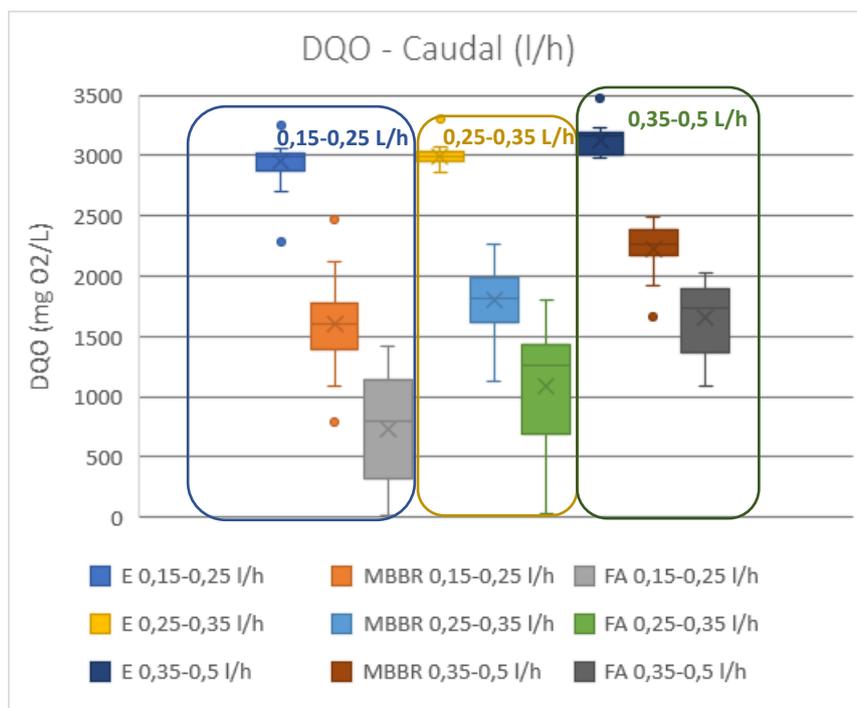


Figura 18. Distribución de la DQO en cada etapa en función del caudal

En este gráfico se recogen todas las muestras independientemente de otras variables, y se divide en 3 subgrupos: resultados con caudales comprendidos entre 0,15 y 0,25 L/h, entre 0,25 y 0,35 L/h y entre 0,35 y 0,5 L/h.

La DQO de entrada para los 3 subgrupos permanece casi constante, al tener un valor teórico de 3000 mg O<sub>2</sub>/L.

La distribución de resultados en los MBBR evidencia la variación; la mediana se sitúa en un valor de 1600 mg O<sub>2</sub>/L aproximadamente para el rango de caudales entre 0,15-0,25 L/h, aumentando de forma progresiva a 1800 mg O<sub>2</sub>/L para 0,25-0,35 L/h y a 2200 mg O<sub>2</sub>/L para 0,35 L/h y 0,5 L/h.

En FA se observa de igual manera esta tendencia, pese a obtener un extenso rango de resultados en el subgrupo de caudales de 0,25-0,35 L/h, debido a la evolución que ha presentado a la hora de modificar otras variables. No obstante, la comparación entre la mediana de unos 800 mg O<sub>2</sub>/L que corresponde al rango 0,15-0,25 L/h, la mediana de aproximadamente 1200 mg O<sub>2</sub>/L para el rango 0,25-0,35 L/h y la mediana de 1700 mg O<sub>2</sub>/L del rango 0,35-0,5 L/h permite ver de igual manera ese aumento de DQO al incrementar el caudal.

#### **2.3.4. Influencia de la variación del volumen de llenado con soportes en la etapa MBBR**

La etapa MBBR posee un volumen de llenado de soportes del 10 %, 52 soportes desde el inicio de la experimentación. Con el fin de observar si se producen cambios significativos, se incrementó el volumen de llenado hasta el 15 %. Los soportes añadidos se trataron al sumergirlos previamente durante una semana en el efluente del decantador de fangos activos. Se permaneció con estas condiciones durante 30 días, que al transcurrir se modificó a un volumen de llenado del 5 %. En la Tabla 7 se muestran los resultados correspondientes al incremento del volumen de llenado.

Tabla 7. Datos de eliminación de DQO y eficiencia para MBBR con 10 y 15% de volumen de llenado

Núm. muestra	Volumen llenado de soportes (%)	DQO eliminada MBBR (g/día)	Eficiencia MBBR(%)
1	10	7,50	42,04
2		7,50	42,04
3		7,57	42,55
4	15	7,09	51,49
5		7,80	34,59
6		9,15	46,60
7		11,11	62,24
8		8,80	51,26
9		7,86	50,36
10		10,05	45,83
11		9,94	46,95
12		10,15	46,15
13		9,81	51,05
14		10,26	50,54

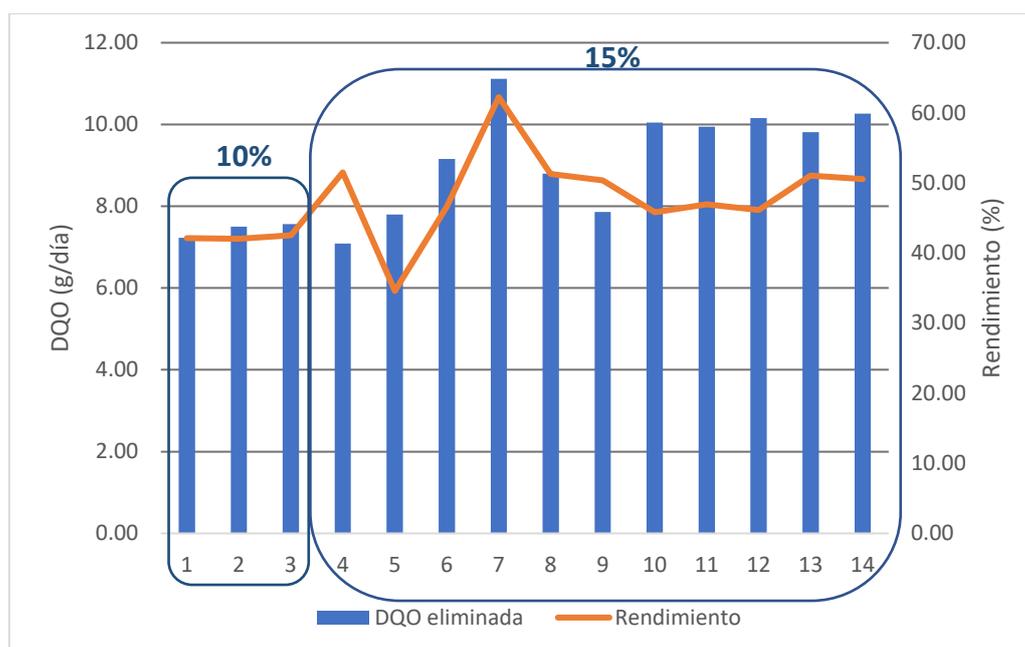


Figura 19. Rendimiento y eliminación de DQO para el sistema MBBR con 10% y 15% de volumen de llenado

En la Figura 19 se toman como puntos de referencias las 3 primeras muestras, correspondientes al volumen de llenado inicial de 10 %. De la muestra 4 a la 14 el volumen de llenado es del 15 %. Las condiciones de trabajo son una relación de nutrientes 100:5:1 y un caudal de 0,3 L/h.

Se observa la disminución lenta pero progresiva del contenido de DQO eliminada. Las muestras 1 a 3, que corresponden a un volumen de llenado de 10 %, muestran rendimientos de eliminación en torno a 42 %. Al introducir un volumen de llenado del 15 %, este rendimiento se incrementa en un período de 3 semanas hasta el 50 %.



*Figura 20. Comparación de soportes MBBR*

La hipótesis del tímido crecimiento del rendimiento con un volumen de llenado superior es que los soportes añadidos no han adquirido la suficiente biomasa adherida por completo. Esto se verifica al observar la Figura 20. Los soportes de la izquierda corresponden a un soporte blanco en reposo, no añadido a la etapa MBBR; los de la derecha a una muestra de los contenidos inicialmente (más de 4 meses de residencia), y los centrales a una muestra de los 26 soportes que han soportado 1 mes de residencia en la etapa. Se observa que estos últimos han desarrollado actividad de forma parcial. Una de las causas puede ser la carencia de impurezas, sólidos, otros tipos de nutrientes, etc. que ofrece el agua sintética elaborada, a diferencia de una corriente residual a tratar (Revilla, 2017).

A su vez, se estudió la influencia con un volumen de llenado de un 5 %, obteniendo los datos en la Tabla 8 y representados en la Figura 21.

Tabla 8. DQO eliminada y rendimiento para un volumen de llenado de 5%

Núm. muestra	DQO eliminada MBBR (g/día)	Eficiencia MBBR(%)
15	8,90	35,60
16	9,65	43,25
17	9,11	42,18
18	9,28	43,61
19	10,22	45,93
20	9,01	39,32
21	8,45	37,89
22	7,91	36,64
23	8,11	37,54
24	8,07	37,36

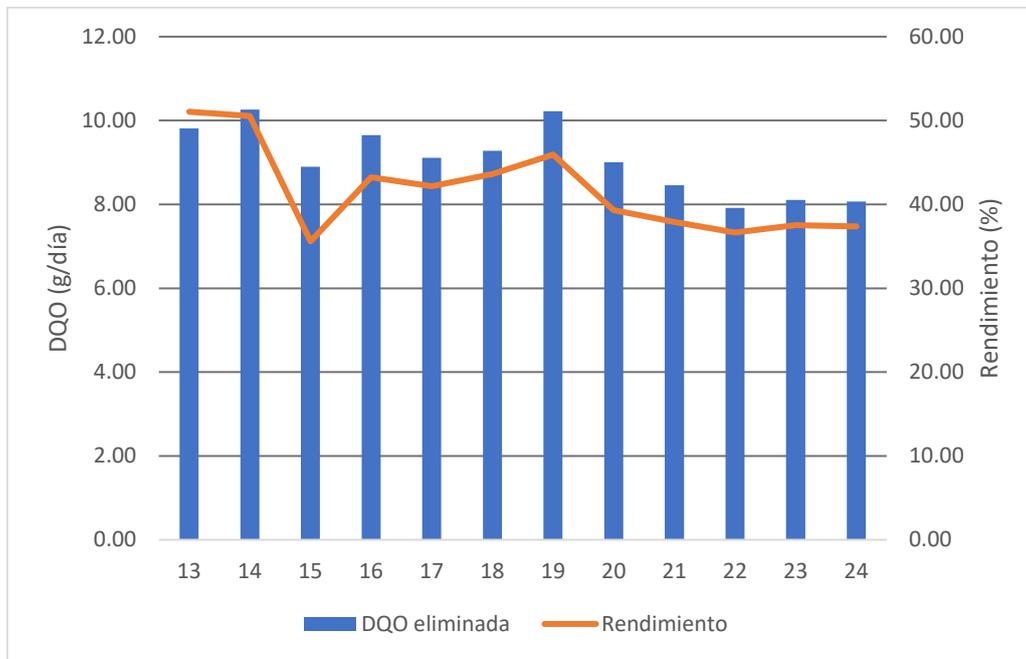


Figura 21. DQO eliminada y rendimiento para un volumen de llenado del 5%

Al igual que en el caso anterior, las condiciones de trabajo son una relación de nutrientes 100:5:1 y un caudal aproximado de 0,3 L/h.

Al pasar de un volumen de llenado del 15 al 5 %, se observa un salto inmediato desde un 50 % de rendimiento, como se aprecia en las muestras 13 y 14, hasta un 35-40 %, respectivamente, estabilizándose en torno a ese rango de porcentajes durante las 2 semanas siguientes.

A modo de resumen, en la Tabla 9 se recogen las medias de rendimiento de las muestras representadas.

*Tabla 9. Rendimientos medios de la etapa MBBR a diferentes volúmenes de llenado de soportes*

<b>Volumen de llenado (%)</b>	<b>Rendimiento medio MBBR (%)</b>	<b>Desviación estándar</b>
<b>5</b>	39,93	3,53
<b>10</b>	42,2	0,27
<b>15</b>	48,30	7,25

En términos generales, se observa que la variación en el volumen de llenado afecta efectivamente al rendimiento de la etapa MBBR, pero no de forma muy severa, tanto al decrecer como al incrementarlo. Esta característica es muy positiva, pues pone de manifiesto la robustez del sistema MBBR para la eliminación de DQO incluso en condiciones más desfavorables.

### **2.3.5. Evolución de sólidos en suspensión totales**

En la Figura 22 se recogen los datos correspondientes a los sólidos en suspensión totales (SST) medidos en las etapas MBBR y en la salida del decantador de FA.

La evolución representada es similar a la primera etapa descrita en el apartado 2.3.1.; se introduce en el influente una relación de nutrientes 100:5:1 después de estar el sistema sometido a relaciones de nutrientes 100:0,625:0,125. En la etapa MBBR se aprecia un ligero aumento de sólidos que no guarda relación con la DQO eliminada en el sistema

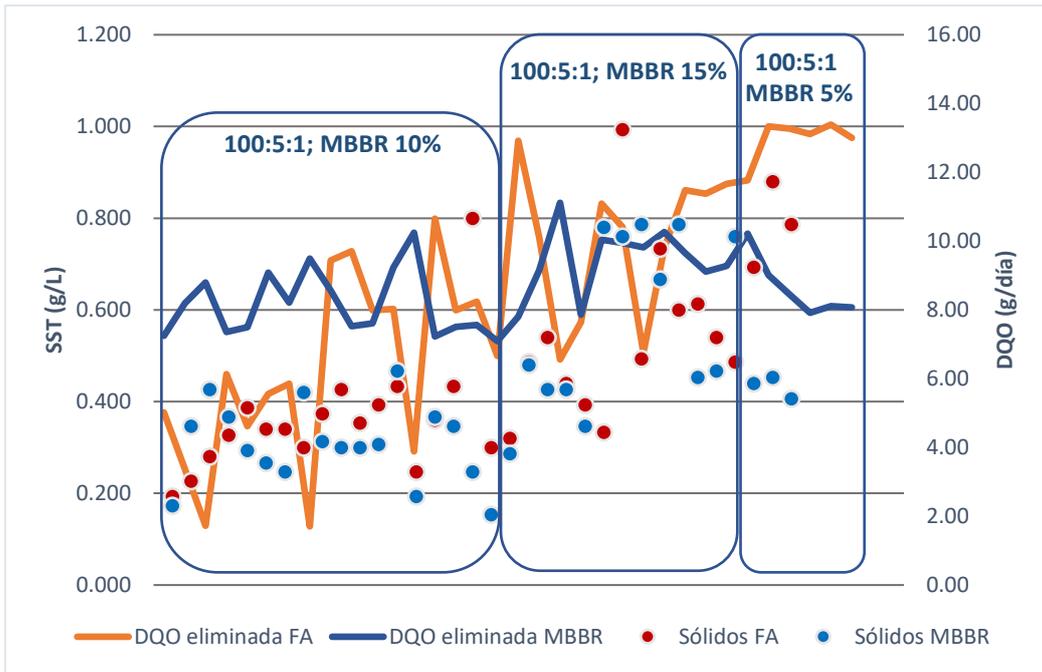


Figura 22. Evolución de SST y DQO eliminada para datos con diferentes condiciones de trabajo

En la etapa de FA sí que se aprecia una relación directa de estos parámetros, que se puede observar más claramente en Figura 23.

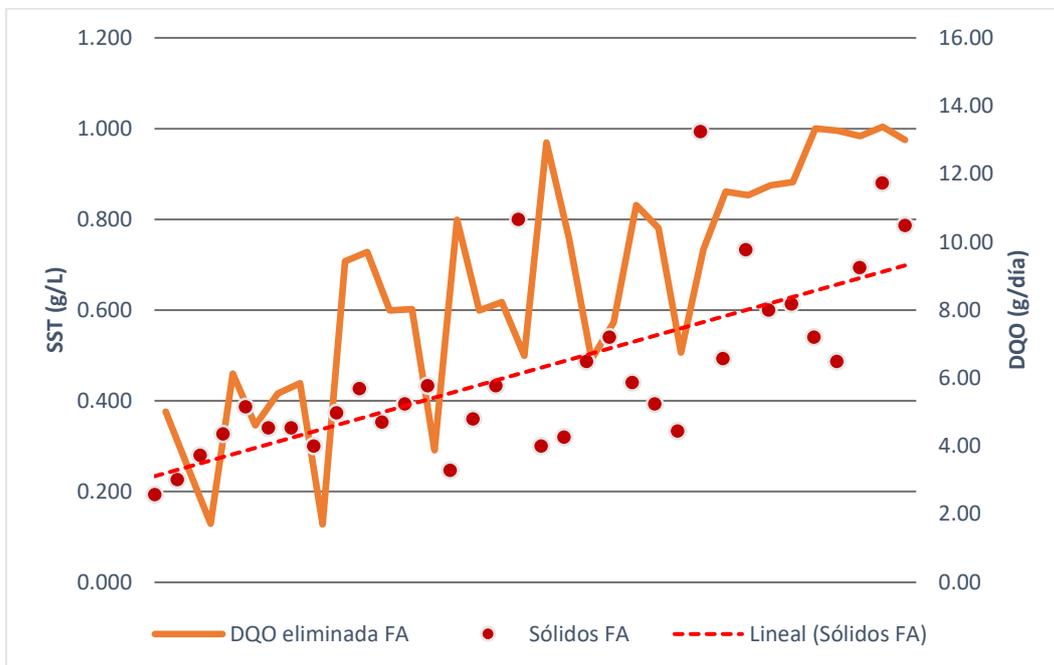


Figura 23. Evolución de SST y DQO eliminada para el total de muestras en la etapa FA

Los valores de SST en FA evolucionan progresivamente desde un valor de 0,2 g/L hasta valores de 0,6-0,8 g/L en el transcurso de 2 meses. Durante esta evolución se observa

igualmente la relación directa que la cantidad de sólidos en el sistema tiene con la eliminación de DQO en esta etapa. Se demuestra que, a mayor cantidad de sólidos en suspensión en FA, mayor eliminación de DQO y mejor rendimiento.

Esto es porque a esta relación de nutrientes se generan más lodos. Los datos recogidos en la Tabla 10 verifican esta suposición, corresponden a una muestra tomada de los lodos depositados en el fondo del decantador.

Tabla 10. Resultados de SST en el fondo del decantador de la etapa FA.

Fecha muestra	SST FA Fondo (g/L)
04/12/2017	3,180
11/12/2017	3,693
18/12/2017	6,553
02/01/2018	5,753
08/01/2018	6,187
15/01/2018	10,987
22/01/2018	10,420
29/01/2018	11,027

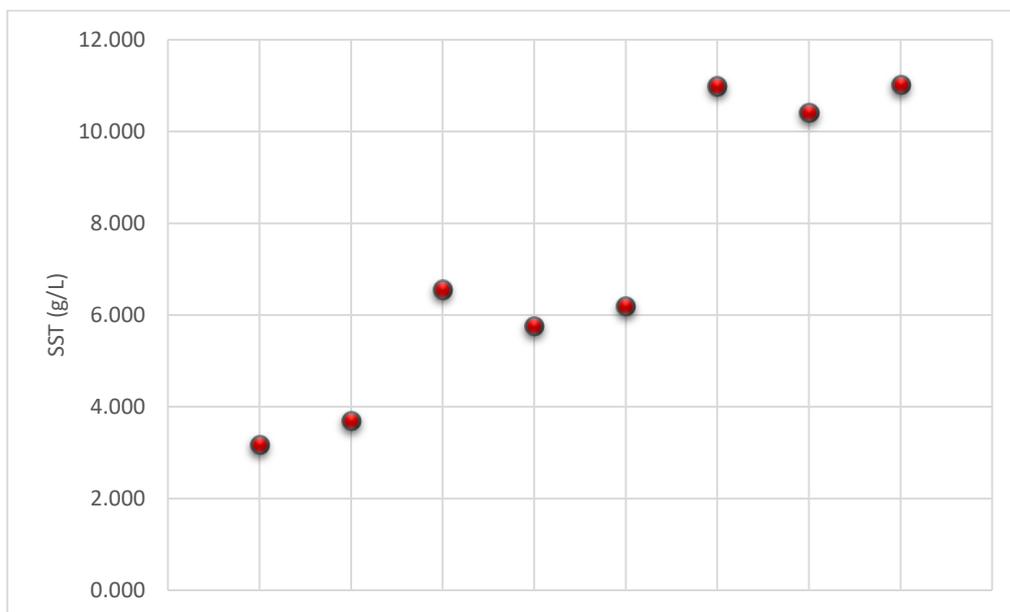


Figura 24. Resultados de SST en el fondo del decantador de la etapa FA.

Se observa junto con la Figura 24 que la tendencia de la etapa de FA es que, desde que se reestablece la relación de nutrientes 100:5:1, el lodo se va desarrollando hasta llegar

a valores máximos de 10-11 g/L en el fondo del decantador para las últimas medidas, que coinciden con los altos rendimientos de eliminación de DQO en FA en esas últimas medidas. De nuevo, se comprueba la hipótesis de que, en la etapa de FA, a mayor cantidad de SST, mayor eliminación de DQO.

### 2.3.6. Evolución del pH

En la Tabla 11 se muestran los datos recogidos y en la Figura 25 se representan los valores medios de pH para el influente, etapa MBBR y salida de FA.

Las condiciones de trabajo de las muestras son las mismas para todas las muestras: una relación de nutrientes 100:5:1, con un volumen de llenado de soportes en MBBR de 5% y caudal estable en 0,3 L/h.

Tabla 11. Datos de medias de pH para cada muestra

Núm. Muestra	Media pH (16,9°C)
E 1	5,37
E 2	5,28
E 3	5,37
E 4	5,58
MBBR 1	7,28
MBBR 2	7,10
MBBR 3	6,61
MBBR 4	7,16
MBBR 5	7,20
MBBR 6	7,58
MBBR 7	7,75
FA 1	7,04
FA 2	7,03
FA 3	6,78
FA 4	7,09
FA 5	7,12
FA 6	6,97
FA 7	7,24

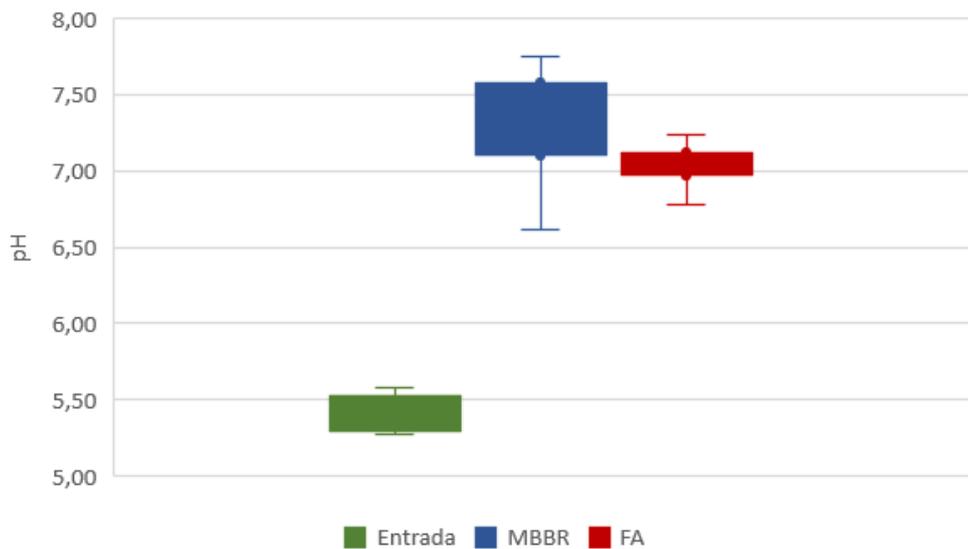


Figura 25. Representación de distribuciones de medias de pH

Se observa que el influente posee un pH ligeramente ácido, en torno a 5,4. En la etapa MBBR se dan distribuciones más variadas de pH de entre 6,6 y 7,6 para finalizar en la etapa de FA con un pH más estable, que ronda el pH neutro. Esto es una gran ventaja de cara al vertido, ya que no ha de modificarse el pH antes de que el efluente se vierta. También ha de tenerse en cuenta que se está tratando un agua sintética muy pura; la naturaleza de la corriente a tratar será influyente en cuanto al pH.

### 3. Conclusiones

Una vez estudiadas las dos etapas consecutivas del proceso de tratamiento biológico BAS a escala de laboratorio para la degradación de aguas residuales sintéticas con alta carga orgánica se concluye que:

- Se ha demostrado la viabilidad y estabilidad del proceso BAS para la eliminación de DQO de un agua sintética con valores de entrada 3000 mg O<sub>2</sub>/L bajo una concentración de nutrientes 100:5:1, logrando la estabilización del contenido de DQO del efluente de salida en torno a 100 mg O<sub>2</sub>/L, que supone rendimientos de eliminación superiores al 95 %.
- La concentración de nutrientes afecta de forma significativa al comportamiento del proceso BAS. La primera etapa (etapa MBBR) se ve muy poco afectada por la disminución de nutrientes, disminuye el rendimiento en torno a un 3%. Sin embargo, la segunda etapa (etapa de fangos activos) experimenta una disminución del rendimiento, en torno a un 30 % al disminuir la concentración de nitrógeno y fósforo en el influente desde 100:5:1 hasta 100:0,625:0,125. Es decir, la etapa MBBR del proceso BAS es una etapa capaz de operar con una cantidad mínima de nutrientes y manteniendo los rendimientos de eliminación de DQO prácticamente constantes.
- La variación en el volumen de llenado de soportes en la etapa MBBR modifica ligeramente su rendimiento de eliminación de DQO, desde un 40 % hasta casi un 50 % para volúmenes de llenado del 5 y 15 %, respectivamente. Además, se observó que los soportes requieren de cierto tiempo (al menos 3-4 semanas) para el desarrollo de biomasa en su superficie.
- La cantidad de sólidos en suspensión totales en la etapa de fangos activos ha aumentado desde 0,2 g/L hasta situarse en torno a 0,7 g/L trabajando con una relación de nutrientes de 100:5:1. El tiempo necesario para este aumento en la cantidad de sólidos producido por el crecimiento bacteriano ha sido en torno a

1 mes. De igual manera, se observa que al aumentar la concentración de SST aumenta la eliminación de DQO en la etapa de fangos activos.

- Cuando se trabaja con relación de nutrientes baja (100:1,25:0,25-100:0,625:0,125) en la etapa de fangos activos proliferan los microorganismos filamentosos, generando el fenómeno indeseado llamado “bulking” que dificulta la separación de la parte sólida y líquida en la etapa de sedimentación.
- El pH del influente para los experimentos llevados a cabo en este trabajo se encuentra en torno al 5,5 mientras que en el efluente es de 7, lo cual es ventajoso para su vertido.

## 4. Referencias

American Public Health Association, American Water Works Association, Water Environment Federation, and Water Environment Federation. 1999. "Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater." *Standard Methods* (102): 541.

Bassin, Joao P. et al. 2017. "Revealing the Bacterial Profile of an Anoxic-Aerobic Moving-Bed Biofilm Reactor System Treating a Chemical Industry Wastewater." *International Biodeterioration and Biodegradation* 120: 152–60.

Bering, Sławomira et al. 2017. "The Use of Moving Bed Bio-Reactor to Laundry Wastewater Treatment." *E3S Web of Conferences* 22: 15.

Brinkmann, Thomas et al. 2016. *Best Available Techniques (BAT) Reference Document for Common Waste Water and Waste Gas Treatment/management Systems in the Chemical Sector*.

Crespi, M.; Huertas, J.A. 1986. *Determinación simplificada de la demanda química de oxígeno por el método de dicromato*. Bol. Intextar, pp. 89-97.

España, 1996. Real Decreto 509/1996, de 15 de marzo, de desarrollo del Real Decreto-ley 11/1995, de 28 de diciembre, por el que se establecen las normas aplicables al tratamiento de las aguas residuales urbanas. *Boletín Oficial del Estado*, 29 de marzo de 1996, 77, pp. 12038-12041. [Consulta 12 enero 2018]. Disponible en: <https://www.boe.es/boe/dias/1996/03/29/pdfs/A12038-12041.pdf>

Europa, 1991. Directiva 91/271/CEE del Consejo, de 21 de mayo, sobre el tratamiento de aguas residuales urbanas. 21 de mayo de 1991, pp. 40-52.

Ferrer, J. y Seco, A. 2003. *Tratamientos biológicos de aguas residuales*. Valencia: Universidad Politécnica de Valencia (servicio de publicación). ISBN 9788497054669.

Harris, D.C. 2007. Análisis químico cuantitativo. 3ª ed. Barcelona: Reverté. ISBN 84-291-7224-6.

Ma, J. 2017. Determination of Chemical Oxygen Demand in Aqueous Samples with Non-Electrochemical Methods. *Trends in Environmental Analytical Chemistry*, 14, pp. 37-43, ISSN 2214-1588.

Malmqvist, Ä. et al. 2004. Low sludge production and stable operation with the nutrient limited BAS process. *Proc. Tappi Environ. Conf.*, Atlanta 2004.

Martínez, B; Merklings, P. 2005. *Determinación de materia orgánica en aguas: demanda química de oxígeno*.

Mohapatra, P.K. 2010. *Textbook of Environmental Biotechnology*. India: I.K. International Publishing House Pvt. Ltd. ISBN 81-88237-54-X.

Ødegaard, H. 1999. "The Moving Bed Biofilm Reactor." *Water Environmental Engineering and Reuse of Water* (575314): 250–305.

Revilla Salas, M. 2017. *Análisis y modelado de un proceso BAS (Biofilm Activated Sludge) para el tratamiento biológico de aguas residuales de alta carga orgánica con limitación de nutrientes*. B. Galán Corta y J.R. Viguri Fuente, directores. Tesis doctoral, Universidad de Cantabria.

Shokoohi, R. et al. 2017. "Modelling of Moving Bed Biofilm Reactor (MBBR) Efficiency on Hospital Wastewater (HW) Treatment: A Comprehensive Analysis on BOD and COD Removal." *International Journal of Environmental Science and Technology* 14(4): 841–52.

Sousa, Antonio C. et al. 2007. "A Method for Determination of COD in a Domestic Wastewater Treatment Plant by Using near-Infrared Reflectance Spectrometry of

Seston." *Analytica Chimica Acta* 588(2): 231–36.

Suhr, Michael et al. 2015. *Best Available Techniques ( BAT ) Reference Document for the Production of Pulp , Paper and Board*.

SUSTAINABLE SANITATION AND WATER MANAGEMENT (SSWM). *Activated Sludge*. 2014. [Consulta: 1 de febrero de 2018]. Disponible en: <https://www.sswm.info/print/764?tid=771>.

Van der Haandel, A.; Van der Lubbe, J. 2012. *Handbook of Biological Wastewater Treatment*. IWA Publishing.