


TESIS DOCTORAL

LUZ MARINA RUIZ HERNÁNDEZ

The seal of the University of Granada is a circular emblem. It features a central shield with a crown on top, flanked by two lions. The shield is surrounded by a decorative border with the university's name in Latin: 'UNIVERSITAS GRANATAE' at the top and '1492' at the bottom. The seal is rendered in a light, semi-transparent style in the background.

**MODELADO Y SIMULACIÓN DE
SISTEMAS DE DEPURACIÓN
BIOLÓGICA DE AGUAS
RESIDUALES URBANAS MEDIANTE
BIORREACTORES DE MEMBRANA
(MBR)**

UNIVERSIDAD DE GRANADA

2014

Dpto. Ingeniería Civil

Dpto. Ing. de la Construcción y Proyectos de Ing.

Instituto del Agua

Editor: Editorial de la Universidad de Granada
Autor: Luz Marina Ruiz Hernández
D.L.: GR 1858-2014
ISBN: 978-84-9083-042-0



UNIVERSIDAD DE GRANADA
2014

**MODELADO Y SIMULACIÓN DE SISTEMAS DE
DEPURACIÓN BIOLÓGICA DE AGUAS
RESIDUALES URBANAS MEDIANTE
BIORREACTORES DE MEMBRANA (MBR)**

**Memoria presentada por Dña. LUZ MARINA
RUIZ HERNÁNDEZ para optar al grado de Doctor
por la Universidad de Granada**

LUZ MARINA RUIZ HERNÁNDEZ

DIRECTORES

MIGUEL ÁNGEL GÓMEZ NIETO
Dpto. Ingeniería Civil

JORGE IGNACIO PÉREZ PÉREZ
**Dpto. Ing. de la Construcción y
Proyectos de Ingeniería**





***“La gran victoria que hoy parece fácil
fue el resultado de pequeñas victorias
que pasaron desapercibidas”***

(Paulo Coelho)



El doctorando Luz Marina Ruiz Hernández y los directores de la tesis D. Miguel Ángel Gómez Nieto y D. Jorge Ignacio Pérez Pérez, garantizamos, al firmar esta tesis doctoral, que el trabajo ha sido realizado por el doctorando bajo la dirección de los directores de la tesis y hasta donde nuestro conocimiento alcanza, en la realización del trabajo, se han respetado los derechos de otros autores a ser citados, cuando se han utilizado sus resultados o publicaciones.

Granada, 27 de Enero de 2014

Director/es de la Tesis

Doctorando

Fdo.: Miguel Ángel Gómez

Fdo.: Jorge I. Pérez

Fdo.: Luz M. Ruiz

Este trabajo ha sido realizado dentro del grupo de investigación TEP-239, “Tecnologías para la Gestión y el Tratamiento del Agua”, en el marco del proyecto denominado “Modelización del proceso de depuración biológica de aguas residuales urbanas mediante la tecnología de biorreactores de membrana sumergida” (NET 324936/1), que ha sido financiado por la Agencia Andaluza del Agua a través de EGMASA, mediante fondos FEDER de la Unión Europea.

Las instalaciones experimentales en las que se ha basado esta investigación se construyeron en la EDAR Granada-Sur situada en Churriana de la Vega (Granada), contando con la colaboración de la empresa EMASAGRA para el mantenimiento de las instalaciones a lo largo de todo el proyecto.

La parte analítica de la investigación se ha llevado a cabo tanto en los laboratorios del área de Tecnologías del Medio Ambiente, del Departamento de Ingeniería Civil, como en los laboratorios del Instituto del Agua, de la Universidad de Granada.

Ahora que se acerca el momento de finalizar una etapa dura pero llena de grandes alegrías, no puedo más que recordar y agradecer a todos aquellos que de una u otra manera han contribuido a la realización de esta tesis.

En primer lugar, me gustaría expresar mi más sincero agradecimiento a Miguel Ángel Gómez Nieto y a Jorge Ignacio Pérez Pérez, porque sin ellos, sin su confianza, su comprensión y su paciencia, esta tesis no hubiera llegado al final. Ambos son grandísimos profesionales, pero aún mejores personas que, a pesar de llevar tantos años en esto, conservan la ilusión por aprender y son capaces de transmitir la motivación que los que estamos empezando necesitamos.

También quiero mencionar a mis compañeros de laboratorio, especialmente a Juan, que me acogió, me enseñó y compartió conmigo muchos momentos buenos y menos buenos tanto en la planta como en el laboratorio. A los compañeros que ya se han ido como Julián, Dani o Gloria y a los que siguen compartiendo conmigo cada día de trabajo, Elena, Eugenio, Rocío, Fátima, Lorena, Manolo, Cristina, Ángela, Juan Carlos y Jaime, porque con todos he compartido cosas importantes, de todos he aprendido algo y a todos los recordaré con mucho cariño.

Quiero agradecer, en general, a todo el Grupo de Tecnologías para la Gestión y el Tratamiento del Agua (TEP-239) y a los Departamentos de Ingeniería Civil y de Ingeniería de la Construcción y Proyectos de Ingeniería de la Universidad de Granada, que me han facilitado todos los medios necesarios para llevar a cabo este trabajo.

Así mismo, me gustaría dedicar una mención especial a Pedro González Rodelas, que ha sacado tiempo de dónde no había para ayudarme a conocer y manejar nuevas herramientas matemáticas y sin el cual, parte de esta tesis no se hubiera podido realizar.

Tampoco me gustaría olvidar al grupo de investigación CAPEC de la Universidad Técnica de Dinamarca (DTU), que me acogió durante tres meses y me ayudó a conocer un poco más a fondo el mundo del modelado de procesos biológicos.

Por supuesto a mi familia, mis padres Pepe y Marina y mi hermana Silvia, quiero expresarles mi agradecimiento por haber confiado en mí desde el principio y por ser el pilar que me sostiene y que seguirá haciéndolo durante toda mi vida. Os quiero.

A mis amigos, esos de toda la vida que siguen ahí a pesar del tiempo, celebrando cada reencuentro y disfrutando de cada momento juntos. A Marmal, Dani, Cristina, Lely, ... y, muy especialmente a Carmen, que ha demostrado ser una gran amiga y mi mayor apoyo en los mejores y en los peores momentos.

Por último, pero no por ello menos importante, quiero agradecer a Álvaro que haya llenado de sonrisas esta última etapa de la tesis y que haya sabido apoyarme, entenderme y transmitirme su optimismo ante la vida.

A todos, GRACIAS.

RESUMEN

Desde su aparición en el mercado, los biorreactores de membrana sumergida (MBR) se han convertido en una de las tecnologías más prometedoras para el tratamiento de aguas residuales. Pese a que su empleo se ha visto limitado por el elevado consumo energético o por los problemas de ensuciamiento de la membrana, ventajas como la calidad del efluente obtenido, la posibilidad de trabajar a elevadas concentraciones de TSS y los menores requisitos tanto de tiempo como de espacio necesarios para que tenga lugar la depuración, la han convertido en una alternativa ampliamente utilizada en todo el mundo.

El presente trabajo está enfocado al modelado y la simulación de sistemas MBR con el fin de analizar de manera teórica distintas alternativas o evaluar distintos escenarios y poder obtener información útil que ayude a tomar decisiones relativas al diseño y optimización de EDARs. De esta manera, aunque un modelo no deja de ser una simplificación de la realidad y puede dar lugar a determinadas imprecisiones, es posible ampliar el conocimiento sobre el funcionamiento del sistema y obtener conclusiones similares a las obtenidas experimentalmente.

Hablar de sistemas MBR de depuración de aguas residuales es hablar principalmente de membranas planas de microfiltración (MF) o de membranas de fibra hueca de ultrafiltración (UF). Es por ello que la primera fase de este estudio se ha centrado en comparar dos sistemas MBR experimentales que utilizan estos dos tipos de membranas, comprobando que la tecnología de membrana y sus diferencias de configuración no afecta de manera significativa a la eficacia del proceso de depuración

y/o al valor de los principales parámetros cinéticos y estequiométricos definidos en los modelos. Ambos sistemas están constituidos por un biorreactor anóxico para la pre-desnitrificación, un biorreactor aireado donde tiene lugar la degradación de materia orgánica y la eliminación de amonio y un MBR en el que tiene lugar la separación física del fango activo y el efluente mediante membranas. Las instalaciones han trabajado en continuo y se han alimentado con agua residual urbana real tras un pre-tratamiento convencional.

Por otro lado, para poder simular un determinado sistema experimental es necesario emplear un modelo que describa matemáticamente los principales procesos biológicos que tienen lugar en el sistema. Este modelo debe estar correctamente calibrado y validado para el sistema en cuestión con el fin de asegurar que los resultados obtenidos se aproximen lo máximo posible a la realidad. Generalmente, el proceso de calibración de un modelo de fangos activos requiere únicamente la estimación de unos pocos parámetros para conseguir predicciones adecuadas y puesto que la estimación analítica de estos parámetros en el laboratorio es costosa, se suelen calibrar únicamente aquellos parámetros que mayor influencia tienen sobre el funcionamiento del sistema y cuya selección suele estar basada en los resultados de un análisis de sensibilidad previo. En este caso, los valores de $b_{H_2O_2}$, Y_H , $\mu_{H,max}$ y K_S han sido estimados mediante respirometría puesto que, según los análisis de sensibilidad llevados a cabo, son los parámetros a los que las predicciones del modelo ASM3 son más sensibles.

La calibración del modelo suele llevarse a cabo para cada sistema en particular, pero hay que tener en cuenta que suele ser válida en un determinado rango de condiciones, mientras que un mismo sistema trabajando a condiciones operacionales muy diferentes a aquellas para las que ha sido calibrado el modelo puede necesitar una nueva calibración. Es por ello que se hace preciso evaluar el efecto que cambios en las

condiciones operacionales del sistema puede tener sobre los valores de los parámetros del modelo y determinar así el rango de validez de la calibración. Para ello se ensayaron experimentalmente distintos valores de tiempo de retención celular (SRT), tiempo de retención hidráulico (HRT) o altura de lámina de agua en el biorreactor aireado, a la vez que se controlaron los cambios en variables como la temperatura del fango activo y las variaciones en la carga orgánica del influente. En base a estas variables se distinguen un total de 39 fases en las que se determinaron los principales parámetros del modelo ASM3 y cuyos resultados fueron posteriormente comparados en función de las condiciones de operación de cada fase.

Además del modelo previamente calibrado, para una correcta simulación de un sistema en particular es necesario disponer de información suficiente sobre las condiciones del sistema que se pretende simular (caudales, volúmenes, etc.) y de una correcta caracterización del influente que le llega al sistema. Una vez que se dispone de toda esta información es posible simular el funcionamiento del sistema en un software específico de simulación como WEST o en un software numérico como MATHEMATICA, que ha sido validado durante este trabajo como una herramienta rápida y fácil de usar en la que es posible implementar y ejecutar el modelo y que permite llevar a cabo tanto el análisis de distintos escenarios o alternativas de diseño como análisis de sensibilidad.

Finalmente, se ha llevado a cabo un análisis teórico de escenarios utilizando WEST tras implementar el modelo en dicho simulador y ejecutar simulaciones del sistema experimental de MF modificando el valor de diferentes variables operacionales. Los resultados de este análisis han demostrado la influencia que variables como el SRT, la temperatura, el caudal de recirculación o la carga orgánica tienen sobre la tasa de consumo de oxígeno (OUR), sobre las concentraciones de TSS y biomasa activa o sobre los procesos biológicos de degradación de materia orgánica y

nitrificación/desnitrificación. Además, han puesto de manifiesto la importancia de llevar a cabo una correcta caracterización del influente, ya que los valores de algunas de sus concentraciones pueden afectar significativamente a los resultados de la simulación. En este sentido, a lo largo de esta tesis se han comparado diversas metodologías para caracterizar el influente, llegando a la conclusión de que se obtienen resultados que se asemejan más a la realidad cuando se utilizan métodos biológicos como la respirometría, mientras que los métodos físico-químicos sobreestiman las fracciones biodegradables y subestiman las fracciones inertes.

ABSTRACT

Since membrane bioreactors (MBR) appeared in the international market for the first time, they became one of the most promising alternatives for wastewater treatment thanks to some advantages such as high effluent quality, lower time and space requirements or their availability for operating at higher TSS concentrations, even though the development of this technology has been limited by other disadvantages such as high energy consumption or membrane fouling.

This work is focused on the modeling and simulation of MBR systems in order to evaluate different scenarios in such a way that although a model is a simplified representation of a real process and certain degree of uncertainty is always inherent to simulations, these theoretical studies help to take decisions regarding design and optimization of WWTPs.

Two companies which manufacture microfiltration (MF) flat sheet and ultrafiltration (UF) hollow fiber membranes, respectively, encompass the global market of MBR systems. For that reason, the first phase of this thesis has been focused on the comparison of two experimental systems using these membranes in order to check if the selected membrane technology and consequent differences in their configurations may significantly affect process efficiency and/or the values of the most important kinetic and stoichiometric model parameters. Both systems were constituted by an anoxic bioreactor for pre-denitrification, an aerobic bioreactor where organic matter was degraded and ammonium was removed and a MBR where activated sludge and

effluent were physically separated by means of the membrane. They operated in a continuous mode and were fed with real urban wastewater previously pretreated.

To simulate a particular WWTP, a model which mathematically describes the main biological processes taking place inside the bioreactors is required. This model must be properly calibrated and validated in order to ensure that predicted results are as similar as possible to the experimental values. Usually, model calibration just requires the estimation of a few model parameters whose selection is based on a previous sensitivity analysis which determines the most influential parameters over the system performance. In this case, b_{H, O_2} , Y_H , $\mu_{H, max}$ and K_S have been estimated by respirometric techniques because sensitivity analyses showed that they were the most influential parameters for ASM3 model predictions.

This calibration is usually carried out for every particular system, but it must be taken into account that it is usually valid for a limited range of operational conditions and that in case the system operates at conditions far from those used for model calibration, results may be erroneous and a new calibration is required. For that reason, the effects of operational conditions over the estimated values of the most significant model parameters were evaluated in such a way that their validity range may be defined. In this case, different sludge retention times (SRT), hydraulic retention times (HRT) and aerobic bioreactor heights were experimentally tested and, at the same time, changes in uncontrollable variables such as the temperature inside the bioreactor and the influent organic loading were measured. Based on the values of these five variables, the experimental period was divided into 39 phases whose results were compared.

Besides the previously calibrated model, information regarding the experimental system (flowrates, volumes, etc.) and a good influent characterization are also required to get an appropriate simulation of a particular system. Once this

information is available, the system may be implemented and simulated in specific simulators such as WEST or in numerical softwares such as MATHEMATICA. In this work, MATHEMATICA has been validated as an useful tool where both simulations and sensitivity analyses may be carried out.

On the other hand, WEST has been used for the theoretical study of alternatives where the MF experimental system has been simulated at different conditions. These results showed the influence of variables such as the SRT, temperature, recirculation ratio or influent organic loading over the oxygen uptake rate (OUR), TSS and active biomass concentrations or biological processes for organic matter and nitrogen removal. Moreover, they demonstrated that a suitable influent characterization which fits reality is an important issue regarding modeling and simulation of experimental systems, as several influent concentrations greatly affect simulation results. For that reason, in this work, different influent characterization methodologies have been compared, concluding that the best results were obtained when biological methods, such as respirometry were used instead of physical-chemical analysis which may overestimate biodegradable fractions and underestimate inert fractions.

ÍNDICE

	Pag.
1. INTRODUCCIÓN	1
1.1. EVOLUCIÓN DE LOS SISTEMAS DE FANGOS ACTIVOS Y APARICIÓN DE LOS MBRs	3
1.2. PRINCIPIOS BÁSICOS DEL PROCESO BIOLÓGICO DE DEPURACIÓN	11
1.3. MODELADO Y SIMULACIÓN DE SISTEMAS DE DEPURACIÓN BIOLÓGICA	17
1.4. SELECCIÓN DEL MODELO MÁS APROPIADO PARA APLICACIONES CONCRETAS	22
1.5. CARACTERIZACIÓN DEL INFLUENTE	31
1.6. ANÁLISIS DE INCERTIDUMBRE Y ANÁLISIS DE SENSIBILIDAD	38
1.7. CALIBRACIÓN Y VALIDACIÓN DEL MODELO	42
1.8. TÉCNICAS RESPIROMÉTRICAS APLICADAS A LA CALIBRACIÓN DE MODELOS DE FANGOS ACTIVOS	51
2. OBJETIVOS	57
3. MATERIALES Y MÉTODOS	63
3.1. INSTALACIÓN EXPERIMENTAL	65
3.1.1. Puesta en marcha de las instalaciones e historial de funcionamiento	65
3.1.2. Descripción de la instalación de microfiltración (MF)	67
3.1.3. Descripción de la instalación de ultrafiltración (UF)	73
3.1.4. Instrumentación, control y automatización (ICA)	78
3.2. EVOLUCIÓN DE LAS VARIABLES OPERACIONALES DEL PROCESO. FASES DE ESTUDIO	81
3.3. TÉCNICAS ANALÍTICAS	82
3.3.1. Toma de muestras	82
3.3.2. Unidades de respirometría	84
3.3.2.1. Unidad BM-T (SURCIS S.L.)	85
3.3.2.2. Unidad de respirometría BioCalibra	96
3.3.3. Análisis físico-químicos	100

3.3.3.1. Demanda química de oxígeno (DQO)	100
3.3.3.2. Demanda biológica de oxígeno a 5 días (DBO ₅)	101
3.3.3.3. Sólidos en suspensión totales (TSS) y sólidos en suspensión volátiles (VSS)	102
3.3.3.4. pH	103
3.3.3.5. Conductividad	104
3.3.3.6. Compuestos de nitrógeno	104
3.4. SOFTWARES UTILIZADOS PARA SIMULACIÓN	106
3.4.1. WEST	106
3.4.2. MATHEMATICA	114
3.5. TRATAMIENTO DE DATOS Y ANÁLISIS ESTADÍSTICO	116
4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	119
4.1. ANÁLISIS PREVIOS	121
4.1.1. Análisis comparativo entre instalaciones experimentales con diferente membrana	121
4.1.2. Análisis de la calidad del influente	135
4.1.2.1. Evolución temporal de las características del influente	135
4.1.2.2. Caracterización del influente mediante respirometría	142
4.1.2.3. Dinámica diaria del influente	145
4.1.2.4. Dinámica mensual del influente	150
4.1.2.5. Variaciones en el caudal de influente	154
4.1.3. Fases de estudio	156
4.1.3.1. Análisis de la evolución de la temperatura	157
4.1.3.2. Análisis de la evolución del tiempo de retención hidráulico (HRT)	159
4.1.3.3. Análisis de la evolución del tiempo de retención celular (SRT)	161
4.1.3.4. Variación de la altura de lámina de agua	163
4.1.3.5. Análisis de la evolución de la carga contaminante	163
4.1.3.6. Fases experimentales a comparar	165
4.1.4. Puesta a punto y optimización de las técnicas respirométricas utilizadas	167
4.1.4.1. Tiempo necesario para que el fango alcance el estado endógeno (t.t.e.)	167
4.1.4.2. Concentración de OD óptima durante el ensayo respirométrico	171

4.1.4.3. Otros factores a tener en cuenta durante los ensayos respirométricos	174
4.2. ANÁLISIS DE SENSIBILIDAD	175
4.2.1. Validación de MATHEMATICA como herramienta para realizar análisis de sensibilidad y simulaciones del proceso biológico de depuración de aguas residuales	176
4.2.2. Análisis de sensibilidad local utilizando el simulador WEST	205
4.3. CALIBRACIÓN DEL MODELO ASM3	228
4.3.1. Caracterización y fraccionamiento del influente	228
4.3.1.1. Comparativa de distintos métodos de fraccionamiento de la DQO del influente	229
4.3.1.2. Duración y frecuencia de los periodos de muestreo intensivo para la calibración	247
4.3.2. Calibración de parámetros cinéticos y estequiométricos mediante respirometría	259
4.3.2.1. Constante de decaimiento de la biomasa heterótrofa (b_{H, O_2})	260
4.3.2.2. Rendimiento de la biomasa heterótrofa (Y_H)	273
4.3.2.3. Tasa máxima de crecimiento de la biomasa heterótrofa ($\mu_{H, max}$) y constante de semi-saturación (K_S)	282
4.3.3. Calibración del ASM3 en el simulador WEST	288
4.4. APLICACIÓN DEL MODELO ASM3 CALIBRADO PARA SIMULAR LA INSTALACIÓN EXPERIMENTAL: ANÁLISIS DE ESCENARIOS	295
5. CONCLUSIONES	317
6. LÍNEAS DE TRABAJO FUTURAS	323
7. REFERENCIAS	327
ANEXO I: VERSIÓN INGLESA	367

FIGURAS

	Pag.
Figura 1.1. Evolución del número de publicaciones anuales sobre MBR.	8
Figura 1.2. Evolución del número de publicaciones anuales sobre MBR y modelado, simulación o respirometría.	9
Figura 1.3. Evolución del número de publicaciones anuales sobre aguas residuales y modelado, simulación y respirometría.	10
Figura 1.4. Concepto de muerte-regeneración (izquierda) y decaimiento endógeno (derecha).	15
Figura 3.1. Llenado inicial de la instalación de UF con fango biológico procedente del espesador de flotación de la EDAR Granada-Sur.	67
Figura 3.2. Biorreactor anóxico (izquierda), aireado (centro) y MBR (derecha) de la instalación de MF.	68
Figura 3.3. Diagrama de flujo de la instalación de MF.	69
Figura 3.4. Difusor de aire utilizado en el biorreactor de la instalación de MF.	70
Figura 3.5. Detalle del sistema de colectores de permeado de las membranas de MF.	72
Figura 3.6. Visión general de la instalación de UF.	73
Figura 3.7. Diagrama de flujo de la instalación de UF.	74
Figura 3.8. Sistema de pulverización de la instalación de UF.	75
Figura 3.9. Interior del MBR de la instalación de UF.	76
Figura 3.10. Esquema de la unidad de respirometría fabricada por SURCIS S.L.	85
Figura 3.11. Unidad de respirometría fabricada por SURCIS S.L.	87
Figura 3.12. Respirograma obtenido en un ensayo estático (OUR).	89
Figura 3.13. Respirograma obtenido en un ensayo OUR cíclico.	90
Figura 3.14. Respirograma obtenido en un ensayo dinámico (R_s).	91
Figura 3.15. Unidad de respirometría BioCalibra.	98
Figura 3.16. Pantalla principal del software del respirómetro BioCalibra.	99
Figura 3.17. Configuración de la instalación de MF en WEST.	108
Figura 3.18. Resultados de las simulaciones en WEST.	111
Figura 3.19. Resultados del análisis de sensibilidad en WEST.	113
Figura 4.1. Factor de carga (FC) durante la fase comparativa.	124
Figura 4.2. Tasa de desnitrificación (NUR) durante la fase comparativa.	125

Figura 4.3. Concentración de DQO en el efluente durante la fase comparativa.	126
Figura 4.4. Eficacia en la eliminación de DQO durante la fase comparativa.	127
Figura 4.5. Concentración de TSS en el biorreactor durante la fase comparativa.	128
Figura 4.6. Tasa máxima de respiración ($R_{s,max}$) durante la fase comparativa.	130
Figura 4.7. Duración de los ensayos respirométricos con acetato sódico durante la fase comparativa.	130
Figura 4.8. Valores de Y_H y b_{H,O_2} durante la fase comparativa.	132
Figura 4.9. Influencia de la temperatura sobre Y_H durante la fase comparativa.	133
Figura 4.10. Influencia de la temperatura sobre b_{H,O_2} durante la fase comparativa.	134
Figura 4.11. Evolución de la concentración de DQO total y soluble del influente.	136
Figura 4.12. Distribución de la DQO total del influente en sus fracciones soluble y particulada.	137
Figura 4.13. Evolución de la concentración de DBO ₅ total y soluble del influente.	138
Figura 4.14. Evolución del factor de biodegradabilidad (F_b) del influente.	139
Figura 4.15. Evolución de la concentración de sólidos en suspensión en el influente.	140
Figura 4.16. Evolución del pH del influente.	141
Figura 4.17. Evolución de la conductividad del influente.	142
Figura 4.18. Fraccionamiento del influente para la instalación de UF.	144
Figura 4.19. Fraccionamiento del influente para la instalación de MF.	144
Figura 4.20. Evolución horaria de la DQO del influente.	146
Figura 4.21. Evolución horaria de la DQO soluble del influente.	147
Figura 4.22. Evolución horaria de la concentración de TSS en el influente.	148
Figura 4.23. Evolución horaria de la concentración de VSS en el influente.	148
Figura 4.24. Evolución horaria del pH del influente.	149
Figura 4.25. Evolución horaria de la conductividad del influente.	149
Figura 4.26. Evolución horaria de la concentración de N-NH ₄ del influente.	150
Figura 4.27. Evolución de la dinámica de la DQO total y soluble del influente durante 30 días.	151
Figura 4.28. Evolución de la dinámica de la concentración de sólidos en suspensión del influente durante 30 días.	151
Figura 4.29. Evolución de la dinámica de la concentración de N-NH ₄ del influente durante 30 días.	152
Figura 4.30. Evolución de la dinámica del pH del influente durante 30 días.	153
Figura 4.31. Evolución de la dinámica de la conductividad del influente durante 30 días.	153
Figura 4.32. Perfil dinámico del caudal de entrada a la EDAR durante 30 días.	154
Figura 4.33. Valores medios horarios de caudal de entrada a la EDAR.	155

Figura 4.34. Evolución de la temperatura del fango activo en las instalaciones de UF y MF.	157
Figura 4.35. Evolución del HRT para la instalación de UF.	160
Figura 4.36. Evolución del HRT para la instalación de MF.	161
Figura 4.37. Evolución del SRT para la instalación de UF.	162
Figura 4.38. Evolución del SRT para la instalación de MF.	163
Figura 4.39. Evolución de la carga contaminante para la instalación de UF.	164
Figura 4.40. Evolución de la carga contaminante para la instalación de MF.	164
Figura 4.41. Tiempo necesario para que el fango activo alcance un estado endógeno.	170
Figura 4.42. Influencia del caudal de aire en el respirómetro sobre la duración del ensayo.	172
Figura 4.43. Influencia del caudal de aire en el respirómetro sobre la tasa de respiración máxima.	172
Figura 4.44. Influencia del caudal de aire en el respirómetro sobre el oxígeno consumido durante el ensayo.	172
Figura 4.45. Influencia del caudal de aire en el respirómetro sobre el <i>t.t.e.</i>	173
Figura 4.46. Influencia del caudal de aire en el respirómetro sobre el valor de Y_H .	173
Figura 4.47. Resultados de S_S en el efluente simulados en WEST y MATHEMATICA.	187
Figura 4.48. Resultados de X_S en el MBR simulados en WEST y MATHEMATICA.	188
Figura 4.49. Resultados de X_H en el MBR simulados en WEST y MATHEMATICA.	189
Figura 4.50. Resultados de X_I en el MBR simulados en WEST y MATHEMATICA.	190
Figura 4.51. Resultados de TSS en el MBR simulados en WEST y MATHEMATICA.	190
Figura 4.52. Resultados de S_{NO} en el efluente simulados en WEST y MATHEMATICA.	192
Figura 4.53. Resultados de OUR en el biorreactor aireado simulados en WEST y MATHEMATICA.	193
Figura 4.54. Resultados de S_{NH} en el efluente simulados en WEST y MATHEMATICA.	194
Figura 4.55. Resultados de X_A en el MBR simulados en WEST y MATHEMATICA.	195
Figura 4.56. FSRs para la concentración de TSS en el biorreactor obtenidas mediante análisis de sensibilidad local con WEST y con MATHEMATICA.	197
Figura 4.57. FSRs para la tasa de consumo de oxígeno (OUR) en el biorreactor obtenidas mediante análisis de sensibilidad local con WEST y con MATHEMATICA.	198
Figura 4.58. FSRs de la concentración de S_S en el efluente obtenidas mediante análisis de sensibilidad local con WEST y con MATHEMATICA.	200
Figura 4.59. FSRs de la concentración de S_{NH} en el efluente obtenidas mediante análisis de sensibilidad local con WEST y con MATHEMATICA.	202

Figura 4.60. FSRs de la concentración de S_{NO} en el efluente obtenidas mediante análisis de sensibilidad local con WEST y con MATHEMATICA.	204
Figura 4.61. FSRs de la concentración de TSS en el reactor aireado tras 10 y 50 días de simulación.	207
Figura 4.62. FSRs de la tasa de consumo de oxígeno (OUR) en el reactor aireado tras 10 y 50 días de simulación.	209
Figura 4.63. FSRs de la concentración de S_S en el efluente tras 10 y 50 días de simulación.	210
Figura 4.64. FSRs de la concentración de S_{NH} en el efluente tras 10 y 50 días de simulación.	212
Figura 4.65. FSRs de la concentración de S_{NO} en el efluente tras 10 y 50 días de simulación.	213
Figura 4.66. FSRs de la concentración de TSS en el biorreactor aireado a distintas temperaturas.	221
Figura 4.67. FSRs del OUR en el biorreactor aireado a distintas temperaturas.	221
Figura 4.68. FSRs de la concentración de S_S en el efluente a distintas temperaturas.	222
Figura 4.69. FSRs de la concentración de S_{NH} en el efluente a distintas temperaturas.	223
Figura 4.70. FSRs de la concentración de S_{NO} en el efluente a distintas temperaturas.	223
Figura 4.71. FSRs de la concentración de TSS en el biorreactor aireado a distintas concentraciones de OD.	224
Figura 4.72. FSRs del OUR en el biorreactor aireado a distintas concentraciones de OD.	225
Figura 4.73. FSRs de la concentración de S_S en el efluente a distintas concentraciones de OD.	225
Figura 4.74. FSRs de la concentración de S_{NH} en el efluente a distintas concentraciones de OD.	226
Figura 4.75. FSRs de la concentración de S_{NO} en el efluente a distintas concentraciones de OD.	227
Figura 4.76. Configuración del sistema experimental MBR en WEST.	236
Figura 4.77. Concentración experimental y simulada de DQO en el efluente.	237
Figura 4.78. Comparación estadística de las concentraciones experimentales y simuladas de DQO en el efluente.	238
Figura 4.79. Concentración experimental y simulada de S_{NH} en el efluente.	239
Figura 4.80. Comparación estadística de las concentraciones experimentales y simuladas de S_{NH} en el efluente.	240
Figura 4.81. Concentración experimental y simulada de S_{NO} en el efluente.	241
Figura 4.82. Comparación estadística de las concentraciones experimentales y simuladas de S_{NO} en el efluente.	242
Figura 4.83. Concentraciones experimentales y simuladas de TSS en el biorreactor anóxico (A), aireado (B) y MBR (C).	244
Figura 4.84. Comparación estadística de las concentraciones experimentales y simuladas de TSS en el biorreactor anóxico (A), aireado (B) y MBR (C).	245

Figura 4.85. Caracterización intensiva horaria del influente para la calibración del modelo durante 15 días.	249
Figura 4.86. Caracterización diaria del influente durante 15 días.	250
Figura 4.87. Caracterización intensiva (cada 5 horas) del influente durante 30 días.	251
Figura 4.88. Caracterización diaria del influente durante 30 días.	251
Figura 4.89. Concentración de TSS en el biorreactor anóxico (A), aireado (B) y MBR (C) al utilizar datos de influente durante 15 días.	253
Figura 4.90. Concentración de TSS en el biorreactor anóxico (A), aireado (B) y MBR (C) al utilizar datos de influente durante 30 días.	254
Figura 4.91. Concentración de DQO en el efluente al utilizar datos de influente durante 15 días.	256
Figura 4.92. Concentración de DQO en el efluente al utilizar datos de influente durante 30 días.	256
Figura 4.93. Concentración de S_{NH} en el efluente al utilizar datos de influente durante 15 días.	257
Figura 4.94. Concentración de S_{NH} en el efluente al utilizar datos de influente durante 30 días.	257
Figura 4.95. Evolución temporal de $b_{H,02}$ para las instalaciones experimentales.	261
Figura 4.96. Diagrama de cajas y bigotes de $b_{H,02}$ para las distintas fases de estudio.	264
Figura 4.97. Influencia teórica y experimental de la temperatura sobre $b_{H,02}$.	268
Figura 4.98. Influencia del SRT sobre $b_{H,02}$ según el análisis estadístico MANOVA.	269
Figura 4.99. Influencia de la temperatura sobre $b_{H,02}$ según el análisis estadístico MANOVA.	270
Figura 4.100. Evolución temporal de Y_H para las instalaciones experimentales.	273
Figura 4.101. Diagrama de cajas y bigotes de Y_H para las distintas fases de estudio.	275
Figura 4.102. Influencia de SRT sobre Y_H .	279
Figura 4.103. Influencia de la temperatura sobre Y_H .	279
Figura 4.104. Influencia de la carga orgánica sobre Y_H .	279
Figura 4.105. Resultados de $\mu_{H,max}$ obtenidos para la instalación de MF.	284
Figura 4.106. Resultados de K_S obtenidos para la instalación de MF.	287
Figura 4.107. Calibración de DQO en el efluente.	290
Figura 108. Calibración de la concentración de TSS en el biorreactor aireado.	291
Figura 4.109. Calibración de la concentración de TSS en el MBR.	291
Figura 4.110. Calibración del OUR en el biorreactor aireado.	292
Figura 4.111. Concentraciones de S_{NH} y S_{NO} en el efluente durante el periodo de calibración.	293
Figura 4.112. Concentración de TSS en el biorreactor aireado bajo distintas condiciones de operación.	296
Figura 4.113. Concentración de TSS en el MBR bajo distintas condiciones de operación.	297
Figura 4.114. Concentración de X_H en el MBR bajo distintas condiciones de operación.	303

Figura 4.115. Concentración de X_A en el MBR bajo distintas condiciones de operación.	304
Figura 4.116. Concentración de X_I en el MBR bajo distintas condiciones de operación.	308
Figura 4.117. Concentración de X_S en el MBR bajo distintas condiciones de operación.	308
Figura 4.118. OUR en el biorreactor aireado bajo distintas condiciones de operación.	310
Figura 4.119. Concentración de S_S en el efluente bajo distintas condiciones de operación.	313
Figura 4.120. Concentración de S_{NH} en el efluente bajo distintas condiciones de operación.	315
Figura 4.121. Concentración de S_{NO} en el efluente bajo distintas condiciones de operación.	316

TABLAS

	Pag.
Tabla 1.1. Características de los modelos ASM1 y ASM3.	29
Tabla 1.2. Métodos para la caracterización de las distintas fracciones del agua residual.	38
Tabla 1.3. Características de los cuatro protocolos de calibración más utilizados.	49
Tabla 3.1. Características de las membranas de MF FS50 (KUBOTA).	71
Tabla 3.2. Características de las membranas de UF ZeeWeed (ZENON).	77
Tabla 3.3. Instrumentación instalada.	80
Tabla 3.4. Condiciones operacionales para el análisis de sensibilidad.	112
Tabla 4.1. Condiciones operacionales de las instalaciones de UF y MF durante la fase de análisis comparativo.	122
Tabla 4.2. Características del agua residual durante la fase comparativa.	122
Tabla 4.3. Diagnóstico de una EDAR en función del FC.	124
Tabla 4.4. Coeficientes horarios para el caudal de entrada.	155
Tabla 4.5. Coeficientes semanales para el caudal de entrada.	156
Tabla 4.6. Fases de la investigación en base a la variable temperatura para la instalación de UF.	158
Tabla 4.7. Fases de la investigación en base a la variable temperatura para la instalación de MF.	158
Tabla 4.8. Fases de la investigación en base al HRT para la instalación de UF.	160
Tabla 4.9. Fases de estudio para la instalación de UF.	166
Tabla 4.10. Fases de estudio para la instalación de MF.	166
Tabla 4.11. Simulaciones llevadas a cabo para validar MATHEMATICA.	185
Tabla 4.12. Parámetros seleccionados para los análisis de sensibilidad.	196
Tabla 4.13. Ranking de sensibilidad.	215
Tabla 4.14. Ranking de insensibilidad.	216
Tabla 4.15. Resumen de resultados de análisis de sensibilidad para TSS.	217
Tabla 4.16. Resumen de resultados de análisis de sensibilidad para S_S .	217
Tabla 4.17. Resumen de resultados de análisis de sensibilidad para S_{NH} .	218
Tabla 4.18. Resumen de resultados de análisis de sensibilidad para S_{NO} .	219
Tabla 4.19. Resumen de resultados de análisis de sensibilidad para el funcionamiento general del sistema.	220

Tabla 4.20. Condiciones operacionales en planta durante el estudio comparativo de los distintos métodos de fraccionamiento.	230
Tabla 4.21. Métodos de fraccionamiento comparados.	231
Tabla 4.22. Resultados medios del fraccionamiento de la DQO del influente (%).	233
Tabla 4.23. Datos de partida en estado estacionario para las simulaciones dinámicas.	235
Tabla 4.24. Valores de RMSE para comprobar el ajuste de las simulaciones basadas en distintos métodos de fraccionamiento del influente.	238
Tabla 4.25. Valores de RMSE para comprobar el ajuste de las simulaciones realizadas con distintas frecuencias de muestreo del influente.	252
Tabla 4.26. Valores de $b_{H,02}$ encontrados en bibliografía.	263
Tabla 4.27. Análisis estadístico de $b_{H,02}$.	265
Tabla 4.28. p-valores obtenidos en el test MANOVA para el análisis de $b_{H,02}$.	269
Tabla 4.29. Coeficientes de correlación entre variables independientes para $b_{H,02}$.	271
Tabla 4.30. Coeficientes de correlación respecto a la variable dependiente $b_{H,02}$.	271
Tabla 4.31. Coeficientes estandarizados de las variables independientes para $b_{H,02}$.	272
Tabla 4.32. Valores de Y_H encontrados en bibliografía.	274
Tabla 4.33. Análisis estadístico de Y_H .	276
Tabla 4.34. p-valores obtenidos en el test MANOVA para el análisis de Y_H .	278
Tabla 4.35. Coeficientes de correlación entre variables independientes para Y_H .	280
Tabla 4.36. Coeficientes de correlación respecto a la variable dependiente Y_H .	280
Tabla 4.37. Coeficientes estandarizados de las variables independientes para Y_H .	281
Tabla 4.38. Valores de $\mu_{H,max}$ encontrados en bibliografía.	286
Tabla 4.39. Valores de K_S encontrados en bibliografía.	288
Tabla 4.40. Parámetros del ASM3 modificados durante la calibración.	294
Tabla 4.41. Valores modificados en las simulaciones realizadas para llevar a cabo el análisis de escenarios.	295

1. INTRODUCCIÓN

1. INTRODUCCIÓN

1.1. EVOLUCIÓN DE LOS SISTEMAS DE FANGOS ACTIVOS Y APARICIÓN DE LOS MBRs

El primer estudio real sobre aireación de aguas residuales se llevó a cabo en el siglo XIX cuando Angus Smith se dio cuenta en 1882 de que con aireación, tanto la materia orgánica como el nitrógeno amoniacal del agua residual se oxidaban, facilitando así su eliminación. Sin embargo, no fue hasta 1914 cuando Ardenn y Lockett definieron por primera vez este sistema tal y como lo conocemos hoy día (Ardenn y Lockett, 1914).

Desde su desarrollo en Reino Unido justo antes de la primera Guerra Mundial, el uso del proceso de fangos activos para el tratamiento de aguas residuales ha pasado por diferentes etapas. Durante la etapa inicial, los ingenieros sanitarios únicamente desarrollaron criterios de diseño relativos a la carga orgánica, volúmenes necesarios de reactor biológico, etc. En una segunda fase de desarrollo de esta tecnología comenzaron a aplicarse ecuaciones cinéticas para describir los distintos fenómenos que tienen lugar en estos sistemas y finalmente, en una tercera fase caracterizada por el modelado matemático, se empezaron a aplicar los principios de la ingeniería química, obteniéndose grandes matrices de ecuaciones matemáticas que pueden manipularse gracias al desarrollo de los ordenadores (Eckenfelder y Grau, 1992).

Aunque en 1981 se constituyó la Asociación Europea para el Control de la Contaminación del Agua (EWPCA), aún hoy día la mayoría de los países europeos se rigen por estándares propios cuyas limitaciones sobre determinados contaminantes presentes en las aguas residuales difieren entre sí y, en ocasiones, son más rigurosos que las propias directivas europeas. Dada la diversidad de

dichos estándares, actualmente existen numerosas modificaciones del proceso de fangos activos derivadas de las características específicas de cada agua residual, de las limitaciones cada vez más exigentes sobre determinados contaminantes o de la necesidad de reutilizar el efluente obtenido según la localización de la planta (Arévalo *et al.*, 2009). En este sentido, los avances más significativos de las últimas décadas han estado relacionados con la aplicación de estos sistemas a aguas residuales industriales, con la eliminación de nutrientes como el nitrógeno o el fósforo para minimizar los problemas de eutrofización o con la mejora de tecnologías para el control de la flotabilidad del fango y de la generación de espumas (Ekama y Wentzel, 2008).

Uno de los principales problemas de los sistemas convencionales de fangos activos (CAS) es la necesidad de conseguir una adecuada sedimentación del fango, ya que una separación deficiente del efluente y el fango puede deteriorar el correcto funcionamiento de todo el sistema y disminuir la eficiencia del proceso. De esta necesidad surgen los sistemas basados en el uso de membranas, que combinan el proceso convencional de fangos activos con una separación física mediante membranas (Van der Roest *et al.*, 2002). Los primeros experimentos a escala piloto de estos sistemas se llevaron a cabo a finales de los años 60 (Smith *et al.*, 1969; Hardt *et al.*, 1970), y desde entonces esta tecnología ha sufrido un gran desarrollo gracias a las ventajas que tienen los sistemas MBR frente a los sistemas convencionales. Algunas de dichas ventajas son, según Yang *et al.* (2006):

- Alta calidad del efluente obtenido con mejores posibilidades de reutilización.
- Menor espacio requerido para su instalación.
- Menor producción de fango.
- Baja sensibilidad a los picos de contaminación.
- Bajos tiempos de puesta en marcha.
- Menores requerimientos de mano de obra para su operación y mantenimiento.

A lo largo de los últimos años, se han llevado a cabo varios estudios para comparar la eficacia de estos sistemas frente a los sistemas convencionales en el tratamiento de aguas residuales urbanas, tanto a escala piloto (Arraj *et al.*, 2005; Ottoson *et al.*, 2006) como industrial (Marti *et al.*, 2011; Francy *et al.*, 2012). En algunos casos, la comparación se ha enfocado a la microbiología del sistema (LaPara *et al.*, 2006; Chiellini *et al.*, 2013), en otros casos, el objetivo es la calidad del efluente y el funcionamiento del sistema (Ahmed y Lan, 2012) o el consumo energético (Lazarova *et al.*, 2012; De Luca *et al.*, 2013). Aunque la conclusión general es que el uso de sistemas MBR lleva consigo un incremento en el consumo energético (Wang *et al.*, 2013), los sistemas convencionales ven incrementado sus costes porque requieren tratamientos adicionales tales como clarificadores, filtros de arena o desinfección química para conseguir una calidad del efluente comparable (De Luca *et al.*, 2013).

Actualmente hay estaciones depuradoras que utilizan esta tecnología en más de 200 países de todo el mundo (Icon, 2008). La mayoría de ellas son de las tres marcas comerciales que dominan este mercado: Zenon-GE, Kubota y Mitsubishi Rayon. Sin embargo, en las últimas décadas ha aumentado considerablemente el número de fabricantes de membranas y existen en el mercado aproximadamente 24 fabricantes de membranas planas y 25 de membranas de fibra hueca (Judd, 2011), de entre los cuales siguen destacando Kubota para membranas planas de microfiltración (MF) y Zenon-GE para membranas de ultrafiltración (UF) de fibra hueca. La primera de estas empresas domina el mercado de las plantas pequeñas y tiene un número mayor de plantas instaladas (39% de las plantas actualmente instaladas), mientras que la segunda domina el mercado de las grandes plantas y es la primera en cuanto a cantidad de agua tratada (46% de la capacidad total instalada) (Judd, 2011). En el mercado europeo, la preponderancia de estas marcas es aún mayor, ya que entre las dos representan el 94% de la superficie total de membrana instalada (Lesjean y Huisjes, 2008).

Las principales características que se buscan en las membranas utilizadas en sistemas MBR son, según Stephenson *et al.* (2000), las siguientes:

- Gran superficie de membrana por unidad de volumen.
- Alto grado de turbulencia para la transferencia de masa.
- Gasto energético bajo por volumen de agua producida.
- Bajo coste por unidad de membrana.
- Diseño que facilite la limpieza y que permita la modularidad.

Con el fin de obtener estas características, las configuraciones de membrana más utilizadas son: membrana plana, fibra hueca y multitubo (Judd, 2011). En los dos primeros casos, la configuración habitual es inmersa o sumergida, mientras que en el caso de membranas multitubulares se suelen emplear membranas externas. La configuración inmersa tiene un menor gasto energético que las membranas externas, ya que evitan la necesidad de bombear el fango activo. Además, estas últimas son más propensas al ensuciamiento de la membrana y por lo tanto a una menor permeabilidad debido a que el fluido se somete a grandes fuerzas en el bombeo, llegando a romper los flóculos y reduciendo por tanto el tamaño de partícula, lo que favorece el ensuciamiento de la membrana (Wisniewski y Grasmick, 1998; Tardieu *et al.*, 1999).

La configuración de la membrana plana consiste en paneles rectangulares agrupados generalmente en módulos a través de los cuales circula el fango activo y en las que gracias a la fuerza provocada por una bomba de succión, el agua atraviesa la membrana mientras que los sólidos quedan retenidos en su superficie. Por otro lado, la configuración de membrana de fibra hueca consiste en multitud de pequeñas fibras finas y alargadas unidas a un armazón en el que vierten el permeado que atraviesa cada una de ellas. En este caso, el fango activo rodea completamente a las fibras y circula por los espacios entre ellas, la filtración del agua se consigue también mediante succión, de manera que los sólidos quedan retenidos y se produce un permeado libre de sólidos. La turbulencia que se da en los módulos de membranas depende mucho de la empaquetadura de éstas y de la aireación suministrada. Por lo tanto, dependiendo del fabricante, tenemos desde turbulencias muy bajas a turbulencias elevadas. A diferencia de la membrana

plana, en esta configuración se puede someter a las membranas a contralavados para eliminar los sólidos adheridos a su superficie.

Finalmente, las membranas con configuración en multitubo consisten en módulos en forma de cilindro en los que se instalan tubos o cavidades internas y en los que el fango activo es bombeado desde el reactor biológico, circula a presión por el interior de estas cavidades y, a diferencia de los dos tipos de membranas anteriores, el paso del agua y la retención de sólidos se consigue mediante la presión de bombeo del agua. El paso de agua es desde dentro del tubo hacia fuera, donde es recogida y bombeada hacia el exterior. Actualmente existen en el mercado hasta 8 fabricantes que ofertan sus productos mediante este sistema (Judd, 2011).

En relación al material en el que están fabricadas las membranas, es necesario que sean materiales inertes y no biodegradables, de larga duración, fáciles de limpiar y de sustituir, neutros o con carga negativa, resistentes a los agentes químicos y a elevadas presiones y temperaturas, porosos y con una distribución uniforme de los poros. Con estos requisitos, existen membranas de materiales orgánicos (polímeros) o inorgánicos (metales, cerámica, vidrio, etc.). Las membranas orgánicas son las más comunes y los polímeros más utilizados son: poliacrilnitrilo (PAN), polietersulfonas (PES), polifluoruro de vinilideno (PVDF), polietileno (PE) o polipropileno (PP), entre otros (AWWARF, LE, WRCSA, 1998). Por otro lado, las membranas inorgánicas suelen ser principalmente de materiales cerámicos como óxidos, nitruros o carburos de metales como el aluminio, zirconio o titanio o de materiales minerales derivados de arcillas o de materiales metálicos y de vidrio que generalmente poseen mayor estabilidad química, mecánica y térmica en comparación con los polímeros orgánicos, por lo que suelen utilizarse para aguas residuales industriales, pero presentan la desventaja de ser más frágiles y de mayor coste económico (Mutamin *et al.*, 2013).

Es aconsejable además que las membranas sean hidrofílicas para fomentar una mejor separación del agua y el fango y evitar un rápido ensuciamiento, aunque

algunos de estos materiales son hidrofóbicos, de manera que se les suele aplicar un tratamiento químico especial en su fabricación para que la superficie de la membrana sea hidrofílica (Judd, 2006; Koo *et al.*, 2012).

El desarrollo de la tecnología MBR no sólo queda de manifiesto en el número de plantas instaladas o en la evolución de los beneficios generados por el mercado de los sistemas MBR, sino que también queda de manifiesto al observar la evolución del número de publicaciones sobre el tema y su potencial. En la figura 1.1 se muestra la evolución del número de publicaciones indexadas que contienen la palabra “MBR” en el título, resumen o palabras clave, según la base de datos sobre publicaciones científicas *SCOPUS*.

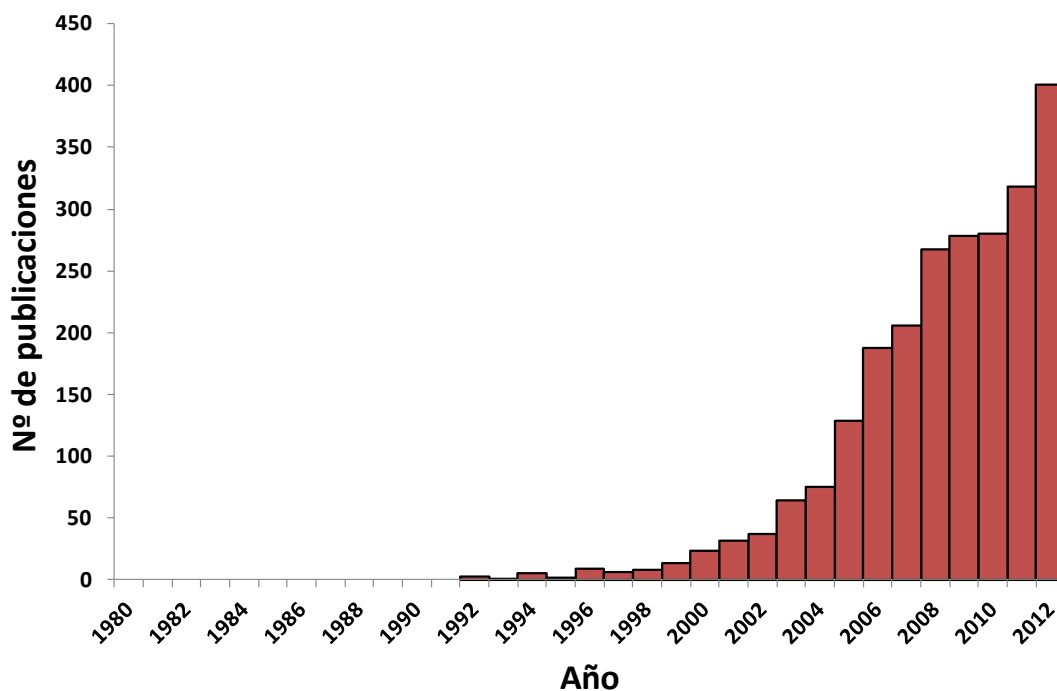


Figura 1.1. Evolución del número de publicaciones anuales sobre MBR. *Fuente: SCOPUS.*

Hasta mediados de la década de los “90”, el número de artículos sobre MBR nunca fue superior a 5, pero desde entonces y hasta la actualidad, la progresión ha sido muy pronunciada, alcanzando en 2011 los 320 artículos. Si añadimos una segunda

palabra en la búsqueda de artículos publicados, se observa que las publicaciones sobre modelado, simulación o respirometría aplicadas a sistemas MBR no aparecen hasta finales de los “90” o principios de los “2000”. El desarrollo de técnicas respirométricas aplicadas a MBR no es demasiado pronunciado, ya que la tendencia es aplicar aquellas técnicas previamente desarrolladas para sistemas convencionales, pero sí que se han incrementado el número de publicaciones sobre modelado y simulación de estos sistemas durante la última década (Figura 1.2), aunque las cifras no son demasiado elevadas y en ningún caso se han superado los 25 artículos anuales.

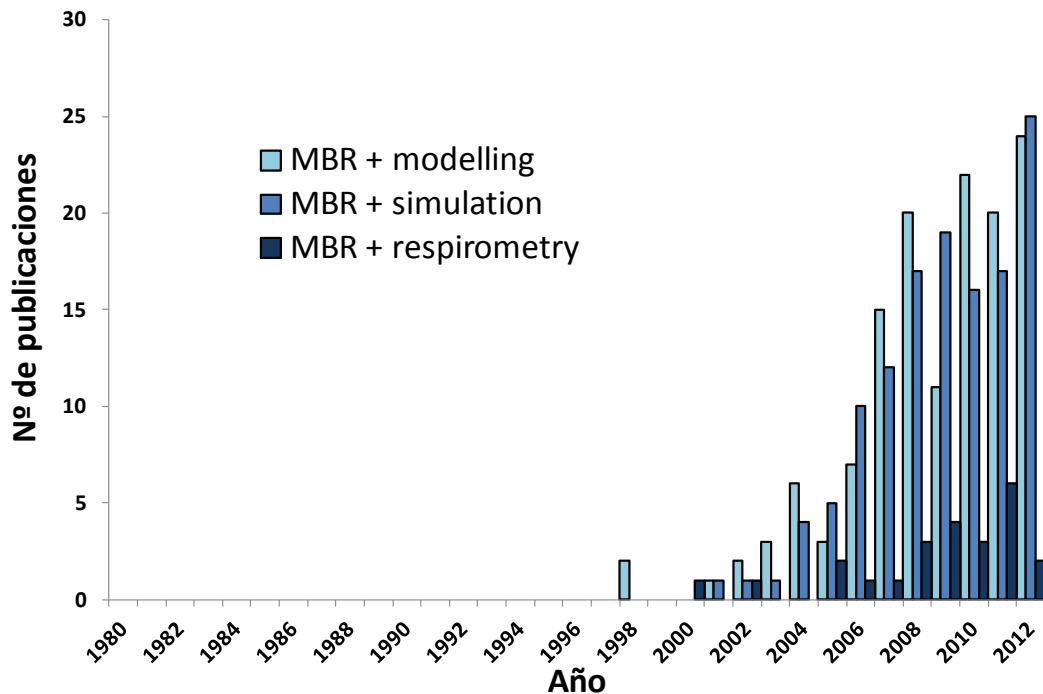


Figura 1.2. Evolución del número de publicaciones anuales sobre MBR y modelado, simulación o respirometría. *Fuente: SCOPUS.*

Si se comparan estos resultados con los resultados de modelado, simulación y respirometría aplicados al tratamiento convencional de aguas residuales (Figura 1.3), se observa que el porcentaje de artículos aplicados a MBR no supera el 5% en relación al número de artículos aplicados a sistemas convencionales. En el caso de la respirometría, los artículos aplicados a aguas residuales parecen estabilizarse en

los últimos años, mientras que los artículos sobre modelado y simulación siguen en continuo aumento, quedando de manifiesto que uno de los puntos fuertes de la investigación en el tratamiento de aguas residuales es el modelado y simulación de estos sistemas.

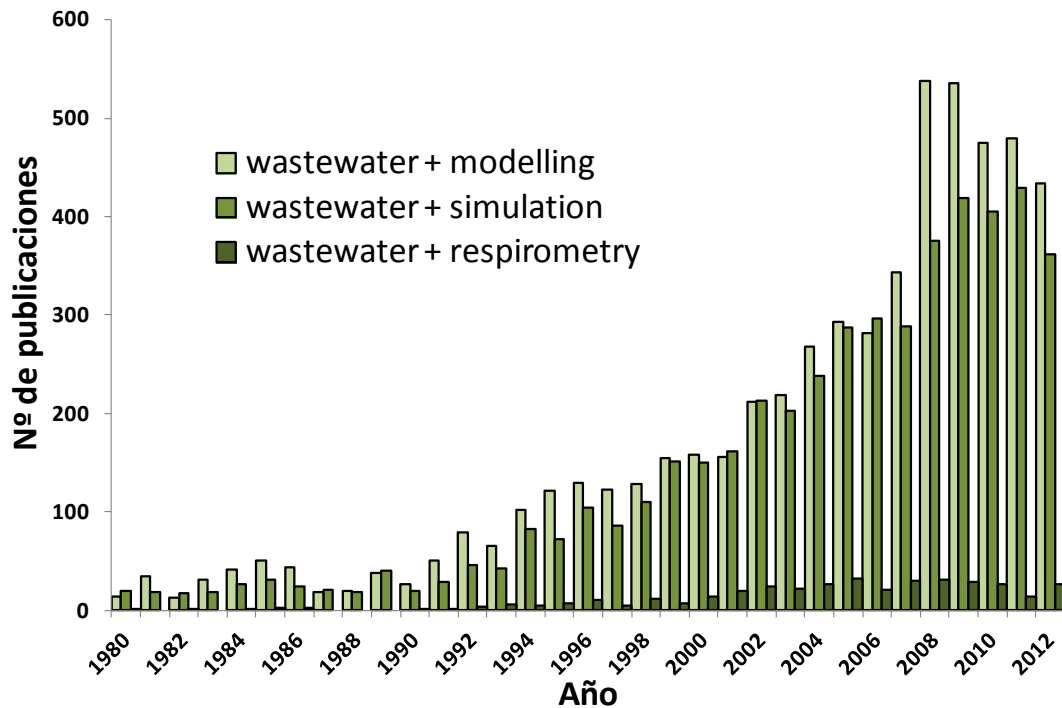


Figura 1.3. Evolución del número de publicaciones anuales sobre aguas residuales y modelado, simulación y respirometría. Fuente: SCOPUS.

Con estos datos se deduce rápidamente la necesidad de llevar a cabo un mayor esfuerzo en investigación sobre una tecnología alternativa y muy prometedora, capaz de reemplazar a los sistemas convencionales de todo el mundo, reemplazo que ha de verse reflejado en la investigación.

Es destacable el hecho de que la mayoría de los estudios realizados sobre MBR son estudios a escala laboratorio o pequeña escala (Sperandio y Espinosa, 2008) o en los que se utiliza agua residual sintética (Novak *et al.*, 1995; Bekir Ersu *et al.*, 2010; Liu *et al.*, 2012, Khan *et al.*, 2013, entre otros), dificultando así la transferencia de resultados y su extrapolación a casos reales en los que las condiciones de

operación o hidráulicas son diferentes (Judd, 2006; Ahmed y Lan, 2012). Por otro lado, los artículos publicados sobre sistemas MBR se centran principalmente en el ensuciamiento de la membrana, la transferencia de oxígeno, la estabilidad del fango o la reutilización del efluente obtenido (van Nieuwenhuijzen *et al.*, 2008; Meng *et al.*, 2009; Braak *et al.*, 2011) y aún es necesario ampliar las líneas de investigación relacionadas con la calibración del modelo mediante técnicas como la respirometría o con el modelado y la simulación de estos procesos, ya que son herramientas de gran utilidad para el diseño, optimización y control de EDARs (estaciones depuradoras de aguas residuales) y facilitan el conocimiento sobre el proceso sin necesidad de llevar a cabo estudios experimentales cuyo consumo, tanto de recursos humanos como económicos, es excesivamente elevado.

1.2. PRINCIPIOS BÁSICOS DEL PROCESO BIOLÓGICO DE DEPURACIÓN

Durante mucho tiempo, los procesos biológicos han jugado un papel muy importante en el tratamiento de aguas residuales urbanas gracias a su demostrada habilidad para eliminar un amplio rango de contaminantes tanto orgánicos como inorgánicos y a que, comparados con otros procesos físico-químicos, son más simples y baratos puesto que no requieren valores extremos de pH, temperatura o potencial de oxidación para poder ser llevados a cabo (Cervantes *et al.*, 2006). Dado que los sistemas MBR combinan el proceso biológico convencional con una etapa final de separación física mediante filtración, es necesario familiarizarse con determinados conceptos básicos relativos a los procesos biológicos de tratamiento de aguas residuales: tipos de microorganismos presentes en dichos sistemas, metabolismo microbiano, cinética, energía y expresiones matemáticas básicas para una descripción cuantitativa de los procesos.

En primer lugar, el metabolismo se define como el conjunto de actividades bioquímicas de las células vivas y se divide en dos fases: catabolismo y anabolismo. La primera de estas fases engloba una serie de reacciones bioquímicas que transforman la materia orgánica y liberan energía, mientras que la segunda,

también denominada biosíntesis, constituye el conjunto de fases metabólicas a través de las cuales la célula obtiene nutrientes simples de su entorno y los transforma en componentes celulares. Para que la biosíntesis se lleve a cabo se requiere energía que se obtiene en forma de luz, compuestos químicos orgánicos o compuestos químicos inorgánicos (Orhon y Artan, 1994). Además de la energía requerida para la biosíntesis, otras funciones celulares no relacionadas con el crecimiento tales como el movimiento, la regulación de la presión osmótica o el transporte de nutrientes también requieren energía, que se conoce como energía de mantenimiento. Así pues, la energía liberada por los procesos catabólicos se utiliza tanto para llevar a cabo los procesos anabólicos como para el mantenimiento celular (Cervantes *et al.*, 2006).

En relación al tratamiento de aguas residuales, el metabolismo microbiano se desarrolla en varias etapas (Orhon y Artan, 1994):

1. La materia orgánica rápidamente biodegradable, es decir, soluble y constituida por moléculas simples, pasa directamente a través de la membrana celular y se metaboliza a alta velocidad.
2. La materia orgánica en suspensión y coloidal, que representa la mayor parte de la materia orgánica lentamente biodegradable, es adsorbida sobre la membrana citoplasmática de la célula y sufre un proceso de hidrólisis por acción enzimática para transformarse en un sustrato que sea fácilmente asimilable. Esto significa que esta fracción de la materia orgánica debe transformarse en moléculas más simples gracias a las enzimas extracelulares segregadas por las bacterias y, una vez transformada en sustrato asimilable, podrá metabolizarse igual que la fracción rápidamente biodegradable. Sin embargo, esta transformación es relativamente lenta y constituye la etapa limitante de la reacción global de síntesis celular.
3. Una fracción de la materia orgánica metabolizada se transforma en materia del nuevo protoplasma celular (anabolismo), mientras que la

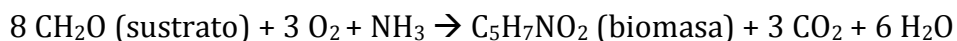
fracción que queda se utiliza para la producción de la energía necesaria para la síntesis (catabolismo).

4. De forma simultánea a la oxidación y producción de energía, hay una pérdida neta de masa activa por endogénesis en la que una parte de la materia asimilada queda completamente oxidada dando como productos finales CO₂ y agua y la parte restante, que no es degradable, queda como residuo inerte. Durante esta fase, el número de células viables disminuye con el tiempo.

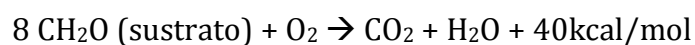
En resumen, podemos decir que en presencia de oxígeno disuelto, los microorganismos metabolizan la materia orgánica biodegradable. Las reacciones bioquímicas que conllevan esta actividad metabólica se resumen en reacciones de síntesis de nuevos organismos, reacciones de producción de energía para el desarrollo de su actividad y reacciones de degradación de los propios microorganismos, consumiendo estas tres reacciones oxígeno hasta que el sustrato disponible se agota (Orhon y Artan, 1994).

La fórmula química más utilizada para representar a la biomasa es C₅H₇NO₂ y, si se incluye el fósforo que representa un 2 % de la biomasa, la fórmula cambia a C₆₆H₁₂₄O₂₆N₁₃P. Disponiendo de estas fórmulas químicas, se pueden representar las reacciones bioquímicas que ocurren durante el tratamiento biológico de aguas residuales de forma sencilla:

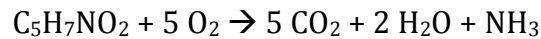
- Síntesis de biomasa heterótrofa:



- Producción de energía:



- Degradación de la biomasa heterótrofa:



Es por ello que la concentración de sustrato disminuye con el tiempo en función del proceso de crecimiento, mientras que el perfil de concentración de la biomasa es el resultado neto de un aumento debido a la biosíntesis y una disminución debida al metabolismo endógeno. Al principio, el efecto relativo del metabolismo endógeno es prácticamente despreciable, pero aumenta debido principalmente a que hay menos energía y materia orgánica disponibles para el crecimiento y también debido a que la acumulación de biomasa lleva consigo un aumento en las necesidades para mantenimiento, de manera que se consumen mayores proporciones de biomasa para satisfacer esta demanda energética (Cervantes *et al.*, 2006).

Por otro lado, el decaimiento microbiano se define como la segunda parte de un proceso secuencial en el que primero se utiliza todo el sustrato exógeno para la síntesis de material celular y posteriormente una porción de éste se degrada durante el metabolismo endógeno ya que cuando todo el sustrato externo o interno disponible se ha consumido, las funciones metabólicas vitales se paralizan y finalmente la célula muere, dejando sustrato y nutrientes disponibles para el crecimiento de otras células viables y generando productos orgánicos inertes particulados que no reaccionan y se acumulan en el fango activo, siendo la única forma de eliminarlos a través de la purga de fango. La disminución del número de células viables se supone proporcional al número de células viables presentes y se define matemáticamente (Ecuación 1.1) como una expresión de velocidad de primer orden con respecto a la concentración de biomasa heterótrofa (Orhon y Artan, 1994):

$$\frac{dX_H}{dt} = -b_{H,O_2} \cdot X_H \quad [\text{Ec. 1.1}]$$

Dónde b_{H,O_2} es el coeficiente de decaimiento de la biomasa heterótrofa (d^{-1}).

En un intento de encontrar una mejor explicación al proceso de decaimiento, se propuso para modelar el decaimiento heterótrofo un concepto alternativo en el modelo ASM1 (*Activated Sludge Model No. 1*) (Henze *et al.*, 1987), el concepto de muerte-regeneración (Figura 1.4) en el que la biomasa heterótrofa activa, X_H , se transforma parcialmente en materia inerte particulada, X_P , y en materia lentamente biodegradable, X_S . Según esta aproximación, la muerte o pérdida de viabilidad de microorganismos se supone que ocurre sin utilización de aceptores de electrones, ni oxígeno ni nitrato, en la fase de muerte no se consume oxígeno directamente, pero el consumo del sustrato biodegradable generado sí consume oxígeno, de manera que hay un consumo indirecto.

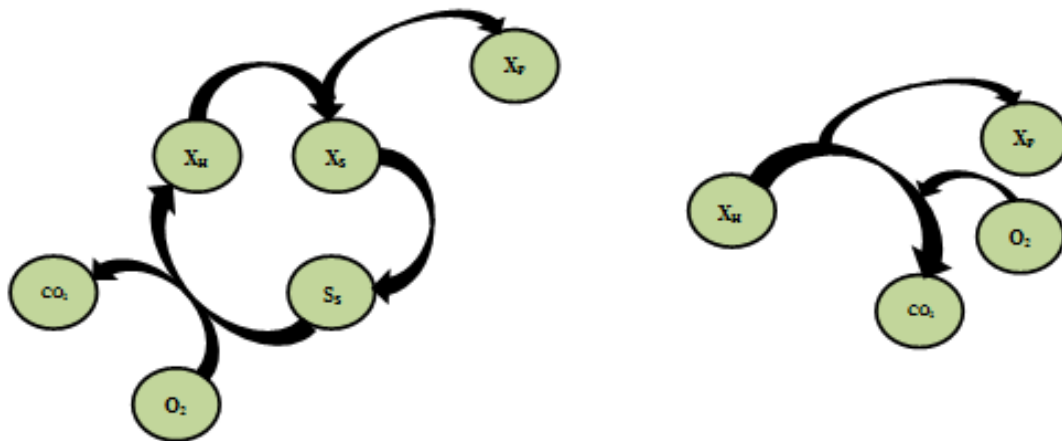


Figura 1.4. Concepto de muerte-regeneración (izquierda) y decaimiento endógeno (derecha).

En cuanto al crecimiento microbiano, la expresión matemática de velocidad más reconocida es la expresión de primer orden propuesta por Monod en 1942 (Ecuación 1.2):

$$\frac{dX_H}{dt} = \mu_H = \mu_{H,max} \cdot \left(\frac{S_S}{K_S + S_S} \right) \quad [\text{Ec. 1.2}]$$

Garrett y Sawyer (1952) demostraron experimentalmente que la cinética de la eliminación de la materia orgánica soluble biodegradable puede representarse con este tipo de expresión que, aunque fue desarrollada por Monod para monocultivos, puede aplicarse al tratamiento de aguas residuales en las que se considera la DQO del agua como un único sustrato aunque en realidad incluya una gran variedad de compuestos orgánicos con diferentes tasas de biodegradación. Posteriormente, McCabe (1963) sugirió que las actividades biológicas en un proceso de fangos activos puede dividirse en dos fases, un crecimiento logarítmico donde la velocidad de crecimiento sólo se ve limitada por el tiempo mínimo necesario para la generación de microorganismos y una fase de disminución del crecimiento en la que el crecimiento se ve limitado por la concentración de materia orgánica biodegradable. Otros autores (Eckhoff y Jenkins, 1967) definen el mecanismo de eliminación de sustrato como una función del sustrato que queda en el fango activo siguiendo una cinética de primer orden y finalmente, Dold *et al.* (1980) elaboraron el concepto de cinética de múltiples sustratos.

Como cualquier proceso biológico, los procesos de crecimiento microbiano y decaimiento en los sistemas de fangos activos se ven afectados por factores ambientales como la temperatura, el pH o la concentración de oxígeno disuelto (OD). En general, cuanto mayor es la temperatura, mayor es la actividad microbiana hasta que se alcanza una temperatura óptima a partir de la cual se precipita la actividad microbiana. Este efecto de la temperatura sobre la tasa de velocidad de las reacciones bioquímicas (r) se suele expresar mediante la ecuación de Arrhenius (Ecuación 1.3):

$$r = A \cdot \exp(-E_a/RT) \quad [\text{Ec. 1.3}]$$

Dónde A es un factor con las mismas unidades que r , E_a es la energía de activación (kJ/mol), R es la constante de los gases (0,00829 kJ/mol K) y T es la temperatura absoluta (K). A partir de la expresión anterior se puede llegar a una expresión de tipo exponencial (Ecuación 1.4):

$$r_T = r_{20} \cdot \theta^{(T-20)} \quad [\text{Ec. 1.4}]$$

Dónde θ es el coeficiente de temperatura y r_T es la tasa de reacción a la temperatura T. Experimentalmente se ha observado que θ varía en un rango entre 1,00 y 1,10 (Ekama y Marais, 1984). En un rango de temperatura entre 10 y 40°C aproximadamente, un aumento en la temperatura generalmente aumenta el valor de constantes como K_S , $b_{H,02}$ y $\mu_{H,max}$. No obstante, es recomendable calcular los valores de las constantes cinéticas para las condiciones más adversas de la instalación de depuración de aguas residuales.

1.3. MODELADO Y SIMULACIÓN DE SISTEMAS DE DEPURACIÓN BIOLÓGICA

Desde la aparición de los sistemas de depuración de fangos activos, la necesidad de predecir su funcionamiento ha llevado a numerosos autores a proponer modelos que describan matemáticamente los mecanismos biológicos de eliminación de materia orgánica, fósforo y nitrógeno. Puesto que las limitaciones de tiempo y dinero hacen que sea imposible probar todas las posibles soluciones a escala piloto o laboratorio, se suelen utilizar modelos matemáticos para explorar las distintas alternativas de diseño. Éstos modelos suelen ser empíricos y permiten extrapolar el análisis de alternativas a condiciones más allá de aquellas experimentadas y seleccionar la opción más prometedora para implementarla a escala laboratorio o incluso real, convirtiéndose en una poderosa herramienta para aumentar el conocimiento de las complejas interacciones de los sistemas biológicos, para predecir la respuesta dinámica del sistema a distintas perturbaciones y variaciones en el influente, para desarrollar estrategias de control, para optimizar la operación y el diseño de plantas a escala real o para mejorar la eficiencia del proceso (Ferrer *et al.*, 2008).

En los primeros intentos de modelado dinámico de estos procesos sólo se consideraban dos variables de estado que describían la degradación del sustrato y la formación de nueva biomasa mediante una cinética de primer orden (McKinney,

1962), posteriormente se incluyó la saturación e inhibición de la capacidad de degradación mediante la introducción de ecuaciones de dependencia de tipo Monod (Lawrence y McCarty, 1970) y, actualmente, los modelos más recientes incluyen un número de variables de estado y procesos cada vez mayor, ya que incluyen una combinación de balances de masa y energía, ecuaciones hidráulicas y procesos físico-químicos y biológicos. En algunos casos, termodinámica, bioenergética y electroquímica también se consideran en el modelo, aumentando excesivamente su complejidad.

Para desarrollar un modelo, es necesario identificar de forma realista los principales procesos que tienen lugar en el sistema y seleccionar las expresiones cinéticas y estequiométricas más apropiadas para describir cada uno de ellos. La relativamente corta historia del modelado dinámico de fangos activos ha demostrado que se suelen utilizar por un lado modelos mecanicistas como los de la familia de los ASMs (*Activated Sludge Models*) (Henze *et al.*, 2000), que se desarrollan a partir de un conocimiento fundamental de los componentes biológicos, físicos o químicos del proceso y, por otro lado, modelos empíricos que se derivan del análisis de datos experimentales. Por otro lado, Poschet *et al.* (2003) afirman que la mayoría de los modelos utilizados en microbiología son modelos deterministas en los que la variable de salida tiene un único valor para una carga determinada en un instante concreto. Otros modelos predictivos más avanzados son capaces de predecir una función másica de probabilidad para una carga determinada en un instante dado. Se trata de modelos predictivos estocásticos, es decir, al azar (Martin y Ayesa, 2010). Otra distinción es la realizada por el *Good Modelling Practice group* (van Waveren *et al.*, 1999), que los divide en estáticos y dinámicos, los primeros sólo se usan para diseño mientras que los segundos se usan para optimización de plantas existentes, diseño y estudio de alternativas.

La publicación en 1987 por parte de la *International Water Agency* (IWA) del primer modelo matemático de fangos activos conocido como *Activated sludge model N° 1 o ASM1* (Henze *et al.*, 1987), supuso un importante avance en el modelado de procesos convencionales de fangos activos (CAS) y, actualmente, el

uso de éste y otros ASMs posteriores está muy implantado, no sólo entre la comunidad científica sino también entre los ingenieros, diseñadores y operarios de estaciones depuradoras.

Aunque inicialmente fueron desarrollados para describir los procesos convencionales y, presumiblemente, son aplicables para condiciones de operación en el rango característico de estos sistemas, es decir, SRT entre 3 y 15 días, HRT entre 3 y 5 horas y TSS entre 1,5 y 4,0 g/L (Metcalf, 2003), desde los 90 se han aplicado estos modelos a sistemas MBR realizando algunas adaptaciones necesarias para simular el comportamiento específico de estos sistemas (Fenu *et al.*, 2010; Galinha *et al.*, 2013), ya que la base de los sistemas MBR es el proceso biológico de fangos activos. Los primeros intentos de aplicar los ASMs a sistemas MBR (Chaize y Huyard, 1991) utilizaban los valores por defecto de los parámetros del ASM1 y no llevaban a cabo ni una calibración sistemática ni una caracterización del influente, aunque según autores como Delrue *et al.* (2010), modelos como el ASM1 se pueden usar para sistemas MBR siempre que se tenga cuidado con la caracterización del influente y la calibración sistemática de la aireación. Sin embargo, aún siguen siendo escasos los estudios sobre el modelado biológico de estos sistemas (Sperandio y Espinosa 2008, di Bella *et al.* 2008, Baek *et al.* 2009).

Uno de los trabajos más completos de los últimos años es el publicado por Ng y Kim (2007), que resume los principales esfuerzos en el modelado de sistemas MBR, clasificando los modelos en 3 categorías: modelos cinéticos que sólo describen el proceso biológico (como son los ASMs no modificados), modelos de filtración que describen el ensuciamiento de la membrana y modelos integrados o modificados que describen ambos procesos, es decir, el proceso MBR completo. Estos autores han puesto de manifiesto también ciertas características específicas de estos sistemas con respecto al proceso convencional que obligan a replantearse si los ASMs son simplemente extensibles o no a sistemas MBR. Algunas de estas características son: mayores SRT, mayores concentraciones y viscosidad del fango activo, acumulación de productos microbianos, elevadas tasas de aireación, etc.

Entre los estudios encontrados existen algunos que utilizan modelos de fangos activos modificados para MBR y otros que utilizan modelos no modificados en los que únicamente se han estimado los valores de los parámetros del modelo para mejorar el ajuste de las predicciones (Wintgens *et al.*, 2003). Los modelos no modificados (Jiang *et al.*, 2005; Sperandio y Espinosa, 2008; di Bella *et al.*, 2008, Baek *et al.*, 2009; Guglielmi *et al.*, 2009; Chen *et al.*, 2012), no añaden nuevas variables para describir un proceso MBR pero son más rápidos y fáciles de usar y muy aplicados en la práctica. Sin embargo, en los modelos modificados (Oliveira-Esquerre *et al.*, 2006; Jimenez *et al.*, 2008; Saroj *et al.*, 2008; Jiang *et al.*, 2009; Mannina *et al.*, 2011) se añaden variables relacionadas con los procesos biocinéticos o con los modelos que describen los SMP/EPS, que son los productos microbianos solubles originados durante el proceso y supuestos causantes del atascamiento de las membranas en un sistema MBR (Meng *et al.*, 2009).

El concepto de SMP se introdujo en el ASM1 por primera vez a principios de los 90 (Artan *et al.*, 1990). Autores como Lu *et al.* han incorporado un modelo complejo de SMP en el ASM1 (2001) y en el ASM3 (2002), pero se limita a estados estacionarios y el balance de la DQO de su modelo no está cerrado. Otros autores como Zarragoitia-González *et al.* (2008) o Di Bella (2008) se han basado en el modelo de Lu *et al.* (2001) para llevar a cabo sus investigaciones, los primeros adoptaron este modelo a excepción de la nitrificación y lo enlazaron con un modelo de atascamiento de la membrana y el segundo está enfocado a describir la DQO en un MBR, distinguiendo entre la eliminación de DQO debida a la separación física de la membrana y de la biomasa adherida a ella, que también actúa como una barrera física, dependiendo de su espesor. Este tipo de modelos modificados son más aplicados por la comunidad científica, cuyos esfuerzos se enfocan a la mejora del conocimiento del proceso, pero aún están lejos de su implantación práctica.

Generalmente se expresan a través de balances másicos que tienen en cuenta la cinética de reacción de los procesos biológicos (Naessens *et al.*, 2012), dando lugar a un sistema de ecuaciones diferenciales y algebraicas cuya resolución permite conocer los cambios en el estado del sistema a través de las variables de estado

(concentraciones de biomasa, OD, DQO, nitrógeno, etc.). Pueden ser desde una única ecuación explícita hasta un conjunto de ecuaciones diferenciales interrelacionadas que requieren implementar rutinas numéricas en potentes ordenadores (Gall *et al.*, 1999), pero todos necesitan un soporte informático con el cual se puede conseguir un mejor desarrollo de estrategias de control y una mejor optimización del proceso biológico, sin necesidad de perturbar el funcionamiento de la EDAR ni hacer frente al tiempo y coste que supondría valorar de manera experimental las distintas alternativas (Nuhoglu *et al.*, 2005; Ferrer *et al.*, 2008).

Es por ello que herramientas tales como MATLAB (Jeppsson, 1996; Cho *et al.*, 2004; Machado *et al.*, 2009; García-Usach *et al.*, 2010; Chen *et al.*, 2012; Ostace *et al.*, 2013; Donoso-Bravo *et al.*, 2013) o simuladores como AQUASIM (Hocaoglu *et al.*, 2013), BIOWIN (Liwarska-Bizukojc y Biernacki, 2010) o WEST (Galleguillos *et al.*, 2011) se han aplicado habitualmente en la simulación de procesos de tratamiento de depuración de aguas residuales. Vanhooren *et al.* (2003) divide las herramientas que pueden ser utilizadas para simular una EDAR en cuatro grupos:

1. Es posible implementar manualmente códigos en un lenguaje de programación como Fortran o C++.
2. Utilizar simuladores de propósito general como Matlab/Simulink o ACSL.
3. Utilizar simuladores específicos cerrados como Biowin, EFOR o STOAT.
4. Utilizar simuladores específicos abiertos como GPS-X, Simba o WEST.

Los simuladores de propósito general (MATLAB/Simulink por ejemplo), son simuladores que tienen una alta flexibilidad pero requieren que el modelador aporte los modelos a utilizar y exigen mayores conocimientos previos. Por otro lado, los simuladores específicos suelen disponer de una extensa librería de modelos predefinidos de procesos unitarios que permite configurar el proceso a simular conectando bloques unitarios del proceso. Ejemplos de este tipo de simuladores comerciales son: AQUASIM, BioWin, EFOR, GPS-X, SIMBA, STOAT y WEST. Tienen el peligro de que el usuario que simula configuraciones de proceso

sin un completo entendimiento de la estructura del modelo pueda obviar fácilmente las suposiciones y limitaciones del modelo.

Además de las herramientas anteriormente mencionadas, Rodríguez *et al.* (2009) proponen un método basado en Excel y Matlab-Simulink para la implementación flexible y a la vez accesible de modelos matemáticos, ya que en general, los softwares comerciales existentes (GPS-X, WEST, AQUASIM, etc.) ofrecen flexibilidad principalmente en cuanto a la configuración de la planta, valores de parámetros y condiciones de operación, pero muy pocos permiten cambios estructurales en los modelos que incluyen en sus librerías y ésto supone una limitación importante para propósitos de investigación.

La simulación dinámica de estos softwares consiste principalmente en la integración numérica de las ecuaciones diferenciales que describen los cambios en las variables de estado (caudales, concentraciones, etc.) a lo largo del tiempo. En el caso de WEST (*Wastewater Treatment Plant Engine for Simulation and Training*), éste proporciona al modelador una plataforma para utilizar los modelos existentes o para implementar y comprobar nuevos modelos construidos por el propio usuario y se puede utilizar para cualquier proceso que pueda describirse como una colección estructurada de Ecuaciones Algebraicas Diferenciales (DAEs).

1.4. SELECCIÓN DEL MODELO MÁS APROPIADO PARA APLICACIONES CONCRETAS

Cuando se intenta modelar un sistema de depuración de aguas residuales, los principales problemas a los que hay que enfrentarse son:

- Elevada complejidad del proceso y consecuente falta de conocimiento del mismo.
- Los procesos son no lineales y no estacionarios.

- Elevada e incontrolable variabilidad del influente, que lleva consigo la variabilidad de los parámetros del proceso debido al comportamiento adaptativo de los microorganismos.
- Falta de técnicas de medida adecuadas de variables y parámetros útiles para el modelado.
- El hecho de que se intenta llevar a cabo un modelado macroscópico de reacciones microscópicas (Jeppsson, 1996).

Por todo ello, los modelos desarrollados son complejos y se suelen reducir al máximo hasta un nivel en el que sea posible la identificación de los parámetros a partir de la tecnología existente de instrumentación mientras se mantienen sus capacidades predictivas. Sin embargo, no dejan de ser una descripción matemática de una serie de procesos que no está exenta de aproximaciones e incertidumbres (Belia *et al.*, 2009) y el hecho de que un modelo se ajuste bien a los datos experimentales y que sea capaz de predecir bien el comportamiento del sistema estudiado, no significa que los mecanismos del modelo sean exactos desde el punto de vista microbiológico (Van Loosdrecht *et al.*, 1999).

A continuación se resumen las principales características de los modelos desarrollados por la IWA, cuyo conocimiento es fundamental para familiarizarse con el desarrollo de modelos y la obtención de parámetros cinéticos característicos del proceso de fangos activos. En todos ellos, se eligió un formato matricial conocido como matriz de Petersen para su representación (Petersen *et al.*, 1965), siendo el primer paso para desarrollar esta matriz la identificación de los componentes relevantes del modelo y el segundo, la identificación de los procesos biológicos que tienen lugar en el sistema, es decir, las conversiones o transformaciones que afectan a los componentes listados, así como determinar en cuáles de estas transformaciones interviene cada uno de los componentes. Esta representación permite una identificación fácil y rápida de los procesos que afectan a cada uno de los componentes que intervienen en el modelo.

Activated Sludge Model N° 1 (Henze et al., 1987):

Fue el primer modelo matemático desarrollado para modelar la eliminación de carbono orgánico, la nitrificación y la desnitrificación en procesos biológicos de depuración de aguas residuales. Este modelo puede ser utilizado para predecir la demanda de oxígeno y la producción de fango e incorpora dos nuevos conceptos: por un lado el fraccionamiento de la DQO del influente, ya que divide la DQO total del influente en DQO biodegradable, DQO no biodegradable o inerte y biomasa activa y, a su vez, la DQO biodegradable se subdivide en una fracción rápidamente biodegradable (S_S) que puede ser utilizada inmediatamente por los microorganismos para la síntesis celular y otra fracción lentamente biodegradable (X_S) que debe ser hidrolizada antes de poder pasar por la pared celular para ser metabolizada. El segundo concepto introducido en este modelo es el concepto de muerte-regeneración, que supone que cuando la biomasa muere, una porción del material celular se transforma en materia particulada no biodegradable o inerte y el resto es materia lentamente biodegradable que puede hidrolizarse para ser utilizado por los microorganismos activos para su crecimiento. Este proceso de muerte tanto de la biomasa autótrofa como heterótrofa, se describe mediante ecuaciones cinéticas de primer orden. Sin embargo, solamente los microorganismos heterótrofos pueden reutilizar el material celular biodegradable procedente de la muerte celular para su crecimiento.

Algunas de las suposiciones de este modelo son:

- Que el sistema opera a temperatura constante. No obstante, la sensibilidad térmica de los parámetros del modelo puede incorporarse en las expresiones de las tasas de reacción aplicando la ecuación de Arrhenius.
- Que el sistema opera a pH constante y cercano a la neutralidad.
- Que el modelo no maneja cambios en las características del agua residual, los efectos de bajas concentraciones de nutrientes en la

eliminación de sustrato orgánico y el crecimiento celular no se consideran, se presupone que existen siempre cantidades suficientes de nutrientes.

- Aunque la diversidad de especies presentes en la biomasa puede cambiar con el tiempo, los parámetros cinéticos permanecen fijos en el modelo.

Activated Sludge Model N° 2 (Henze et al., 1995):

Este modelo amplía el ASM1, ya que incluye también el proceso de eliminación orgánica de fósforo e incorpora un nuevo grupo de microorganismos en la biomasa que originariamente se dividía en autótrofos y heterótrofos. El nuevo grupo, denominado organismos acumuladores de fósforo (PAOs), incluye los diferentes tipos de microorganismos capaces de acumular fósforo y almacenarlo en el interior de la célula en forma de polifosfatos (X_{PP}) y polihidroxiclcanoatos (X_{PHA}). Según este modelo, los PAOs son incapaces de desnitrificar y únicamente pueden crecer gracias al material orgánico del interior de la célula X_{PHA} y bajo condiciones aerobias.

En el modelo se incluyen además dos tasas de respiración adicionales correspondientes a la precipitación y redisolución de fosfatos y dos nuevos componentes (hidróxidos metálicos y fosfatos metálicos) para tener en cuenta el efecto de la precipitación y redisolución de fosfatos. Los metales están presentes en el agua residual de forma natural y son capaces de precipitar como ortofosfatos solubles si ambos constituyentes están presentes en concentraciones suficientemente altas. No obstante, es habitual añadir sales de hierro o aluminio para ayudar a la eliminación de fósforo mediante precipitación química.

Otros supuestos de este modelo son:

1. No se distingue la estructura interna de cada célula individual y sólo se considera una composición media.
2. La hidrólisis de materia orgánica, nitrógeno orgánico y fosfatos orgánicos se supone que ocurre de manera simultánea y X_s comprende una fracción constante de nitrógeno y fósforo.
3. Las reacciones de desnitrificación de los PAOs no se incluyen en el modelo.
4. Las limitaciones en el crecimiento debidas a bajas concentraciones de nutrientes (fosfatos, amonio, potasio y magnesio) no son conocidas y pueden no ser correctamente modeladas. Los efectos de bajas concentraciones de potasio y magnesio en la eliminación biológica de fósforo no se consideran.
5. Aunque se ha observado que la presencia de nitrato y monóxido de nitrógeno inhiben la eliminación biológica del fósforo, el modelo no incluye estos efectos.

Una nueva versión de este modelo (ASM2d, Henze *et al.* 1999) incorpora la observación de que los PAOs pueden utilizar productos orgánicos almacenados en el interior de la célula para la desnitrificación y, por lo tanto, crecer bajo condiciones anóxicas. Esta observación lleva a incluir dos nuevas tasas correspondientes al almacenamiento de polifosfatos y el crecimiento de PAOs bajo condiciones anóxicas. El resto del modelo es igual al ASM2.

Activated Sludge Model N° 3 (Gujer *et al.*, 1999):

En 1999, el grupo de trabajo de la IWA revisó el ASM1 (Henze *et al.*, 1987) para elaborar un modelo más preciso y actualizado, el ASM3 (Gujer *et al.*, 1999). Uno de los principales cambios de este modelo es la inclusión de compuestos almacenados en el interior de las células heterótrofas, ya que supone que todo el sustrato rápidamente biodegradable es degradado por la biomasa heterótrofa y almacenado en el interior de las células antes de ser utilizado para el crecimiento celular, de manera que el crecimiento deja de

dependen por completo del sustrato externo. Con posterioridad a su publicación, algunos autores han modificado este modelo considerando que los procesos de almacenamiento y crecimiento tienen lugar de manera simultánea (Karahan-Gül *et al.*, 2003; Ortigara *et al.*, 2011; Galinha *et al.*, 2013; Hauduc *et al.*, 2013) en vez de considerar que todo el S_s es primero almacenado y posteriormente utilizado.

Otra diferencia significativa es la sustitución del concepto de muerte-regeneración por el modelo de crecimiento-respiración endógena. En el ASM1, el decaimiento de microorganismos tiene lugar a una velocidad determinada y una fracción del material celular retorna al proceso de crecimiento heterótrofo. Por el contrario, en el ASM3, la respiración endógena engloba todas las formas de pérdida de biomasa y necesidades energéticas y no está relacionado con el crecimiento.

Algunos componentes del ASM1 no incluidos en el ASM3 son el material particulado procedente del decaimiento de la biomasa y el nitrógeno orgánico biodegradable tanto soluble como particulado. Por otro lado, componentes incluidos en este modelo y que no estaban incluidos en el ASM1 son el nitrógeno (N_2), los productos almacenados en el interior de las células de organismos heterótrofos y los sólidos en suspensión.

La elección de uno u otro modelo para una aplicación concreta se basa en factores como el objetivo del estudio de modelado, la precisión deseada, el esfuerzo requerido para su calibración o la facilidad de uso. Hauduc *et al.* (2010) analizaron los errores, inconsistencias y lagunas de siete de los modelos más comunes: ASM1, ASM2d, ASM3, ASM3+Bio-P, ASM2d+TUD, New general y UCTPHO+, poniendo de manifiesto la necesidad de verificar el modelo a utilizar y comprobar la continuidad de la estequiometría y la consistencia de las expresiones cinéticas, antes de usarlo o implementarlo. Fenu *et al.* (2010) publicaron una extensa revisión del estado actual del modelado de sistemas MBR. Según estos autores, la selección del modelo a utilizar depende principalmente del objetivo para el cual se

usa el modelo y de los procesos biológicos que tienen lugar en la planta de tratamiento, por ejemplo, si no tiene lugar la eliminación de fósforo, no es recomendable utilizar un modelo como el ASM2d que lo incluye, sino el ASM1 o el ASM3 que no incluyen este proceso. Otro ejemplo es el caso de un sistema MBR que trabaja a ratios F/M bajos, ya que este ratio se define como la relación entre la carga orgánica (kg de DQO) que alimenta al sistema y la cantidad de biomasa heterótrofa activa (concentración de VSS en el biorreactor), de manera que cuando su valor es bajo, los procesos más desarrollados son diferentes a aquellos observados a elevados ratios F/M. Esta diferencia se debe principalmente a la limitación de sustrato, a la prioridad de cubrir las necesidades de energía para mantenimiento frente al uso de sustrato para crecimiento y al hecho de que estas condiciones de baja carga favorecen el almacenamiento de sustrato o las condiciones endógenas y los procesos de lisis y predación (Masse *et al.*, 2006).

Gernaey *et al.* (2004) resumen las características de los principales modelos y evalúan en qué situaciones se comporta mejor cada uno de ellos. Según estos autores (Tabla 1.1), el ASM3 funciona mejor que el ASM1 en situaciones en las que el almacenamiento de sustrato rápidamente biodegradable es significativo (aguas residuales industriales o aireación intermitente) o para plantas de tratamiento con grandes zonas no aireadas (Hulsbeek *et al.*, 2002). Además, otra ventaja del ASM3 es que puede extenderse añadiéndole un módulo de eliminación de bio-P en aquellos casos en los que haya eliminación de fósforo. Sperandio y Espinosa (2008) utilizaron tanto el ASM1 como el ASM3 para predecir los procesos biológicos aerobios en membranas sumergidas, obteniendo valores de VSS simulados que demuestran que el ASM1 es capaz de predecir la producción de fango con mayor exactitud a SRTs inferiores a 50 días, mientras que a 110 días se sobreestiman los VSS. Por el contrario, el ASM3 a SRTs de 10 y 30 días, los subestima pero la predicción de VSS es mejor cuando el SRT es de 110 días. Según estos autores, la discrepancia entre el ASM1 y las observaciones experimentales se debe a la gran cantidad de materia orgánica particulada no biodegradable relacionada con el concepto de muerte-regeneración del ASM1, ya que especialmente a elevados SRT, una mayor cantidad de materia orgánica inerte se genera por decaimiento en el

ASM1. Además, cuanto mayor sea el SRT, más relevante es el impacto de la fracción de DQO particulada inerte del influente (X_i) sobre la composición del fango. Galleguillos *et al.* (2011) llegaron también a la conclusión de que el ASM3 predice mejor el funcionamiento de un sistema MBR tras comparar los resultados de las simulaciones con ambos modelos. Por todo ello, el modelo seleccionado para llevar a cabo esta investigación es el ASM3 (Gujer *et al.*, 1999).

Tabla 1.1. Características de los modelos ASM1 y ASM3. (Gernaey *et al.*, 2004).

	ASM1	ASM3
Procesos	8	12
Variables	13	13
Hidrólisis	Depende del aceptor de electrones	No depende del aceptor de electrones
Decaimiento de biomasa autótrofa y heterótrofa	Modelo circular crecimiento-decaimiento-crecimiento (muerte-regeneración)	Modelo de crecimiento-respiración endógena o de mantenimiento, más fácil de calibrar
Predicciones	Buena predicción de la producción de fango, pero no incluye N_2 (producto de la desnitrificación) y no permite comprobar los balances de nitrógeno	Incluye diferentes coeficientes de rendimiento de la biomasa heterótrofa anóxicos y aerobios
Crecimiento de biomasa heterótrofa	Crecimiento directo de biomasa con el sustrato externo	Asume que todo el sustrato rápidamente biodegradable (S_s) se almacena (X_{sto}) antes del crecimiento
Cinética de biodegradación	No considera limitaciones en el crecimiento celular debidas a bajas concentraciones de nutrientes (N, P)	Incluye limitaciones por nitrógeno y alcalinidad
Identificabilidad de parámetros	Todas las variables de estado están directamente influenciadas por un cambio en el valor de un parámetro	Influencia mucho menor, asegurando una mejor identificabilidad de parámetros

Guisasola *et al.* (2005) también compararon estos dos modelos e interpretaron los datos obtenidos en experimentos respirométricos con el ASM1 y con el ASM3. Sin embargo, observaron inconsistencias en los dos modelos.

Por un lado, el ASM1 considera que la biomasa crece únicamente por el sustrato externo y el consumo de oxígeno cuando este sustrato externo se ha extinguido se debe al decaimiento de la biomasa, pero realmente en los procesos convencionales de fangos activos, el régimen de alimentación es altamente variable y la biomasa está sujeta a condiciones alternas de disponibilidad de sustrato externo y ausencia

de éste. Bajo estas condiciones dinámicas, el almacenamiento interno juega un papel muy importante en el consumo de sustrato.

Por otro lado, el ASM3 tiene en cuenta este fenómeno de almacenamiento, pero supone que todo el sustrato orgánico rápidamente biodegradable consumido durante la fase de disponibilidad de sustrato es directamente convertido en material almacenado que se transforma en fuente de carbono y energía para el crecimiento de biomasa en el posterior periodo de ausencia. Sin embargo, no concibe la idea de que ambos procesos puedan darse de manera simultánea, aunque posteriormente autores como Insel *et al.* (2012) modificaron el ASM3 para incluir la posibilidad de que estos fenómenos se den simultáneamente. En el fango procedente de plantas en las que se alternan condiciones de aireación con condiciones anóxicas, las fases de disponibilidad y ausencia de sustrato son aún más pronunciadas y muestran una primera etapa debida al consumo del sustrato externo y una segunda etapa relacionada con el material almacenado en la etapa anterior. En estos casos, el ASM3 funciona mejor (Karahán-Gül *et al.*, 2003; Hoque *et al.*, 2009; Di Trapani *et al.*, 2010; Okutman, 2010).

En resumen, podemos decir que la incorporación del fenómeno de almacenamiento del ASM3 puede jugar un papel importante en el caso de sistemas MBR teniendo en cuenta las condiciones de baja carga orgánica (ratios F/M bajos) y la alternancia de fases de presencia/ausencia de sustrato, especialmente en aquellos sistemas en los que el fenómeno de almacenamiento es importante, esto es, aguas residuales industriales y/o plantas de tratamiento con zonas no aireadas. Sin embargo, en aquellos casos en los que las condiciones no son favorables para el fenómeno de almacenamiento, el ASM1 sería suficiente.

Por otro lado, se puede decidir cuando es necesario utilizar un ASM modificado que incluya la presencia de EPS/SMP principalmente en función del objetivo del estudio, ya que la retención de biopolímeros (polisacáridos y proteínas) es específica de sistemas MBR y no tiene lugar en los sistemas convencionales, las fracciones retenidas en el fango activo son susceptibles de biodegradarse al

aumentar el SRT y además se reduce la distribución de pesos moleculares de las partículas del sobrenadante del fango activo (Fenu *et al.*, 2010) y todo esto puede tener un impacto significativo sobre los procesos metabólicos, de manera que es aconsejable incluir los procesos relacionados con los EPS/SMP en el modelo siempre y cuando los objetivos del estudio sean:

1. Enlazar la biología con el atascamiento de la membrana y predecir este último.
2. Predecir la DQO soluble, ya que el sobrenadante del fango activo está compuesto principalmente por células vivas y productos microbianos e ignorar la formación de estos productos puede llevar a una sobreestimación general de las tasas de crecimiento celular reales y subestimar la DQO del efluente, ya que representan energía no invertida en el crecimiento celular.
3. Modelar procesos de elevado SRT.

Sin embargo, cuando el objetivo del modelado no es otro más que la caracterización del efluente, la demanda de oxígeno y la producción de fango, los ASMs son apropiados para su aplicación en sistemas MBR, aunque hay que tener especial cuidado porque las condiciones específicas de los MBR se reflejan en los valores de los parámetros del modelo. No obstante, como se ha comentado anteriormente, la selección final del modelo biocinético más adecuado se basa en los objetivos definidos y en la experiencia del modelador.

1.5. CARACTERIZACIÓN DEL INFLUENTE

Una vez seleccionado el modelo que se va a utilizar, es necesario tener en cuenta que la aplicación exitosa de los ASMs depende mucho de una correcta caracterización del agua residual en base a las diferentes fracciones descritas en el modelo (Henze *et al.*, 2000; Anderson *et al.*, 2001; Hulsbeek *et al.* 2002; Zhou *et al.*, 2010). Según Boursier *et al.* (2004), los factores más importantes para conseguir

resultados que representen de manera eficaz la instalación real son la adecuada caracterización del influente y la exactitud en la estimación de los parámetros incluidos en el modelo a utilizar, poniendo de manifiesto el hecho de que la adecuada determinación de las fracciones de DQO del influente ha de ser considerada un hito muy importante dentro de este campo (Basaran *et al.*, 2012).

Tanto en sistemas convencionales como en sistemas MBR, la caracterización del agua residual influye considerablemente sobre la predicción del proceso, la concentración de TSS del fango activo y la calidad del efluente. Además, es necesario disponer de valores correctos del sustrato biodegradable para evitar un exceso de aireación, con el consecuente ahorro energético que ello conlleva y también para la correcta estimación de la concentración de TSS y los caudales de recirculación y purga necesarios durante el proceso (Hedegard y Wik, 2011).

Para una adecuada caracterización del influente suele ser apropiado diseñar un programa de análisis. Éste debe comprender, por un lado, muestras compuestas durante 24 horas de agua residual influente y efluente para analizar la evolución diaria de parámetros como DQO, DBO₅, TSS, VSS, TKN, N-NH₄, N-NO₃, fósforo, alcalinidad, etc. y, por otro lado, un programa de muestreo intensivo durante 24-48 horas con muestras tomadas cada hora o cada dos horas para obtener información sobre la naturaleza de las variaciones diurnas de la carga, sobre la respuesta dinámica del sistema en cuanto a la eliminación de materia orgánica, nitrógeno y fósforo y sobre las necesidades pico de aireación (Melcer *et al.*, 2003).

En cualquier EDAR se toman generalmente muestras de influente y efluente y se determinan analíticamente parámetros como la DQO o la DBO₅ para llevar un control adecuado del funcionamiento de la instalación. Sin embargo, cuando se pretende modelar el sistema no basta con estos datos, sino que es necesario caracterizar el influente en función de las fracciones definidas en el modelo, es decir, es necesaria una caracterización más detallada de la DQO del influente en relación a su grado de biodegradabilidad (rápida o lentamente biodegradable o inerte) y su estado (soluble o particulado). Los modelos de la IWA dividen la DQO

total del influente en dos fracciones principales, la DQO soluble (S) y la DQO particulada (X), cada una de estas fracciones se subdivide en una fracción biodegradable (subíndice S) y otra no biodegradable o inerte (subíndice I), de manera que mientras que la primera será transformada durante el proceso biológico, la fracción inerte no se verá afectada. A su vez, la fracción biodegradable contiene un amplio espectro de compuestos orgánicos con diferentes velocidades de degradación (Dold *et al.* 1980), pero por simplicidad se suele considerar que la DQO soluble biodegradable es rápidamente biodegradable y puede ser utilizada inmediatamente por los microorganismos para la síntesis celular, mientras que la DQO particulada biodegradable es lentamente biodegradable y debe ser hidrolizada antes de poder pasar por la pared celular para ser metabolizada.

Desde que se publicó el primer modelo de fangos activos se seleccionó la concentración de DQO para caracterizar el influente, ya que permite establecer una equivalencia entre sustrato, biomasa y consumo de oxígeno (Dold *et al.* 1980). Desde entonces se han descrito diversos procedimientos para determinar las fracciones de DQO que componen el agua residual, pero ninguno de ellos se ha convertido en un procedimiento estandarizado. La mayoría de estos métodos son físico-químicos (Roeleveld y Van Loosdrecht, 2002; Delrue *et al.*, 2010), biológicos (Ekama *et al.*, 1986; Ginestet *et al.*, 2002; Zhou *et al.*, 2010) o bien una combinación de ambos (Jiang *et al.*, 2005; Sperandio y Espinosa, 2008; Lu *et al.*, 2010). Esta gran variabilidad dificulta en gran medida la comparación de los resultados de distintos estudios llevados a cabo con ASMs (Lu *et al.*, 2010).

La manera tradicional de analizar la composición del agua se basa en métodos físico-químicos relativamente simples que no están relacionados con el proceso biológico, por lo que no son capaces de diferenciar las distintas fracciones en función de su biodegradabilidad y su velocidad de biodegradación (Brouwer *et al.*, 1998). Esto hace que la caracterización físico-química del agua residual no sea apropiada (Petersen *et al.*, 2003). Por otro lado, los resultados de respirometría dependen mucho de las condiciones experimentales (Orhon *et al.*, 2007) y pueden subestimar las fracciones biodegradables (Sollfrank *et al.*, 1992; Ginestet *et al.*,

2002, Choi *et al.*, 2005; Lu *et al.*, 2010), ya que no miden el contenido total de DQO lentamente biodegradable (X_S) sino que únicamente son capaces de cuantificar el sustrato biodegradable rápidamente hidrolizable (Gatti *et al.*, 2010). Así pues, la selección final del método a utilizar para caracterizar el agua residual depende principalmente del criterio de cada investigador y/o de los recursos técnicos y humanos disponibles.

Además, la determinación de S_S a partir de la separación de la DQO soluble depende mucho del tamaño de poro del filtro utilizado (Petersen *et al.*, 2003), ya que es posible que parte del sustrato particulado retenido sea en realidad fácilmente biodegradable (Spanjers y Vanrolleghem, 1995) o que parte de la DQO soluble que pasa a través del filtro sea en realidad lentamente biodegradable (Sollfrank y Gujer, 1991; Fall *et al.*, 2011). Generalmente se lleva a cabo la separación soluble/particulada mediante filtros de un tamaño de poro de 0,45 μm (Lu *et al.*, 2010, Hocaoglu *et al.*, 2013) y se han llevado a cabo estudios sobre este tema que han dado lugar a conclusiones altamente contradictorias, ya que autores como Lu *et al.* (2010) obtuvieron valores similares de DQO con independencia del tamaño de poro seleccionado (0,45 o 0,1 μm) o de la adición de una floculación previa, mientras que otros autores como Melcer *et al.* (2003) obtuvieron diferencias de más del 16 % cuando compararon los resultados del influente filtrado por 0,1 μm e influente previamente floculado. Según Levine *et al.* (1985), el tamaño de la materia coloidal se encuentra entre 0,1 y 50 μm , por lo que parte de esta materia atraviesa los filtros de 0,45 μm . Es por ello que estos autores proponen un tamaño de poro de 0,1 μm para asegurar una correcta separación de la fracción realmente soluble (Gatti *et al.*, 2010).

Jiang *et al.* (2005) compararon dos métodos de caracterización del agua residual para calibrar el ASM1 en un MBR, por un lado emplearon un método químico-biológico que combina separación física (filtración por 0,45 μm) para cuantificar la DQO soluble y la particulada y respirometría para determinar las fracciones biodegradables (X_S y S_S). Asumiendo además que S_I se corresponde con el 90% de la DQO del efluente, X_I se determina por diferencia entre la DQO total y las

fracciones S_s , X_s y S_l . Por otro lado, utilizan el método físico-químico utilizado en el protocolo STOWA (acrónimo holandés de la Fundación para la Investigación Aplicada del Agua) (Van Waveren *et al.*, 1999), que combina la separación física (filtración por $0,45 \mu\text{m}$) con análisis de DBO. S_l se calcula también como el 90% de la DQO del efluente y S_s como la diferencia entre la DQO total soluble y S_l . La DQO total biodegradable se calcula a partir del valor de DBO y X_s se corresponde con la diferencia entre la DQO biodegradable y S_s . Finalmente, X_l se calcula como la diferencia entre la DQO total del influente y las tres fracciones determinadas anteriormente. La diferencia más significativa entre estos dos métodos es el valor de X_l , considerablemente mayor cuando utilizan el método físico-químico y que da lugar a diferencias considerables en la estimación de la concentración de TSS en el biorreactor.

Otros autores como Sperandio y Espinosa (2008) modelaron un MBR en un amplio rango de SRTs entre 10 y 110 días, centrándose en la caracterización del influente y el exceso de fango. Para el fraccionamiento del influente utilizaron un método físico-biológico en el que suponen S_l igual a la DQO del efluente, miden X_l al final de un ensayo largo de DBO (30 días) y obtienen X_s y S_s combinando ensayos de respirometría y filtración por $0,45 \mu\text{m}$. También hay autores como Delrue *et al.* (2010) que utilizan procedimientos “*prueba y error*” para ajustar las observaciones experimentales a la simulación del modelo. Estos autores compararon tres métodos diferentes de fraccionamiento soluble/particulado del influente: filtración por $0,45 \mu\text{m}$, filtración por $0,1 \mu\text{m}$ y coagulación-floculación seguida de filtración por $0,1 \mu\text{m}$ y probaron tanto un método “*prueba y error*” en función del ajuste del balance másico de los VSS en estado estacionario como el método propuesto por Roeleveld y van Loosdrecht (2002) para separar la DQO biodegradable/inerte mediante respirometría, concluyendo que la combinación de filtración por $0,45 \mu\text{m}$ y el ajuste de los VSS es la opción más viable para caracterizar el influente.

El SRT de la planta juega un papel fundamental a la hora de elegir el método más apropiado para determinar las fracciones X_l y X_s , puesto que SRTs muy elevados muestran una lenta pero significativa hidrólisis de la fracción inerte, haciendo que

parte de la DQO considerada como inerte no lo sea en realidad (Ahmed y Lan, 2012). Desde el punto de vista del modelado, esto resulta en una sobreestimación de la producción del fango y está íntimamente relacionado con el concepto de biodegradabilidad, que no sólo depende de las características del sustrato y de la afinidad sustrato/biomasa, sino también del tiempo disponible para la degradación biológica. En la práctica, esto tiene gran importancia en sistemas MBR con importantes fluctuaciones estacionales de la carga orgánica del influente (Williams *et al.*, 2012). En estos casos, un método “*prueba y error*” para estimar X_s y X_l parece la elección más apropiada. Por otro lado, cuando se opera a SRTs más habituales para sistemas MBR (<30-40 días), el fraccionamiento basado en técnicas de respirometría proporciona una caracterización muy satisfactoria (Sperandio y Paul, 2000).

A continuación se detallan algunos de los métodos más utilizados para determinar cada una de las fracciones del influente (Tabla 1.2). En relación a la fracción más importante de todas, S_s , Ekama y Marais (1970) propusieron un procedimiento experimental en el que se llevó a cabo una alimentación cíclica diaria (12 horas con alimentación y 12 horas sin alimentar) para distinguir entre la materia orgánica rápida y lentamente biodegradable. Sin embargo, la mayoría de los métodos utilizados para determinar su valor se basan en la filtración del agua residual utilizando diferentes tamaños de poro (Roeleveld *et al.* 2002; Jiang *et al.*, 2005; Lu *et al.*, 2010) o incluyendo un proceso previo de floculación (Mamais *et al.* 1993; Anderson *et al.*, 2001; Ginestet *et al.*, 2002; Lu *et al.*, 2010) combinados con ensayos biológicos. Independientemente del método utilizado, esta fracción es muy inestable y puede aparecer fácilmente o consumirse incluso durante el transporte o el almacenamiento dependiendo de la concentración de OD disponible, por lo que se hace necesaria su determinación para cada caso en particular (Sollfrank *et al.* 1992; Sperandio *et al.*, 2001).

Para la determinación de X_s , Ginestet *et al.* (2002) o Gatti *et al.* (2010) afirmaron que no es apropiado utilizar ensayos respirométricos puesto que no son capaces de medir el contenido total de X_s y miden únicamente el sustrato biodegradable

rápidamente hidrolizado. Por esta razón, algunos autores han preferido centrarse en determinar la fracción X_I mediante el ajuste del ratio DBO/DQO (Melcer *et al.*, 2003), mediante el ajuste de la producción de fango (Lu *et al.*, 2010) o calibrando la concentración de TSS en el bioreactor (Henze *et al.* 1992). Una vez conocido el valor de X_I , se puede determinar X_S restando todas las demás fracciones al valor de DQO total.

En el caso de S_I , los ASMs no incluyen su formación entre los procesos de los modelos, sino que se considera un componente conservativo (Petersen, 2000), de manera que si hay disponibles datos de DQO del efluente filtrado, en el caso de sistemas de baja carga cuyo SRT sea superior a 3 días, se puede estimar la fracción S_I como la DQO soluble del efluente (Ekama *et al.*, 1986; Sperandio y Espinosa, 2008) o como un elevado porcentaje de dicha concentración (90 % para autores como Van Waveren *et al.* (1999) o Jiang *et al.* (2005)). Sin embargo, según Henze (1992), sería más correcto estimarla como el valor de la DQO del efluente menos la DBO del efluente soluble multiplicado por un factor de conversión DBO/DQO. Esta fracción también puede obtenerse a partir de un ensayo largo de DBO como la DQO remanente después de 20 días de ensayo (Ekama *et al.*, 1986).

Algunas de las suposiciones generalmente utilizadas a la hora de fraccionar el influente son:

1. El consumo del sustrato biodegradable es completo, todo el sustrato orgánico particulado del influente es hidrolizado y los productos solubles son completamente utilizados.
2. Se supone que la DQO soluble del efluente es igual a la fracción soluble inerte del influente (siempre que el SRT sea mayor a 3 días).
3. La concentración de biomasa autótrofa en el influente es despreciable, ya que como mucho constituye el 2-3 % de la DQO total.
4. La fracción de biomasa heterótrofa también se puede suponer despreciable, aunque puede medirse mediante ensayos largos de respirometría con agua residual, sin inocular biomasa.

Tabla 1.2. Métodos para la caracterización de las distintas fracciones del agua residual.

FRACCIÓN	MÉTODO	FUENTE
S_s	Filtración + Respirometría	Levine <i>et al.</i> (1985); Spanjers y Vanrolleghem (1995); Roeleveld <i>et al.</i> (2002); Jiang <i>et al.</i> (2005); Lu <i>et al.</i> (2010)
S_s	Floculación + Filtración + Respirometría	Mamais <i>et al.</i> (1993); Lu <i>et al.</i> (2010)
S_s	Diferencia entre la DQO soluble y S_f	Van Waveren <i>et al.</i> (1999)
S_s	Respirometría con alimentación cíclica durante 12h al día	Ekama y Marais (1970); Ekama <i>et al.</i> (1986)
S_f	Igual a la DQO del efluente	Ekama <i>et al.</i> (1986); Sperandio y Espinosa (2008)
S_f	90% de la DQO del efluente	Siegrist y Tschui (1992); Van Waveren <i>et al.</i> (1999); Jiang <i>et al.</i> (2005)
S_f	Igual a la DQO inerte del efluente, restándole la DQO biodegradable que pueda quedar	Henze (1992)
S_f	Ensayo largo de DBO	Ekama <i>et al.</i> (1986); Lesouef <i>et al.</i> (1992)
X_s	Respirometría	Kappeler y Gujer (1992); Spanjers y Vanrolleghem (1995); Van Waveren <i>et al.</i> (1999)
X_s	Restando el resto de fracciones a la DQO total para cerrar el balance	Ekama <i>et al.</i> (1986)
X_f	Ajuste del ratio DBO/DQO	Melcer <i>et al.</i> (2003)
X_f	Ajuste de la producción de fango o de la concentración de TSS en el bioreactor	Henze <i>et al.</i> (1992); Lu <i>et al.</i> (2010)
X_f	Ensayo largo de DBO	Ekama <i>et al.</i> (1986); Lesouef <i>et al.</i> (1992)
X_f	Diferencia entre la DQO particulada y X_s	Van Waveren <i>et al.</i> (1999)

1.6. ANÁLISIS DE INCERTIDUMBRE Y ANÁLISIS DE SENSIBILIDAD

En las predicciones de cualquier modelo matemático existe cierta incertidumbre debido entre otras cosas a las numerosas suposiciones y simplificaciones realizadas en el desarrollo del modelo (Jeppsson, 1996; Belia *et al.*, 2009; Ruano *et al.*, 2012). Esto es aún más significativo en el caso de los procesos de tratamiento de aguas residuales que son inherentemente inciertos debido, en gran medida, a las grandes e incontrolables variaciones en los caudales, concentraciones y composición del influente. Esta incertidumbre dificulta la construcción de un

modelo matemático analítico que proporcione información útil y realista para facilitar la toma de decisiones (Brun *et al.*, 2002).

Según Flores-Alsina *et al.* (2009) o Brun *et al.* (2012), existen parámetros de incertidumbre baja como la mayoría de los parámetros estequiométricos, otros de incertidumbre media como la mayoría de los parámetros cinéticos (tasas de crecimiento específicas o constantes de semi-saturación) y otros de incertidumbre alta como aquellos parámetros relacionados con las fracciones del influente y para los cuales no es aconsejable usar valores encontrados en bibliografía o calculados para otro proceso o en diferentes condiciones. Es por ello que resulta necesario llevar a cabo un análisis de incertidumbre y de sensibilidad antes de llevar a cabo la calibración de un modelo. La utilidad de estos análisis radica en que permiten determinar cómo la variabilidad de las predicciones de una variable de salida del modelo puede ser adjudicada sólo a unos pocos parámetros de entrada (Hauduc *et al.*, 2011; Chen *et al.*, 2012). Puesto que la determinación experimental de todos los parámetros incluidos en el modelo supone un gasto extraordinario de tiempo y dinero, se puede planificar el trabajo experimental y determinar en el laboratorio aquellos cuya influencia es mayor. Para el resto es posible utilizar sus valores por defecto o aquellos valores obtenidos en aplicaciones previas encontradas en bibliografía, sin que ello afecte considerablemente a los resultados obtenidos (Fall *et al.*, 2009). De este modo, se minimizan los esfuerzos tanto técnicos como humanos necesarios para llevar a cabo la calibración (Gall, 1999; Liwarska-Bizukojc y Biernacki, 2010).

Los parámetros que generalmente se incluyen en un análisis de sensibilidad son los parámetros matemáticos del modelo y la composición del influente (fracciones del agua residual). A veces también se incluyen variables de operación (caudal de influente, caudal de purga, SRT, OD del punto de consigna, etc.) y parámetros físicos (volumen, temperatura, etc.). A diferentes condiciones de operación, la sensibilidad de los parámetros puede cambiar y por ello es necesario realizarlo antes de cada calibración (Liwarska-Bizukojc y Biernacki, 2010; Dalmau *et al.*, 2013).

Por otro lado, las variables de salida en las que se basa este tipo de análisis se seleccionan en función de los objetivos del estudio o de la disponibilidad y calidad de los datos. Se calculan las funciones de sensibilidad de estas variables con respecto a cada uno de los parámetros de entrada para concluir finalmente cuales son los más influyentes (Cho *et al.*, 2004; Donoso-Bravo *et al.*, 2013). Algunos ejemplos de este tipo de análisis encontrados en bibliografía son Ruano *et al.* (2007), Sin *et al.* (2007), Lee *et al.* (2008) o Kim *et al.* (2010).

Dependiendo de la complejidad del espacio de la variable de salida del modelo, el análisis de sensibilidad puede ser muy simple o relativamente complejo. Si el espacio de la variable es lineal o aproximado a un hiperplano, el análisis de sensibilidad puede llevarse a cabo mediante la aplicación directa del análisis diferencial, tomando derivadas parciales de la variable de salida respecto a un parámetro o variable de entrada y manteniendo constantes el resto. Este análisis basado en un análisis diferencial se conoce como análisis de sensibilidad local o análisis OAT (*once at a time*) y consiste en desarrollar mediante aproximaciones numéricas las funciones de sensibilidad alrededor de un determinado punto estacionario de operación (Haaker y Verheijen, 2004; Galleguillos *et al.*, 2011).

Sin embargo, si el espacio de salida del modelo es no-lineal o no se aproxima a un hiperplano (suposiciones necesarias para la aplicación del análisis diferencial), puede realizarse el análisis diferencial pero teniendo en cuenta que puede que los resultados sólo sirvan para un pequeño rango del espacio de la variable de salida. En estos casos es aconsejable utilizar un análisis de sensibilidad global que evalúe el efecto de un factor mientras varían todos los demás simultáneamente. De este modo se tendrían en cuenta las interacciones entre parámetros (Saltelli *et al.*, 2006). Aunque generalmente se supone que todos los parámetros cinéticos y estequiométricos son independientes, la realidad es que probablemente existan correlaciones entre ellos (Ruano *et al.*, 2007) que dificultan su estimación. Este problema de la no identificabilidad de parámetros no es algo exclusivo de los modelos de fangos activos y nos lleva a aceptar que no hay un único conjunto de

valores de parámetros óptimos que represente el sistema, sino que hay muchas combinaciones que pueden ser igualmente buenas (Kevin *et al.*, 2012).

Para llevar a cabo un análisis de sensibilidad global en el caso de modelos no lineales, suelen utilizarse métodos analíticos más complejos como el análisis de MonteCarlo (Martin y Ayesa, 2010; Mannina *et al.*, 2011; Sin *et al.*, 2011; Flores-Alsina *et al.*, 2012; Donoso-Bravo *et al.*, 2013) o métodos basados en la varianza tales como Fourier, FAST, Morris, Sobol, etc. (McRae *et al.*, 1982; Haaker y Verheijen, 2004; Saltelli *et al.*, 2010; Ruano *et al.*, 2012). Dado que las instalaciones de depuración biológica están gobernadas por procesos no lineales y los modelos reflejan esta realidad, las funciones de sensibilidad dependen mucho de la estructura del modelo y del punto de operación. Sin embargo, autores como Haaker y Verheijen (2004) o Cierkens *et al.* (2012) compararon los resultados de un análisis de sensibilidad local y otro global aplicados a un mismo sistema y obtuvieron resultados muy similares con ambos análisis, de manera que es posible utilizar métodos locales más simples y rápidos sin perder por ello la confianza en los resultados obtenidos.

Uno de los métodos locales más extendidos es el utilizado por Jiang *et al.* (2005) o Galleguillos *et al.* (2011), según el cual se calculan las funciones de sensibilidad relativa (FSR) de varias variables de salida del modelo (las variables objetivo seleccionadas, Y) respecto a los parámetros del modelo (k). Estas funciones representan el cambio relativo en la variable Y para un determinado cambio en el parámetro k y permiten por un lado llevar a cabo una comparación fácil entre parámetros y variables de distinto orden de magnitud y, por otro lado, establecer un ranking de sensibilidad en función de los valores absolutos de las FSR obtenidas.

En cuanto a los métodos globales, el más utilizado es el método MonteCarlo, que debe su nombre a que fue inicialmente desarrollado para analizar la aleatoriedad de los juegos de azar (Metropolis, 1987). Uno de los retos principales cuando se usa este método es el paso inicial en el que se identifica y se caracteriza la

incertidumbre de los parámetros de entrada, asignándoles un rango apropiado y una distribución de probabilidad determinada (normal, log-normal, uniforme, triangular, etc.). Posteriormente, el análisis de sensibilidad consiste en ejecutar un número determinado de simulaciones del modelo con diferentes valores de los parámetros y variables de entrada que resultan de la exploración aleatoria del espacio asignado a cada uno de ellos y se comparan los resultados de cada una de estas simulaciones con los resultados experimentales. Finalmente, se calcula el valor de una función objetivo, que suele ser una función de costes, un índice de calidad del efluente que tenga en cuenta varias variables del mismo, la raíz de la suma ponderada de errores cuadráticos (RMSE), los coeficientes de regresión estandarizados (SRC) o el error medio absoluto (MAE). De esta manera, además de construir un ranking de sensibilidad de parámetros, este método permite seleccionar el grupo de valores de los parámetros que da el menor valor de la función objetivo y, por lo tanto, mejor describe los datos experimentales y, de esta manera, llevar a cabo no sólo el análisis de sensibilidad, sino también la estimación o calibración de los parámetros del modelo (Flores-Alsina *et al.*, 2009; Martin y Ayesa, 2010; Mannina *et al.*, 2011; Donoso-Bravo *et al.*, 2013).

1.7. CALIBRACIÓN Y VALIDACIÓN DEL MODELO

Un modelo matemático sólo es útil si está suficientemente calibrado y validado (Keesman *et al.*, 1998). La calibración consiste en determinar los valores de los parámetros del modelo que mejor describen un determinado proceso real. Esto implica que algunos de los parámetros cuyos valores por defecto vienen dados en dicho modelo sean modificados con el fin de ajustar y optimizar los resultados de la simulación a un conjunto de datos obtenidos de la instalación a estudiar (Germaey *et al.*, 2004). Por otro lado, también permite establecer el campo de validez (espacio de diseño) del modelo, ya que se calibra y se verifica, pero puede no ser apropiado para unas condiciones demasiado alejadas de aquellas para las que ha sido calibrado (Nowak *et al.*, 1999).

La calibración es uno de los principales pasos que es necesario realizar cuando se quiere utilizar un determinado modelo para simular una instalación experimental real. Cuando se simula una EDAR en particular, uno de los principales problemas al que hay que enfrentarse es la ausencia de la información inicial requerida para poder implementar el sistema en el simulador. Esta información normalmente no está disponible o sólo puede determinarse mediante largos y costosos experimentos especialmente diseñados para ello (Xu y Hultman, 1996; Hauduc *et al.*, 2013). Así, siempre que sea posible, es preferible estimar los parámetros necesarios para la calibración utilizando técnicas indirectas (ensayos de laboratorio, respirometría, etc.), pero cuando no es posible el uso de análisis de laboratorio, pueden estimarse ajustando su valor a los datos históricos de la planta mediante algoritmos matemáticos (Plazl *et al.*, 1999; McLean y McAuley, 2012) o utilizando valores encontrados en bibliografía, pero en cualquier caso se requiere un amplio conocimiento del modelo y del significado de estos parámetros, ya que modificar su valor sin razón puede llevar a errores graves en los resultados obtenidos durante las simulaciones. Sin embargo, aunque permite una mayor automatización, una calibración mediante optimización puramente matemática suele ser problemática debido a la complejidad y la naturaleza no identificable derivada de la elevada no-linealidad del modelo (Gernaey *et al.*, 2004).

Comparado con el modelado de sistemas bien definidos como los eléctricos o mecánicos, modelar sistemas pobremente definidos como una EDAR es bastante más complejo. Además, debido al descubrimiento de nuevos procesos y a la modificación del sistema tradicional para cumplir con una legislación sobre vertidos cada vez más exigente, su complejidad ha aumentado considerablemente en los últimos años. Por todo ello, la tarea de modelar estos sistemas de tratamiento supone un mayor consumo de tiempo, especialmente en la etapa de calibración (Vanrolleghem *et al.*, 2003). Sin embargo, no se debe olvidar que los modelos son descripciones simplificadas de la realidad e incluso si todos los parámetros y variables de entrada del simulador estuvieran perfectamente calibrados y sin incertidumbre, darían una predicción aproximada (Gall, 1999; Ruano *et al.*, 2012). A esto hay que añadirle las inevitables suposiciones y

aproximaciones que es necesario hacer para poder desarrollar un modelo matemático (Jeppsson, 1996; Henze *et al.*, 2000), de manera que el objetivo no es alcanzar un ajuste perfecto de cada variable de salida, sino predecir las tendencias de sus cambios y minimizar el error entre los datos reales y las predicciones del modelo (Liwarska-Bizukojc *et al.*, 2011), siendo más importante predecir de manera aceptable los cambios de todas las variables de salida importantes en vez de predecir perfectamente los cambios de una o dos de ellas (Melcer *et al.*, 2003).

Los criterios utilizados a la hora de calibrar un modelo son muy diversos, pero en general todos coinciden en que la estimación de parámetros finaliza cuando las funciones objetivo alcanzan un mínimo establecido (Corominas *et al.*, 2011). Estas funciones suelen determinar la desviación de los resultados de las simulaciones con respecto a los datos experimentales. Algunos autores basan la calibración en minimizar el valor de una función objetivo que tenga en cuenta el valor de una o varias variables de salida, tales como un índice de calidad del efluente (EQI) o un índice de optimización de costes (COI) (Kim *et al.*, 2010; Dalmau *et al.*, 2013). En otros casos se utilizan variables estadísticas tales como la desviación estándar o alguna medida del error como MAE (error absoluto medio), RMSE (raíz del error medio cuadrático) o MSE (error medio cuadrático) (Eldyasti *et al.*, 2012; Kusiak y Wei, 2013).

Las variables de salida comúnmente seleccionados para la calibración de modelos en sistemas MBR suelen coincidir con aquellas seleccionadas para llevar a cabo el análisis de sensibilidad. Di Bella *et al.* (2008) basaron su calibración en las concentraciones de TSS en el biorreactor y de DQO, amonio y nitrato en el efluente. En otros casos como Sperandio y Espinosa (2008), el trabajo se enfocó hacia los TSS, la producción de fango y la cinética de la nitrificación o en el caso de Printemps *et al.* (2004) hacia la producción de fango y la concentración de amonio en el efluente.

No todos los trabajos de calibración se llevan a cabo de la misma manera y con la misma exigencia. El protocolo WERF (*Water Environment Research Foundation*)

(Melcer *et al.*, 2003) propone cuatro niveles diferentes de calibración en los que aumenta la precisión de la calibración y varía la caracterización del influente. La selección de uno u otro nivel depende principalmente de la disponibilidad de datos para caracterizar el sistema y del objetivo del estudio para el cual se va a usar el modelo. A continuación se describen algunos detalles de estos cuatro niveles de calibración.

- **Nivel 1:** utiliza valores por defecto y suposiciones para el modelo, se utiliza para el diseño de nuevas instalaciones cuando no se tiene información sobre el proceso y el influente. En este caso debe tenerse en cuenta que existen datos disponibles en bibliografía sobre la composición típica del agua y valores por defecto de las variables cinéticas y estequiométricas y que también pueden usarse datos obtenidos de la experiencia de modelar otras instalaciones de la misma zona. Por otro lado, la confianza en las predicciones del modelo puede aumentar al ejecutar los escenarios de los casos más desfavorables, utilizando valores pico y otros factores de seguridad tradicionalmente usados para el diseño.
 - **Nivel 2:** sólo utiliza datos históricos para la calibración. En este caso, es importante el acondicionamiento de los datos, incluyendo procesado, limpieza y corrección de los datos históricos recogidos. Se pueden utilizar análisis de series temporales de datos y métodos estadísticos para detectar errores, puntos fuera de rango, etc. y comprobar la calidad de los datos utilizando balances máxicos. Cuando se toman datos durante largos periodos de tiempo puede ser apropiado separar datos de varios periodos de operación en estado estacionario y utilizar los eventos dinámicos eliminados del análisis estacionario para ejecutar simulaciones dinámicas.
 - **Nivel 3:** se utiliza para simular, optimizar o ampliar instalaciones existentes y trata de mejorar los resultados de la calibración mediante
-

una campaña dinámica de muestreo con datos recogidos a elevada frecuencia para conocer la dinámica de las características del influente y de la instalación. En este caso, también se suelen realizar ensayos de estrés para determinar la capacidad máxima de la instalación bajo condiciones extremas y se pueden usar ensayos de trazadores, fluidodinámica computacional (CFD) o fórmulas empíricas para determinar sus características hidráulicas (de mezcla).

En este tipo de calibración, si se va a usar el modelo para predicciones en un amplio rango de condiciones, generalmente se necesitan campañas de muestreo de aproximadamente dos semanas repetidas bajo distintas condiciones de operación: verano/invierno, alta/baja carga, etc. y durante esas dos semanas se realizarán al menos dos muestreos intensivos durante 24 horas en los que se tomarán muestras de influente y efluente cada hora o cada dos horas.

- **Nivel 4:** Es el nivel más exhaustivo de todos e incluye medidas directas de parámetros y estimación detallada de la caracterización del influente y de los parámetros cinéticos y estequiométricos. Se aconseja este nivel de calibración cuando el nivel 3 falla porque la información contenida en la campaña de datos dinámica es muy pobre o por la complejidad del modelo.

Para facilitar la calibración de modelos, la IWA se basa en los siguientes principios (Henze *et al.*, 1995):

1. La mayoría de los parámetros del modelo no cambian significativamente de un caso a otro y no deben modificarse sin justificación.
2. No es aconsejable ajustar un parámetro para hacer coincidir los datos a no ser que las predicciones del modelo de los datos experimentales sean sensibles a cambios en dichos parámetros.

3. Sólo debe modificarse un parámetro en cada ejecución cuando se utilice un simulador para la calibración.
4. En general, una calibración razonable del modelo sólo es posible con un entendimiento detallado de los principios del modelo, sin lo cual los ajustes resultantes pueden distorsionar el modelo y alejarlo de la realidad.
5. Al ajustar el resultado del modelo frente a los datos reales es crucial observar todas las variables importantes, ya que es preferible ajustar razonablemente la mayoría de las variables medidas en vez de ajustar perfectamente una variable determinada.

Una de las reglas fundamentales que resume la base de la calibración es que sólo unos pocos parámetros necesitan ser modificados para ajustar los resultados a los datos experimentales (Galleguillos *et al.*, 2011). Basándose en la experiencia, se puede afirmar que estos parámetros no cambian drásticamente para diferentes sistemas de tratamiento de agua residual (Melcer *et al.*, 2003), de manera que si algún parámetro calibrado se desvía sustancialmente de su valor por defecto, suele ser indicativo de errores en el modelo hidráulico (caudales, SRT, etc.). En situaciones de estado estacionario, asumiendo buena calidad de los datos, estas variables deberían ajustarse entre el 5 y el 20 %, mientras que durante ejecuciones dinámicas, no es raro tener desviaciones temporales entre el 10 y el 40 % (Melcer *et al.*, 2003). Otras variables pueden variar incluso más, sin comprometer la habilidad del modelo para predecir el comportamiento general del proceso.

En cualquier calibración, los datos necesarios para llevarla a cabo incluyen datos físicos de la instalación como dimensiones, volúmenes, etc., datos operacionales como caudales de recirculación y purga, concentración de OD, etc., datos de la carga del influente (caudal, concentraciones, variabilidad diurna o eventos especiales, fraccionamiento de la DQO, etc.) y parámetros cinéticos y estequiométricos del modelo. El tipo de instalación a modelar también tiene un gran efecto sobre el tipo de datos necesarios para la calibración, ya que las instalaciones pequeñas requieren menos datos pero son más inestables y operan

bajo mayores variaciones de carga diarias y estacionales que las de mayor tamaño (Melcer *et al.*, 2003). Generalmente se lleva a cabo en primer lugar una calibración en estado estacionario en la que se utilizan valores medios de los datos de la instalación en la que se determinan los valores de aquellos parámetros del modelo responsables del comportamiento a largo plazo del sistema, es decir, Y_H , f_p , $b_{H,02}$ y la concentración de X_i del influente (Nowak *et al.*, 1999). Posteriormente, con el fin de predecir situaciones dinámicas y a corto plazo, se lleva a cabo una simulación dinámica que requiere mayor información de la instalación y en la que el objetivo principal es la estimación de las tasas específicas máximas de crecimiento ($\mu_{H,max}$ y $\mu_{A,max}$) y otros parámetros relevantes a la hora de predecir situaciones dinámicas (Petersen, 2000; Liwarska-Bizukojc y Biernacki, 2010).

Uno de los principales problemas encontrados hasta ahora es que se han llevado a cabo numerosas aplicaciones de los modelos de fangos activos en instalaciones reales siguiendo diferentes protocolos de calibración, bien porque se usan diferentes métodos de caracterización del agua residual, diferentes métodos de estimación de parámetros cinéticos, diferente selección de parámetros a calibrar, etc. No existe un protocolo estandarizado para llevar a cabo un estudio de calibración, lo que hace difícil o casi imposible comparar diferentes trabajos de calibración de ASMs entre sí y llevar a cabo comprobaciones internas de la calidad de cada estudio de calibración.

Por esta y otras razones se han propuesto en los últimos años protocolos de calibración sistemáticos que sirvan de guía para el modelado de sistemas de fangos activos y, en particular, para la calibración de modelos a escala real. Autores como Langergraber *et al.* (2004) tratan de definir una guía para hacer que los resultados de los estudios de simulación sean comprensibles y comparables y es destacable también el trabajo de Sin *et al.* (2005) en el que realizan una extensa comparativa entre los cuatro protocolos de calibración más conocidos y discuten sobre las ventajas e inconvenientes de los protocolos de calibración desarrollados por los siguientes grupos de investigación (Tabla 1.3): BIOMATH (Gante, 2003), HSG (Alemania, Austria y Suiza, 2004), STOWA (Delft, 2002) y WERF (Estados Unidos y

Canadá, 2003). También se analiza el potencial de automatización de algunos pasos del procedimiento de calibración mediante el uso de algoritmos matemáticos.

Tabla 1.3. Características de los cuatro protocolos de calibración más utilizados.

	BIOMATH	STOWA	HSG	WERF
AÑO	2003	2002	2004	2003
ORIGEN	Gante (Bélgica)	Delft (Holanda)	Alemania, Austria y Suiza	USA y Canadá
ETAPAS	<ol style="list-style-type: none"> Definición del objetivo del estudio. Caracterización de la planta, verificación mediante balances y selección del modelo. Calibración en estado estacionario (ajuste de la producción media de fango y del consumo de oxígeno de la planta). Calibración dinámica a partir de muestreo intensivo y validación con datos recogidos a diferentes condiciones. 	<ol style="list-style-type: none"> Definición de objetivos. Descripción de los procesos relevantes. Recolección y verificación de datos utilizando balances, ajustes del SRT y de la recirculación. Definir la estructura del modelo de la planta (hidráulica, aireación, etc.). Cuantificar caudales. Caracterización del influente basada en métodos físico-químicos y DBO. Calibración manual de los parámetros biológicos uno a uno y validación. 	<ol style="list-style-type: none"> Definición de objetivos. Recolección de datos y selección del modelo. Control de calidad de los datos de planta utilizando balances. Evaluación de la estructura del modelo y diseño de experimentos tras un análisis de sensibilidad. Recolección de datos dinámicos (10 días con al menos un fin de semana). Calibración dinámica mediante un procedimiento iterativo y validación. 	<ol style="list-style-type: none"> Introducir la configuración de la planta en el simulador. Recoger datos adicionales: datos históricos y nuevas medidas a escala real y laboratorio. Calibración según el nivel seleccionado. Validación: cuando la validación es exitosa, el modelo está listo para su aplicación.
ENFOCADO A	La identificación del submodelo biológico (caracterización del influente y estimación de parámetros de los procesos biológicos: respirometría).	Caracterización biológica y de sedimentación, pero pocos detalles sobre la caracterización hidráulica.	Es el único protocolo que propone realizar informes del estudio global de calibración.	Presenta métodos experimentales detallados para caracterización del influente y fraccionamiento de la biomasa activa, con pocas explicaciones sobre la caracterización hidráulica y de sedimentación.
OBSERVACIONES	Orientado a emplear métodos científicamente más exactos en vez de métodos más empíricos. Es el protocolo más sofisticado y difícil para nuevos modeladores.		No se incorporan en su esquema ciclos hacia atrás, por lo que no hay comprobaciones internas de cada paso si fuera necesario.	Al igual que el protocolo de STOWA, es atractivo para modeladores sin experiencia y consultores.

Todos estos protocolos tienen cosas en común. En primer lugar, comienzan con una clara definición del objetivo de la calibración y enfatizan la importancia de comprobar y verificar la calidad de los datos. Además, requieren una etapa de validación tras la calibración. Sin embargo, también tienen sus diferencias, por ejemplo, los métodos experimentales para determinar la caracterización del influente, la estimación de parámetros cinéticos y estequiométricos o el diseño de una campaña dinámica de medidas.

A pesar de que estos protocolos constituyen el punto de partida para la unificación de un protocolo estandarizado de calibración, aún es necesario enfrentarse a varios desafíos en este campo:

1. Se han observado deficiencias al aplicar estos protocolos a EDARs que tratan aguas no urbanas. En particular, los métodos propuestos para la caracterización del agua residual y la estimación de parámetros pueden no ser aplicables a aguas industriales o cuando se calibra un reactor de biopelícula. Además, el pH y la salinidad juegan un papel importante en las cinéticas de afinidad e inhibición de los procesos de oxidación de amonio y nitrito, de manera que un modelo correctamente calibrado tiene un rango de aplicabilidad determinado y puede no ser aplicable bajo condiciones fuera de dicho rango.
2. Uno de los aspectos fundamentales de la calibración es la disponibilidad de datos, ya que la cantidad y calidad de los mismos determina la calidad de la calibración, pero existe una importante limitación técnica de los sensores y herramientas utilizadas para la recolección de datos.
3. Por otro lado, disponer únicamente de datos de la instalación no es suficiente para llevar a cabo una correcta calibración, ya que no es posible disponer de información sobre las cinéticas de reacción. Se requiere la combinación de datos experimentales de la instalación y datos obtenidos en laboratorio mediante ensayos de respirometría

llevados a cabo con fango y agua residual procedente de la instalación real, pero también existen limitaciones en la transferencia de los datos de laboratorio a modelos a escala real.

Con el fin de confirmar la aplicabilidad del modelo calibrado, es necesario realizar siempre una validación para comprobar que la predicción del modelo frente a datos diferentes a los utilizados para la calibración da un ajuste de calidad. En caso de que el modelo calibrado falle al predecir nuevos datos dinámicos, se recomienda iterar los pasos de la calibración considerando las siguientes alternativas:

- Modificar la estructura del modelo.
- Llevar a cabo estudios de trazabilidad para una buena caracterización hidráulica o implementar un modelo de sedimentación más complejo.
- Llevar a cabo más experimentos específicos de laboratorio para la cuantificación de la actividad de la biomasa bajo condiciones anóxicas, anaerobias y aerobias.

La mayoría de los estudios de optimización de plantas existentes en los que se comparan diferentes escenarios o aquellos en los que se evalúan distintas opciones de diseño de plantas ficticias o que van a ser construidas y que no tienen datos disponibles, requieren sólo una comparación relativa de los resultados de simulación y una menor calidad en la calibración y validación del modelo (Melcer *et al.*, 2003).

1.8. TÉCNICAS RESPIROMÉTRICAS APLICADAS A LA CALIBRACIÓN DE MODELOS DE FANGOS ACTIVOS

Se puede definir la respirometría como una técnica basada en la medida e interpretación de la velocidad con la que los microorganismos involucrados en un proceso biológico de degradación de un sustrato orgánico o de eliminación de

nitrógeno consumen oxígeno bajo condiciones experimentales bien definidas (Spanjers *et al.*, 1998).

De entre los primeros autores que utilizaron la respirometría destacan Upadhyaya *et al.* (1975), que se basaron en el fraccionamiento de la DQO para caracterizar el fango y estimar la biomasa activa a partir del contenido en VSS. Posteriormente, uno de los mayores hitos en el desarrollo de la respirometría fue en 1993, cuando la IWA creó un grupo de trabajo encargado de evaluar toda la información existente sobre estrategias de control de EDARs mediante técnicas respirométricas. El resultado de este trabajo se publicó en dos informes, el primero de ellos en 1998 (Spanjers *et al.*, 1998) y el segundo en el año 2002 (Copp *et al.*, 2002).

La importancia de esta técnica radica en que el consumo de oxígeno es directamente proporcional tanto al crecimiento de la biomasa como a la pérdida del sustrato y permite por tanto obtener información relativa a los diferentes procesos biológicos que se dan en un sistema de fangos activos, siendo algunas de sus principales aplicaciones las que se describen a continuación:

- Evaluación continua de la actividad metabólica de la biomasa o de una determinada fracción de la misma (autótrofa o heterótrofa).
- Caracterización del influente en cuanto a contaminación, toxicidad o inhibición de la actividad del fango activo, tanto global como específica para la nitrificación.
- Determinación del carácter biodegradable del agua residual y de las fracciones rápidamente biodegradable (S_S) y lentamente biodegradable (X_S).
- Análisis de los parámetros biocinéticos y estequiométricos que describen el proceso de depuración biológica y que sirven de soporte a los programas de simulación. Algunos de estos parámetros son: los coeficientes de crecimiento (Y_H , Y_A), coeficientes de decaimiento de

biomasa ($b_{H_{O_2}}$, $b_{A_{O_2}}$), tasa de crecimiento autótrofa (μ_A) y heterótrofa (μ_H), constantes de semi-saturación (K_S , K_{NH}), etc.

- Evaluación del estado de la instalación: capacidad nitrificante/desnitrificante, requerimientos de oxígeno, cantidad de agua residual que puede ser tratada, posibles sobrecargas, etc.
- Determinación de parámetros operacionales del proceso como el tiempo de retención celular mínimo para que se lleve a cabo el proceso de nitrificación.
- Aporte de información que facilite la toma de decisiones sobre el diseño de EDARs y sobre las acciones de control que es necesario llevar a cabo para mantener el rendimiento óptimo del sistema de depuración.

Por todo ello, actualmente está considerada como una de las herramientas fundamentales para el análisis y control de EDARs y para la determinación de las fracciones de la DQO del influente o los parámetros cinéticos y estequiométricos que definen los procesos biológicos, aunque la gran cantidad de experimentos diferentes propuestos en bibliografía da lugar a menudo a una importante falta de entendimiento de la información contenida en los datos respirométricos (Spanjers *et al.*, 1998).

Existen dos formas de determinar parámetros del modelo a partir de ensayos de respirometría, por un lado, existen métodos directos en los que un determinado parámetro se puede calcular directamente a partir de la tasa de respiración medida (Ekama *et al.*, 1986) y, por otro lado, existen métodos de optimización en los que se ajusta un modelo a los datos obtenidos y se determina mediante técnicas numéricas el valor del parámetro que minimiza la desviación entre la predicción del modelo y la tasa de respiración medida (Kappeler y Gujer, 1992; Brouwer *et al.*, 1998). En cualquier caso, todos los métodos respirométricos requieren una interpretación basada en el modelo y demandan softwares específicos y personal cualificado. No es fácil interpretar los respirogramas y además el fenómeno de almacenamiento dificulta la distinción entre la degradación de la DQO particulada biodegradable (X_S) y la almacenada (X_{STO}), dando lugar a incertidumbre en la

correcta determinación de estas fracciones. Sin embargo, con el instrumental adecuado, la respirometría proporciona un procedimiento fiable que permite estimar parámetros cinéticos y estequiométricos relevantes que pueden ser utilizados en el diseño y operación de sistemas biológicos de tratamiento.

Aunque es lo más habitual, no sólo se han publicado artículos relacionados con el fraccionamiento de la DQO del influente mediante respirometría (Jiang *et al.*, 2005; Cokgor *et al.*, 2009) o la determinación de algunos parámetros relativos a la cinética del proceso (Novák *et al.*, 1995; Avcioglu *et al.*, 1998; Vanrolleghem *et al.*, 1999; Strotmann *et al.*, 1999; Sperandio y Paul, 2000; Al-Malack, 2006; Munz *et al.*, 2008, entre otros), sino que además esta técnica ha sido utilizada para otras finalidades muy diversas. Gracias a ella se han desarrollado índices capaces de evaluar la estabilidad biológica de la materia orgánica (Barrena *et al.*, 2009) o se han determinado parámetros cinéticos bajo condiciones específicas. Un ejemplo puede encontrarse en el trabajo realizado por Kurian *et al.* (2006), que realizaron ensayos respirométricos a 40 °C con el fin de analizar la disminución en la producción de biomasa y el aumento de la solubilidad de aceites y grasas y, por tanto, un aumento de la biodegradación de aguas ricas en componentes grasos a altas temperaturas.

Para la calibración de parámetros de los ASMs se han desarrollado y se han aplicado a sistemas reales numerosas metodologías experimentales basadas en técnicas respirométricas (Henze *et al.*, 1987; Kappeler y Gujer, 1992; Vanrolleghem *et al.*, 1999). La mayoría de estas metodologías han sido aplicadas prácticamente sin modificaciones tanto a sistemas convencionales como MBR. Sin embargo, la información relativa a su aplicación en sistemas MBR es aún escasa (ver figura 1.2), aunque autores como Al-Malack *et al.* (2006), Sperandio *et al.* (2008) o Baek *et al.* (2009) son algunos de los que han evaluado sistemas MBR mediante técnicas respirométricas a distintas condiciones de operación (SRT, HRT y TSS). La mayoría de los parámetros obtenidos por estos autores fueron similares a los valores típicos del ASM1 para procesos de fangos activos. Sin embargo, los valores del coeficiente de semisaturación de oxígeno para autótrofos ($K_{O,A}$) y de la tasa máxima

específica de crecimiento de biomasa autótrofa ($\mu_{A,max}$) fueron menores a los valores típicos del ASM1, indicando que el crecimiento de la biomasa autótrofa es bajo en sistemas MBR. Otros autores como Sin *et al.* (2005) se centraron en evaluar la cinética del proceso biológico utilizando versiones modificadas del ASM3 para describir los sistemas MBR.

En la mayoría de los trabajos publicados, los parámetros cinéticos fueron determinados para reactores a escala de laboratorio (Sperandio y Espinosa, 2008), utilizando agua residual sintética (Novák *et al.*, 1995) y/o bajo condiciones de trabajo muy específicas (Kurian *et al.*, 2006) y sus resultados no pueden generalizarse. Por ello, es necesario llevar a cabo estudios más completos que incluyan influentes reales complejos y rangos de condiciones de operación más amplios.

2. OBJETIVOS

2. OBJETIVOS

En su origen, los sistemas de tratamiento de aguas residuales basados en una separación física a través de membranas se utilizaban casi de manera exclusiva en zonas donde los límites de vertido eran más exigentes o donde era necesaria la reutilización. Sin embargo, en las últimas décadas, esta tecnología ha sufrido una rápida evolución gracias, entre otras ventajas, a la elevada calidad del efluente obtenido y a los menores requisitos tanto de espacio como de tiempo de tratamiento.

El mercado de sistemas MBR está gobernado principalmente por dos empresas: GE-Zenon, fabricante de membranas de UF de fibra hueca y Kubota, que desarrolla membranas planas de MF. Por este motivo, la obtención de conclusiones en este campo precisa disponer de ambas tecnologías con el fin de comparar su funcionamiento y determinar si el empleo de membranas con distintos tamaños de poro y configuración afecta a la biología del proceso y a la calidad del efluente obtenido. Es por ello que, para el desarrollo de la investigación, se instalaron en paralelo dos sistemas experimentales de cada uno de estos fabricantes, alimentados con el mismo influente. El hecho de trabajar con módulos de membranas reales, es decir, con los módulos suministrados a instalaciones de producción a escala industrial y con volúmenes que permiten un rápido escalado de estos sistemas, facilita la transferencia de los resultados obtenidos.

Por otro lado, es necesario destacar que para el diseño, optimización y análisis de sistemas convencionales de fangos activos, se utilizan principalmente los modelos desarrollados por la IWA, pero es necesario asegurar su aplicabilidad a sistemas MBR, ya sea mediante la calibración de los parámetros incluidos en dichos modelos para el sistema a estudiar o mediante modificaciones o extensiones de los mismos. Por todo ello, el objetivo general de este estudio consiste en simular sistemas MBR

aplicados al tratamiento de aguas residuales urbanas utilizando modelos de fangos activos y analizando diferentes escenarios y diferentes alternativas de diseño con el fin de obtener información útil para la toma de decisiones referentes al diseño, optimización y control de instalaciones de este tipo.

Para alcanzar dicho objetivo principal, se plantean los siguientes objetivos secundarios:

1. Valorar la influencia del tipo de tecnología a emplear (MF en membrana plana y UF en fibra hueca) sobre el funcionamiento del sistema, la calidad del efluente y el valor de determinados parámetros cinéticos y estequiométricos del modelo que define el proceso biológico.
2. Optimizar las técnicas respirométricas desarrolladas para sistemas convencionales y adaptarlas a las características específicas de los sistemas MBR.
3. Seleccionar un modelo de fangos activos que permita describir adecuadamente el proceso biológico de depuración de aguas residuales urbanas mediante sistemas MBR, modificarlo y/o calibrarlo para su correcta aplicación en la simulación del sistema experimental.
4. Determinar mediante análisis de sensibilidad los parámetros más influyentes sobre las predicciones del modelo seleccionado.
5. Determinar la influencia que sobre los parámetros cinéticos y estequiométricos más significativos del modelo presentan las principales variables operacionales (SRT, HRT, temperatura, carga orgánica o la altura de lámina de agua del biorreactor aireado).

6. Evaluar herramientas informáticas alternativas tales como MATHEMATICA para la resolución de modelos matemáticos de la forma más sencilla posible, facilitando así su uso por parte de técnicos de diferentes formaciones que convergen en el ámbito de las aguas residuales.

7. Simular un sistema MBR experimental utilizando el modelo previamente calibrado para evaluar de manera teórica su comportamiento en un amplio rango de condiciones operacionales y facilitar la toma de decisiones relativas a las mejores alternativas de diseño que optimicen su funcionamiento.

Para la consecución de estos objetivos es imprescindible trabajar con sistemas MBR a escala industrial, alimentados de manera continua con agua residual urbana real y con un importante control operacional y adecuada automatización. Esto permitirá experimentar situaciones reales de operación, obteniendo datos útiles para la aplicación de modelos matemáticos y el desarrollo de herramientas computacionales válidas, que permitan simular el proceso, obteniendo así una base con garantía para el diseño de este tipo de instalaciones de tratamiento de aguas residuales urbanas.

3. MATERIALES Y MÉTODOS

3. MATERIALES Y MÉTODOS

3.1. INSTALACIÓN EXPERIMENTAL

La instalación experimental en la que se han desarrollado los trabajos de investigación consta de dos instalaciones de depuración de aguas residuales urbanas a escala real. La primera de ellas se ha diseñado y construido con membranas de la empresa “General Electric Water & Process Technologies (ZENON Membrane Solutions)” y la segunda con membranas de la empresa “Hera Amasa (KUBOTA)”. La configuración de ambas instalaciones es similar pero difieren en el tipo de membrana utilizada así como en las dimensiones de los diferentes reactores.

3.1.1. Puesta en marcha de las instalaciones e historial de funcionamiento

La instalación de UF entró en operación el día 12 de marzo de 2009, comenzando a registrar datos tras diversas pruebas y ajustes el día 7 de abril de 2009. Desde ese momento, ha estado operativa hasta el día 3 de febrero de 2010, fecha en la que se paró con el objeto de proceder a realizar diversas operaciones de mantenimiento, toma de muestra de la membrana y diversas reparaciones. La instalación entró nuevamente en operación el 23 de febrero de 2010, trabajando en continuo hasta una nueva parada para reparación de una fisura detectada en el fondo del biorreactor aireado, el 11 de febrero de 2011. La instalación permaneció parada hasta su nueva puesta en marcha el 3 de julio de 2011, fecha en la cual se iniciaron una serie de ensayos sobre aireación para los cuales se mantiene la biomasa activa pero la instalación no estaba operativa.

Por otro lado, la instalación de MF entró en operación el día 3 de agosto de 2009, comenzando los registros de datos el día 12 de agosto de 2009. Desde este momento ha estado operativa sin necesidad de paradas forzosas.

Durante sus respectivos periodos de funcionamiento, ambas instalaciones han trabajado bajo diversas conformaciones para conseguir los objetivos de la investigación y ha sido necesario disponer de los siguientes elementos adicionales para su correcto funcionamiento.

1. Tamiz de tamaño de paso de 1 mm para eliminar determinadas impurezas presentes en el agua residual urbana que puedan dañar las membranas. El agua de entrada a ambas instalaciones se obtiene de la EDAR Granada-Sur tras su pre-tratamiento (tamizado de 3 mm y desarenado-desengrasado) y es bombeada mediante la bomba P-00, cuyo caudal máximo es de 16,8 m³/h, hacia el tamiz de 1 mm que dispone de cuatro cepillos rotatorios para su limpieza automática. Tras su paso por el tamiz, el agua se almacena en un depósito de 1 m³ desde el cual las bombas de entrada alimentan a los biorreactores anóxicos de ambas instalaciones.
2. Caseta para la ubicación del cuadro eléctrico de la instalación de UF, para la toma de alimentación eléctrica de la instalación de MF y para la ubicación de los sistemas de control, registro y visualización de datos de ambas instalaciones.
3. Almacén de reactivos y repuestos.
4. Canal para la recogida de derrames y drenajes.

Para la puesta en marcha de las instalaciones experimentales se ha realizado un primer llenado de los reactores biológicos con fango biológico flotado de la EDAR Granada-Sur (Figura 3.1).



Figura 3.1. Llenado inicial de la instalación de UF con fango biológico procedente del espesador de flotación de la EDAR Granada-Sur.

3.1.2. Descripción de la instalación de microfiltración (MF)

Las membranas utilizadas en la instalación de MF son membranas planas con un tamaño de poro medio de $0,4 \mu\text{m}$, hidrofóbicas y fabricadas en polietileno clorado (PE). Puesto que el polietileno presenta una alta hidrofobicidad (poca afinidad por el agua y mayor afinidad por los compuestos del fango), las membranas son sometidas a un tratamiento en el que adquieren propiedades hidrofílicas que eviten su rápida colmatación por coloides y sustancias orgánicas, disminuyendo así su tendencia al ensuciamiento (Pearce, 2007; Judd, 2011). Se trata de membranas *fuera-dentro* en las cuales el fango circula rodeando las placas de membrana y las atraviesa debido al vacío provocado por la bomba de succión, quedando retenidos los sólidos en su superficie. Para un correcto funcionamiento de este tipo de membranas no existen los contralavados, ya que la formación de la capa de depósitos sobre la superficie de la membrana contribuye a mejorar el proceso de filtración, alcanzando diámetros de poro efectivo en el rango de las de

ultrafiltración (Le-Clech *et al.*, 2006; Pearce, 2008). Sin embargo, para evitar los excesos de adherencia de sólidos a la superficie, es necesario mantener un flujo de aire continuo sobre las membranas. La resistencia a la filtración y, por tanto, el grado de ensuciamiento de las membranas se evalúa mediante el control continuo de la TMP, de manera que cuando ésta es alta significa que se pone en peligro la integridad del sistema y se hacen necesarios modos de funcionamiento para su limpieza, como por ejemplo mantener en relax las membranas mientras se suministra aire o limpiezas químicas con ácido cítrico o hipoclorito cuando el ensuciamiento es mucho mayor.

La configuración de la instalación de MF está formada por un biorreactor anóxico dónde se lleva a cabo el proceso de desnitrificación, un biorreactor aireado dónde tienen lugar los procesos de nitrificación y transformación de materia orgánica y un biorreactor de membranas, dónde se separan el fango y el agua (Figura 3.3). Tras su paso por el tamiz de 1 mm, el influente pasa mediante una bomba de regulación al reactor biológico anóxico de 3,9 m³ (regulable en función del nivel de la lámina de agua) y desde éste mediante otra bomba de recirculación (instalada en seco) al reactor aireado de hasta 9 m³ de volumen, según la altura seleccionada. La figura 3.2 muestra una fotografía de cada uno de los biorreactores y la figura 3.3 muestra el diagrama de proceso correspondiente.



Figura 3.2. Biorreactor anóxico (izquierda), aireado (centro) y MBR (derecha) de la instalación de MF.

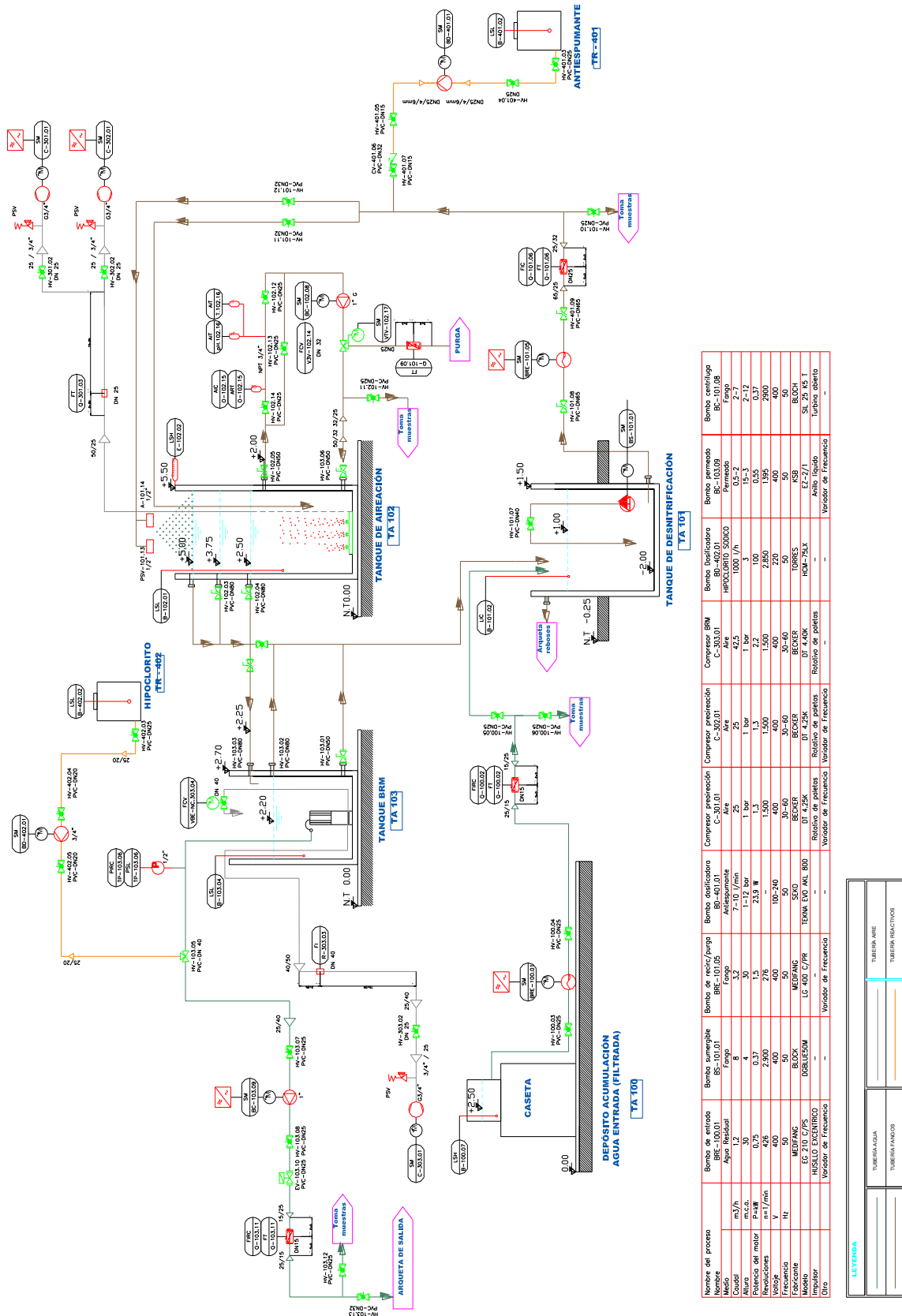


Figura 3.3. Diagrama de flujo de la instalación de MF.

Nombre del proceso	Bomba de entrada	Bomba sumergible	Bomba de rector (pump)	Bomba de aspiración	Compresor aspiración	Compresor BRM	Bomba Duplicadora	Bomba peristáltica	Bomba centrífuga
Medio	Agua residual	Agua	Agua	Aire	Aire	Aire	Agua	Agua	Agua
Caudal	1,2	3,7	1,1	25	25	42,5	1000 l/h	0,5-2	7-17
Velocidad del motor	0,75	1,5	2,33 W	1,3	1,3	100	100	0,37	0,37
Revoluciones	426	276	276	1.500	1.500	1.500	2.850	1.995	2.900
Válvula	400	400	400	400	400	400	400	400	400
Características	400	400	400	400	400	400	400	400	400
Fabricante	MERANG	MERANG	MERANG	BECKER	BECKER	BECKER	BECKER	USB	BECKER
Modelo	EG 210 C/P/S	DBRUE50M	LG 400 C/PR	Ratio de paletas	Ratio de paletas	Ratio de paletas	Ratio de paletas	Ratio de paletas	Ratio de paletas
Impulsor	HUSILO ECENTRICO	LG 400 C/PR	TERNA EVO AKL 800	DT 4,25K	DT 4,25K	DT 4,25K	DT 4,25K	DT 4,25K	DT 4,25K
Órto	Variable de Frecuencia	Variable de Frecuencia	Variable de Frecuencia	Variable de Frecuencia	Variable de Frecuencia	Variable de Frecuencia	Variable de Frecuencia	Variable de Frecuencia	Variable de Frecuencia

LEYENDA

	TUBERIA AGUA
	TUBERIA AIRE
	TUBERIA REACTIVOS

El biorreactor anóxico está semienterrado y contiene en su interior una bomba sumergible encargada de mantener la agitación en su interior, favoreciendo así una mezcla homogénea del influente y la biomasa y evitando la sedimentación del fango. También dispone de un sensor de nivel para ajustar y controlar la entrada de influente. Desde este reactor el fango activo es bombeado hacia el biorreactor aireado que, al igual que el anterior, está fabricado en PRFV y en cuyo interior continúa el proceso biológico de depuración. La recirculación del fango activo del biorreactor anóxico al biorreactor aireado se realiza mediante una bomba volumétrica instalada en seco, aunque también existe la opción de trasvasarlo mediante pulverización a través de boquillas sobre la superficie del biorreactor aireado (boquillas de cono lleno y aspersion cónica de la marca SPRAYING SYSTEMS SPAIN, S.L.), que se pueden aplicar para evitar la formación de espumas.

Para poder llevar a cabo estudios sobre la influencia que la altura de lámina de agua tiene sobre la capacidad de depuración, el biorreactor ha sido diseñado para seleccionar mediante válvulas manuales una altura determinada de lámina de agua de 2,5, 3,75 o 5,0 m. Por otro lado, la oxigenación necesaria para el proceso se consigue gracias al aire aportado por dos soplantes alimentadas a través de variadores de frecuencia que permiten variar su funcionamiento mediante el PLC, garantizando así una determinada concentración de OD en el biorreactor aireado. El aire aportado por las soplantes es distribuido uniformemente mediante una parrilla de difusores situada en la parte inferior del biorreactor (Figura 3.4).



Figura 3.4. Difusor de aire utilizado en el biorreactor de la instalación de MF.

La etapa de separación de fases mediante microfiltración tiene lugar en el tanque de membranas, fabricado también en PRFV y cuya capacidad útil es de 3,9 m³ (Figura 3.2). A este biorreactor llega por gravedad el fango activo procedente del biorreactor aireado y en su interior hay instalado un único módulo de membranas encargadas de separar por un lado el permeado, capaz de atravesarlas y, por otro lado, el fango activo concentrado que se recircula al biorreactor anóxico. Siguiendo las recomendaciones del fabricante, se ha considerado un caudal de recirculación mínimo de 4 veces el caudal de influente con el fin de prevenir una acumulación de sólidos excesiva en el tanque de membranas.

En este caso, se ha elegido un módulo de membranas modelo FS50 de piso simple que contiene 50 paneles de membranas planas de MF con doble cara (Tabla 3.1). Cada uno de estos paneles posee su propio colector de permeado que confluye en una tubería general (Figura 3.5).

Tabla 3.1. Características de las membranas de MF FS50 (KUBOTA).

Dimensiones del módulo (ancho x largo x alto)	880 x 3100 x 3580 mm
Flujo hidráulico medio teórico	0,6 m ³ / m ² d (a 20°C)
	0,48 m ³ / m ² d (a 14°C)
Flujo hidráulico máximo teórico	1,2 m ³ / m ² d (a 20°C)
	0,95 m ³ /m ² d (a 14°C)
Caudal medio de permeado diario por módulo	24 m ³ /d
Caudal máximo de permeado diario por módulo	48 m ³ /d
Material de la membrana	Polietileno clorado (PE)
Número de cartuchos por módulo	50
Configuración	Plana
Superficie de filtración por cartucho	0,8 m ²
Superficie total de filtración por módulo	40 m ²
Tamaño nominal de poro	0,4 μm
Depresión de operación	20 kPa
Temperatura máxima	40°C
Rango de pH	3-11

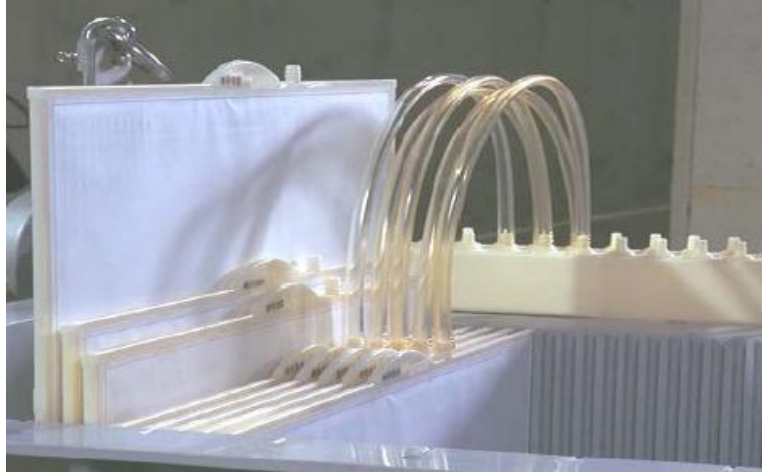


Figura 3.5. Detalle del sistema de colectores de permeado de las membranas de MF.

El módulo de membranas dispone de otro equipo de producción de aire (turbina de canal lateral de 40 Nm³/h), que funcionará siempre que la bomba autoaspirante esté trabajando, generando así una corriente de aire ascensional de burbuja gruesa que limpia la superficie de las membranas y evita su colmatación.

La extracción de agua tratada a través de las membranas se realiza mediante succión, empleando una bomba autoaspirante con capacidad entre 0,8 y 1,5 m³/h y que es la encargada de crear la depresión necesaria para forzar el paso del agua. En el colector de permeado se ha instalado un transmisor de presión que mide continuamente la depresión generada para forzar el paso de agua tratada a través de las membranas, valor a partir del cual el sistema calcula la TMP. La bomba autoaspirante también trabaja gobernada por un variador de frecuencia mediante un lazo de control doble, cuyas señales de entrada son las generadas por el transmisor de presión y el caudalímetro electromagnético de la tubería de impulsión, de manera que las revoluciones de giro de la bomba se ajustarán de acuerdo al caudal y la presión existentes en cada momento.

Uno de los sistemas de limpieza que presenta esta tecnología consiste en mantener parada la succión mientras se suministra aire en la base de las membranas para

eliminar los excesos de fango (relax). Cuando con ello no se consigue revertir el ensuciamiento de las membranas, es necesario realizar limpiezas químicas en las que la solución del reactivo es introducida dentro de los cartuchos de membrana, empapando el módulo desde el interior para limpiar la superficie de ésta (Le-Clech *et al.*, 2006; Judd, 2011). Estas limpiezas serán necesarias siempre que se active la señal de alarma que indica que la depresión generada por la bomba supera los -0,3 bar para mantener el caudal de permeado. En caso de que el transmisor de presión indique -0,4 bar, se activaría una señal de alarma que hará parar la instalación. La operación de limpieza está totalmente automatizada mediante válvulas con actuadores eléctricos, considerando una periodicidad mínima de 6 meses.

3.1.3. Descripción de la instalación de ultrafiltración (UF)

Esta instalación ha sido diseñada y construida por el grupo de investigación TEP-239 de la Universidad de Granada y se ha modificado en función de las necesidades de la investigación y de los problemas operacionales. La figura 3.6 muestra una visión general de la instalación y la figura 3.7 muestra el diagrama de proceso correspondiente.



Figura 3.6. Visión general de la instalación de UF.

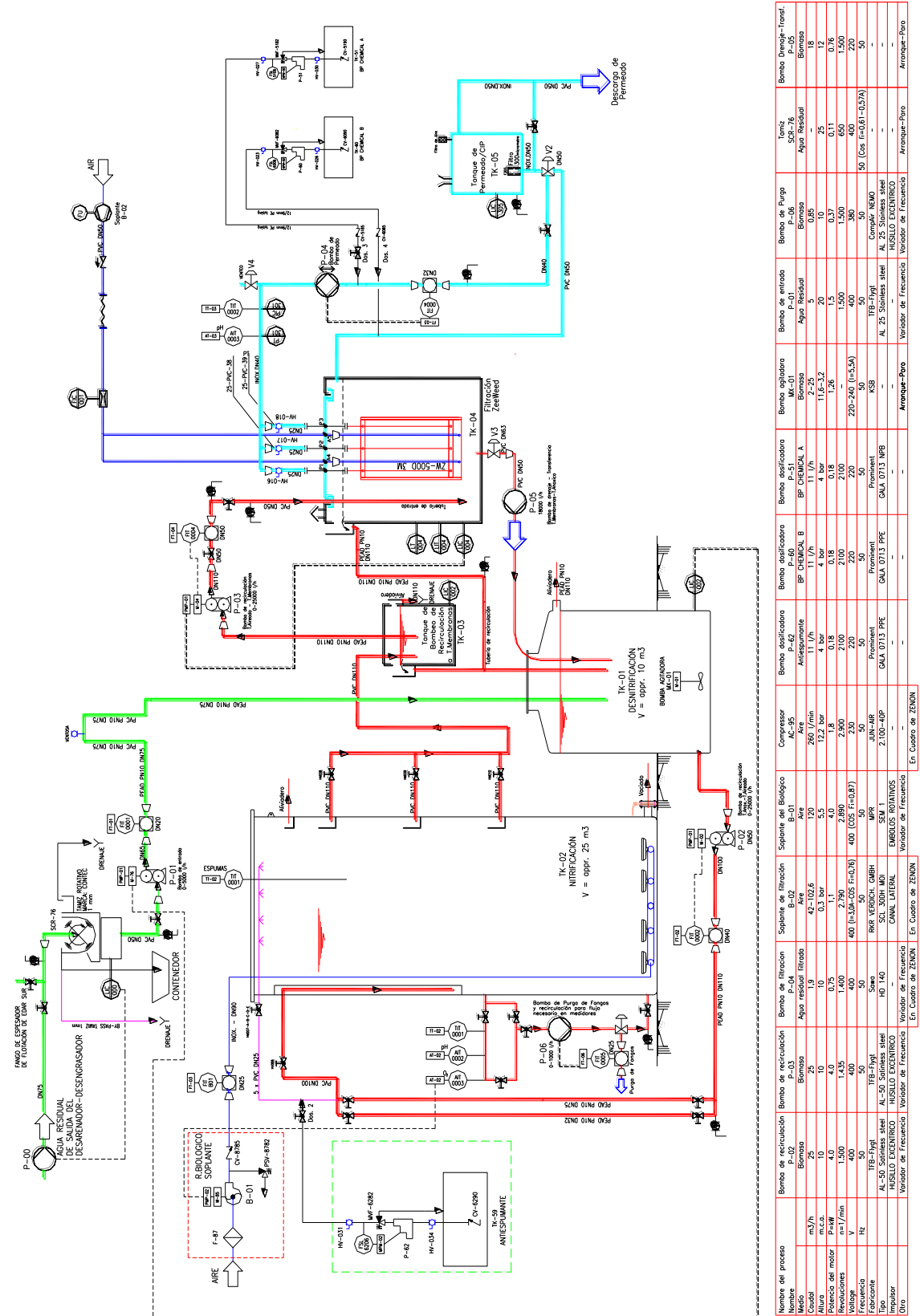


Figura 3.7. Diagrama de flujo de la instalación de UF.

En este caso se trata de membranas de fibra hueca con un tamaño medio de poro en torno a $0,04 \mu\text{m}$, moderadamente hidrofóbicas y con una trenza textil interior recubierta de una película de polivinilideno (PVDF) que les confiere la resistencia requerida para operar en condiciones de altas concentraciones de sólidos. Estas membranas también cuentan con un tratamiento de hidrofiliación.

La instalación se alimenta con el influente tras pasar por el tamiz de 1 mm de tamaño de poro mediante una bomba de regulación de husillo excéntrico capaz de bombear como máximo $5 \text{ m}^3/\text{h}$ de agua residual al biorreactor anóxico y de éste mediante otra bomba de recirculación con capacidad de hasta $25 \text{ m}^3/\text{h}$ al biorreactor aireado. Esta aportación también se puede realizar a través de boquillas de pulverización sobre la superficie del tanque (SPRAYING SYSTEMS SPAIN, S.L.), evitando así la formación de espumas (Figura 3.8).



Figura 3.8. Sistema de pulverización de la instalación de UF.

El biorreactor anóxico se encuentra totalmente enterrado y se puede regular en volumen hasta 10 m^3 fijando una consigna de nivel de lámina de agua. Por otro lado, el biorreactor aireado puede trabajar, al igual que en la instalación de MF, a tres alturas seleccionables de forma manual y puede alcanzar un volumen de hasta 25 m^3 . En su interior existe una parrilla de difusores de burbuja fina que permiten mediante una soplante introducir la aireación necesaria para que se lleve a cabo el

proceso de depuración biológica. Esta soplante tiene su alimentación eléctrica a través de un variador de frecuencia que permite modificar su funcionamiento mediante el PLC y garantizar una determinada concentración de OD en el biorreactor. Ambos biorreactores están fabricados en PRFV.

La alimentación al módulo de filtración se realiza a través de una bomba volumétrica instalada en seco. El tanque de membranas es de unos 2 m³ de capacidad y está fabricado en polipropileno (PP). En su interior se encuentra el módulo de filtración que consta de un tren de proceso de tres membranas de fibra hueca instaladas en vertical (Figura 3.9) y conectadas a un colector común que está conectado a su vez a la bomba de filtración, de funcionamiento reversible para permitir el contralavado. El permeado pasa a través de las membranas por el vacío producido por la bomba y es enviado al tanque de lavado que tiene un volumen aproximado de 500 L y cuya función es almacenar parte del permeado para los lavados regulares de las membranas realizados a contracorriente. El exceso de fango pasa al biorreactor anóxico por gravedad tras rebose.



Figura 3.9. Interior del MBR de la instalación de UF.

Las membranas ZeeWeed (Tabla 3.2) también requieren aire procedente de una soplante de forma intermitente para prevenir que el fango activo obstruya la superficie de la membrana. Las fibras dispuestas en vertical se fijan mediante resinas de poliuretano (PUR) a módulos plásticos que confieren la estructura, dejando entre estas fibras que componen la membrana espacios por los que circula el fango activo, lo que da lugar a un filtrado *fuera-dentro* causado por la succión que provoca la bomba.

Tabla 3.2. Características de las membranas de UF ZeeWeed (ZENON).

Número de módulos	3
Dimensiones del modulo (ancho x largo x alto)	2091 x 844 x 56 mm
Flujo hidráulico nominal	20 L/m ² h
Máximo Peso/Peso húmedo de las membranas	19 kg / 26 kg
Material de la membrana	Poliviniliden fluoruro (PVDF)
Propiedades superficiales de la membrana	No iónica e hidrofílica
Configuración	Fibra hueca <i>fuera-dentro</i>
Superficie de filtración por módulo	31,58 m ²
Superficie total de filtración	94,74 m ²
Tamaño nominal del poro	0,034 μm
TMP de operación	0,07-0,7 bar
TMP máxima	0,83 bar
Temperatura máxima	40°C
Rango de pH	5,0-9,5

El proceso de producción de esta tecnología consiste en periodos de producción relativamente cortos (5-10 minutos) seguidos de breves periodos de relax (1,5 minutos) y/o contralavado (30 segundos), que actúan como mecanismos de limpieza. En el relax, la filtración es detenida y se mantienen las membranas bajo un flujo de burbujas gruesas de aire que retiran los excesos de fango de su superficie, mientras que los contralavados inyectan parte del permeado a contracorriente (1,5 veces el caudal de permeado). Cuando la TMP no se puede recuperar mediante estas operaciones, es necesario realizar limpiezas químicas que variarán según las necesidades, tanto en el tiempo de aplicación como en el tipo y concentración de reactivos aplicados. Los reactivos más comunes empleados para ello son hipoclorito y ácido cítrico.

Con el fin de proporcionar el aire comprimido necesario para el funcionamiento de las válvulas neumáticas, se ha instalado también un compresor (JUN-AIR, modelo 40 2000 40P) regulado para trabajar entre 6 y 8 bar y con una capacidad de desplazamiento de 10,76 Nm³/h. Por otro lado, para eliminar la humedad del aire a comprimir, se dispone de un deshumidificador o secador frigorífico (IMCOINSA, modelo 0Y306), con capacidad para 35,4 Nm³/h de aire.

3.1.4. Instrumentación, control y automatización (ICA)

Ambas instalaciones experimentales disponen de una serie de sensores cuya finalidad es poder llevar un control en continuo del proceso. Se trata de sensores de nivel, pH, OD, temperatura, presión, detección de espumas y caudalímetros, tanto de agua y fango como de aire. La tabla 3.3 resume la instrumentación instalada en cada una de las instalaciones experimentales. Muchos de estos instrumentos generan la señal de entrada a lazos de control definidos para cada instalación y que sirven para dar flexibilidad al sistema a la vez que permiten llevar un exhaustivo control de algunas de las variables operacionales más importantes y que pueden afectar en mayor medida al proceso biológico, tales como el SRT, HRT, pH, temperatura y concentración de OD del fango activo.

Ambas plantas se encuentran totalmente automatizadas y controladas gracias a dos paneles locales de control (PLCs) de la marca SIEMENS (uno por planta), comunicados vía ethernet con un sistema de supervisión basado en el SCADA Intouch 10 (Wonderware), que es un generador de aplicaciones HMI (interfaz hombre/máquina) destinadas a la automatización industrial, control de procesos y supervisión. Además, el software SCADA instalado incluye las herramientas de bases de datos INSQL, (SQL adaptado industrial) y Active Factory 9.2 para la elaboración de informes y gestión de datos. Todos los sensores y caudalímetros emiten datos que se almacenan cada segundo en este gestor de bases de datos (Active Factory 9.2), ya que dado el número tan elevado de parámetros de proceso y la cantidad de datos que se acumulan diariamente, la única manera de

gestionarlos es mediante un software específico de gestión de datos (*Active Factory 9.2*).

El sistema de automatización de la instalación experimental está basado en los puntos de consigna (seleccionados en cada caso según el ensayo a realizar) que regulan el funcionamiento de la mayoría de los equipos, los cuales pueden funcionar tanto de manera automática como manual. Como medida de seguridad general, si se detecta algún problema que afecte al funcionamiento de la instalación y que no pueda resolverse mediante los lazos de control, el sistema pasa a modo de funcionamiento “*stand-by*”, que consiste en la parada de la filtración y mantenimiento de las recirculaciones de fango y soplantes en continuo. De este modo, se mantienen los microorganismos responsables de los procesos biológicos y se protegen las membranas.

Determinados parámetros de operación son controlados a través del sistema de control, como el caudal de las bombas de permeado, de manera que se puede definir a través del SCADA los tiempos de filtración, de relax de las membranas o de contralavado. Asimismo, se pueden programar dos consignas de OD (máximo y mínimo) en el biorreactor aireado, de manera que cuando se detecten concentraciones inferiores al mínimo, la soplante arranque para suministrar aire hasta que se alcance el nivel definido como máximo, momento en el que la soplante detiene su funcionamiento. También se puede trabajar con las soplantes sin que estén controladas por el sensor de oxígeno, definiendo consignas de tiempo en funcionamiento y tiempo en parada. En el caso de la soplante que suministra aire para las membranas, su funcionamiento viene marcado por tiempos.

El circuito de recirculación de fango activo dispone de una válvula de tres vías cuya posición habitual hace que el fango activo se recircule de nuevo al biorreactor aireado tras pasar por el circuito de sensores. Además, esta válvula puede controlarse desde el SCADA para llevar a cabo la purga de fango activo (manual o automática), seleccionando no sólo la cantidad diaria de fango activo que se desea

purgar para mantener el SRT, sino también la hora y el número de veces al día que se debe abrir.

Tabla 3.3. Instrumentación instalada.

INSTRUMENTO	OBJETIVO	MF	UF
Sensor de nivel biorreactor anóxico	Proporciona la señal del lazo de control que actúa sobre la bomba de entrada de agua	Sumergible piezorresistivo Endress & Hauser, mod. Waterpilot FMX167	Sumergible piezorresistivo FLYGT mod. LTU 501
Sensor de nivel MBR	Controla la bomba que aporta fango al MBR o para el permeado si el nivel es inferior al programado	Endress & Hauser	Endress & Hauser
Boyas de nivel máx. y mín. en el tanque del tamiz	Controla la bomba sumergible que aporta agua a ambas instalaciones		
Sensor de pH circuito de recirculación/purga		Endress & Hauser	Electrodo de platino Rosemount mod. TUPH 396P-02-10-55.
Sensor de temperatura circuito recirculación/purga		Endress & Hauser	Electrodo de platino Rosemount mod. 248HANAU2NSQ4.
Sensor de OD circuito recirculación/purga	Controla el funcionamiento de las soplantes que aportan aire	Endress & Hauser	Amperométrico Rosemount mod. 0499ADO-54.
Sensor de pH en el MBR		No instalado	Endress & Hauser, mod. Dipsys CPA111
Medidor de presión en la línea de permeado (TMP)	Proteger a las membranas de presiones demasiado altas	Piezoeléctrico Endress & Hauser mod. Cerabar M	Piezoeléctrico Endress & Hauser mod. Cerabar T
Medidor de espumas en el biorreactor aireado		Capacitivo Endress & Hauser mod. Liquicap M FTI	Capacitivo Endress & Hauser mod. Liquicap M FTI
Caudalímetro de aire biorreactor aeróbico		Vortex, Endress & Hauser mod. Proline Prowirl 72	Vortex, Rosemount mod. 8800D
Caudalímetro de aire MBR		Rotámetro Stübbe (0-60 Nm ³ /h)	Rotámetro Stübbe (0-50 Nm ³ /h)
Medidor de temperatura del aire de entrada		Endress & Hauser mod. Omnigrad M TR10	No instalado
Caudalímetro de entrada de agua residual		Electromagnético Endress & Hauser mod. Promag 50P	Electromagnético Rosemount mod. 8732/8705
Caudalímetro de fango anóxico- aeróbico		Electromagnético Endress & Hauser mod. Promag 50W	Electromagnético Rosemount mod. 8732/8705
Caudalímetro de fango purgado		Electromagnético Endress & Hauser mod. Promag 50W	Electromagnético Rosemount mod. 8732/8705
Caudalímetro de fango alimentado al MBR		No instalado	Electromagnético Endress & Hauser mod. Promag 50W
Caudalímetro de efluente		Electromagnético Endress & Hauser mod. Promag 50P	Electromagnético Endress & Hauser mod. Promag 30 ^a
Válvula de tres vías en el circuito de recirculación/purga	Programadas para activarse a determinada hora del día y purgar el volumen de fango deseado	Eléctrica	Neumática

3.2. EVOLUCIÓN DE LAS VARIABLES OPERACIONALES DEL PROCESO. FASES DE ESTUDIO

Durante el tiempo de experimentación, ambas instalaciones han operado bajo distintas condiciones operacionales con el fin de determinar no sólo la influencia de la tecnología de membrana utilizada sino también la influencia de diversas variables sobre el proceso biológico, sobre su eficacia y sobre la calidad del efluente obtenido. Es por ello que, tras el periodo inicial en el que se comparó el comportamiento de ambas instalaciones con diferentes tipos de membranas y trabajando bajo las mismas condiciones, se procedió a trabajar simultáneamente con cada una de ellas bajo diferentes condiciones de operación.

Las principales variables consideradas a lo largo del periodo de investigación han sido variables modificables como la altura de lámina de agua, el SRT y el HRT. Se han evaluado también otras variables no controlables como los cambios en la temperatura del fango activo y las variaciones en la carga contaminante del influente. De la evolución de las variables podemos hacer las siguientes consideraciones:

- *Altura de lámina de agua:* La instalación de UF se mantuvo con una altura de 3,75 m, excepto los 10 últimos meses de experimentación, que se cambió a 2,5 m. La instalación de MF varió su altura en los últimos meses de experimentación, pasando de 3,75 m a 5,0 m.
- *HRT:* Ha sido constante para la instalación de MF con valores medios de 35 h, mientras que la instalación de UF ha presentado cuatro fases diferentes, desde un mínimo de 23 h hasta un máximo de 40 h. Esto se debe a que en la instalación de MF se fija mediante consigna en SCADA el valor del caudal de influente (se ajusta mediante lazo de control bomba-caudalímetro), mientras que en el caso de la instalación de UF, se fija un caudal de permeado (mediante consigna en SCADA) y el

caudal influente cambia su valor para mantener un valor constante del caudal de permeado.

- *SRT*: Para la instalación de UF se han ensayado valores desde 20 hasta 40 d, mientras que la instalación de MF ha trabajado con valores entre 15 y 40 d.
- *Temperatura*: Ha presentado variaciones estacionales y se han dividido los valores alcanzados, agrupándose para su estudio en cuatro intervalos diferentes.
- *Carga contaminante*: Durante la primera anualidad se había mantenido sin grandes oscilaciones, pero al inicio de la segunda anualidad experimentó un incremento considerable debido a las variaciones en las características del influente, bajando nuevamente y registrando valores diferentes para cada instalación experimental.

En función de estas variables, el periodo de investigación se ha dividido en 39 fases (Tablas 4.9 y 4.10), que se aplican para la comparación de los resultados obtenidos.

3.3. TÉCNICAS ANALÍTICAS

3.3.1. Toma de muestras

El correcto funcionamiento de los procesos biológicos que tienen lugar en las instalaciones experimentales se ha controlado mediante el análisis continuo tanto de respirometría como de otros parámetros físico-químicos. Para poder llevar a cabo estos análisis en el laboratorio es necesario que la recolección de muestras sea correcta y se mantengan las muestras en las condiciones adecuadas durante su

transporte hasta el laboratorio, evitando así alterar los resultados de los análisis a realizar.

Las muestras recogidas han sido:

- Muestra compuesta de influente durante 24 horas para determinar DQO, DQO biodegradable, DBO₅, sólidos en suspensión (TSS y VSS), pH y conductividad.
- Muestras compuestas de cada uno de los efluentes durante 24 horas para determinar DQO, DQO biodegradable, DBO₅, pH y conductividad.
- Muestras de fango activo procedente de cada uno de los tres biorreactores de cada instalación para calcular la concentración de TSS y VSS y realizar los ensayos de respirometría (para estos últimos sólo se ha empleado fango activo del biorreactor aireado).

Las muestras compuestas de influente y efluentes son tomadas de manera continua durante las 24 horas previas a su recogida y se mantienen refrigeradas a una temperatura constante de 4 °C con el fin de evitar su evolución. Puesto que el influente que entra a ambas instalaciones es el mismo, se toma una única muestra a la salida del tamiz de 1 mm mediante una electroválvula temporizada que se abre 3 segundos cada 30 minutos. De esta manera se constituye la muestra compuesta que se mantendrá refrigerada y en ausencia de luz hasta su recogida.

Para llevar a cabo los análisis intensivos de caracterización dinámica del influente se han recogido muestras horarias del influente durante 24 horas o muestras cada 5 horas durante un periodo de 30 días. En estos casos se ha utilizado un tomamuestras automático (ISCO) capaz de tomar muestras de manera automática según la frecuencia previamente seleccionada y almacenarlas en recipientes independientes.

Para los efluentes de cada una de las instalaciones, el muestreo compuesto se realizó mediante goteo continuo durante 24 horas, siendo ajustable el volumen de muestra recogido gracias a una válvula manual. Se empleó una conducción de polietileno de sección muy pequeña (3 mm) con el fin de evitar velocidades bajas del fluido en la conducción que pudieran dar lugar al desarrollo de biopelícula. Al igual que en el caso del influente, las muestras de efluente se recogen en botes de vidrio y se mantienen refrigeradas a 4 °C y en ausencia de luz hasta su recogida y transporte hasta el laboratorio.

Finalmente, las muestras de fango activo para la determinación de TSS y VSS y para utilizar en los ensayos de respirometría se toman de forma puntual en el momento previo a su análisis, ya que existen válvulas manuales en las tuberías de recirculación de cada uno de los biorreactores. Estas muestras se recogen en botes de plástico de 100 ml para determinar la concentración de TSS y VSS y en botes de plástico de 5 litros para respirometría. En ambo casos se transportan los botes perfectamente cerrados en una nevera portátil con el fin de evitar la evolución de las muestras.

Una vez tomadas todas las muestras, éstas se transportan en el interior de una nevera portátil para mantener su temperatura durante el transporte a 4 °C y evitar la incidencia de la luz solar. Los análisis físico-químicos se realizan inmediatamente tras la llegada de las muestras al laboratorio, no transcurriendo en ningún caso más de 1 hora hasta su análisis. Por su parte, el fango activo a utilizar en los experimentos de respirometría se mantiene en el laboratorio aireándose para asegurar que alcance un estado endógeno antes de cada ensayo.

3.3.2. Unidades de respirometría

Durante el periodo de investigación se han instalado en el laboratorio del grupo de investigación TEP-239 en el Instituto del Agua de la Universidad de Granada dos

unidades para la realización de ensayos de respirometría que se describen a continuación.

3.3.2.1. Unidad BM-T (SURCIS S.L.)

Esta unidad de respirometría ha sido suministrada por la empresa SURCIS S.L. La figura 3.10 muestra un esquema general de la instalación, constituida por tres elementos principales: el respirómetro, un baño termostático y un ordenador en el que ha de instalarse el programa específico del sistema de medida BM-T y en el que se pueden programar y configurar los distintos modos de ensayo. Dicho programa auto-genera archivos de seguridad a lo largo de cada ensayo que pueden guardarse una vez finalizado el ensayo en el formato propio del programa o en formato Excel, para poder manejar los resultados *a posteriori* y determinar las constantes cinéticas y estequiométricas deseadas.

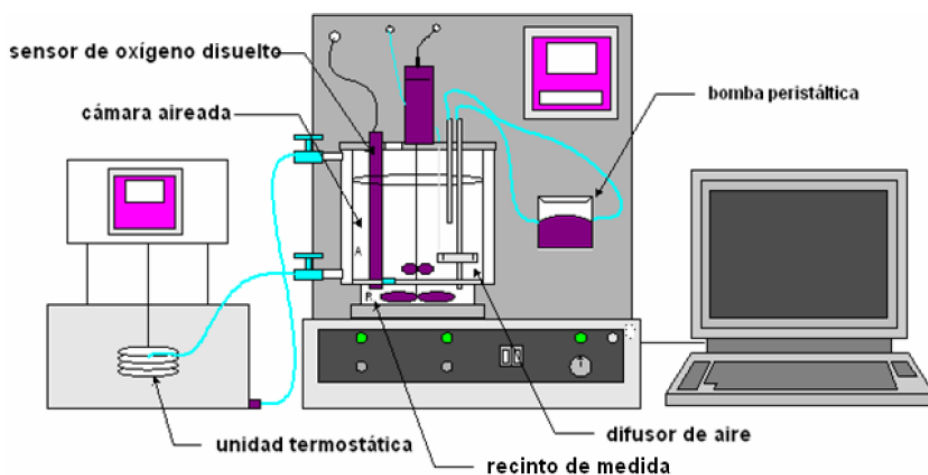


Figura 3.10. Esquema de la unidad de respirometría fabricada por SURCIS S.L.

La mayoría de los ensayos de respirometría han de llevarse a cabo bajo las mismas condiciones del proceso, con el fin de ajustarse lo máximo posible a las condiciones reales y obtener resultados representativos del proceso de depuración real. Es por

ello que para mantener la temperatura deseada en el respirómetro, se dispone de un baño termostático que hace recircular agua a la temperatura seleccionada alrededor del respirómetro. Se trata de un baño termostático capaz de proporcionar una temperatura del agua entre 0 y 60 °C. El sistema está adaptado para que el agua se bombee de forma continuada a la camisa que rodea al reactor del respirómetro, para lo cual el reactor dispone de dos conexiones de entrada y salida del fluido refrigerante/calefactor y una doble pared por cuyo interior circula dicho fluido.

El baño termostático de recirculación modelo TCH5 puede trabajar con agua destilada, etanol, glicol o cualquier otro fluido anticongelante si las temperaturas a las que se pretende trabajar así lo requieren; utiliza un compresor para enfriar el fluido, una bomba agitadora para mezclarlo e igualar la temperatura, un controlador electrónico de la temperatura y en este caso el R600a o iso-butano como refrigerante. Como medidas de seguridad, el controlador dispone de un selector de la temperatura límite de seguridad, fijada en 50 °C. Además, dispone de alarmas por nivel bajo de líquido en el baño y por temperaturas elevadas (superiores a 45 °C).

Este respirómetro (Figura 3.11) se basa en un método *batch* (discontinuo) de circuito cerrado en el que se mide de manera continua la concentración de OD en el fango activo cada dos segundos. Una de sus principales ventajas consiste en que el reactor dispone de dos zonas separadas entre sí por una placa divisoria y conectadas sólo por una membrana que actúa como válvula anti-retorno. La zona superior del mismo es la zona aireada dónde se encuentra inmerso el difusor de aire y la zona inferior es la zona anóxica y es dónde se realiza la medida de OD. Este sistema permite aislar la zona de medida y evitar así la influencia que pueden tener efectos ambientales externos sobre el valor medido.



Figura 3.11. Unidad de respirometría fabricada por SURCIS S.L.

El sistema de aireación está dotado de un regulador que permite seleccionar un aporte de aire acorde con el objetivo del experimento y que puede variar entre 0,17 y 1,79 NL/min. El sensor de OD incluido en el respirómetro es el modelo Stratos Eco 2405 Oxy, que mide tanto el OD como la temperatura en el interior del respirómetro. La señal de la medida es enviada por el oxímetro de manera continua al ordenador dónde, por medio de un programa específico, se pueden visualizar las medidas y cálculos realizados tanto de forma gráfica como tabular.

Las técnicas respirométricas se basan en el estudio de la variación de la concentración de OD con el tiempo, es decir, la velocidad de consumo de oxígeno (OUR). En función de la disponibilidad de sustrato para el crecimiento de los microorganismos se pueden distinguir dos tipos de OUR, endógena (OUR_{end}) y exógena (OUR_{ex}). La primera de ellas se obtiene al medir la velocidad de consumo de oxígeno en ausencia de sustrato externo, es decir, que se debe a la degradación de la propia biomasa, mientras que la segunda se debe a la degradación de un sustrato externo, que puede ser tanto materia orgánica como nitrógeno amoniacal.

Este respirómetro tiene diversos modos de funcionamiento, ya que puede realizar ensayos en modo estático (OUR) o en modo dinámico (R_s).

- Modo estático, ensayo OUR:

El sistema de medida en modo OUR se comporta bajo las premisas de una respirometría puramente tradicional de tipo *batch*. En este ensayo se lleva a cabo una única medida de tasa de respiración en un tiempo seleccionado por el usuario. Para la realización de ensayos tipo OUR se introduce fango endógeno o fango fresco y se somete a aireación máxima hasta alcanzar un valor elevado de OD en el fango que será memorizado como valor de oxígeno inicial de referencia (C_b). Durante esta etapa inicial se mantiene la agitación y la recirculación del mismo con el fin de favorecer la homogenización del fango. Una vez alcanzada la concentración de partida deseada, se desconectan tanto la aireación como la recirculación de fango y se mantiene únicamente la agitación del mismo. El hecho de parar la bomba de recirculación trae consigo el cierre de la membrana que divide las zonas superior e inferior del vaso reactor, dejando automáticamente aislada del exterior la zona anóxica durante el ensayo. A partir de este momento se registran automáticamente los valores de OD (C_s) frente al tiempo (t), obteniéndose una gráfica como la que se muestra en la figura 3.12. La pendiente de esta gráfica representa la velocidad de consumo de oxígeno por parte de los microorganismos presentes en el fango o tasa de respiración (OUR), que expresa el oxígeno consumido por un litro de fango en una hora. Así mismo, el programa permite determinar el valor del OUR parcial entre dos puntos de la gráfica, es decir, en un tiempo determinado.

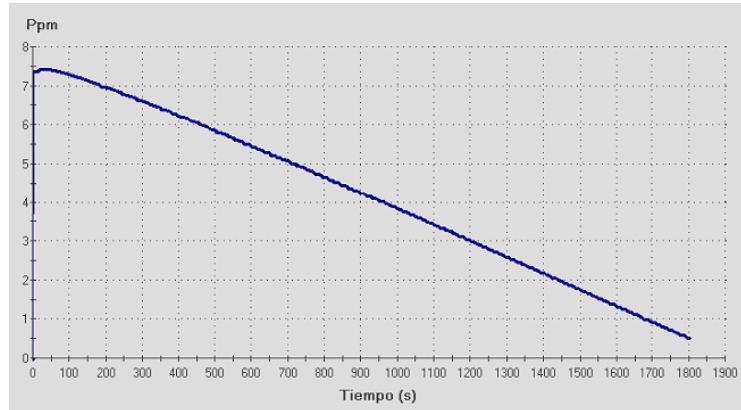


Figura 3.12. Respirograma obtenido en un ensayo estático (OUR).

Las aplicaciones más comunes de este tipo de ensayos y los parámetros más representativos que se pueden obtener son:

- $OUR \text{ (mg O}_2\text{/L h)} = (C_b - C_s) / t$
- $SOUR \text{ (mg O}_2\text{/g VSS h)} = OUR / VSS$
- Tasa de consumo de oxígeno endógena (OUR_{end}).
- Tasa de consumo de amonio (AUR).
- Velocidad de desnitrificación o tasa de consumo de nitrato (NUR).
- Parámetros de los modelos de fangos activos como los coeficientes de decaimiento de la biomasa autótrofa ($b_{A_{O_2}}$) o heterótrofa ($b_{H_{O_2}}$), medidos en d^{-1} .

Existe una variante de este tipo de ensayos que se conoce como OUR cíclico y consiste en un modo de trabajo tipo *batch* pero secuencial. Durante este tipo de ensayos se van ejecutando secuencialmente ensayos OUR de forma automática entre dos puntos de consigna seleccionados por el usuario. De este modo, se parte de un nivel de oxigenación determinado hasta alcanzar el punto de consigna alto; cuando se alcanza este valor, la aireación y la bomba de recirculación se paran para determinar el OUR correspondiente a partir del descenso en la concentración de OD. Se consume oxígeno hasta alcanzar el punto de consigna bajo y, una vez

alcanzado, aireación y bomba arrancan de nuevo y el OD empieza a subir. De este modo se va repitiendo el ciclo hasta que se para el ensayo.

El respirograma generado es similar al que se representa en la figura 3.13 y el programa calcula cada una de las pendientes o valores OUR correspondientes a la caída de la concentración de oxígeno disuelto desde el punto de consigna superior hasta alcanzar el punto de consigna inferior.

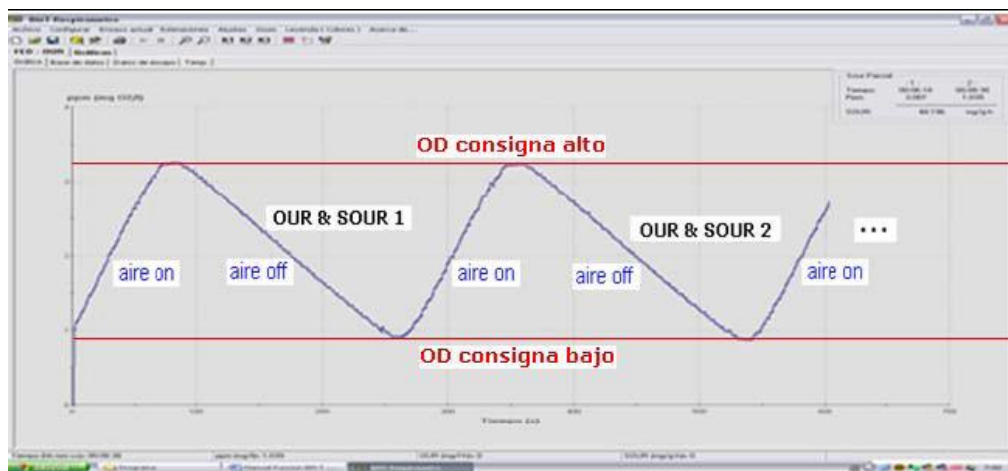


Figura 3.13. Respirograma obtenido en un ensayo OUR cíclico.

Las principales aplicaciones de este tipo de ensayos son:

- Reproducir un proceso real.
- Analizar las necesidades de oxígeno a lo largo del tiempo para optimizar la aireación en planta.
- Estudiar la evolución del proceso a lo largo del tiempo y determinar el SRT necesario para que tenga lugar el proceso de nitrificación o el tiempo que tarda el fango en alcanzar un estado endógeno.

- Modo dinámico, ensayo R_s :

En líneas generales, el sistema de medida en modo R_s o dinámico puede seguir considerándose como un ensayo *batch* en el que tanto la aireación como la recirculación de fango activo desde la zona anóxica del reactor hacia la zona aireada se mantienen activas durante todo el ensayo. Para la realización de este tipo de ensayos dinámicos, se introduce en el reactor fango en condiciones de baja actividad o estado endógeno (1 litro) y se mantiene con agitación, aireación y velocidad de recirculación constantes hasta que se determine una línea base estable (C_b). En ese momento se introduce la muestra a degradar (influyente, influyente filtrado, efluente, cloruro amónico, acetato sódico, etc.) y se obtiene un respirograma (Figura 3.14) correspondiente a la representación de la tasa de respiración exógena (R_s , mg/L h) frente al tiempo. El ensayo finaliza cuando la tasa de respiración vuelve al valor cero, es decir, a la línea base anteriormente determinada y que corresponde a la tasa de respiración endógena, lo que significa que ha terminado de degradar el sustrato añadido o ha terminado la respiración exógena. El área bajo esta curva corresponde al oxígeno consumido por la biomasa activa del fango para degradar la muestra.

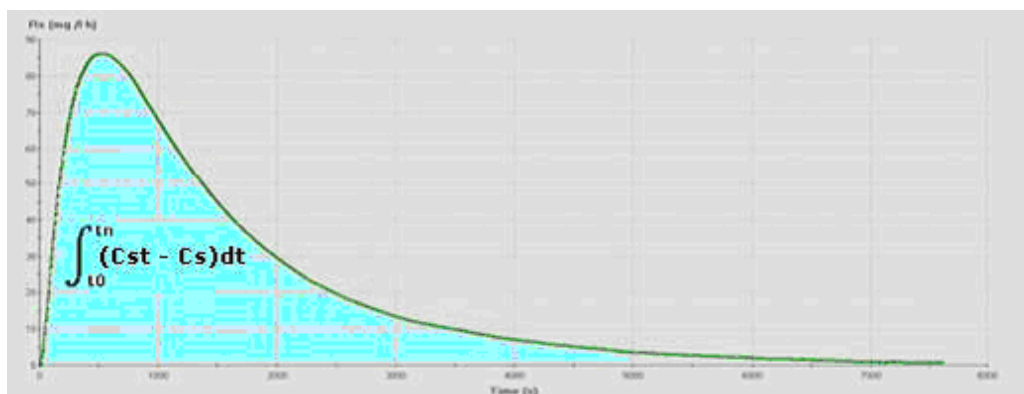


Figura 3.14. Respirograma obtenido en un ensayo dinámico (R_s).

Este modo de funcionamiento requiere cuantificar el oxígeno consumido y, por tanto, necesita trabajar con un factor de calibración del sistema de medida, ligado al coeficiente específico de transferencia de oxígeno. Para la determinación de este factor de calibración (K) se utiliza un compuesto estándar del que conocemos la demanda de oxígeno que, por estequiometría, necesita para su total oxidación. Normalmente se utiliza una disolución de sulfito sódico cuya demanda de oxígeno es $\Delta O_{2,\text{sulfito}}$.

El programa del respirómetro BM-T aplica las ecuaciones 3.1 y 3.2 para determinar el factor K y la tasa de respiración exógena (R_s), respectivamente.

$$K = \frac{\Delta O_{2,\text{sulfito}}}{\int (C_{st} - C_s) dt} \quad [\text{Ec. 3.1}]$$

$$R_s = K(C_s - C_b) - \frac{dC_s}{dt} \quad [\text{Ec. 3.2}]$$

Siendo C_{st} el valor de oxígeno a nivel de saturación, C_s el OD resultante después de la adición del compuesto estándar o del sustrato y C_b el valor de oxígeno de la línea base. Todas estas variables se miden en $\text{mg O}_2/\text{L}$.

Algunas de las aplicaciones de este tipo de ensayos son:

- Análisis de biodegradabilidad o determinación de las fracciones biodegradables de la DQO del influente.
- Seguimiento de la actividad biológica ante cualquier cambio en el proceso.
- Toxicidad referida a la actividad específica del fango activo.
- Determinación de parámetros cinéticos y estequiométricos útiles para la modelización del sistema tales como Y_H , $\mu_{H,max}$, $\mu_{A,max}$, etc.

- Evaluación del estado de la instalación de depuración: capacidad nitrificante/desnitrificante, requerimientos de oxígeno, cantidad de agua residual que puede ser tratada, posibles sobrecargas, etc.

A lo largo de este trabajo, se ha utilizado este respirómetro para calcular la constante de decaimiento de la biomasa heterótrofa (b_{H, O_2}) mediante ensayos tipo OUR cíclicos y para calcular el rendimiento de la biomasa heterótrofa (Y_H) o para fraccionar la DQO del influente y estimar sus fracciones biodegradables mediante ensayos tipo R_s . Así mismo, se han realizado ensayos OUR cíclicos para determinar el tiempo que el fango activo necesita para alcanzar el estado endógeno. Para todos los ensayos encaminados a la obtención de parámetros relativos a la biomasa heterótofa, se ha añadido alitiourea (ATU) con el fin de inhibir que tenga lugar el proceso de nitrificación y se alteren los resultados.

- Determinación de b_{H, O_2} mediante respirometría:

Existen fundamentalmente dos métodos para obtener el valor de este parámetro, el primero de ellos fue descrito por Henze *et al.* (1987) en el primer modelo publicado por la IWA y consiste en poner una muestra de fango activo en un respirómetro discontinuo y medir el OUR varias veces durante un periodo de varios días. La pendiente de la gráfica que representa el logaritmo natural del OUR frente al tiempo es igual al coeficiente tradicional de decaimiento, b_{H, O_2}' o K_d (d^{-1}). Sin embargo, según Avcioglu *et al.* (1998), el coeficiente tradicional basado en la medida de los VSS da lugar a una gran confusión en el análisis del comportamiento de fangos activos, principalmente por la imposibilidad del parámetro VSS de distinguir entre biomasa activa, materia inerte particulada o productos inertes residuales generados durante la respiración endógena. Debido a esto, con el desarrollo de modelos multi-componentes se planteó una nueva tasa de decaimiento endógeno (b_{H, O_2}) asociada con la biomasa heterótrofa activa y más adecuada para caracterizar la endogénesis de la

biomasa activa. El valor de $b_{H_2O_2}$ (d^{-1}) se puede obtener a partir de $b_{H_2O_2}'$ mediante la ecuación 3.3:

$$b_{H_2O_2} = \frac{b_{H_2O_2}'}{1 - Y_H(1 - f_p)} \quad [\text{Ec. 3.3}]$$

Aunque actualmente se sigue utilizando el procedimiento anterior para determinar $b_{H_2O_2}$, la larga duración del ensayo ha hecho que se utilicen otros métodos aproximados más simples. El segundo procedimiento de cálculo de $b_{H_2O_2}$ es un método simplificado que consiste en realizar un ensayo para obtener el OUR con fango endógeno en el que, partiendo de un valor elevado de OD, se calcula la pendiente de la curva de consumo de oxígeno desde que se apaga la aireación hasta que la concentración de OD alcanza un valor cercano a cero, el valor de $b_{H_2O_2}'$ se obtiene a partir de este valor de OUR mediante la ecuación 3.4 en la que se utiliza el factor 1,42 g DQO/g VSS, que es un factor de conversión para transformar la concentración basada en VSS a concentración basada en DQO, suponiendo que el 85 % de la biomasa es orgánica (Ismail *et al.*, 2007). Esta forma práctica de cálculo comúnmente aceptada permite determinar $b_{H_2O_2}$ de una manera más rápida.

$$b_{H_2O_2}' = \frac{OUR_{end}}{VSS \cdot 1,42} \quad [\text{Ec. 3.4}]$$

A partir de este valor de $b_{H_2O_2}'$ se determina $b_{H_2O_2}$ utilizando la misma ecuación que en el caso anterior (Ecuación 3.3), donde la fracción endógena residual no biodegradable, f_p , se supone igual a 0,08 en el modelo ASM1 (Henze *et al.*, 1987), debido a que se considera un crecimiento-decaimiento cíclico de la biomasa (muerte-regeneración) y el material resultante del decaimiento vuelve a ser utilizado para la síntesis, de manera que la fracción inerte resultante debe ser inferior al 20 % de la biomasa considerada como material inerte según el concepto de decaimiento tradicional utilizado en el modelo ASM3 (Gujer *et al.*, 1999).

- Determinación de Y_H mediante respirometría:

Su determinación mediante respirometría se basa en añadir a un respirómetro con fango en estado endógeno una cantidad determinada de sustrato cuya DQO biodegradable es conocida. Se mide la tasa de respiración para oxidar dicho sustrato y se obtiene el oxígeno consumido (OC) por la biomasa hasta volver al estado endógeno inicial (superficie bajo la curva de la tasa de respiración). Finalmente, se aplica la ecuación 3.5 para determinar el valor de Y_H .

$$Y_H = 1 - \frac{OC}{DQO_b} \quad [\text{Ec. 3.5}]$$

Se suele utilizar este método empleando como sustrato un compuesto fácilmente degradable de DQO conocida como es el acetato sódico (Brands *et al.*, 1994; Di Trapani *et al.*, 2010), aunque también se puede utilizar agua residual filtrada cuya DQO se supone fácilmente degradable (Dircks *et al.*, 1999). En este estudio se han realizado ensayos con ambos sustratos, observándose que al utilizar influente filtrado, los valores de Y_H que se obtienen son superiores a aquellos obtenidos al utilizar acetato sódico. Esta diferencia se debe a que se considera que toda la DQO del influente filtrado, es decir toda la DQO soluble es rápidamente biodegradable, pero en realidad existe una fracción soluble inerte que no es posible degradar y, por tanto, el OC es menor de lo esperado. Una forma de corregir estos resultados es considerar la DQO del efluente igual a la fracción soluble inerte del influente y restarla para conseguir un valor de DQO_b más realista. De este modo, los resultados obtenidos se asemejan más a los obtenidos con acetato sódico. No obstante, se seleccionó el método con acetato sódico para determinar Y_H y, al igual que en el caso de b_{H, O_2} , este coeficiente ha sido calculado para ambas instalaciones operando bajo distintas condiciones.

Con el fin de evaluar la evolución del valor de Y_H sin que afecten las variaciones en las condiciones del ensayo, se utilizó una cantidad constante de acetato sódico en cada ensayo (50 ml de disolución de 213 mg/L de concentración, con una DQO de 141,33 mg/L).

- Determinación de la biodegradabilidad del influente mediante respirometría:

Los ensayos encaminados a evaluar la biodegradabilidad del influente son también ensayos tipo R_s que se llevan a cabo del mismo modo que los encaminados a determinar Y_H , con la única diferencia de que el sustrato añadido es influente o influente filtrado en vez de acetato sódico.

Para determinar las fracciones biodegradables de la DQO del influente es necesario realizar dos ensayos, uno con influente sin filtrar y otro con influente filtrado. Por diferencia puede calcularse la fracción biodegradable particulada y las fracciones inertes, siempre y cuando los valores de DQO tanto total como soluble sean conocidos.

3.3.2.2. Unidad de respirometría BioCalibra

El modelado de los procesos de depuración biológica de aguas residuales se basa principalmente en suponer una cinética del tipo Monod para los diferentes procesos que tienen lugar en el biorreactor. Cuando existe OD suficiente, la ecuación de Monod que describe el proceso de crecimiento de la biomasa se simplifica según la ecuación 3.6.

$$\mu_H = \mu_{H,max} \cdot \frac{S_s}{S_s + K_s} \quad [\text{Ec. 3.6}]$$

Para la determinación de las constantes de Monod se pueden usar diversos métodos respirométricos:

- a) Para obtener la tasa máxima de crecimiento de la biomasa heterótrofa ($\mu_{H,max}$) y la constante de semi-saturación para el sustrato (K_S), se pueden realizar dos ensayos de respirometría, uno con influente de la instalación a estudiar y otro con una disolución del mismo. Al aplicar la ecuación de Monod a cada uno de estos ensayos y puesto que la concentración de DQO soluble biodegradable (S_S) es conocida y μ_H se puede calcular en cada caso, se obtiene un sistema de dos ecuaciones con dos incógnitas ($\mu_{H,max}$ y K_S), cuya resolución da como resultado el valor de estos parámetros.
- b) Sin embargo, el método más extendido y fiable para obtener estos dos parámetros consiste en realizar un determinado número de ensayos con distintas concentraciones de S_S y representar los valores de μ_H frente a S_S de cada uno de los ensayos, describiendo una curva que debe alcanzar un máximo estable ($\mu_{H,max}$) y a partir de la cual se puede determinar no sólo el valor de esta tasa máxima de crecimiento heterótrofo, sino también el valor de K_S que se define como la concentración de S_S correspondiente al valor de $\mu_{H,max}/2$. En estos ensayos es necesario mantener un valor de OD elevado con el fin de que el valor del término $S_0/(S_0+K_0)$ de la ecuación de Monod sea próximo a la unidad y el valor de μ_H dependa únicamente de la disponibilidad de sustrato rápidamente biodegradable, S_S . El valor de μ_H de cada ensayo se calcula con la ecuación 3.7.

$$\mu_H = \frac{Y_H}{1-Y_H} \cdot \frac{R_S}{X_H} \quad [\text{Ec. 3.7}]$$

Para poder obtener este valor es necesario conocer previamente el valor de Y_H y la concentración de biomasa heterótrofa, X_H , siendo esta última bastante difícil de

obtener. Una aproximación generalmente aceptada consiste en utilizar R_S/VSS en vez de R_S/X_H . Sin embargo en este caso, se han utilizado los valores de X_H estimados mediante simulaciones del proceso, ya que VSS no sólo incluye biomasa activa.

Este segundo método requiere como mínimo entre 5 y 8 ensayos para obtener una curva representativa y deben realizarse todos en un mismo día, ya que realizar los ensayos separados en varios días puede suponer que tanto el influente como el fango tengan propiedades diferentes y no se conseguiría una curva realmente representativa. Por ello se trata de un dispositivo altamente automatizado que permite realizar de manera rápida los experimentos necesarios para la calibración de los parámetros cinéticos y estequiométricos de mayor influencia de los modelos de fangos activos del tipo ASM así como para evaluar el funcionamiento del proceso biológico (biodegradabilidad del agua residual, presencia de tóxicos, etc.).

Tal como muestra la figura 3.15 en la que se observa una imagen del dispositivo, éste incluye todos los elementos necesarios para llevar a cabo los experimentos de calibración del fango activo (reactores, tanques, inyector de sustrato, agitadores, aireadores, sondas de oxígeno, pH y temperatura, armario de control, etc.) y además incluye un software de control del equipo que permite la posterior obtención de los valores de los parámetros mediante el ajuste de los resultados experimentales.

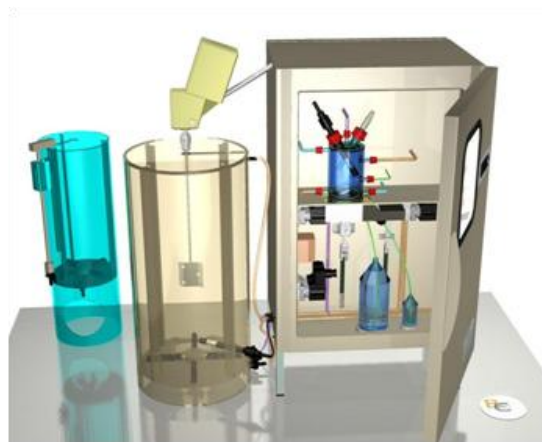


Figura 3.15. Unidad de respirometría BioCalibra.

La figura 3.16 muestra la pantalla principal de este software, desde la cual es posible actuar sobre el dispositivo y configurar los diferentes tipos de experimentos a realizar además de llevar a cabo el análisis de los datos experimentales para la obtención de los valores de los parámetros. Es un software totalmente flexible que permite realizar estas acciones tanto automática como manualmente. Asimismo, es posible configurar diferentes experimentos personalizados de acuerdo con las necesidades de cada usuario.

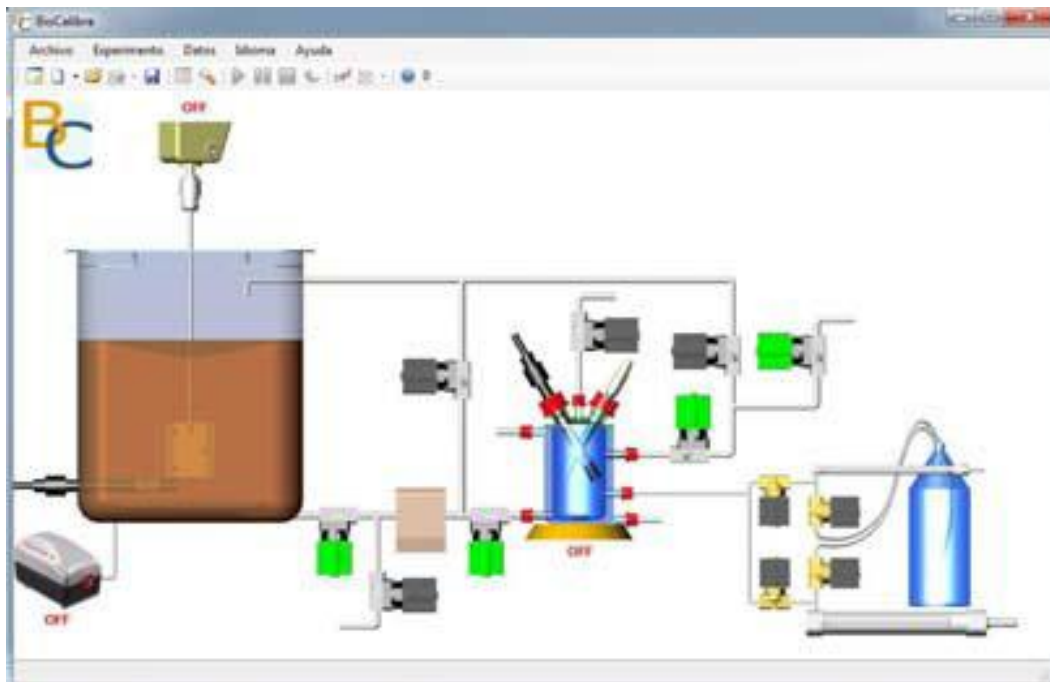


Figura 3.16. Pantalla principal del software del respirómetro BioCalibra.

Al igual que en el caso del respirómetro suministrado por la empresa SURCIS S.L., su funcionamiento se basa en la aplicación de técnicas respirométricas y permite realizar dos tipos de ensayos: respirometrías puntuales que permiten obtener la respuesta del fango activo (cambio en el OUR) frente a la adición de una cantidad determinada de sustrato o inhibidor y respirometrías continuas, que permiten obtener la evolución del OUR con el tiempo.

Una de sus principales ventajas es la capacidad para re-planificar los ensayos a medida que se van obteniendo resultados, de manera que se optimiza el tiempo de análisis, el consumo de reactivos y los recursos técnicos y humanos necesarios, permitiendo así la realización de los ensayos encaminados a obtener los parámetros de Monod tanto para bacterias autótrofas como para bacterias heterótrofas en un tiempo mucho menor al necesario para obtener estos parámetros utilizando un respirómetro convencional.

3.3.3. Análisis físico-químicos

3.3.3.1. Demanda química de oxígeno (DQO)

La DQO se ha determinado mediante el método de oxidación ácida con dicromato a reflujo cerrado y posterior determinación espectrofotométrica al comparar con un patrón de ftalato ácido de potasio (APHA, 1998). Los reactivos necesarios para llevar a cabo este método son: una solución oxidante de dicromato potásico 0,0167 M ($K_2Cr_2O_7$) con adición de 40 g/L de sulfato de mercurio ($HgSO_4$), una disolución de ácido sulfúrico al 98% con adición de 6,6 g/L de sulfato de plata (Ag_2SO_4) y, por otro lado, como patrón se ha utilizado una solución madre de ftalato ácido de potasio 1 mg O_2 /mL ($HOOC_6H_4COOK$), siguiendo la relación de oxidación del ftalato (1 g de ftalato: 1,176 g de O_2).

Para llevar a cabo esta metodología se añaden a unos tubos de oxidación de vidrio con tapón roscado 3 mL de muestra, 2 mL de solución oxidante y 4 mL de la solución ácida, se cierran los tubos y tras agitarlos se dejan 2 horas en un bloque térmico a 150 °C para que la reacción de oxidación química tenga lugar.

Para la valoración final se empleó el método espectrofotométrico en el que se compara la absorbancia del cromo (III) obtenido tras la oxidación con una curva patrón expresada en mg O_2 /L de DQO. En este método, una vez oxidada la muestra,

se determina la absorbancia a 600 nm de longitud de onda en el espectrofotómetro (Helios), obteniendo el dato de DQO al aplicarle la ecuación de la recta obtenida con diluciones seriadas de diferentes concentraciones de patrón. Como blanco se emplea agua destilada exenta de materia orgánica.

3.3.3.2. Demanda biológica de oxígeno a 5 días (DBO₅)

Para la determinación de la DBO₅ se ha empleado el método manométrico (APHA, 1998). Este método determina de forma indirecta el consumo de oxígeno por vía biológica en la muestra mediante la medida de la caída de presión en un frasco herméticamente cerrado. El oxígeno es aportado por el aire retenido en el interior de la botella manométrica, compuesta por un bote de cristal de color topacio para evitar posibles interferencias causadas por la luz, un imán para mantener una mezcla perfecta y facilitar la transferencia del oxígeno, un receptáculo para NaOH en la junta tórica de goma para eliminar el CO₂ generado, un tapón con manómetro incorporado para medir la caída de presión y un agitador magnético.

El análisis consiste en introducir un volumen determinado de muestra dentro del frasco junto con un imán, incorporando en el receptáculo destinado a ello un par de lentejas de NaOH antes de cerrarlo con el manómetro. La agitación facilita la difusión del oxígeno del aire a la muestra, así como la difusión al aire del CO₂ producido por la respiración. El consumo de oxígeno provoca una caída de presión al retirar un volumen de gas del aire, pero esta caída de presión se ve compensada por el CO₂ generado, que es retirado al reaccionar con el NaOH. De este modo la caída de presión es directamente proporcional al consumo de oxígeno, lo cual es registrado y cuantificado por el manómetro.

Para evitar que el consumo de oxígeno por parte de las bacterias autótrofas nitrificantes altere la medida del consumo de oxígeno de las bacterias heterótrofas aerobias y, por tanto, se obtengan valores de DBO₅ superiores a los reales, se emplea aliltiourea (ATU) para inhibir el proceso de nitrificación. Además, antes de

iniciar el análisis y dejar la muestra incubando durante 5 días a 20 °C, es necesario atemperar la muestra a 20 °C.

Para determinar el volumen de muestra que se debe añadir a la botella manométrica, se parte del valor de DQO y la relación existente entre DBO₅ y DQO (factor de biodegradabilidad). Una vez estimado el valor de DBO₅ de la muestra, se puede conocer el volumen a añadir consultando la tabla de volúmenes proporcionada por el fabricante del equipo manométrico. Esta estimación permite asegurar que hay suficiente oxígeno en el interior de la botella como para biodegradar la materia orgánica presente en la muestra.

3.3.3.3. Sólidos en suspensión totales (TSS) y sólidos en suspensión volátiles (VSS)

Para determinar la concentración de sólidos en suspensión en las muestras, se ha empleado el método de filtración-secado-pesada descrito por la APHA (1998). Se trata de un proceso de separación sólido-líquido mediante evaporación en el que se separan los sólidos de la fase acuosa mediante filtración por un tamaño de poro de 0,45 µm. Una vez separados los sólidos se le elimina el agua retenida introduciendo el filtro en una estufa a 105 °C y se seca durante una hora, tiempo tras el cual se deja enfriar en el interior de un desecador y se pesa el filtro con los sólidos secos retenidos. Posteriormente, se introduce nuevamente el filtro en la estufa durante 15 minutos, se enfría y se pesa, repitiendo esta operación hasta obtener un peso constante. La medida se expresa en mg/L mediante la ecuación 3.8.

$$TSS \left(\frac{mg}{L} \right) = \frac{(peso \text{ después estufa} - peso \text{ inicial filtro})}{Volumen \text{ muestra}} \quad [Ec. 3.8]$$

Previamente a la determinación de los sólidos en suspensión debemos preparar los filtros con el objetivo de arrastrar las fibras sueltas y estabilizar el peso de los mismos. Para ello se hace pasar a través del filtro tres volúmenes de agua destilada

y se dejan secar una hora en la estufa a 105 °C. Tras reposar en el desecador, se pesan y se vuelven a meter, se enfrían y se pesan. Esta operación se repite hasta que el peso se mantenga estable. Lo mismo ha de hacerse en la mufla a 550 °C.

Los VSS se han analizado también mediante el método de filtración-secado-pesada descrito anteriormente pero añadiendo una fase posterior de incineración en un horno mufla (APHA, 1998). La determinación se basa en la pérdida de peso de una muestra de sólidos al incinerarla, introduciendo los filtros previamente secados en la mufla a 550 °C, de manera que los compuestos orgánicos se volatilizan tras su combustión, pasando a CO₂ y H₂O, mientras que la materia inorgánica permanece como materia fija. En este caso, se obtiene el valor de los sólidos inorgánicos inertes mediante la ecuación 3.9 y los VSS (ecuación 3.10) como la diferencia entre los sólidos totales y los inertes.

$$ISS \left(\frac{mg}{L} \right) = \frac{(\text{peso después mufla} - \text{peso inicial filtro})}{\text{Volumen muestra}} \quad [\text{Ec. 3.9}]$$

$$VSS \left(\frac{mg}{L} \right) = TSS - ISS \quad [\text{Ec. 3.10}]$$

3.3.3.4. pH

El pH indica la concentración de hidrogeniones (H⁺) presentes en el agua y se expresa como el logaritmo negativo en base 10 de su concentración molar. En este caso se ha utilizado un pH-metro marca Crison modelo pH 25 al que se le realizan calibraciones semanales a valores de pH de 4,01, 7,00 y 9,21.

Para determinar el pH, únicamente es necesario sumergir el sensor en el agua residual mientras se mantiene la muestra con una leve agitación hasta que se obtiene un valor estable de la medida.

3.3.3.5. Conductividad

La conductividad del agua indica su capacidad para conducir la corriente eléctrica, su valor dependerá de la concentración y tipo de iones presentes en la muestra, movilidad, valencia y concentraciones relativas, así como de la temperatura. El valor obtenido se expresa en conductancia o inversa de la resistencia.

Para determinar la conductividad se ha empleado un conductivímetro marca Crison modelo CM 35 con compensación automática de temperatura al que se le realizan semanalmente calibraciones a valores de conductividad de 147 $\mu\text{S}/\text{cm}$, 1413 $\mu\text{S}/\text{cm}$ y 12,88 ms/cm . El análisis se lleva a cabo sumergiendo el conductivímetro en la muestra de agua residual mientras se mantiene una leve agitación hasta obtener un valor estable.

3.3.3.6. Compuestos de nitrógeno

Durante los muestreos intensivos de agua residual influente que se han llevado a cabo para la calibración del modelo de fangos activos, se determinaron los diferentes compuestos de nitrógeno presentes tanto en el influente como en el efluente mediante electrodos selectivos. En este caso, se han empleado tres electrodos selectivos para determinar la presencia de iones amonio, nitrato y nitrito.

Para la determinación del amoníaco según el método del electrodo selectivo 4500-NH₃ F (APHA, 1998), se utilizó un electrodo combinado marca Orion modelo 9512BNWP selectivo al cloruro de amonio y que dispone de una membrana hidrófoba semi-permeable que permite el paso del amonio gas que reacciona provocando un potencial eléctrico registrado por un sensor interno. Al ser combinado, este electrodo no requiere electrodo de referencia externo. El principio de medida se basa en la conversión del amoníaco disuelto (NH₄OH) a NH₃, para lo cual se añade una base fuerte (NaOH) que eleve el pH por encima de 11. El NH₃

formado atraviesa la membrana y es registrado por el electrodo interno. Para la determinación analítica se toman 50 mL de muestra en un vaso de precipitado, se colocan sobre un agitador magnético a bajas revoluciones y se introduce el electrodo. Tras añadir 1 mL de solución de NaOH 10 N, se registra la medida una vez que ésta sea estable.

El segundo de los electrodos es un electrodo Orion 9307BNWP utilizado para determinar el nitrato según el método de ión selectivo 4500-NO₃-D (APHA, 1998). En este caso, para la determinación de la concentración de nitrato es necesario combinar el electrodo de ión selectivo con un electrodo de referencia modelo 402-75 de Labprocess. El sistema de referencia está constituido por una disolución de AgCl con electrolito de KCl. El análisis se lleva a cabo tomando 50 mL de muestra en un vaso de precipitado y añadiendo 1 mL de solución ISA, que es un ajustador de fuerza iónica que es necesario añadir a todas las muestras y estándares con el fin de evitar interferencias debidas a variaciones en la fuerza iónica de fondo. Se coloca sobre un agitador magnético a bajas revoluciones para que se mezcle correctamente y se introducen ambos electrodos. Tras un minuto se toma la medida.

Finalmente, la determinación de nitrito se realiza de manera similar pero con el electrodo selectivo Crisson 96-64, que desarrolla un potencial a través de una membrana polimérica sobre un intercambiador iónico. Como electrodo de referencia se utiliza también el modelo 402-75 de Labprocess, un electrodo de referencia con doble puente, el sistema de referencia está constituido por una disolución de AgCl con electrolito de KCl y como ajustador de fuerza iónica se utiliza una solución de sulfato amónico ((NH₄)₂SO₄).

En este caso se toman 50 mL de muestra en un vaso de precipitado y se le añaden 2 mL de solución supresora de interferencias y 1 mL de ajustador de fuerza iónica, se colocan sobre un agitador magnético a bajas revoluciones para que se mezcle correctamente y se introducen los electrodos. Tras esperar cinco minutos se toma la medida.

Cada uno de los electrodos debe calibrarse en concentraciones de 1, 10 y 100 mg/L de cada ión, calculando la curva a partir de la cual se determina la concentración de iones presentes en la muestra.

3.4. SOFTWARES UTILIZADOS PARA SIMULACIÓN

La aplicación de un modelo que describa los procesos biológicos que tienen lugar en el tratamiento de aguas residuales requiere la implementación de dicho modelo en un simulador (Gall, 1999). Es por ello que a lo largo de esta investigación se han utilizado dos herramientas computacionales para el modelado y simulación de sistemas de depuración biológica. Por un lado, se ha utilizado un simulador comercial ampliamente utilizado denominado WEST y, por otro lado, se ha utilizado un software como es MATHEMATICA que, aunque generalmente se utiliza para la resolución de sistemas de ecuaciones, también permite implementar cualquier modelo constituido por ecuaciones diferenciales algebraicas como son los modelos de fangos activos.

3.4.1. WEST

El simulador WEST es uno de los principales softwares de simulación comerciales existentes actualmente en el mercado y uno de los más utilizados tanto por la comunidad científica como por los ingenieros y operarios de plantas de tratamiento de aguas residuales de todo el mundo. Este software utiliza modelos matemáticos que representan de manera fiable los sistemas reales, obteniéndose predicciones válidas de las principales variables del sistema.

Las cuatro partes fundamentales en las que se divide el programa son:

- *Manager*: es una herramienta de organización de los ficheros que se manejan en WEST.

- *Model Editor*: esta aplicación posibilita modificar los modelos matemáticos utilizados o añadir otros nuevos. MSL (Model Specification Language) es el lenguaje de programación utilizado para su desarrollo.
- *Configuration Environment*: es una herramienta gráfica para la construcción de modelos complejos creados a partir de la unión de modelos de sistemas más sencillos. Una vez creada la configuración y compilada en esta aplicación, está preparada para ser ejecutada en el entorno de experimentación.
- *Experimentation Environment*: es la herramienta de definición y ejecución de las simulaciones. La configuración de planta creada en el entorno de configuración es simulada en esta aplicación bajo diferentes condiciones de operación seleccionadas por el usuario.

Los pasos a seguir cuando se desea implementar y simular una planta real en WEST son:

1. Configuración del proceso de tratamiento de aguas residuales en el simulador: consiste en configurar gráficamente el diseño físico del sistema que se desea modelar y sus características (tamaño de las unidades, caudales, etc.), se trata de una representación gráfica de la planta a modelar sin especificar nada de su comportamiento. El entorno gráfico ofrece una gran flexibilidad en la creación de gráficos para poder configurar sistemas complejos añadiendo las distintas unidades que lo componen y compilando posteriormente los modelos unitarios de cada una de estas unidades para obtener el modelo global. La figura 3.17 muestra el diagrama de la instalación de MF tal y como se ha introducido en el programa para su simulación.

2. Una vez que se ha construido gráficamente, cada componente de esta configuración debe unirse a un modelo que consiste en una colección estructurada de ecuaciones algebraicas diferenciales (DAEs) y que representa el comportamiento de los componentes en cuestión, en función del tiempo.
3. Seguidamente se compila el modelo completo enlazando el conjunto de modelos unitarios seleccionados que, junto con los valores de los parámetros seleccionados por el usuario, especifica el comportamiento dinámico del modelo.
4. Es necesario recoger datos de las características del agua residual influente real, del funcionamiento de la instalación, de las condiciones de operación y datos hidráulicos para definir el sistema en el simulador. Así mismo, es necesario seleccionar la duración de la simulación antes de ejecutarlo, obteniéndose los resultados en forma gráfica o tabular, tal y como se muestran en la figura 3.18.
5. Para conseguir predicciones veraces de un determinado sistema experimental, es preciso calibrar y verificar el modelo seleccionado para simular el sistema. Una vez que el simulador ha sido correctamente calibrado y validado, puede ser utilizado para un sistema en particular.

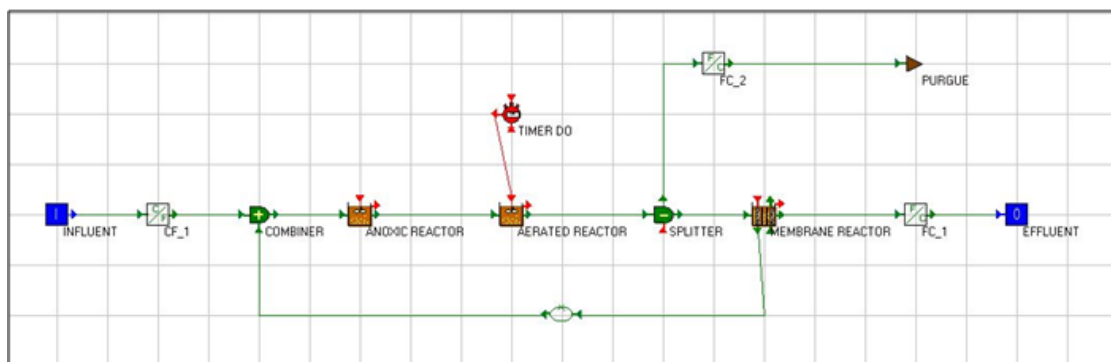


Figura 3.17. Configuración de la instalación de MF en WEST.

La calibración en WEST del modelo ASM3 (Gujer *et al.*, 1999) antes de llevar a cabo el análisis de escenarios, se ha llevado a cabo siguiendo las recomendaciones del protocolo WERF (Melcer *et al.*, 2003), según el cual, cuando se utiliza un simulador comercial es aconsejable seguir los siguientes pasos para una calibración escalonada que permita exactitud en los resultados y evite continuas iteraciones para ajustar distintos parámetros una y otra vez:

1. Introducir la configuración de la instalación en el simulador, suponiendo características típicas del influente y valores por defecto de los parámetros del modelo.
2. Especificar en primer lugar datos de temperatura, caudales de entrada y características conocidas del influente: DQO, alcalinidad, etc.
3. Calcular S_I a partir de los datos de DQO del efluente filtrado y modificar las características del influente.
4. En el caso de instalaciones convencionales, ajustar a continuación la concentración de sólidos en el efluente modificando el % de eliminación de sólidos o parámetros de sedimentación del fango hasta que los TSS predichos coincidan con los observados.
5. Si hay datos de la concentración de sólidos del influente, tanto de TSS como de VSS, puede comprobarse la información sobre la purga y ajustar el caudal de fango purgado en función del balance másico de los sólidos. Si no coinciden, puede deberse a varios motivos:
 - Datos de purga incorrectos (la más frecuente).
 - Adición química a la planta (genera más inorgánicos en los TSS).
 - Error en la calibración del modelo de bio-P.
 - Inorgánicos generados por precipitación espontánea.
 - Error en los datos de recirculación que implica errores en los TSS.

6. Comprobar la eliminación de DBO, realizar ajustes en los parámetros de crecimiento aerobio, si se requieren y asegurarse de que los caudales, los volúmenes de las unidades y las concentraciones de OD están correctamente especificadas.
7. Comprobar las predicciones del modelo para VSS (y OUR si están disponibles). Si no se ajusta, es necesario modificar X_l , ya que al aumentar X_l para una misma DQO del influente se producirá más fango y disminuirá la demanda de oxígeno.
8. Comprobar la nitrificación y el perfil de amonio en el biorreactor, ajustar $\mu_{A,max}$ para alcanzar la concentración de amonio deseada en el efluente.
9. Comprobar el perfil de nitrato para afinar las predicciones de la desnitrificación. Examinar para ello los siguientes parámetros:
 - Fracción de S_S en el influente.
 - Asegurarse de que el modelo aplica rendimientos aerobio y anóxico separados en sistemas con nitrificación/desnitrificación.
 - Reducir el valor del rendimiento heterótrofo anóxico si se añaden cantidades significativas de metanol.
10. Si no se puede conseguir un ajuste razonable entre los datos y las predicciones del modelo, hay que asegurarse de que los datos de la instalación son de calidad y de que no se ha intentado ajustar un proceso que no existe en el modelo.

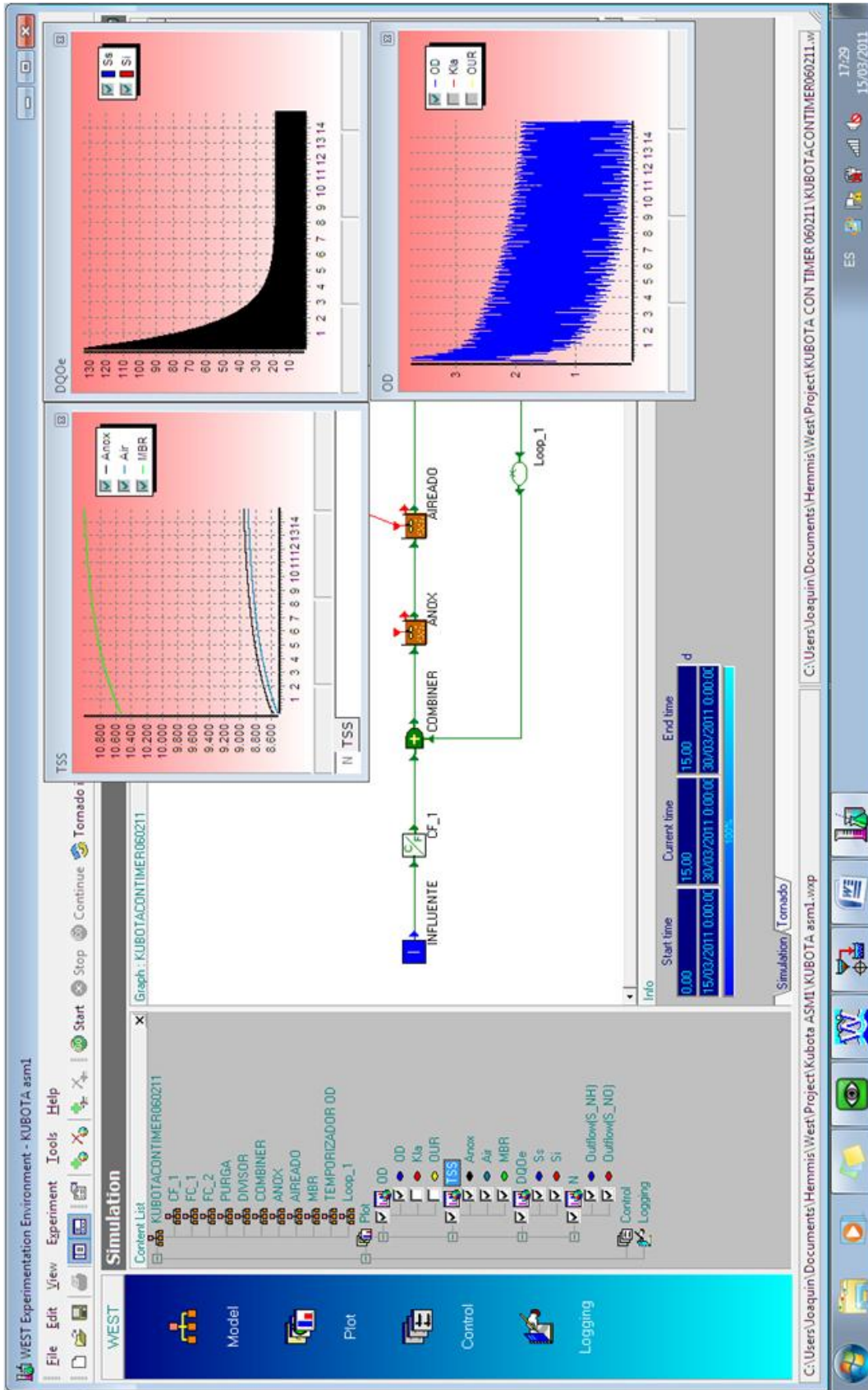


Figura 3.18. Resultados de las simulaciones en WEST.

Además de simular un sistema de tratamiento de aguas residuales tanto en estado estacionario como en dinámico, es posible llevar a cabo análisis de sensibilidad locales en este simulador. Estos análisis se han realizado basados en el diagrama de la instalación de MF bajo las condiciones operacionales descritas en la tabla 3.4.

Tabla 3.4. Condiciones operacionales para el análisis de sensibilidad.

PARÁMETRO DE FUNCIONAMIENTO	VALOR
Q_{in} , m ³ /d	10,80
Q_{ef} , m ³ /d	10,33
Q_p , m ³ /d	0,46
Altura de lámina de agua, m	5,00
V_{an} , m ³	3,61
V_{ai} , m ³	8,83
V_{MBR} , m ³	3,89
SRT, d	35,00
HRT, h	35,00
Rango de temperatura, °C	15,00-20,00
OD, mg/L	0,50 - 1,50
Carga orgánica volumétrica, kgDQO/m ³ d	0,77

Para llevar a cabo los análisis de sensibilidad en WEST es necesario seleccionar los binomios parámetro de entrada/variable de salida que se quieren evaluar. Además, es necesario indicar el factor de perturbación (f) y el factor de control (c) de cada uno de estos binomios para que el programa lleve a cabo tres simulaciones en las que los valores de dicho parámetro serán:

1. Simulación de referencia en la que se utiliza el valor por defecto.
2. Simulación de perturbación en la que se usa el valor de referencia multiplicado por $(1+f)$.
3. Simulación de control que utiliza el valor de referencia multiplicado por $(1+f \cdot c)$.

Como resultado de las tres simulaciones llevadas a cabo para cada binomio se obtienen tres gráficas, la primera de ellas muestra el valor de la variable de salida

en la simulación de referencia y en la simulación de perturbación, la segunda muestra los valores de sensibilidad relativa de la variable de salida en función del parámetro seleccionado, tanto para la simulación de perturbación como para la de control con el fin de comprobar que son similares, lo que implica que se cumple la suposición de linealidad y la tercera gráfica muestra las sensibilidades absolutas (Figura 3.19).

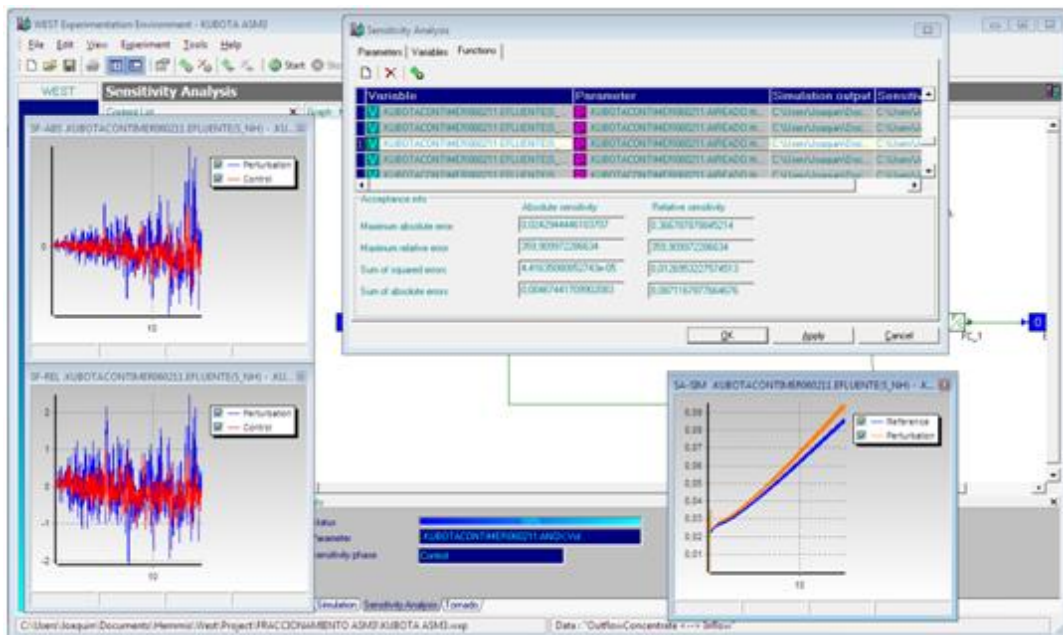


Figura 3.19. Resultados del análisis de sensibilidad en WEST.

Las funciones de sensibilidad relativas medias (FSR) se han calculado según la ecuación 3.11, dónde Y es la variable de salida y k es el parámetro a evaluar.

$$FSR = \frac{k \Delta Y}{Y \Delta k} \quad [\text{Ec. 3.11}]$$

Además, el simulador proporciona datos del error máximo absoluto, el error máximo relativo, la suma de errores cuadrados y la suma de errores absolutos para evaluar la diferencia entre las sensibilidades tanto absoluta como relativa entre las simulaciones de perturbación y de control y se obtienen dos archivos para cada binomio analizado. El primero de ellos recoge los valores de sensibilidades

absolutas y relativas tanto de la simulación de perturbación como de la simulación de control y el segundo muestra los resultados de la variable seleccionada en las tres simulaciones (referencia, perturbación y control).

3.4.2. MATHEMATICA

Como se mencionó anteriormente, comúnmente está considerado como un sistema de álgebra computacional. Sin embargo, MATHEMATICA es también un poderoso lenguaje de programación de propósito general que, puede ser utilizado en multitud de aplicaciones y que desde su lanzamiento a finales de los 80, se extendió principalmente en los ámbitos de la física, las matemáticas y la ingeniería.

Se divide en 2 partes principales, el núcleo o *kernel* que desempeña los cálculos y la interfaz que despliega los resultados y permite al usuario interactuar con el núcleo como si fuera un documento. El lenguaje de programación de MATHEMATICA está basado en re-escritura de términos (computación simbólica) y soporta el uso de programación funcional y de procedimientos, está implementado en una variante del Lenguaje de programación C orientado a objetos, pero el grueso del extenso código de librerías está en realidad escrito en un lenguaje propio que puede ser usado para extender el sistema algebraico, pudiendo añadirse códigos nuevos.

Las características principales de este software son:

1. Automatización: aplica automatización inteligente en cada parte del sistema, desde la selección algorítmica hasta sus diseños de gráficos.
2. Integración en una única plataforma, no requiere agregados.
3. Metodología híbrida numérico-simbólica, asegurando la resolución de problemas que son insolubles con métodos numéricos tradicionales y números de limitada precisión.
4. Lenguaje multiparadigma de programación.

5. Mantiene todos los elementos de un proyecto: cálculos, visualizaciones, datos, documentación e incluso aplicaciones interactivas en documentos con una flexibilidad única. Evita la necesidad de un programa para procesar datos, otro para visualizarlos y un tercero para presentarlos interactivamente, ya que MATHEMATICA lo hace todo.
 6. Dispone de:
 - Bibliotecas de funciones elementales y especiales para matemáticas.
 - Herramientas de visualización de datos en 2D y 3D.
 - Capacidad para solucionar sistemas de ecuaciones, ya sea ordinarias, parciales o diferenciales, así como relaciones de recurrencia y algebraicas en general.
 - Herramientas numéricas y simbólicas para cálculo de variable continua o discreta.
 - Estadística multivariable.
 - Lenguaje de programación que soporta programación funcional.
 - Herramientas para análisis y visualización y también para procesamiento de imágenes.
 - Capacidad de importación y exportación de información de datos, imágenes, vídeo y sonido, intercambio de documentos en general.
 - Una colección de bases de datos incluidas de matemáticas, ciencia e información socio económica (astronomía, diccionarios, clima, poliedros, países, instrumentos financieros, componentes químicos, el genoma humano, entre otros).
 - Soporte para variable compleja, aritmética de precisión infinita y computación simbólica para todas las funciones incluidas.
 - Interfaz de tipo documento que permite la reutilización de entradas y salidas previas, incluidas gráficas y anotaciones de texto.
 - Funcionalidad como procesador de palabras técnico (cuaderno de notas), incluyendo un editor de fórmulas.
-

3.5. TRATAMIENTO DE DATOS Y ANÁLISIS ESTADÍSTICO

Se ha previsto en cada instalación experimental de un sistema de automatización y control basado en el control mediante un PLC y un sistema de supervisión basado en SCADA Intouch (Wonderware v.10) comunicados entre sí por ethernet. El sistema SCADA además del sistema de supervisión tradicional Intouch (Wonderware v.10) incluye las herramientas de bases de datos INSQL, (SQL adaptado industrial) y active Factory 9.2 para la elaboración de informes en entornos web.

La cantidad de datos que se acumulan diariamente y el número tan elevado de variables obliga a gestionar una cantidad de datos muy importante. La única manera de manejarlos es mediante un software específico de gestión de datos, por lo que se dispone de licencia para el Active Factory 9.2, programa a través del cual se tratan estadísticamente los datos, se obtienen gráficas, y en resumen, se facilita la labor de discusión y obtención de conclusiones.

Por otro lado, para el tratamiento estadístico de los datos obtenidos se emplearon varios programas: Microsoft Excel, STATGRAPHICS Versión 3.0 (STSC, Rockville, MD, USA) y SPSS 15.0 (IBM SPSS Statistics) bajo licencia de la Universidad de Granada.

Las fases de estudio obtenidas son comparadas en base a los parámetros operacionales controlados durante el estudio. Dicho análisis comparativo se basa en un análisis de varianza (ANOVA) de una vía para evaluar la homogeneidad de la varianza con un nivel de significancia del 95 % (p-valor inferior a 0,05), siendo la variable dependiente el parámetro a estudiar y la independiente la fase de estudio. De esta forma se determina la presencia de diferencias estadísticamente significativas entre grupos. Además se realizó el Test de Rangos Múltiples (TRM) para determinar las fuentes de variación entre fases de los análisis ANOVA de una vía.

Además de estos análisis, se llevaron a cabo análisis multivariantes de los parámetros operacionales que afectan a las constantes cinéticas $b_{H,02}$ e Y_H , con la finalidad de analizar simultáneamente conjuntos de datos en los que hay varias variables medidas para cada individuo u objeto estudiado. Existen varios tipos de técnicas multivariantes, métodos de dependencia, de interdependencia o estructurales. Los primeros han sido los que se han aplicado en este caso y son aquellos que suponen que las variables analizadas se dividen en variables dependientes y variables independientes y su objetivo es determinar si el conjunto de variables independientes afecta a las variables dependientes y de qué forma. Ejemplos de este tipo de análisis son: ANOVA, ANCOVA, MANOVA, MANCOVA, análisis de regresión o análisis discriminante.

Así pues, se han llevado a cabo por un lado análisis de varianza multifactorial (MANOVA) con un nivel de significancia del 95 % (p -valor $< 0,05$) para determinar los parámetros operacionales o factores que más influyen sobre las constantes de crecimiento y decaimiento de la biomasa heterótrofa. Este test descompone la variabilidad del parámetro en distintas contribuciones debidas a varios factores y se mide la contribución de cada factor tras eliminar los efectos de todos los demás factores. Es un análisis muy apropiado cuando se desea determinar si los distintos niveles de un determinado factor inciden en los valores de una variable cuantitativa.

Por otro lado, se han realizado análisis de regresión lineal, que es una técnica estadística utilizada para estudiar la relación entre variables cuantitativas. Tanto en el caso de dos variables (regresión *simple*) como en el de más de dos variables (regresión *múltiple*), el análisis de regresión lineal puede utilizarse para explorar y cuantificar la relación entre una variable llamada dependiente o criterio y una o más variables llamadas independientes o predictoras, así como para desarrollar una ecuación con fines predictivos. Este análisis es especialmente apropiado siempre que la calidad de los datos lo permita para el análisis de dependencia univariante o multivariante. Su precisión, refinamiento y potencia de análisis son muy superiores a las de otras técnicas de análisis de dependencia, permitiendo la

realización de ejercicios de simulación y predicción. Como contrapartida, su aplicación supone una importante complejidad.

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1. ANÁLISIS PREVIOS

4.1.1. Análisis comparativo entre instalaciones experimentales con diferente membrana.

Durante la etapa inicial de esta investigación se llevó a cabo un análisis previo para comparar el funcionamiento de ambas instalaciones experimentales (microfiltración y ultrafiltración) trabajando en paralelo bajo las mismas condiciones operacionales y alimentadas con el mismo agua residual. Aunque la instalación de UF entró en funcionamiento meses antes de que lo hiciera la de MF, una vez puestas en marcha y superado el periodo mínimo de estabilización (tres veces el SRT de operación), se analizó el comportamiento de ambas instalaciones trabajando bajo las mismas condiciones de carga orgánica, temperatura, SRT, HRT y altura de la lámina de agua (Tabla 4.1). Las diferencias en las dimensiones de los reactores biológicos de cada una de las instalaciones experimentales obligaron a establecer unos caudales adecuados para hacer coincidir las variables operacionales anteriores, a excepción de la temperatura del fango activo, que fue ligeramente mayor para la instalación de UF debido a los diferentes tamaños de los biorreactores (Tabla 4.1).

La tabla 4.2 resume las principales características del influente durante esta fase de estudio. Se trata del agua residual urbana procedente de la EDAR Granada-Sur tras pasar por las etapas de pre-tratamiento de la misma (eliminación de gruesos mediante tamizado de 3 mm, desarenado y desengrasado), cuyas características se mantuvieron relativamente constantes y, por ende, también la carga contaminante.

Tabla 4.1. Condiciones operacionales de las instalaciones de UF y MF durante la fase de análisis comparativo.

VARIABLE	UF	MF
Máxima capacidad de tratamiento, m ³ /d	108	24
Q _{in} , m ³ /d	18,48 ± 0,75	8,81 ± 0,10
Q _{ef} , m ³ /d	17,96 ± 0,37	9,22 ± 0,04
Q _p , m ³ /d	1,32 ± 0,59	0,60 ± 0,46
HRT, h	33,01 ± 0,82	33,36 ± 0,25
SRT, d	19,73 ± 0,24	20,40 ± 1,54
Temperatura media, °C	20,27 ± 0,71	19,00 ± 0,74
Ratio F/M, mg COD/mg TSS d	0,105 ± 0,01	0,129 ± 0,02
Fracción anóxica, %	24,1	25,03
V _T , m ³	28,16	13,21
Altura de lámina de agua reactor aireado, m	3,75	3,75
Concentración de OD, mg/L	0,50-2,00	0,50-2,00
Tipo de membrana	Fibra hueca	Plana
Configuración	Inmersión vertical	Inmersión vertical
Tamaño medio de poro, µm	0,034	0,4
Material de la membrana	PVDF	PE
Superficie de filtración, m ²	94,68	40
Flujo hidráulico medio, L/h m ²	10,56	12
Ratio de recirculación, N	7Q	4Q
Mecanismos de limpieza de la membrana	Contralavado y relax	Relax
Frecuencia de limpieza seg/seg	300/30	480/120

Tabla 4.2. Características del agua residual durante la fase comparativa.

PARÁMETRO	VALOR MEDIO
TSS, mg/L	554,35 ± 31,80
VSS, mg/L	306,62 ± 35,03
DQO total, mg/L	714,79 ± 61,61
DQO soluble, mg/L	284,24 ± 14,19
DBO ₅ total, mg/L	554,35 ± 31,80
DBO ₅ soluble, mg/L	270,02 ± 15,52
Nitrógeno total, mg/L	80,50 ± 6,20
Fósforo total, mg/L	16,90 ± 1,60
pH	7,58 ± 0,06
Conductividad, µS/cm	990,00 ± 30,00

Puesto que las condiciones operacionales fueron similares, la principal diferencia entre las dos instalaciones fue el tamaño de poro de la membrana, lo que define su grado de selectividad. Las membranas de UF, con tamaños de poro inferiores a los de las membranas de MF, alcanzan en teoría mayores niveles de separación (especialmente en lo relativo a bacterias y virus). Sin embargo, según los resultados obtenidos por Hong *et al.* (2002), la permeabilidad de la membrana disminuye más rápidamente cuanto mayor es el tamaño de poro o su porosidad, ya que éstos se bloquean más fácilmente y aumenta el espesor de la capa de depósitos acumulados sobre la membrana, es decir, que las membranas de MF retienen más de lo que le correspondería por su tamaño de poro y se asemejan a las membranas de UF debido a esta capa de depósitos formada sobre su superficie (Lu *et al.*, 2001; Choi *et al.*, 2005; Hocaoglu *et al.*, 2013). La selección del tipo de membrana determina aspectos de configuración del sistema como el caudal de recirculación, así como la frecuencia de las limpiezas químicas y el uso o no de contralavados.

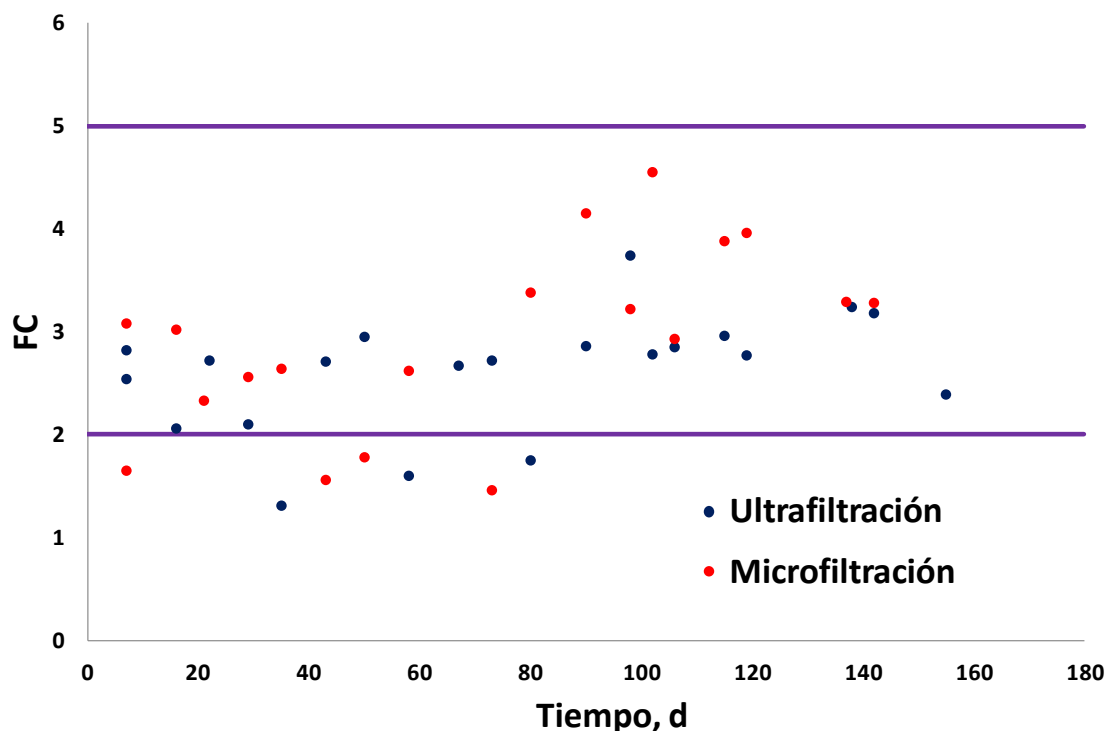
Por todos estos motivos, es necesario determinar si la selección de una u otra membrana afectarán al proceso, a la calidad del efluente obtenido y/o a los requerimientos del sistema, analizándose además de los porcentajes de eliminación, las características del efluente y del fango obtenidos y el cumplimiento de los límites impuestos por la normativa vigente (R. D. 509/96) en cuanto a las concentraciones de materia orgánica y sólidos en suspensión a la salida de cada instalación. La actividad de la biomasa se ha caracterizado mediante técnicas de respirometría.

En primer lugar, para llevar a cabo una valoración global del proceso y del estado del fango activo de cada una de las instalaciones, se determinó el factor de carga (FC) definido por Sharman (2009). Este factor indica la relación entre el OUR correspondiente al fango activo procedente del inicio del proceso biológico (FED OUR) y el OUR correspondiente al fango activo del final del proceso biológico (UNFED OUR). En función del valor de FC obtenido y según la tabla 4.3, se puede establecer un diagnóstico sobre el estado general del proceso.

Tabla 4.3. Diagnóstico de una EDAR en función del FC (Sharman, 2009).

FACTOR DE CARGA	DIAGNÓSTICO
$FC < 1$	Carga inhibitoria o presencia de tóxicos
$1 < FC < 2$	Bajo rendimiento o baja carga
$2 < FC < 5$	Carga aceptable
$FC > 5$	Posible sobrecarga

Los resultados de FC obtenidos para cada una de las instalaciones experimentales se muestran en la figura 4.1, donde se observa que en la mayoría de los casos se obtienen valores de FC en el rango de carga aceptable, con un valor medio de $2,61 \pm 0,57$ para la instalación de UF y $2,91 \pm 0,89$ para la instalación de MF y sin diferencias estadísticas significativas entre ellas (p-valor 0,0783). Únicamente durante la primera mitad del periodo se obtuvieron para ambas instalaciones algunos valores inferiores a 2,00, que son indicativos de un bajo rendimiento del proceso.

**Figura 4.1.** Factor de carga (FC) durante la fase comparativa.

Los ensayos OUR realizados con fango del inicio del proceso biológico, es decir, con fango procedente del reactor anóxico, permiten también estimar el valor de la tasa de desnitrificación o tasa de consumo de nitrato (NUR). Generalmente se aplica un factor de corrección al rendimiento heterótrofo en condiciones aerobias para estimar su rendimiento en condiciones anóxicas. En este caso, utilizando el valor dado por Eckenfelder y Musterman (1995) se puede estimar el valor de NUR (g N-NO₃/g VSS d) a partir del valor del OUR específico del ensayo en condiciones aerobias (SOUR, g O₂/g VSS d) y de dicho factor.

En la figura 4.2 se observa una tendencia clara de la tasa de desnitrificación a disminuir a lo largo del periodo estudiado y, aunque durante la primera etapa, los valores obtenidos para la instalación de MF eran claramente superiores a los de la instalación de UF, ambas tienden a estabilizarse alcanzando valores muy similares al final de este periodo. Los valores medios obtenidos fueron de $3,10 \pm 1,28$ g N-NO₃/g VSS d para la instalación de UF y de $4,96 \pm 2,22$ g N-NO₃/g VSS d para la instalación de MF, con diferencias estadísticas significativas entre ambas instalaciones (p-valor 0,022). La evolución temporal de estos resultados coincidió con una disminución en la temperatura ambiente y, por consiguiente, también en la temperatura en el interior de los biorreactores, motivo por el cual disminuye la actividad de la biomasa.

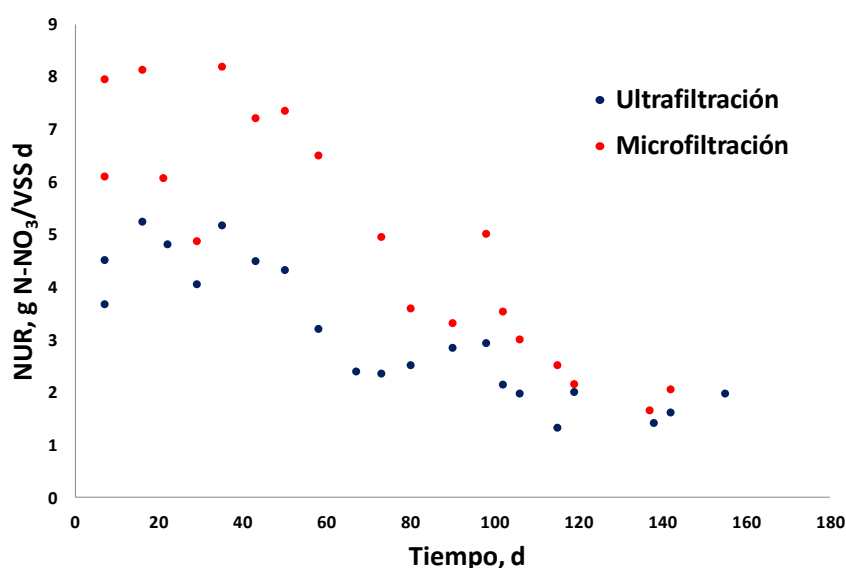


Figura 4.2. Tasa de desnitrificación (NUR) durante la fase comparativa.

Las figuras 4.3 y 4.4 muestran la concentración de DQO en el efluente y el porcentaje de eliminación de DQO, respectivamente, poniendo de manifiesto el hecho de que durante esta primera fase, la eficacia del proceso fue elevada para ambas instalaciones con independencia de las variaciones de DQO en el influente (entre 200 y 900 mg/L) o de la concentración de TSS en el biorreactor (ver figura 4.5). La concentración media de DQO en el efluente fue de $22,00 \pm 10,01$ mg/L para la instalación de UF y de $24,95 \pm 12,11$ mg/L para la de MF, sin diferencias estadísticas significativas entre ellas (p-valor 0,4513). Teniendo en cuenta que los valores máximos obtenidos fueron 55,00 y 62,00 mg/L, respectivamente, es posible afirmar que, según el R. D. 509/96, por el que se regula la calidad de las aguas residuales, no se presentan problemas en el vertido del agua producida en ninguna de las instalaciones.

Por otro lado, los porcentajes medios de eliminación de DQO fueron $96,85 \pm 0,73$ % para la instalación de UF y $96,61 \pm 0,39$ % para la instalación de MF, sin diferencias estadísticas significativas entre ellas (p-valor 0,4653).

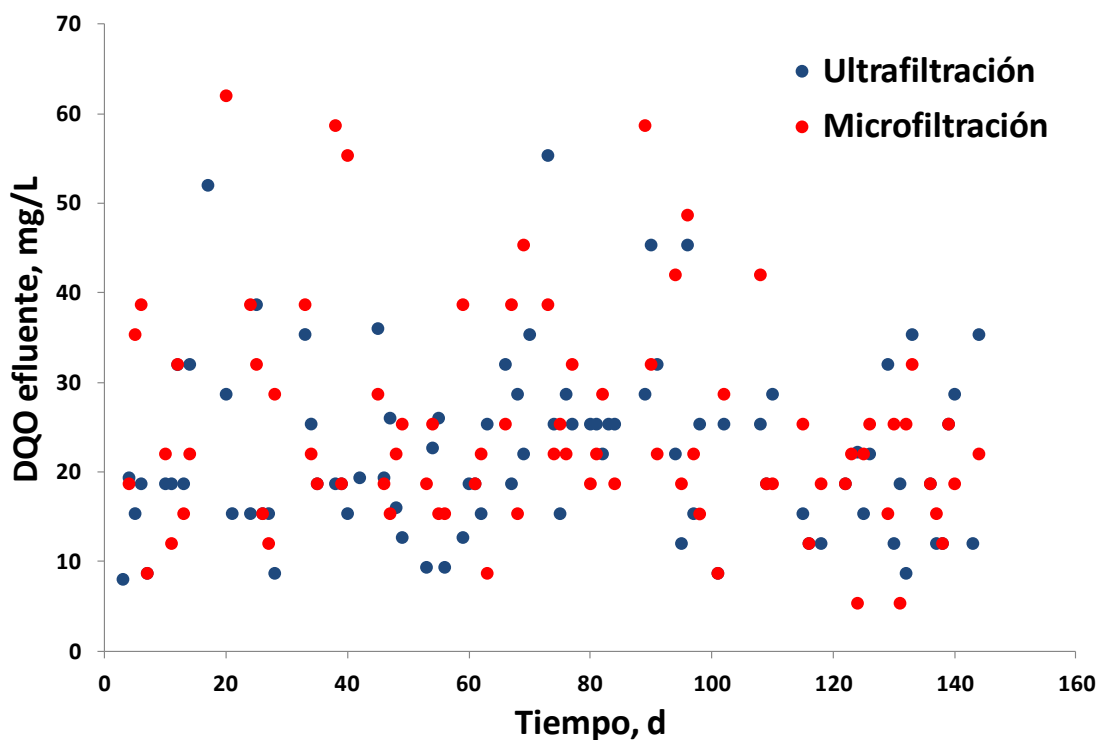


Figura 4.3. Concentración de DQO en el efluente durante la fase comparativa.

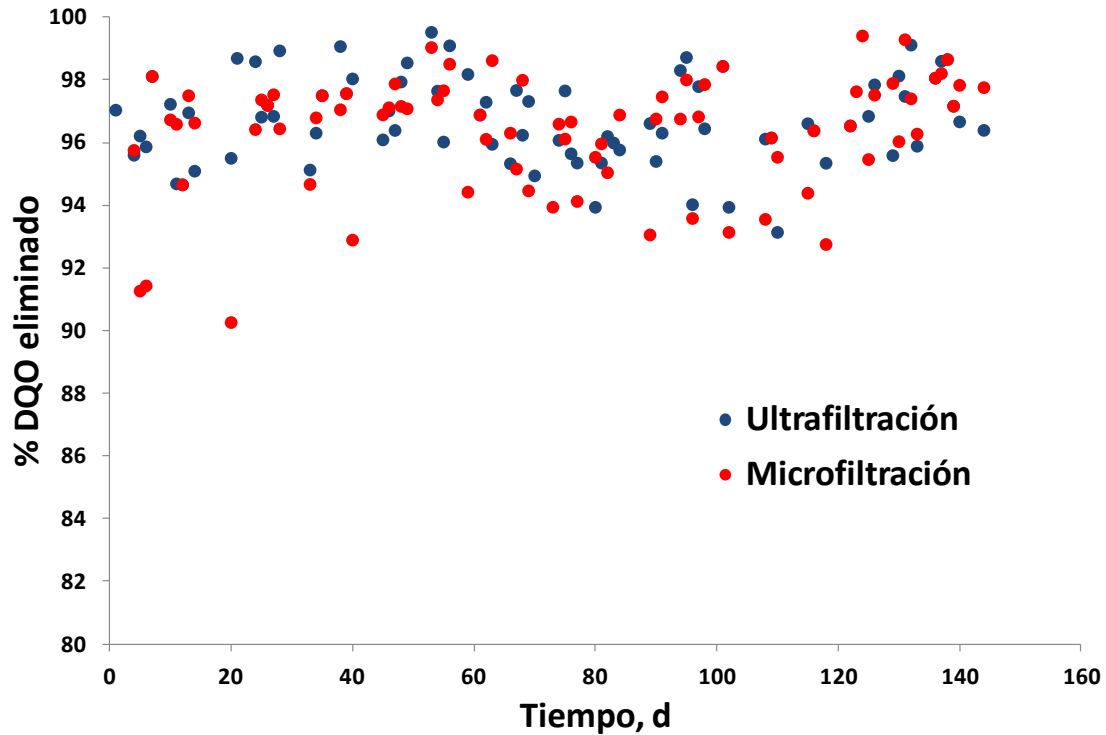


Figura 4.4. Eficacia en la eliminación de DQO durante la fase comparativa.

Estos resultados confirman el hecho de que la tecnología de membranas empleada no interfiere en el proceso de depuración a nivel de eliminación de materia orgánica, obteniéndose siempre un efluente de alta calidad y muy estable frente a variaciones de carga, afirmación que coincide con resultados presentados por otros autores (Mohammed *et al.*, 2008; Arévalo *et al.*, 2009; Kent *et al.*, 2011), que pusieron de manifiesto la elevada eficacia de sistemas MBR en cuanto a la capacidad de eliminación de DQO.

La caracterización de los efluentes obtenidos en cada una de las instalaciones se completó llevando a cabo ensayos de respirometría para determinar la concentración de materia orgánica biodegradable residual. Estos resultados pusieron de manifiesto el hecho de que durante la fase comparativa, en ambas instalaciones se eliminó prácticamente la totalidad de la DQO soluble biodegradable del influente y que la DQO del efluente era inerte en su mayoría, ya que los valores medios de DQO biodegradable en el efluente fueron de $5,36 \pm 1,74$

mg/L para la instalación de UF y de $8,57 \pm 2,72$ mg/L en el caso del efluente de la instalación de MF, sin diferencias estadísticas significativas (p-valor 0,7361). Además, el 68 % y el 42 % de estos ensayos respirométricos con efluente de las instalaciones de UF y MF respectivamente presentaron valores de DQO biodegradable iguales a cero.

En relación a las concentraciones de TSS del fango activo (Figura 4.5), se observó que al inicio de este periodo comparativo las concentraciones de TSS aumentaron en ambas instalaciones de diferente manera, debido a que el punto de partida y el estado inicial fue diferente para cada una de ellas. Como resultado, los ratios F/M también mostraron diferencias entre ambas instalaciones, pero al final del periodo de estudio se alcanzaron niveles de TSS similares, lo que permite asegurar que aunque difiera la configuración, tras permanecer en funcionamiento durante un periodo suficientemente largo bajo las mismas condiciones operacionales, tienden a estabilizarse en un estado estacionario similar.

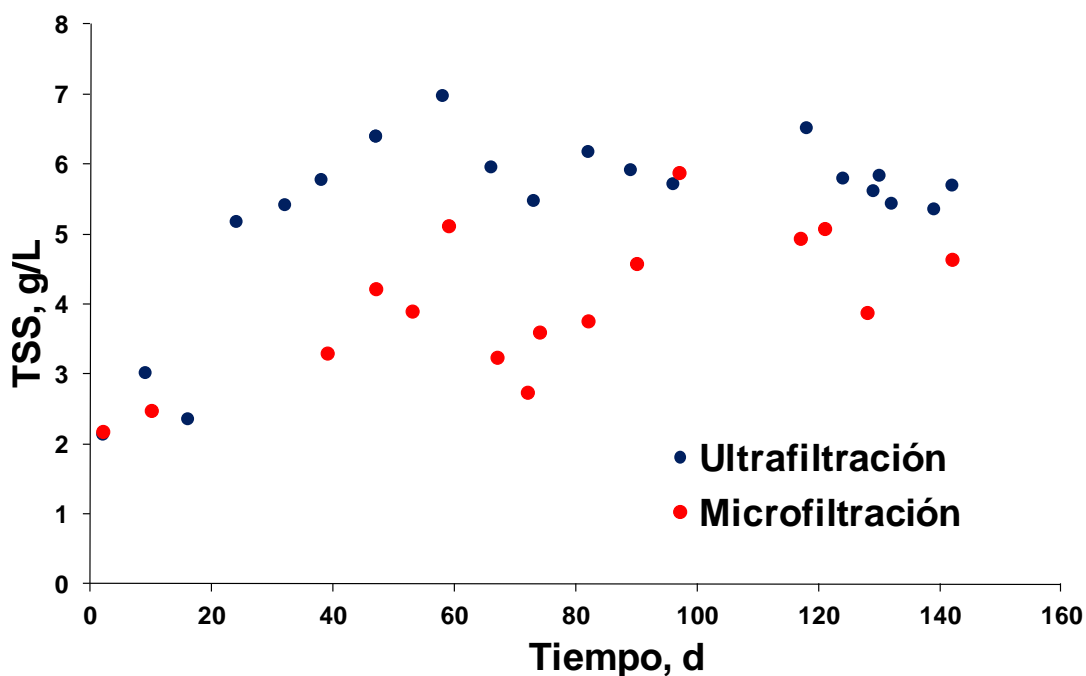


Figura 4.5. Concentración de TSS en el biorreactor durante la fase comparativa.

Generalmente, la fase de puesta en marcha de instalaciones de tratamiento de aguas residuales no ha recibido una gran atención a pesar de ser una parte importante del proceso (Ferraris *et al.*, 2009). En plantas de tratamiento convencionales, la eficacia del tratamiento suele ser baja hasta que se alcanza una concentración de biomasa con buenas propiedades de sedimentación, pero en el caso de los sistemas MBR, tal y como han demostrado estos resultados, dado que no se pierde biomasa en el efluente, el tiempo requerido para alcanzar un funcionamiento estable es menor e incluso durante periodos inestables o de puesta en marcha, la capacidad de eliminación de DQO es superior al de instalaciones convencionales (Ferraris *et al.*, 2009), tanto si se emplean membranas de UF como de MF, pese a que es precisamente durante la etapa inicial cuando tiene lugar un ensuciamiento más severo de las membranas (Li *et al.*, 2013).

La actividad de la biomasa se evaluó durante este tiempo mediante el análisis de la tasa máxima de respiración ($R_{s,max}$) alcanzada durante los ensayos respirométricos en los que se utilizó acetato sódico como sustrato (Figura 4.6). Estos ensayos aportan información sobre el estado del fango activo y su actividad, obteniendo valores medios de la tasa de respiración máxima de $3,70 \pm 0,49$ mg O₂/g h para el fango activo procedente de la instalación de UF y de $3,69 \pm 0,59$ mg O₂/g h para el fango activo procedente de la instalación de MF, sin diferencias estadísticas significativas entre los resultados de ambas instalaciones (p-valor 0,964).

Por otro lado, la duración del ensayo, es decir, el tiempo que necesita el fango activo para consumir una cantidad determinada de un mismo sustrato como el acetato sódico, también proporciona información sobre su estado (Figura 4.7). En este caso, la duración media de los ensayos de la instalación de UF fue de 1333 ± 137 segundos y en el caso de la instalación de MF fue de 1355 ± 218 segundos, sin diferencias estadísticas significativas entre ambas (p-valor 0,963). La tendencia en ambos casos fue que la duración del ensayo disminuya al aumentar tanto el valor de Y_H como la temperatura, demostrando que a mayores temperaturas aumenta la actividad biológica.

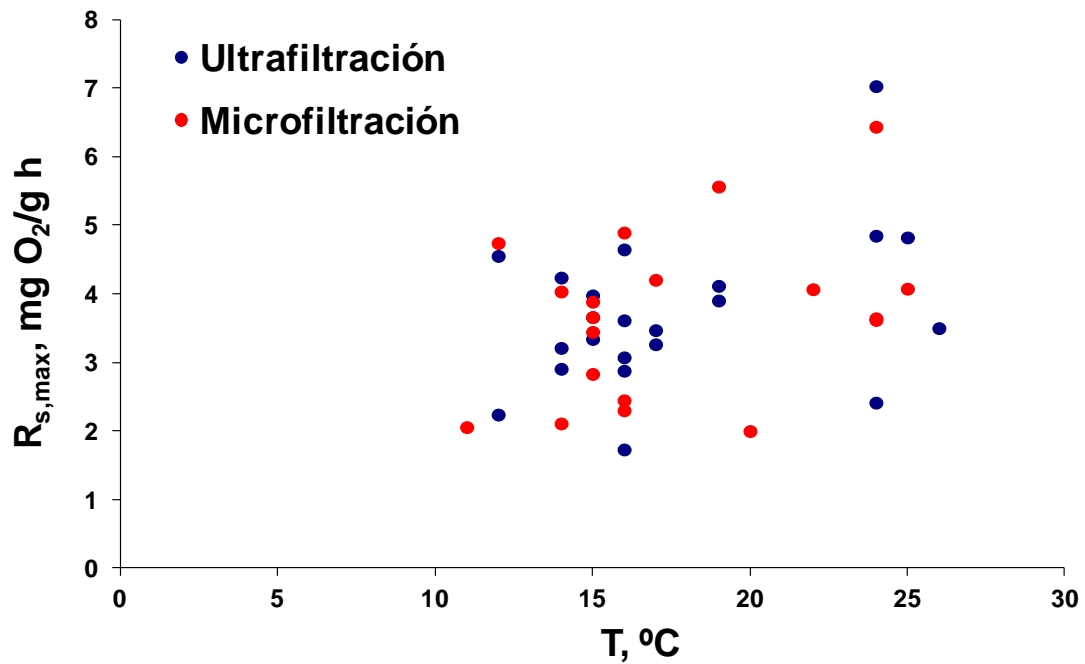


Figura 4.6. Tasa máxima de respiración ($R_{s,max}$) durante la fase comparativa.

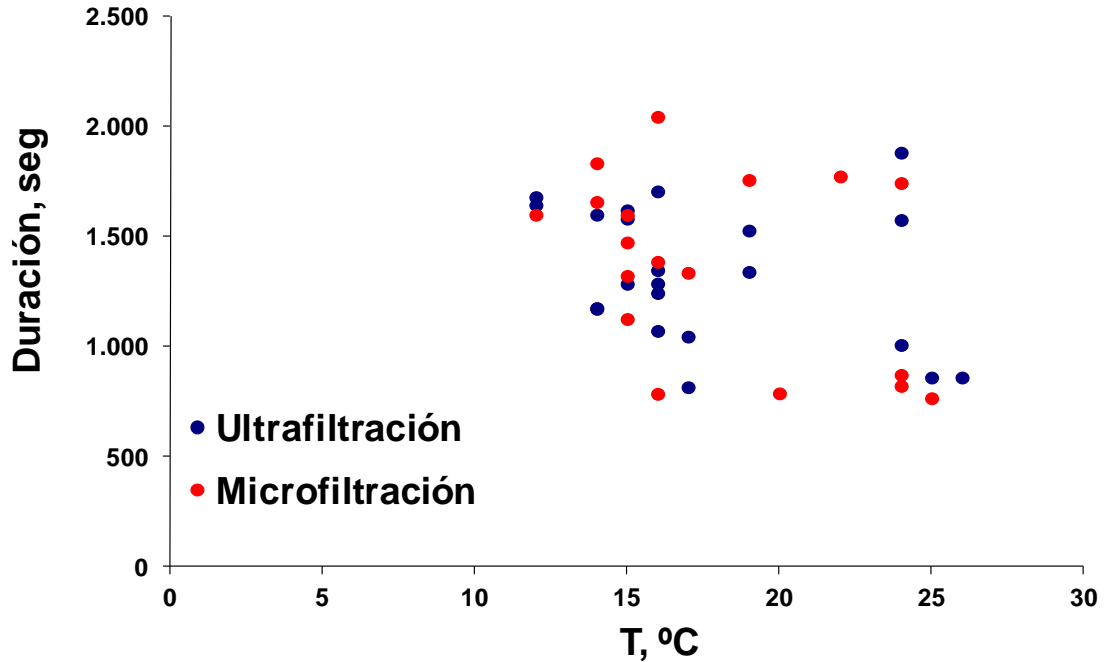


Figura 4.7. Duración de los ensayos respirométricos con acetato sódico durante la fase comparativa.

Chudoba (1985) concluyó que elevadas concentraciones de productos microbianos de desecho afectaban a la actividad cinética de los microorganismos, disminuyendo sus tasas de respiración. Los resultados obtenidos en este estudio mostraron una actividad de la biomasa relativamente alta, que podía ser debido a valores bajos de material inerte acumulado en el sistema, tal como indican los valores del ratio VSS/TSS obtenidos, cuyos valores medios fueron $72,09 \pm 1,62 \%$ y $74,15 \pm 1,24 \%$, para las instalaciones de UF y de MF, respectivamente, sin diferencias estadísticas significativas (p-valor 0,0599).

Finalmente, para completar la comparación de ambas instalaciones, se determinaron dos de los parámetros más significativos incluidos en los modelos de fangos activos. Por un lado, el rendimiento de la biomasa heterótrofa (Y_H) y, por otro lado, el coeficiente de decaimiento de la biomasa heterótrofa ($b_{H_{O_2}}$). En general, para sistemas MBR se esperan valores inferiores a los obtenidos para sistemas convencionales (Judd, 2006). Sin embargo, durante el análisis comparativo, siendo las concentraciones de TSS relativamente bajas, los valores de ambos parámetros fueron superiores a los esperados para sistemas MBR, pero con tendencia a descender por debajo de los valores generalmente obtenidos en procesos convencionales (Figura 4.8). Los valores de Y_H fueron superiores a 0,8 mg DQO/mg DQO durante el periodo de inestabilidad inicial, disminuyendo por debajo de 0,4 mg DQO/mg DQO durante una segunda fase más estacionaria y endógena. Al final del periodo analizado, Y_H tomó valores inferiores a los obtenidos por Sperandio y Paul (2000) para procesos convencionales de fangos activos, 0,54 mg DQO/mg DQO. Por otro lado, $b_{H_{O_2}}$ alcanzó valores por debajo de $0,05 \text{ d}^{-1}$, similares a aquellos obtenidos por autores como Teck *et al.* (2008) para un sistema MBR tras 300 días sin purgar fango activo.

Al-Malack (2005) publicó valores más elevados para Y_H y $b_{H_{O_2}}$ para un sistema MBR trabajando a ratios F/M superiores a los usados en este estudio. Estas diferencias, según Low *et al.* (1998), pueden atribuirse al hecho de que los microorganismos satisfacen primero sus requerimientos de energía para mantenimiento en vez de producir biomasa adicional y al tener menos sustrato

disponible para la biosíntesis (ratios F/M inferiores), el valor de Y_H es menor que cuando los requisitos de energía de mantenimiento están satisfechos y se utiliza mayor cantidad de sustrato para su crecimiento (ratios F/M más elevados). Según autores como Karahan-Gül *et al.* (2003), Ni y Yu (2008) o Insel *et al.* (2012), el crecimiento y el almacenamiento son procesos simultáneos durante la fase en la que hay exceso de sustrato, de manera que un aumento de Y_H coincide con un aumento en la cantidad de productos almacenados y disponibles para su uso posterior en condiciones de ausencia de sustrato, aumentando también el valor de $b_{H_{O_2}}$. Lavallée *et al.* (2002) también afirmaron que el decaimiento de biomasa activa disminuye proporcionalmente a su crecimiento, siguiendo ambos parámetros la misma tendencia.

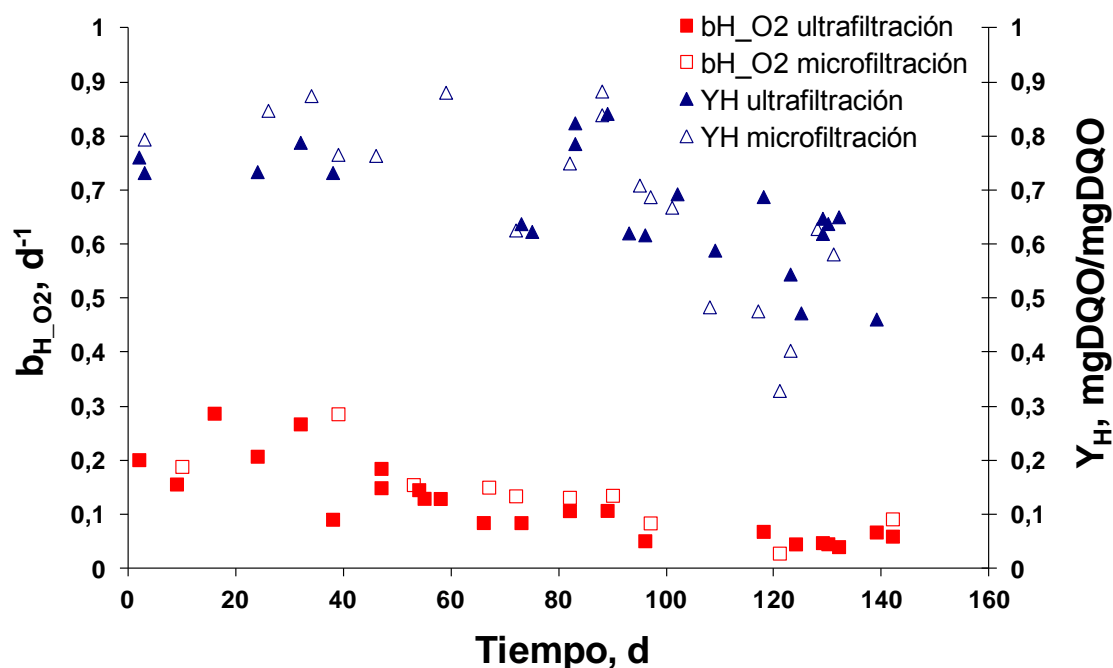


Figura 4.8. Valores de Y_H y $b_{H_{O_2}}$ durante la fase comparativa.

Las figuras 4.9 y 4.10 muestran la influencia de la temperatura sobre las constantes Y_H y $b_{H_{O_2}}$ durante la fase comparativa. En ellas se observa que ambas constantes aumentan al aumentar la temperatura. En el caso de Y_H , se alcanza un valor máximo cercano a 0,85 mg DQO/mg DQO a temperaturas por encima de 20°C.

Comparando las regresiones lineales obtenidas para ambas instalaciones, se observa que en ningún caso se obtiene un buen ajuste lineal, ya que en el caso de la instalación de UF, los datos obtenidos se ajustan a una regresión lineal con un coeficiente de regresión, R^2 de 0,3413, una pendiente de 0,0139 y un valor de ordenada en el origen igual a 0,4246. Por otro lado, los resultados obtenidos para la instalación de MF se ajustan algo mejor a una regresión lineal, con un valor de R^2 de 0,5035. La pendiente en este caso duplica a la obtenida en el caso anterior, 0,0272 y el valor de ordenada en el origen es de 0,2058.

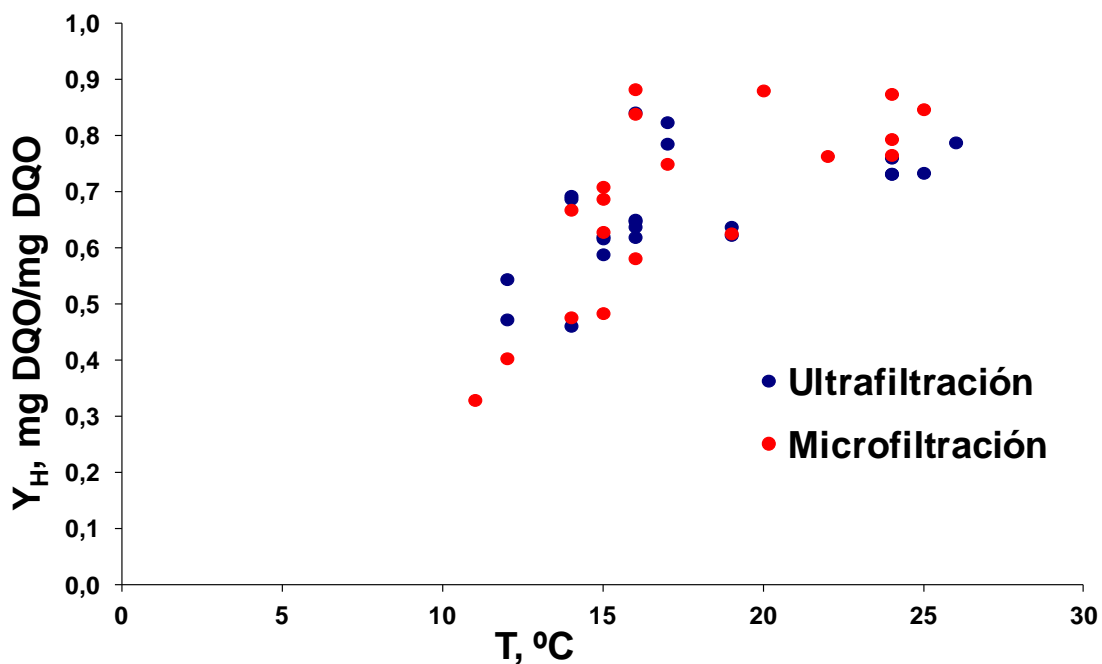


Figura 4.9. Influencia de la temperatura sobre Y_H durante la fase comparativa.

Por otro lado, los resultados obtenidos para el parámetro $b_{H,O2}$ muestran una relación lineal mucho más clara, con valores de R^2 de 0,6826 y 0,8605 respectivamente para las instalaciones de UF y MF. En este caso, los resultados de ambas instalaciones muestran tendencias mucho más similares que en el caso de Y_H , ya que los valores obtenidos para las pendientes son 0,0144 y 0,0158 y en el caso de la ordenada en el origen, se han obtenido valores de -0,1544 y -0,1445, para las instalaciones de UF y MF, respectivamente. Comparando los resultados de

ambas instalaciones, se observan valores similares, sin diferencias estadísticas significativas para ninguno de estos parámetros (p-valores 0,716 y 0,353, respectivamente, para Y_H y $b_{H_2O_2}$).

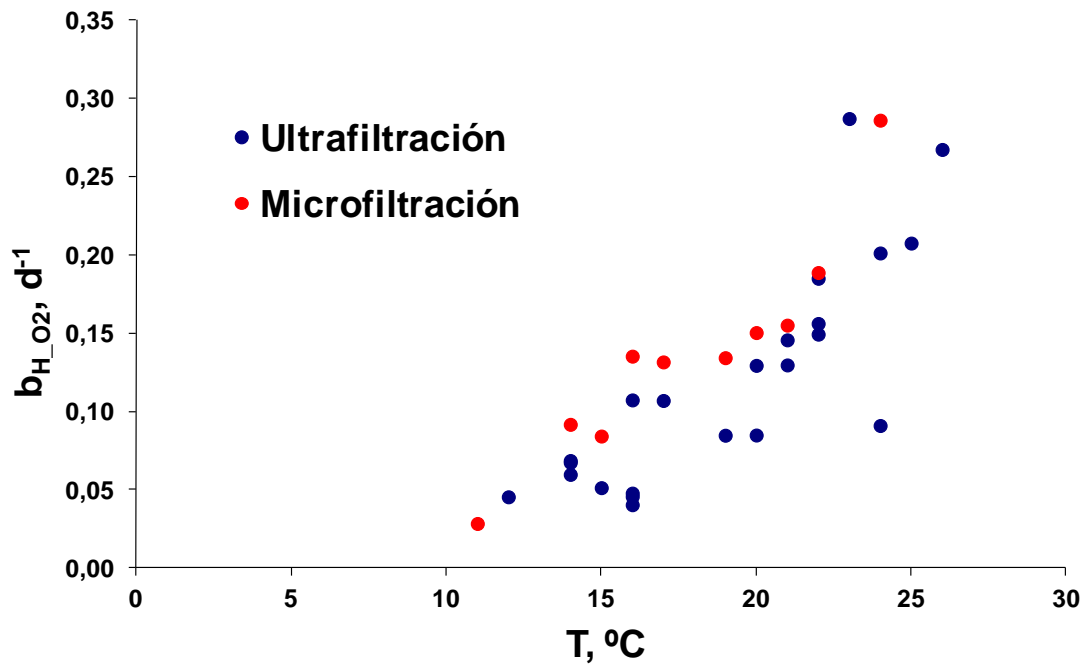


Figura 4.10. Influencia de la temperatura sobre $b_{H_2O_2}$ durante la fase comparativa.

En conjunto, estos resultados demuestran que para instalaciones reales, la selección de la tecnología de UF o de MF no afectará a la capacidad de eliminación de materia orgánica, ya que se ha comprobado que ambas muestran un comportamiento muy similar, tanto en relación a la actividad biológica como a la capacidad de depuración (Ruiz *et al.*, 2011). Por lo tanto, serán factores como el uso final del agua tratada que requiere el control de diversos parámetros microbiológicos, así como los costes derivados de la selección de una u otra tecnología, los que determinarán la decisión final.

4.1.2. Análisis de la calidad del influente

A lo largo del periodo de investigación se han llevado a cabo no sólo un análisis continuo de la calidad del influente y sus principales características, sino también una serie de análisis intensivos para conocer su dinámica y posteriormente poder emplear estos resultados para una correcta calibración y simulación dinámica de la instalación.

4.1.2.1. Evolución temporal de las características del influente

Para disponer de datos suficientes que aseguren una adecuada caracterización del agua residual, así como de su dinámica estacional, se han analizado las principales características de muestras diarias compuestas del influente (recogidas durante 24 horas): DQO, DBO₅, sólidos en suspensión, pH y conductividad.

En relación a la evolución de la DQO (Figura 4.11), se apreció una gran variabilidad a lo largo del periodo de investigación, presentando un valor medio de $931,75 \pm 448,57$ mg O₂/L, con mínimos de 162,22 mg O₂/L y máximos de hasta 2806,00 mg O₂/L. Estos valores indican no sólo la variabilidad de la carga contaminante, sino el hecho de que se registran valores por lo general muy elevados en comparación con los habituales para aguas residuales urbanas (Henze *et al.*, 1987; Baek *et al.*, 2009, entre otros). Es necesario comentar que el pozo de entrada de la EDAR Granada-Sur recibe los reboses de diferentes procesos unitarios de la instalación de depuración tales como espesado, digestión anaeróbica y secado, así como vertidos externos traídos a la EDAR mediante camiones cisterna (fosas sépticas, lixiviados, etc). Todos estos vertidos incrementan la carga contaminante del agua residual empleada en esta investigación y pueden dar lugar a variaciones puntuales.

Es destacable que, con independencia de las variaciones bruscas de DQO total, la DQO soluble se mantiene constante en torno a un valor medio de $275,65 \pm 91,61$ mg/L (Figura 4.11), poniendo así de manifiesto el hecho de que las variaciones

bruscas de DQO en el influente se deben en su mayoría a variaciones de la fracción particulada.

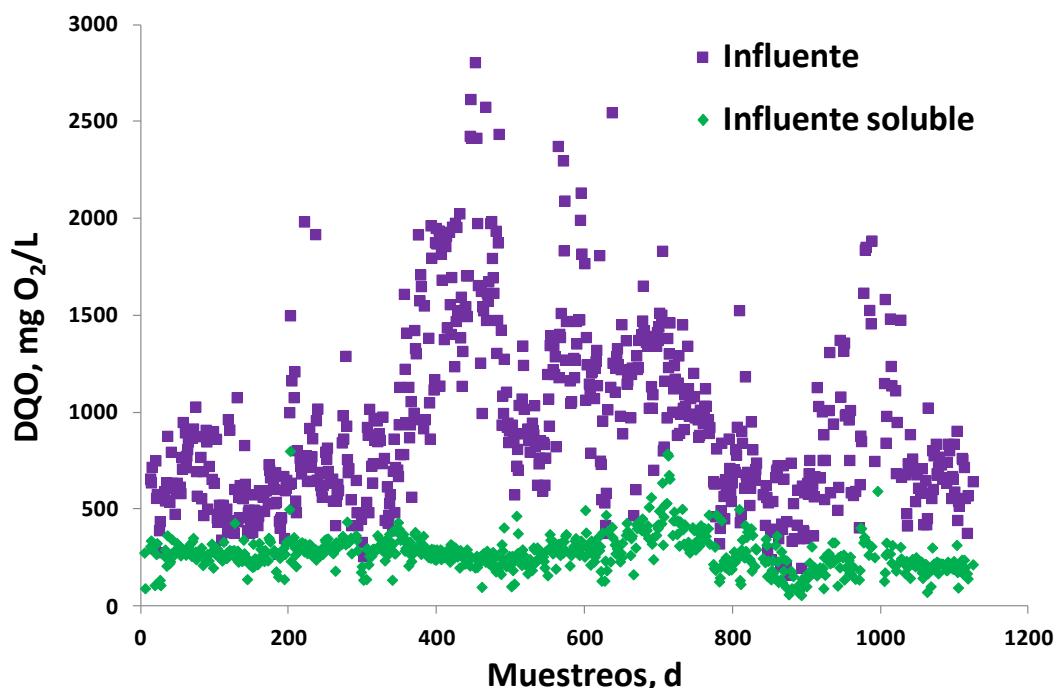


Figura 4.11. Evolución de la concentración de DQO total y soluble del influente.

Los resultados muestran que al principio del periodo de investigación se registraron valores de DQO típicos para aguas residuales urbanas (Ronzano y Dapena, 1995), con concentraciones en torno a los 500 - 600 mg O₂/L de DQO total. Sin embargo, hacia el muestreo 350 se observó un notable incremento en el grado de contaminación, detectándose los picos de DQO más altos de todo el periodo. A partir del muestreo 500, las concentraciones bajaron y posteriormente volvieron a ascender para mantenerse en valores medios por encima de los 1000 mg O₂/L hasta que vuelven a descender hacia el muestreo 760. En el último periodo de la investigación hay un nuevo pico de DQO en torno al muestreo 1000 para finalmente terminar con valores similares a los iniciales. Estas variaciones en la carga contaminante han definido las diferentes fases de la investigación en base a la carga contaminante.

En la figura 4.12 se muestra la distribución de la DQO total del influente en sus fracciones filtrable o soluble (S) y particulada (X). La distribución media de estas dos fracciones a lo largo de la investigación se ha distribuido en un $34,19 \pm 13,84$ % de fracción soluble y un $65,80 \pm 13,84$ % de fracción particulada, con máximos de 80,48 y 92,92 y mínimos de 7,08 y 19,51 %, respectivamente.

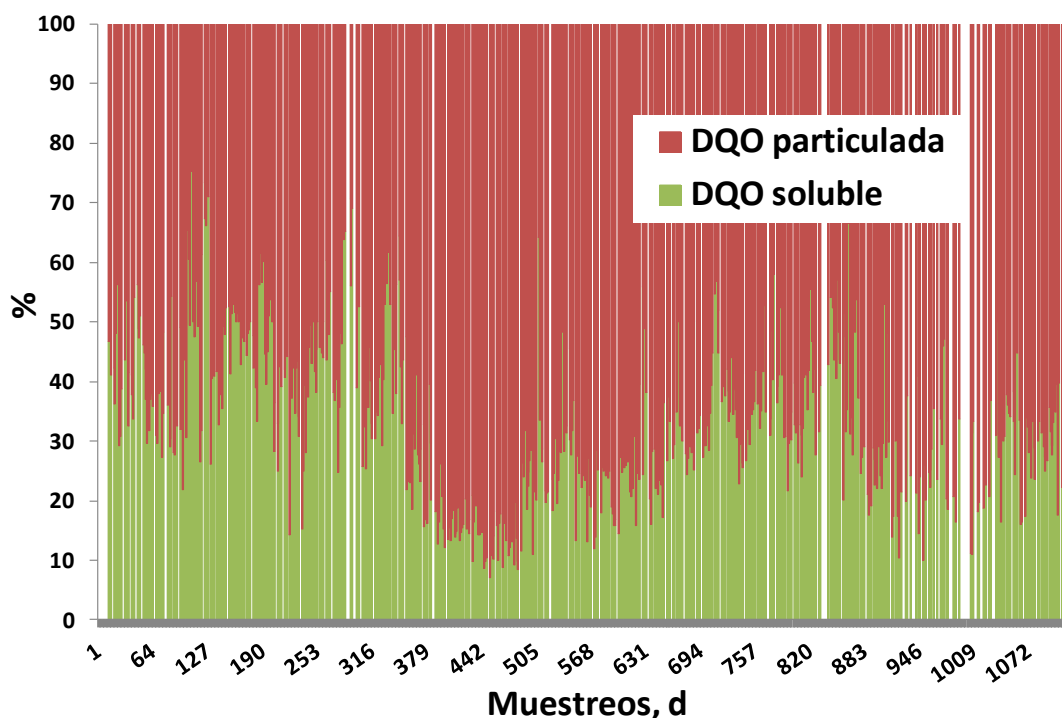


Figura 4.12. Distribución de la DQO total del influente en sus fracciones soluble y particulada.

Con respecto a la DBO_5 (Figura 4.13), al igual que en el caso de la DQO, se apreció una gran variabilidad a lo largo del periodo de investigación, destacando principalmente un pico brusco de contaminación alrededor del muestreo 500, que también se observó para la DQO. El valor medio de DBO_5 obtenido fue de $568,09 \pm 217,48$ mg O_2/L , con mínimos de 120,00 mg O_2/L y máximos de hasta 1800,00 mg O_2/L . En este caso, la fracción soluble también permaneció prácticamente constante durante todo el periodo de investigación, mientras que la fracción particulada mostró una mayor variabilidad. Los valores medios de las fracciones

soluble y particulada de DBO_5 a lo largo de la investigación fueron de $39,81 \pm 15,01$ % en el caso de la fracción soluble y de $60,18 \pm 15,01$ % en el caso de la fracción particulada, con máximos de 92,10 y 91,11 y mínimos de 8,88 y 7,89 %, respectivamente.

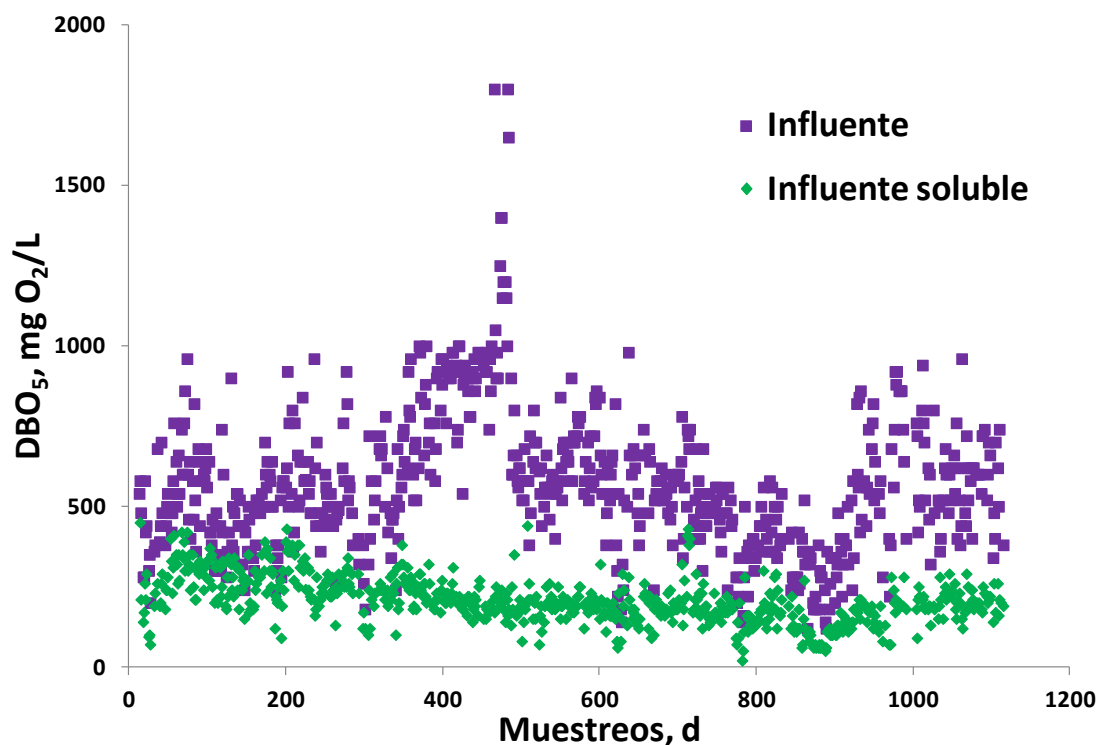


Figura 4.13. Evolución de la concentración de DBO_5 total y soluble del influente.

Aunque a lo largo de este trabajo de investigación se ha utilizado la respirometría para distinguir las fracciones biodegradables e inertes de la DQO del influente, éstas también pueden ser estimadas mediante análisis físico-químicos a partir de los valores de DBO_5 . Sin embargo, tal y como se verá posteriormente, puesto que la DBO_5 es un parámetro estimativo que requiere utilizar un factor teórico que transforme los datos de DBO_5 en DQO y que ha sido calculado para un agua residual estándar (Ronzano y Dapena, 1995), puede no ser aplicable a aguas residuales con características diferentes, dando lugar a una estimación bastante inexacta. No obstante, con los valores de DQO y de DBO_5 sí que se puede calcular el

factor de biodegradabilidad (F_b) del agua a tratar, es decir, el ratio DBO_5/DQO , que aporta información sobre la facilidad del agua residual para ser degradada durante el proceso biológico. Los resultados obtenidos (Figura 4.14) indican que inicialmente este factor se mantuvo prácticamente constante en torno a 0,8 para posteriormente disminuir hasta valores en torno a 0,5 y mostrando una mayor dispersión en los resultados obtenidos durante la última fase de la investigación. En general se trata de un influente mayoritariamente biodegradable, con valores que oscilaron entre 0,21 y 0,98 y una media de $0,64 \pm 0,17$, es decir, valores de F_b similares a los habituales para aguas residuales urbanas (Ronzano y Dapena, 1995).

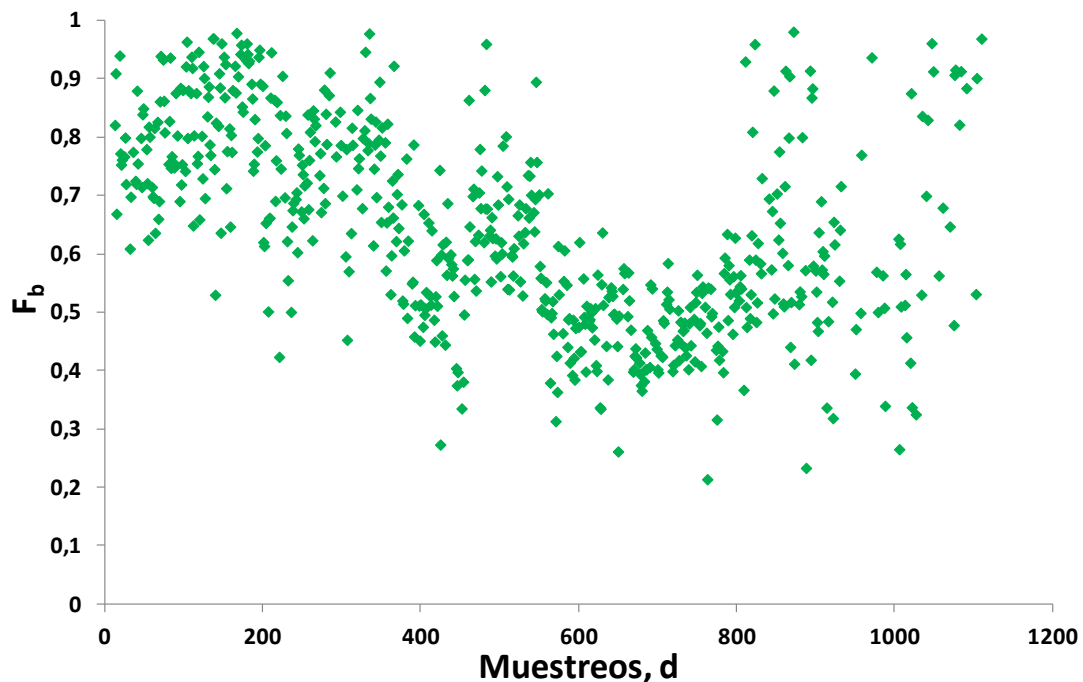


Figura 4.14. Evolución del factor de biodegradabilidad (F_b) del influente.

Otra de las características más significativas del agua residual y que puede afectar considerablemente al proceso biológico y al rendimiento del sistema es la concentración de sólidos en suspensión. En este caso (Figura 4.15), se repite el mismo patrón que en las figuras anteriores, mostrando un aumento en la

concentración a partir del muestreo 350 y alcanzando su valor máximo en el muestreo 417. Los valores obtenidos oscilaron entre 48 mg/L y 3400 mg/L, con un valor medio de $579,22 \pm 479,73$ mg/L. Esto supone un agua con una enorme variabilidad en la concentración de sólidos en suspensión, con periodos en los que se registraron valores excesivamente altos y muy alejados de lo esperable para aguas residuales urbanas estándar (Ronzano y Dapena, 1996). El porcentaje medio de sólidos volátiles fue de $79,825 \pm 7,508$ %.

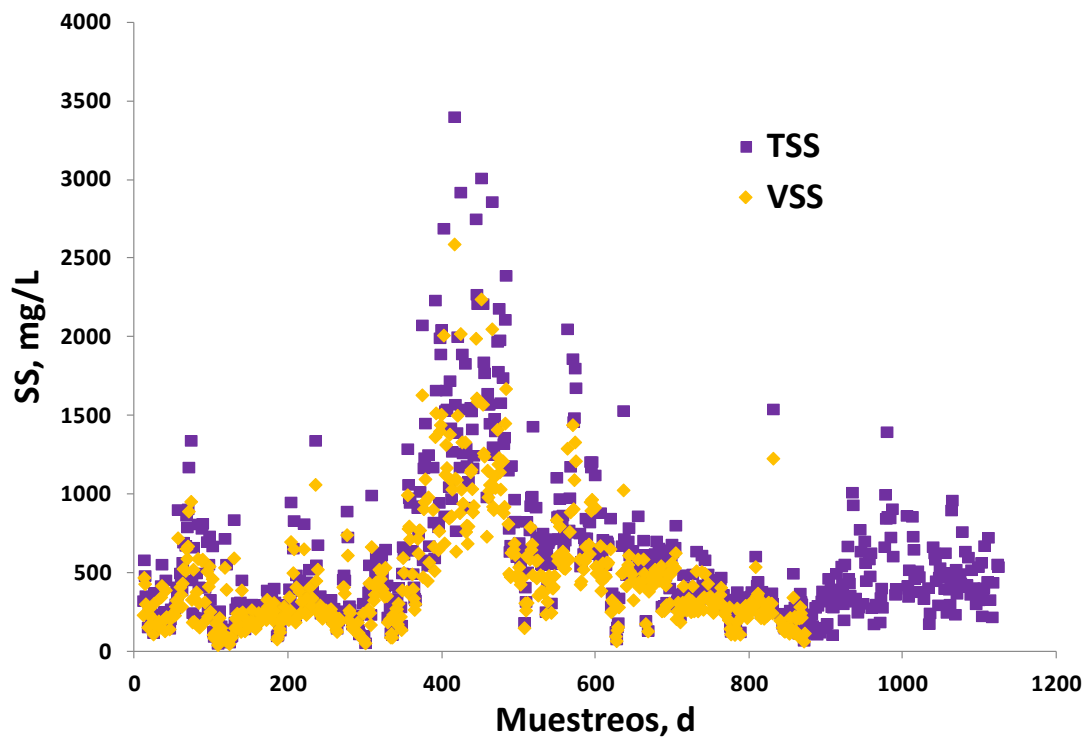


Figura 4.15. Evolución de la concentración de sólidos en suspensión en el influente.

El perfil del ratio VSS/TSS del fango activo viene determinado por el patrón observado en las características del influente que llega a la instalación (Arévalo, 2011), ya que cuando el influente contiene elevadas concentraciones de materia orgánica, el porcentaje de volátiles del fango activo suele ser elevado (Knerr *et al.*, 2011), mientras que aguas con cargas orgánicas inferiores dan lugar a un fango activo con menores porcentajes de volátiles (Huang *et al.*, 2001). De esta manera,

para conseguir un descenso en el porcentaje de volátiles del fango activo, sería necesario disminuir el valor de la carga orgánica de entrada. Del mismo modo, el valor de TSS del fango depende principalmente de la fracción particulada del influente (Munz *et al.*, 2008). Esto refleja la importancia de trabajar con aguas residuales reales para este tipo de investigación, ya que las aguas residuales sintéticas no representan las fluctuaciones propias de influentes reales (van Nieuwenhuijzen *et al.*, 2008) y no sería posible observar su efecto sobre el sistema.

Otras características del agua de entrada analizadas durante esta investigación fueron el pH y la conductividad. El primero fue muy estable durante todo el periodo, con valores en torno a la neutralidad, que es lo habitual en aguas residuales urbanas (Henze, 1992) y osciló entre 6,76 y 8,80, con un valor medio de $7,40 \pm 0,29$ (Figura 4.16). Por otro lado, para la conductividad, parámetro indicativo de la presencia de sales o iones en el influente (Fall *et al.*, 2012), sí que se aprecian mayores diferencias, obteniéndose valores entre 354 y 1528 $\mu\text{S}/\text{cm}$, con un valor medio de $990,44 \pm 158,87 \mu\text{S}/\text{cm}$ (Figura 4.17).

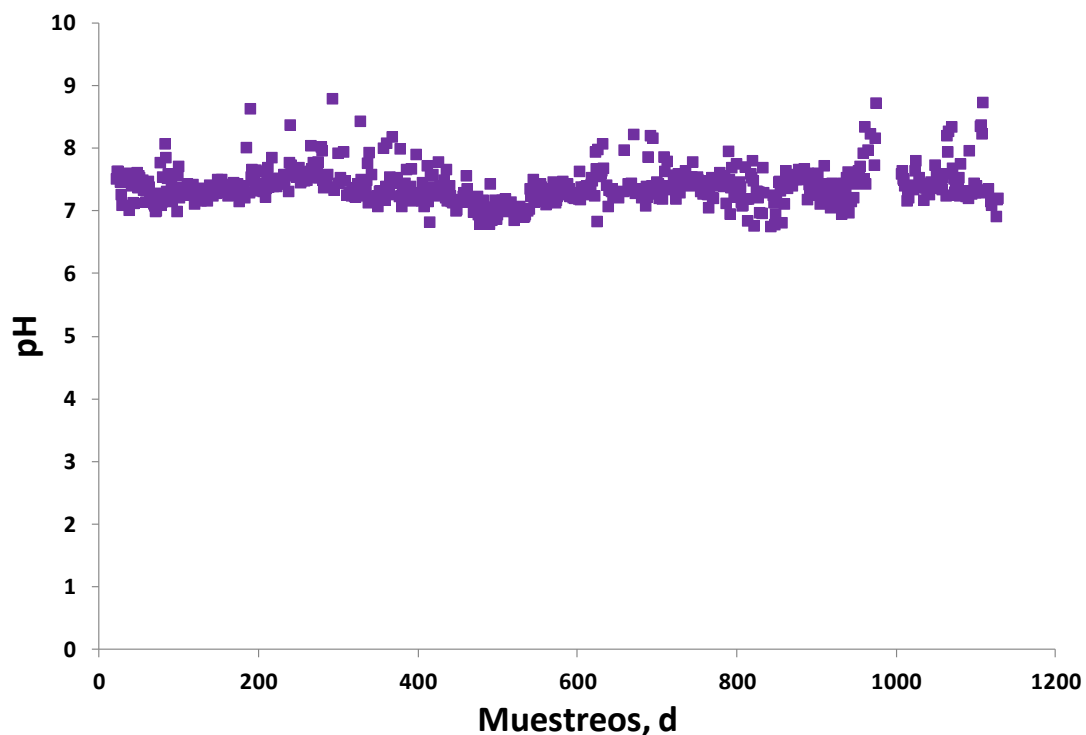


Figura 4.16. Evolución del pH del influente.

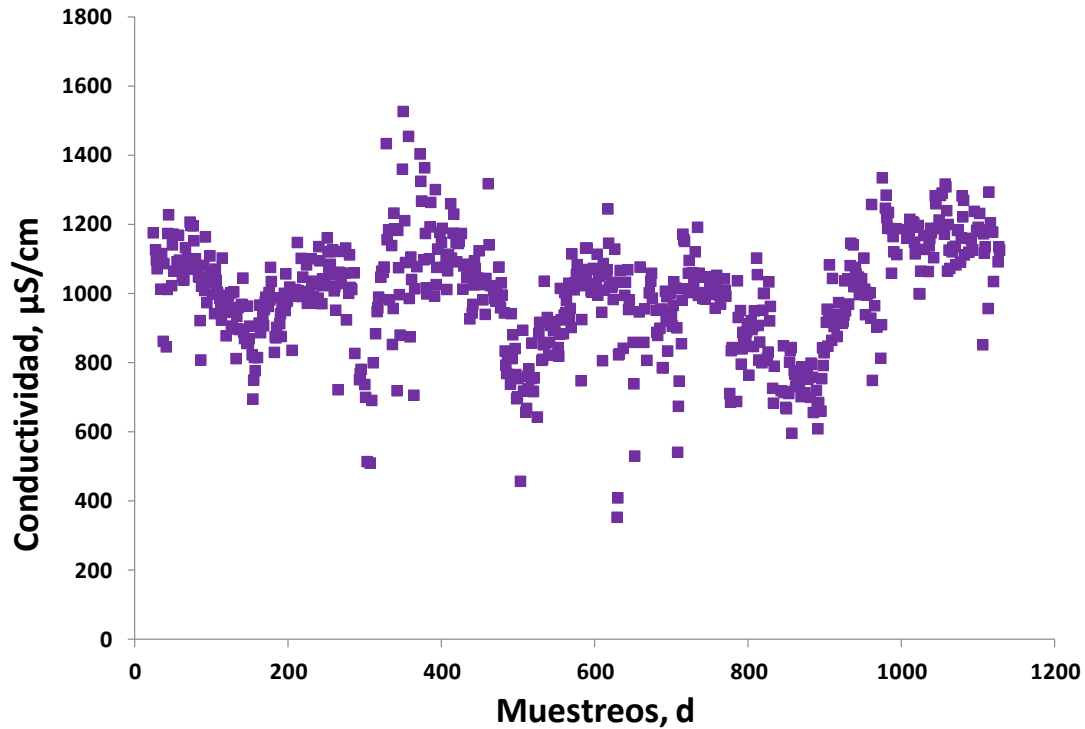


Figura 4.17. Evolución de la conductividad del influente.

4.1.2.2. Caracterización del influente mediante respirometría

Según Boursier *et al.* (2004), la simulación, el diseño o la optimización de un determinado proceso utilizando los ASMs requiere fundamentalmente tres cosas: la caracterización del influente y de sus fracciones orgánicas y de nitrógeno, la determinación de las características físicas y condiciones de operación del proceso y el conocimiento de los valores de los parámetros cinéticos y estequiométricos involucrados en las ecuaciones del modelo.

Una caracterización del influente en la que únicamente se utilizan análisis físico-químicos no es suficiente para determinar las fracciones definidas en los ASMs (Petersen, 2000), por lo que generalmente se utilizan métodos biológicos basados en respirometría que complementen los análisis físico-químicos para separar la DQO del influente en sus fracciones soluble/particulada y biodegradable/inerte (Mamais *et al.* 1993; Roeleveld *et al.* 2002; Jiang *et al.*, 2005; Lu *et al.*, 2010, entre

otros). Las figuras 4.18 y 4.19 muestran los resultados obtenidos para la caracterización del influente mediante respirometría con fango procedente de cada una de las instalaciones experimentales. Para la obtención de cada uno de estos resultados se han llevado a cabo dos ensayos de respirometría, en el primero de ellos se ha utilizado como sustrato una muestra de influente y para el segundo ensayo el sustrato ha sido influente filtrado por $0,45 \mu\text{m}$. De esta manera, al filtrar, se separan las fracciones soluble (filtrable) y particulada y al determinar mediante respirometría la DQO biodegradable de cada una de estas dos muestras, se obtienen las fracciones biodegradable e inerte.

Se han llevado a cabo un mayor número de ensayos para fraccionar el influente, pero debido a problemas operacionales y a paradas indeseadas de las instalaciones experimentales, no siempre ha sido posible disponer de fango procedente de ambas instalaciones a la vez, de manera que se han representado en estas figuras únicamente aquellos ensayos que han podido llevarse a cabo simultáneamente para las dos instalaciones, lo que permite llevar a cabo una mejor comparación y observar de una manera más clara si realmente existen diferencias entre ellas o no. En ambos sistemas se muestra una primera etapa con una mayor dispersión en los valores de las distintas fracciones así como valores más elevados de las fracciones biodegradables (Figuras 4.18 y 4.19). Posteriormente, a partir del ensayo número 21 aproximadamente, se observa cierta estabilización de los valores obtenidos. Estos resultados coinciden con el hecho de que durante la primera etapa existía una mayor inestabilidad en ambos sistemas y un mayor número de paradas forzosas provocadas por diferentes problemas operacionales. Sin embargo, la segunda etapa coincide con un periodo de mayor estabilidad justo después de un pico de carga orgánica en el influente y del consecuente aumento en la concentración de TSS en los biorreactores.

Es conveniente señalar el hecho de que los resultados difieren de una instalación a otra porque, aunque el influente sea el mismo y, por lo tanto, también lo es su contenido en materia orgánica biodegradable, la biodegradabilidad del agua residual depende del binomio sustrato/biomasa, es decir, de la capacidad de la

biomasa para degradar con mayor o menor facilidad la materia orgánica presente en el sustrato.

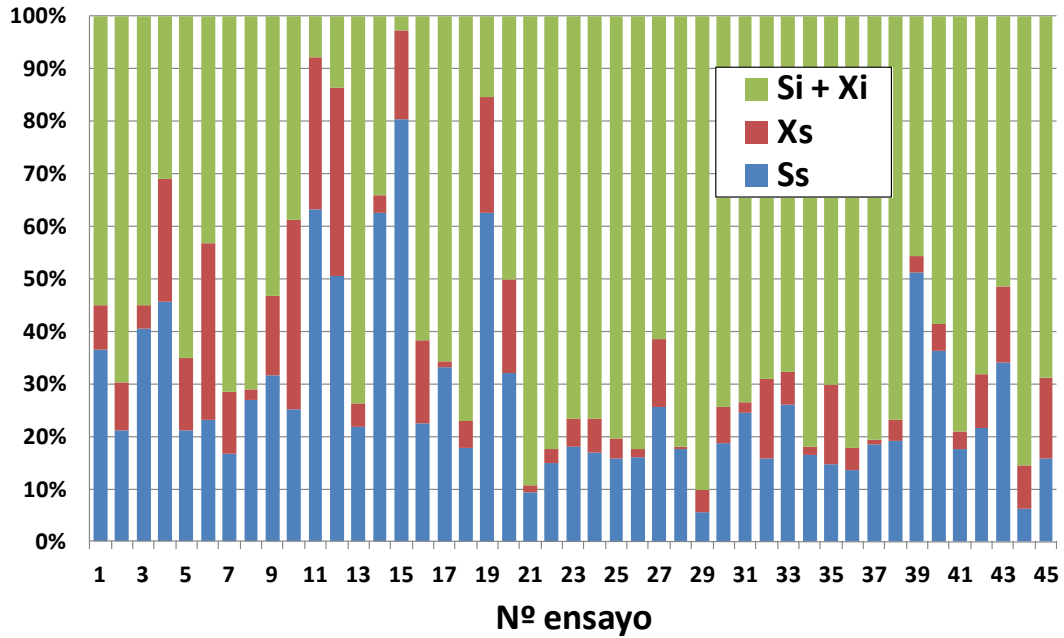


Figura 4.18. Fraccionamiento del influente para la instalación de UF.

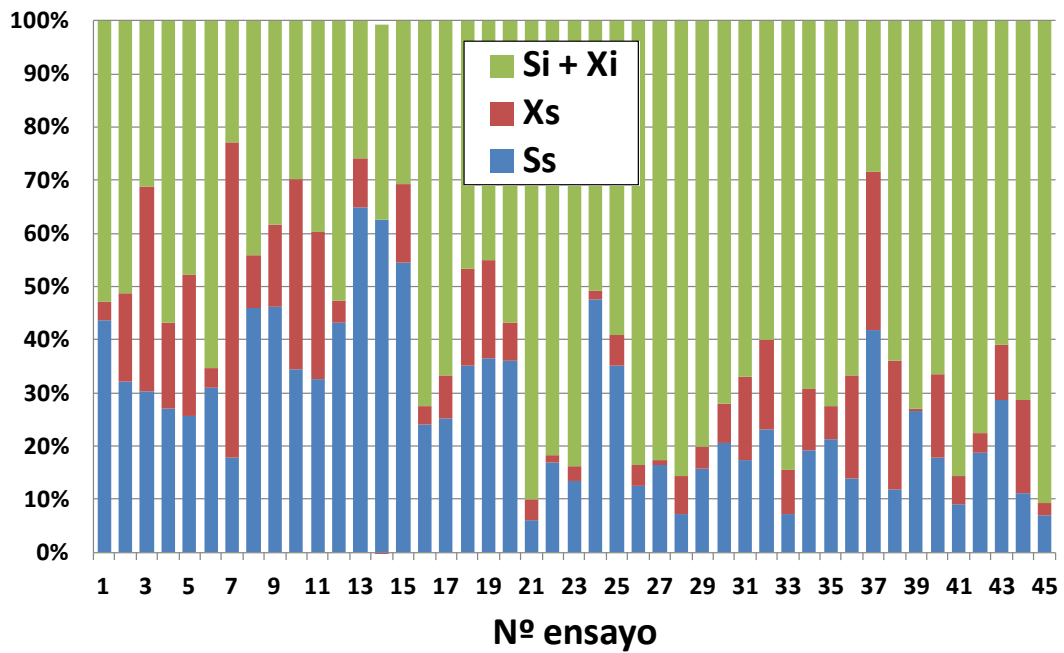


Figura 4.19. Fraccionamiento del influente para la instalación de MF.

El análisis estadístico de estos datos estima que el fango activo de la instalación de UF fue capaz de degradar como media el $33,09 \pm 17,67$ % de la DQO del influente, mientras que el fango activo procedente de la instalación de MF degradó como media el $36,61 \pm 18,30$ % del valor de la DQO del influente a tratar. Estadísticamente no hay diferencias entre los resultados obtenidos en ambas instalaciones, con un intervalo de confianza del 95% (p-valor 0,7455). De la DQO que el fango activo fue capaz de degradar, el $75,26 \pm 16,44$ % para la instalación de UF y el $68,73 \pm 18,09$ % para la instalación de MF era soluble, sin diferencias estadísticas entre ambas instalaciones (p-valor 0,8379), lo que significa que la fracción biodegradable era mayoritariamente soluble. No obstante, es posible que haya una fracción mayor de materia orgánica biodegradable que no se estima en estos ensayos debido a que su degradación es demasiado lenta y los ensayos tienen una duración inferior al tiempo requerido para ello (Ginestet *et al.*, 2002; Gatti *et al.*, 2010).

La biodegradabilidad calculada mediante respirometría da como resultado valores inferiores a los obtenidos previamente mediante análisis físico-químicos (F_b), confirmando así el hecho de que los métodos físico-químicos basados en el análisis de la DBO_5 sobrestiman las fracciones biodegradables (Lu *et al.*, 2010). Por otro lado, la similitud del perfil de los resultados obtenidos para ambas instalaciones, al igual que en el caso del estudio comparativo realizado en el apartado 4.1.1, pone de manifiesto el hecho de que la tecnología de membrana utilizada no tiene un efecto significativo sobre las características del fango activo o sobre la actividad biológica del mismo y su capacidad de biodegradación de materia orgánica (Ruiz *et al.*, 2011).

4.1.2.3. Dinámica diaria del influente

Además de la caracterización de muestras compuestas diarias, a lo largo de la investigación se han llevado a cabo varios muestreos horarios intensivos con el fin de evaluar la dinámica horaria de las características del influente durante 24 horas.

En relación a la DQO, esta evolución ha variado dependiendo del día de muestreo (Figura 4.20), pero en general se observó un ligero descenso durante la noche y un incremento en las horas del día en las que la actividad humana es más activa, pero con variaciones de poca importancia. Los valores de DQO analizados mostraron una alta estabilidad horaria en la mayoría de los casos.

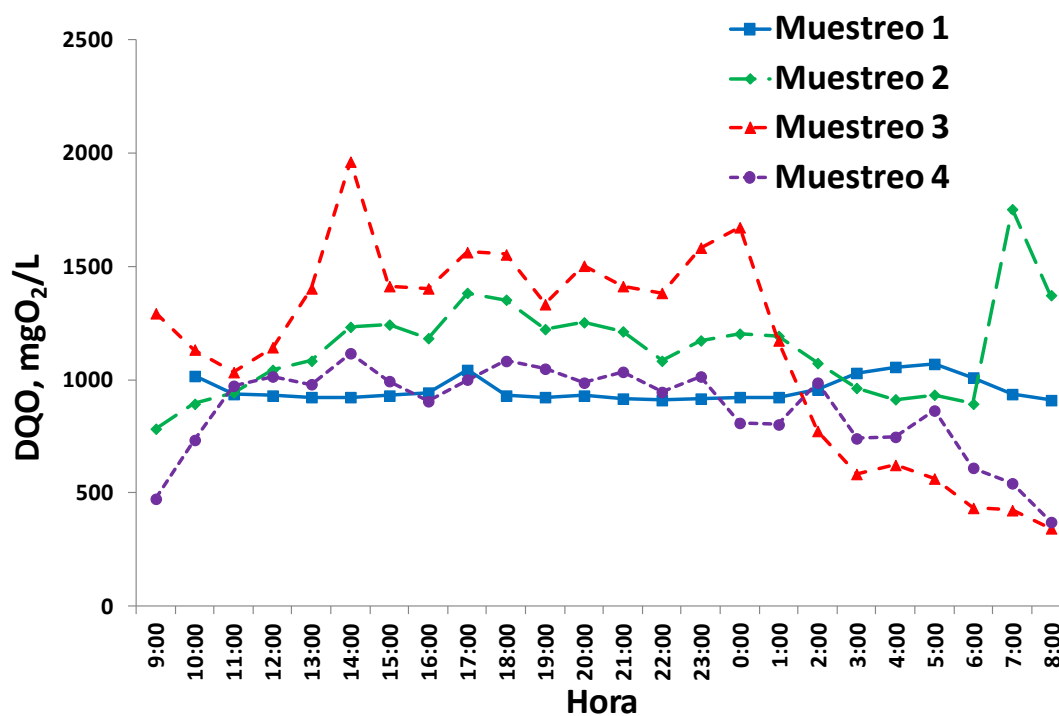


Figura 4.20. Evolución horaria de la DQO del influente.

En este caso, las variaciones de la DQO soluble (Figura 4.21) son más marcadas que para la DQO total, con descensos bruscos en la concentración a partir de las 00:00-1:00 de la madrugada, hora en la que la actividad de la ciudad es mínima, e incrementando de nuevo a primeras horas de la mañana hasta alcanzar máximos entre las 18:00 y las 22:00 de la noche.

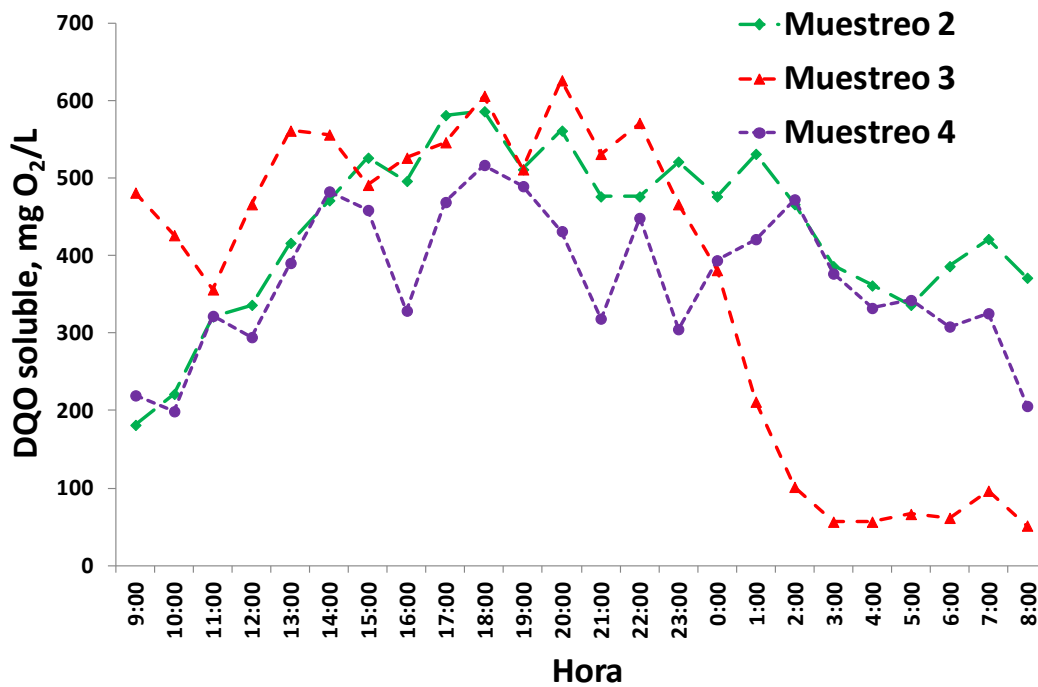


Figura 4.21. Evolución horaria de la DQO soluble del influente.

El comportamiento de la fracción soluble es propio del agua residual urbana con fluctuaciones horarias acordes con la actividad humana, pero la fracción particulada, mayoritaria en el agua residual influente, hace que estas variaciones horarias pasen inadvertidas en el valor de DQO total. Esto nos lleva a concluir que la fracción soluble es mayoritariamente de origen urbano y está relacionada con la actividad humana, mientras que los vertidos procedentes de los diferentes procesos unitarios que llegan a las instalaciones experimentales se encuentran en forma particulada.

En el caso de la concentración de sólidos en suspensión (Figura 4.22), en general se observó una alta estabilidad, ya que apenas se observó variación horaria salvo algunos picos, especialmente en el caso del muestreo 1, lo que pudo deberse a vertidos puntuales. Comparando la evolución de los TSS con la evolución de los VSS (Figura 4.23), se observó el mismo patrón y porcentajes de volátiles en general

elevados, ya que el porcentaje medio fue de $74,37 \pm 3,76 \%$, $83,11 \pm 5,14$, $88,09 \pm 5,03$ y $85,36 \pm 3,73 \%$ para cada uno de los cuatro muestreos intensivos.

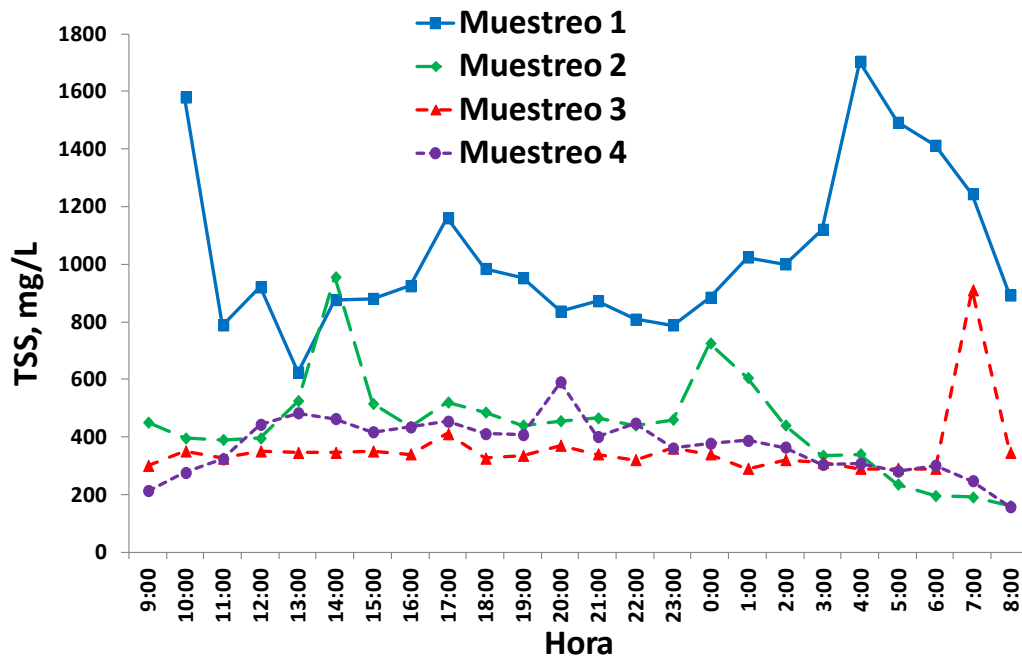


Figura 4.22. Evolución horaria de la concentración de TSS en el influente.

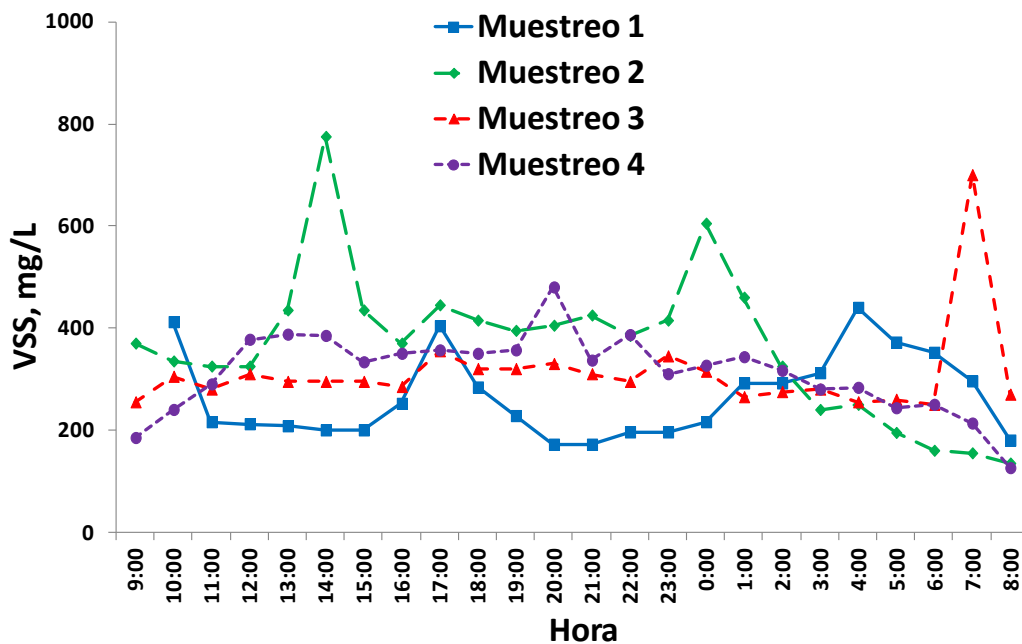


Figura 4.23. Evolución horaria de la concentración de VSS en el influente.

En cuanto al pH (Figura 4.24) y a la conductividad (Figura 4.25), al igual que durante todo el periodo de la investigación, se observó una alta estabilidad, obteniéndose valores de pH cercanos a la neutralidad aunque se apreció un ligero descenso del pH durante la tarde y un ligero incremento durante la noche. En el caso de la conductividad, se observó una variabilidad poco marcada con valores en torno a los 1000 $\mu\text{S}/\text{cm}$, salvo en el tercer muestreo, que mostró una brusca disminución de la conductividad durante la madrugada.

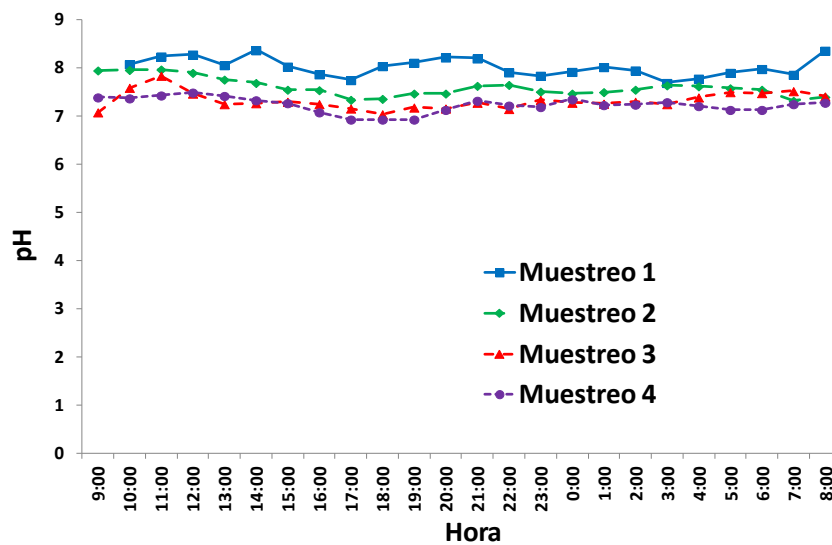


Figura 4.24. Evolución horaria del pH del influente.

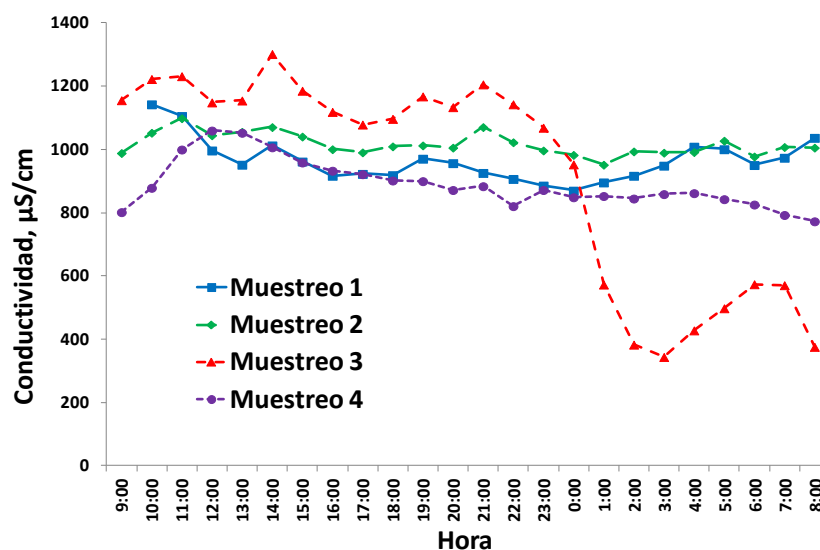


Figura 4.25. Evolución horaria de la conductividad del influente.

También se realizó un seguimiento de las concentraciones de nitrógeno amoniacal (Figura 4.26) para los muestreos 2, 3 y 4, observándose en general valores estables durante el día y un incremento en los tres casos a partir de media noche mucho más brusco en el caso del muestreo número 4, con la consecuente disminución hasta valores similares a los iniciales a partir de las 3:00-4:00 h de la madrugada. Los valores fueron muy similares en los muestreos 2 y 3, los cuales se llevaron a cabo con una diferencia de una semana.

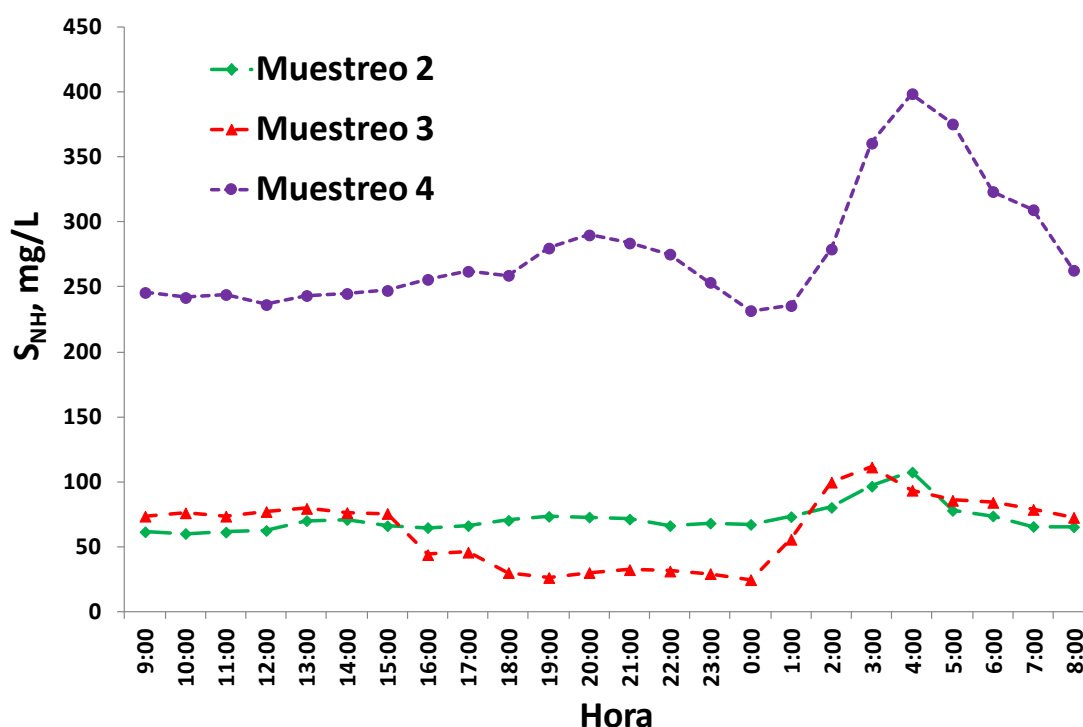


Figura 4.26. Evolución horaria de la concentración de N-NH₄ del influente.

4.1.2.4. Dinámica mensual del influente

Para analizar la dinámica del influente, además de su evolución horaria, se llevó a cabo una caracterización del mismo durante un mes, tomando muestras cada 5 horas y analizando las concentraciones de DQO, sólidos en suspensión y nitrógeno además del pH y la conductividad de cada muestra. Las figuras 4.27 y 4.28 muestran la evolución durante 30 días de la DQO del influente, tanto total como

filtrada y de su concentración en TSS y VSS, respectivamente. Ambas figuras muestran bastante estabilidad y tendencias muy similares, ya que un aumento en la contaminación del agua residual suele llevar consigo aumentos tanto de los valores de DQO como de los sólidos en suspensión y viceversa.

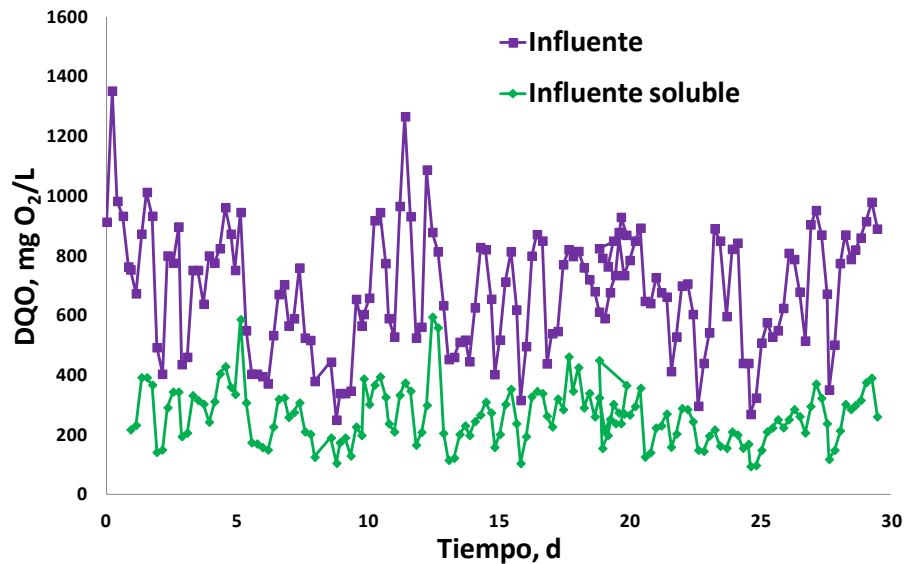


Figura 4.27. Evolución de la dinámica de la DQO total y soluble del influente durante 30 días.

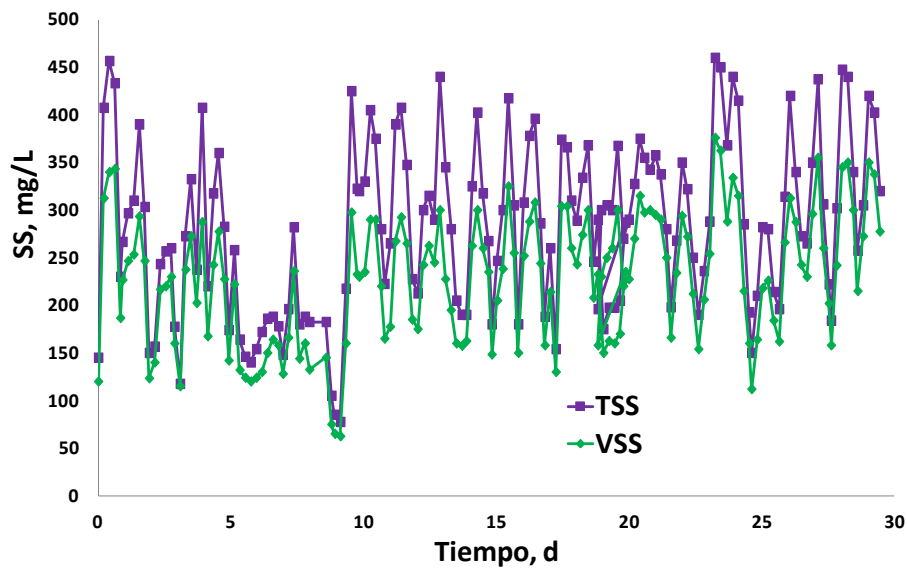


Figura 4.28. Evolución de la dinámica de la concentración de sólidos en suspensión del influente durante 30 días.

Del análisis estadístico de estos valores se puede destacar que el porcentaje medio de DQO soluble con respecto a la DQO total fue del $38,92 \pm 8,79$ %, con valores comprendidos entre un máximo de 68,65 y un mínimo de 19,00 %. En cuanto al análisis del porcentaje de sólidos volátiles, el valor medio fue del $81,33 \pm 5,38$ %, con valores máximos y mínimos de 97,87 y 65,94 %, respectivamente. En ambos casos, los resultados obtenidos a partir de muestras puntuales tomadas cada 5 horas concuerdan con los obtenidos anteriormente para muestras diarias compuestas (Figuras 4.12 y 4.15).

Para una caracterización más completa del influente, se evaluó también la concentración de nitrógeno amoniacal del mismo, obteniéndose valores en un rango entre 7,48 y 64,35 mg N-NH₄/L, con valores medios de $33,69 \pm 10,74$ mg N-NH₄/L. La tendencia global durante estos 30 días fue creciente (Figura 4.29), ya que los primeros días se obtuvieron valores en torno a 20 mg N-NH₄/L y en los últimos días del muestreo se llegaron a alcanzar valores en torno a 50 mg N-NH₄/L.

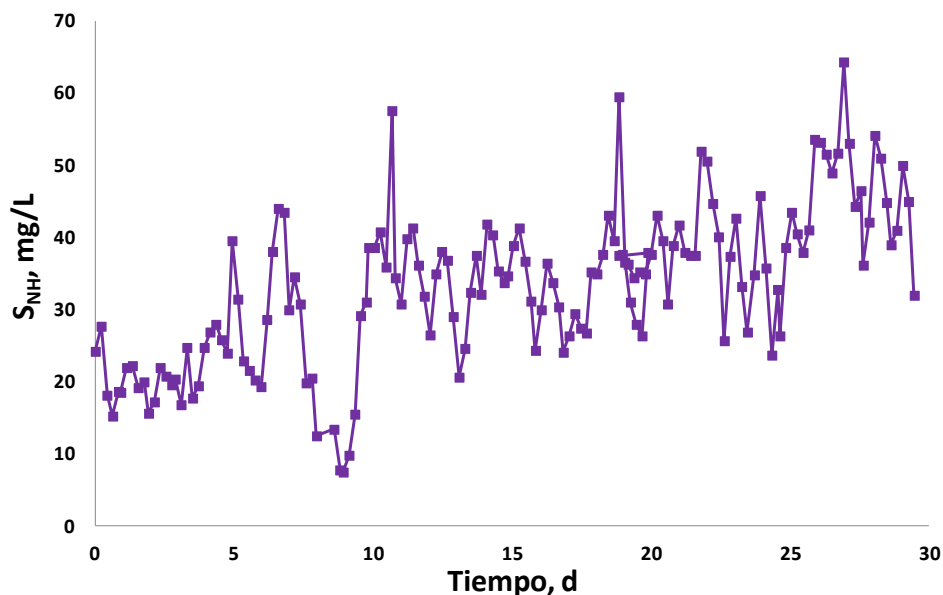


Figura 4.29. Evolución de la dinámica de la concentración de N-NH₄ del influente durante 30 días.

En cuanto a la evolución del pH (Figura 4.30) y la conductividad (Figura 4.31) del influente durante estos 30 días, los valores obtenidos mostraron también una gran estabilidad, independientemente del día de la semana o de la hora del día.

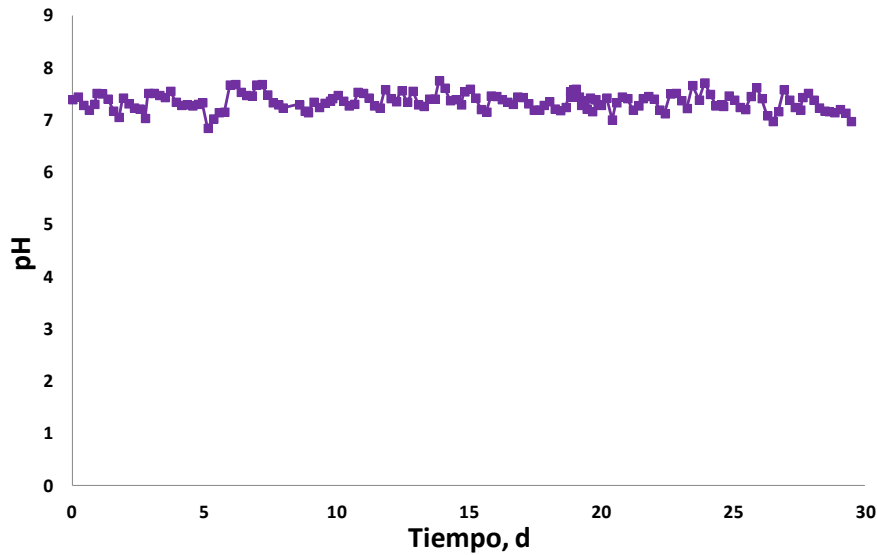


Figura 4.30. Evolución de la dinámica del pH del influente durante 30 días.

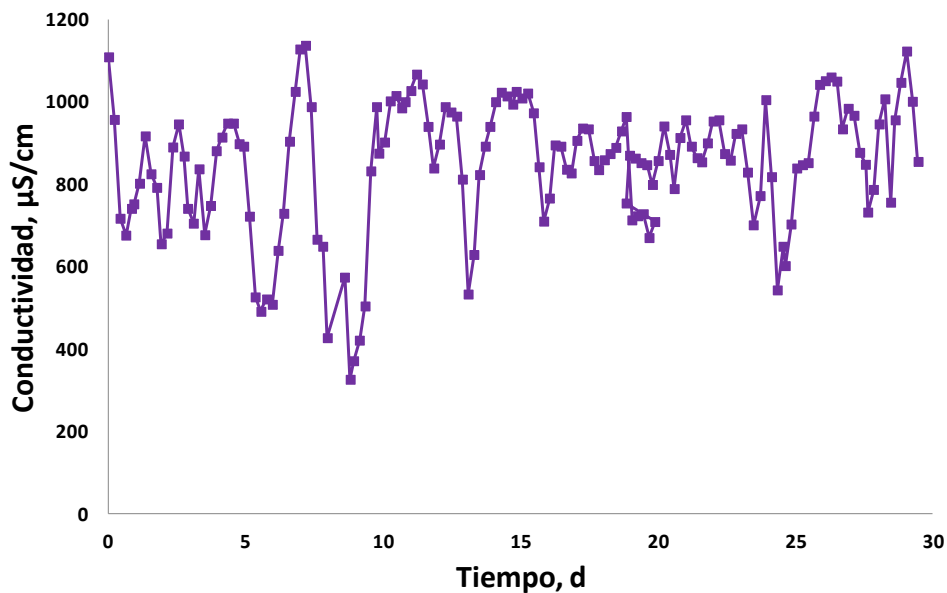


Figura 4.31. Evolución de la dinámica de la conductividad del influente durante 30 días.

En todas las gráficas anteriores se observa cierta inestabilidad de los resultados entre los 5-10 primeros días de muestreo, pero en general, la dinámica de las características del influente fue bastante estable durante los 30 días del periodo y dentro del mismo rango que aquellos obtenidos a partir de muestras diarias compuestas.

4.1.2.5. Variaciones en el caudal de influente

La caracterización de la dinámica del agua residual de entrada se ha completado con un análisis de la evolución de su caudal a partir de datos del caudal que llega a una instalación real cada dos horas durante 30 días (Figura 4.32), determinando los coeficientes pico tanto diarios como semanales. Estos coeficientes se emplearán posteriormente para llevar a cabo las simulaciones de la instalación experimental a partir de un perfil de variaciones dinámicas en el caudal de entrada. Los valores del caudal han estado comprendidos entre 632,83 y 3308,00 m³/h, con un valor medio de 1951,21 ± 632,83 m³/h.

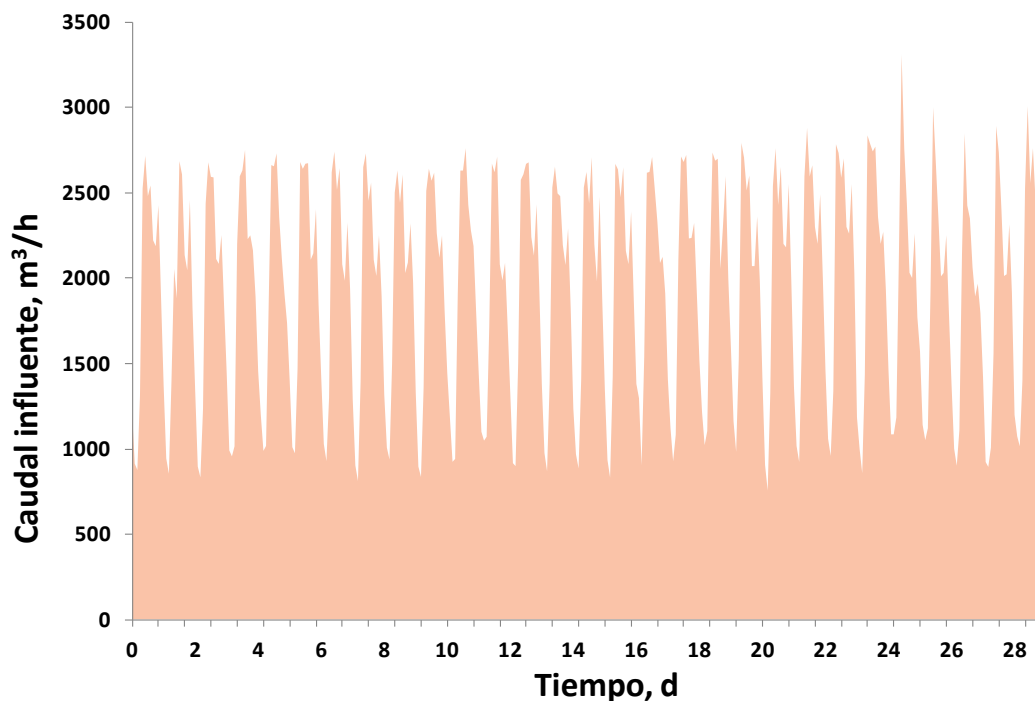


Figura 4.32. Perfil dinámico del caudal de entrada a la EDAR durante 30 días.

Calculando los valores medios cada 2 horas se obtiene el perfil de la figura 4.33, donde se observa un aumento del caudal de entrada durante la mañana hasta alcanzar su valor máximo en torno a medio día y posteriormente volver a disminuir hasta alcanzar su valor mínimo durante la madrugada. Con estos resultados se obtienen los coeficientes horarios de la tabla 4.4.

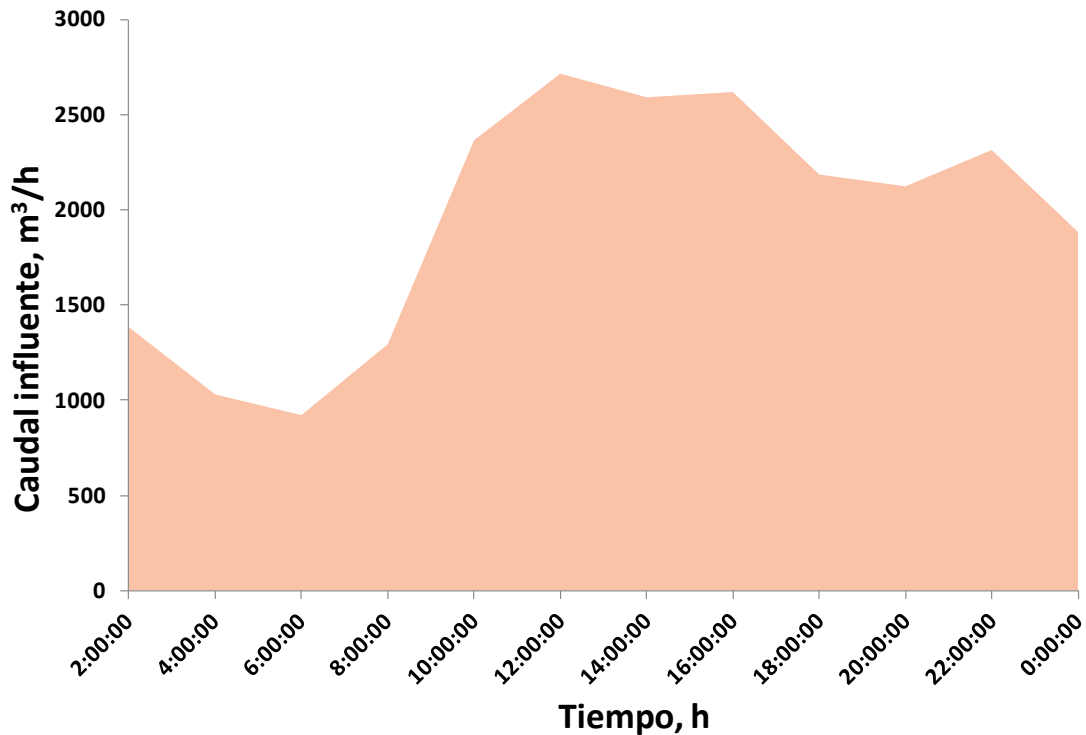


Figura 4.33. Valores medios horarios de caudal de entrada a la EDAR.

Tabla 4.4. Coeficientes horarios para el caudal de entrada.

PERFIL HORARIO	
HORA	COEFICIENTE
2:00	0,794
4:00	0,591
6:00	0,529
8:00	0,743
10:00	1,362
12:00	1,56
14:00	1,56
16:00	1,505
18:00	1,25
20:00	1,212
22:00	1,329
0:00	1,082

Del mismo modo, los resultados medios obtenidos para cada día de la semana se han utilizado para determinar los coeficientes semanales (Tabla 4.5), que posteriormente pueden ser utilizados para calcular el perfil dinámico del influente a partir del valor de caudal pico.

Tabla 4.5. Coeficientes semanales para el caudal de entrada.

PERFIL SEMANAL	
DIA	COEFICIENTE
Lunes	1,006
Martes	0,987
Miercoles	1,010
Jueves	1,002
Viernes	1,009
Sábado	0,993
Domingo	0,981

4.1.3. Fases de estudio

Tras haber comprobado que el funcionamiento de ambas instalaciones es equivalente, éstas han trabajado indistintamente bajo diferentes condiciones operacionales, con el fin de determinar la influencia de éstas condiciones sobre el funcionamiento de los sistemas MBR, sobre el rendimiento del proceso biológico y sobre la calidad del efluente obtenido. Las principales variables consideradas a lo largo del periodo de investigación han sido variables modificables como la altura de lámina de agua, el SRT y el HRT y se han evaluado también otras variables que no es posible controlar, como son los cambios en la temperatura del fango activo y las variaciones en la carga contaminante del influente. En función de estas condiciones operacionales, el periodo de investigación se ha dividido en un total de 39 fases de estudio.

4.1.3.1. Análisis de la evolución de la temperatura

A partir de los datos registrados de temperatura en ambas instalaciones experimentales y para facilitar los análisis sobre la influencia de la temperatura del fango activo, ésta se ha dividido en 4 rangos:

1. $T < 15$ °C: Temperatura fría
2. 15 °C $< T < 20$ °C: Temperatura media
3. 20 °C $< T < 25$ °C: Temperatura templada
4. $T > 25$ °C: Temperatura cálida

La figura 4.34 representa la evolución de la temperatura media del fango en el biorreactor aireado de las instalaciones de UF y MF. Hay que destacar que los valores medios registrados para la instalación de UF fueron ligeramente inferiores para los meses de altas temperatura y superiores para los meses de bajas temperatura a los de la instalación de MF. Estas diferencias son debidas al menor volumen de la instalación de MF y al menor diámetro de sus conducciones, lo cual provocó un calentamiento mayor en los meses de alta temperatura y un enfriamiento mayor en los meses de baja temperatura.

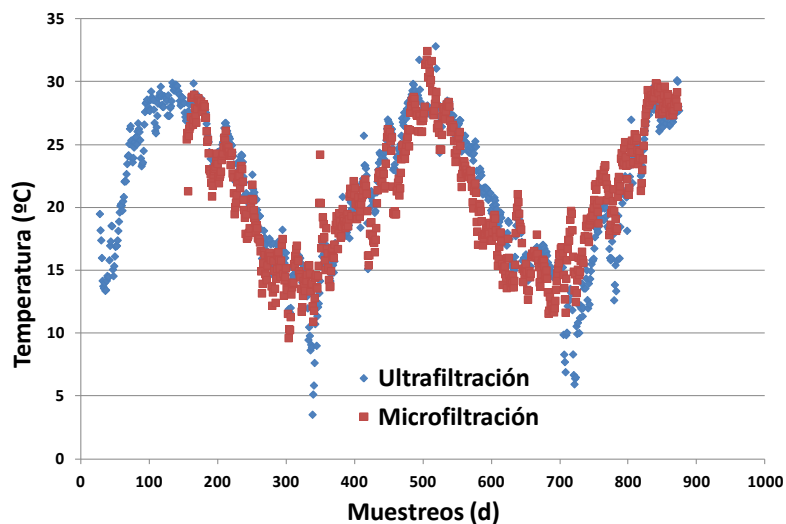


Figura 4.34. Evolución de la temperatura del fango activo en las instalaciones de UF y MF.

Las tablas 4.6 y 4.7 muestran las diferentes fases de la investigación en función de la evolución de la temperatura del fango activo, diferenciando un total de 17 fases de estudio para cada una de las instalaciones.

Tabla 4.6. Fases de la investigación en base a la variable temperatura para la instalación de UF.

Periodo		
Inicio	Fin	Rango de Temperatura, °C
Fecha (Muestreo)	Fecha (Muestreo)	
7/4/2009 (27)	13/5/2009 (63)	15- 20
14/5/2009 (64)	11/6/2009 (92)	20 - 25
12/6/2009 (93)	13/9/2009 (186)	> 25
14/9/2009 (187)	22/11/2009 (256)	20 - 25
23/11/2009 (257)	6/1/2010 (301)	15 - 20
7/1/2010 (302)	3/2/2010 (329)	< 15
23/2/2010 (349)	7/4/2010 (392)	15 - 20
8/4/2010 (393)	30/5/2010 (445)	20 - 25
31/5/2010 (446)	25/9/2010 (563)	>25
26/9/2010 (564)	7/11/2010 (606)	20 - 25
8/11/2010 (607)	22/1/2011 (682)	15 - 20
23/1/2011 (683)	11/2/2011 (702)	< 15
3/7/2011 (843)	19/9/2011 (922)	> 25
20/9/2011 (923)	17/10/2011 (959)	20-25
16/12/2011 (1010)	28/1/2012 (1053)	15-20
29/1/2012 (1054)	18/2/2012 (1074)	< 15
19/2/2012 (1075)	31/3/2012 (1116)	15-20

Tabla 4.7. Fases de la investigación en base a la variable temperatura para la instalación de MF.

Periodo		
Inicio	Fin	Rango de Temperatura, °C
Fecha (Muestreo)	Fecha (Muestreo)	
12/8/2009 (154)	13/9/2009 (186)	> 25
14/9/2009 (187)	3/11/2009 (237)	20 - 25
4/11/2009 (238)	30/12/2009 (294)	15 - 20
31/12/2009 (295)	20/2/2010 (346)	< 15
21/2/2010 (347)	16/5/2010 (431)	15 - 20
17/5/2010 (432)	23/6/2010 (469)	20 - 25
24/6/2010 (470)	16/9/2010 (554)	>25
17/9/2010 (555)	9/10/2010 (577)	20 - 25
10/10/2010 (578)	20/1/2011 (681)	15 - 20
21/1/2011 (682)	6/2/2011 (697)	< 15
7/2/2011 (698)	7/4/2011 (757)	15 - 20
8/4/2011 (758)	11/6/2011 (823)	20-25
12/6/2011 (824)	24/9/2011 (927)	> 25
25/9/2011 (928)	3/11/2011 (967)	20 - 25
4/11/2011 (968)	28/12/2011 (1022)	15 - 20
29/12/2011 (1023)	18/2/2012 (1074)	< 15
19/2/2012 (1075)	31/3/2012 (1116)	15-20

4.1.3.2. Análisis de la evolución del tiempo de retención hidráulico (HRT)

Aunque el HRT es una variable modificable en función del volumen total de la planta o del caudal de influente a tratar, pueden darse fluctuaciones indeseadas debido a fugas incontroladas o a alteraciones imprevistas del caudal de entrada, ya que por ejemplo en el caso de la instalación de UF, el caudal de entrada se controló en función del caudal de permeado y problemas ocasionados por el arrastre de aire en la succión del permeado provocaron variaciones en la entrada de influente. La realización de balances de caudales en la instalación gracias al sistema de control, registro y manejo de datos, ha permitido definir las diferentes fases del trabajo en función de la evolución del HRT representada en la figura 4.35, en la que se observa cómo al inicio de la investigación hubo una cierta fluctuación en los valores de HRT debido a alteraciones puntuales motivadas por la presencia de fugas incontroladas.

Para un primer periodo, la instalación de UF presentó un HRT medio de $40,7 \pm 4,15$ h, cambiando las condiciones de trabajo el 11 de septiembre de 2009 (muestreo 241) mediante el incremento del caudal a tratar en la planta. Las nuevas condiciones de trabajo dieron lugar a un nuevo HRT igual a $35,2 \pm 3,22$ h, que se mantuvo hasta el 29 de junio de 2010 (475), cuando se incrementó nuevamente el caudal de trabajo llegando a un valor de HRT de $32,7 \pm 0,26$ h, que se mantuvo hasta la parada de la planta por mantenimiento el 12 de febrero de 2011 (703). Al volver a poner en funcionamiento la instalación tras las reparaciones (20 de mayo de 2011, muestreo 800), se fijó un HRT en torno a 35 h. Finalmente, tras el muestreo 1052, se cambió el caudal de trabajo sin modificar la altura del reactor, alcanzándose valores de HRT en torno a 23 días. Así, en total se distinguen cuatro fases diferentes de trabajo (Tabla 4.8), ya que dos de ellas, la situada entre los días 242 a 475 y entre el 800 y el 1052, no presentaron diferencias entre sí.

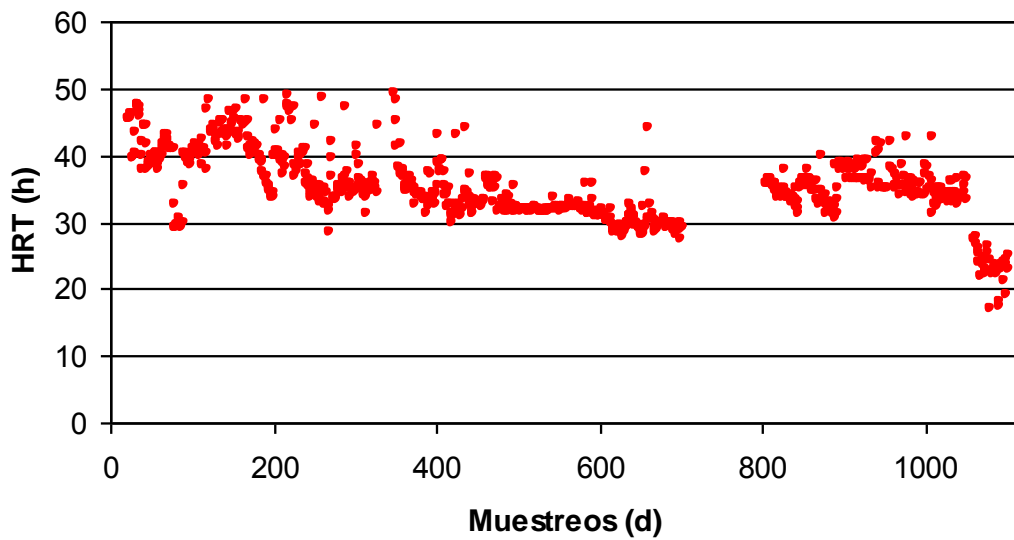


Figura 4.35. Evolución del HRT para la instalación de UF.

Tabla 4.8. Fases de la investigación en base al HRT para la instalación de UF.

Periodo		
Inicio	Fin	HRT (h)
Fecha (Muestreo)	Fecha (Muestreo)	
3/4/2009 (23)	7/11/2009 (241)	40,7 ± 4,14
8/11/2009 (242)	29/6/2010 (475)	35,2 ± 3,22
30/6/2010 (476)	12/2/2011 (703)	32,7 ± 0,26
20/5/2011 (800)	27/1/2012 (1052)	35,5 ± 2,90
3/2/2012 (1059)	31/3/2012 (1116)	23,2 ± 2,42

Con respecto a la instalación de MF, se trató de ajustar el HRT a un valor próximo a 35 horas. Aunque se observaron algunas variaciones, para esta instalación se observaron fluctuaciones mucho menores que las registradas para la instalación de UF y el HRT medio obtenido estable en torno a $36,19 \pm 2,14$ h (Figura 4.36).

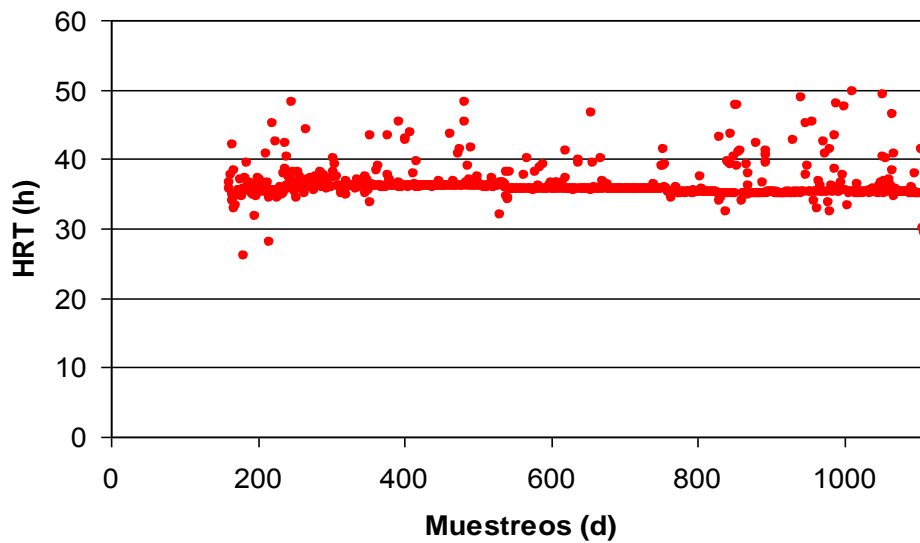


Figura 4.36. Evolución del HRT para la instalación de MF.

4.1.3.3. Análisis de la evolución del tiempo de retención celular (SRT)

El SRT es una de las variables más influyentes en los procesos de fangos activos. Esta variable depende directamente de la purga de fangos y dado que las instalaciones han sufrido una serie de fugas indeseadas de biomasa, especialmente en las primeras fases de trabajo caracterizadas por una mayor inestabilidad, el valor del SRT no ha sido siempre el previsto durante este estudio. Los problemas operativos que dificultan el control del SRT de las instalaciones experimentales se trataron de solucionar realizando inicialmente un balance de caudales en la instalación, lo cual permitió conocer el volumen de purga real, considerándolo como una media arrastrada a lo largo de todos los días de operación de la instalación en los que se realizó purga. Para los días en los que la instalación no realizó purga, el valor del SRT se consideró coincidente con los días de operación transcurridos. Mediante esta forma de cálculo del SRT, los valores obtenidos para la instalación de UF reflejan varios periodos bien definidos, un periodo inicial con un valor medio en torno a los 20 días de SRT, posteriormente otro periodo de SRT en torno a 35 días. Tras esta fase, se trató de ajustar la instalación a valores de SRT

de 16 días, hasta que llegó la parada obligada por mantenimiento y reparación de la instalación tras la cual se ajustaron los valores de SRT a un valor medio de 40 días, con un descenso posterior a 36 días para finalizar con un SRT de 15 días (Figura 4.37).

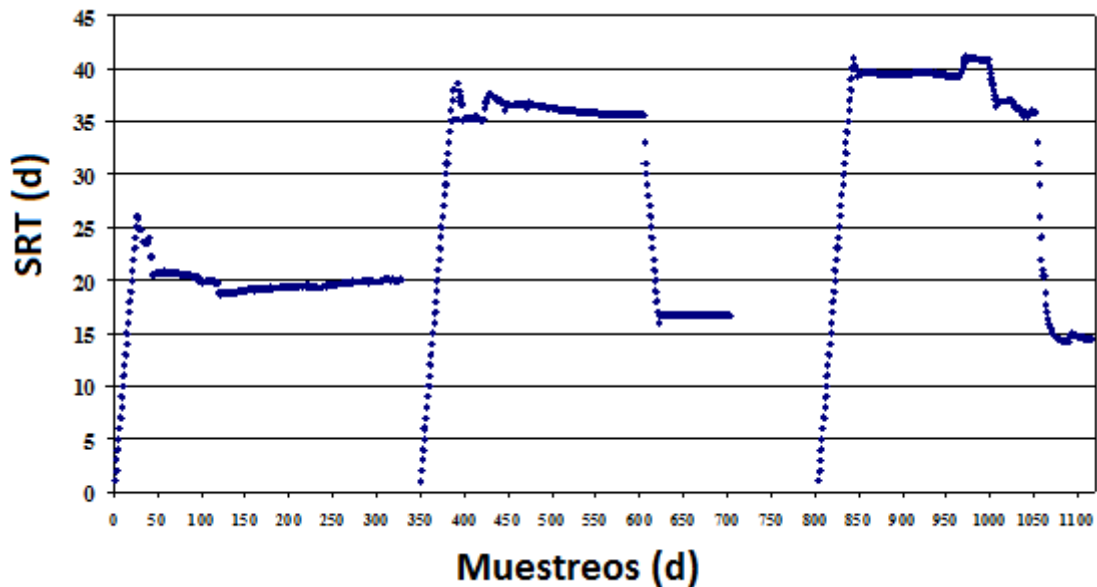


Figura 4.37. Evolución del SRT para la instalación de UF.

Para la instalación de MF la variabilidad fue mayor (Figura 4.38), pasando por un primer periodo con valores medios de 20 días de SRT coincidentes con la instalación de UF, seguido de un periodo de evolución que finaliza en un cambio de altura del reactor biológico. Posteriormente, los valores continuaron en progresión ascendente que se ralentizó conforme la instalación llegó a los valores nominales fijados hasta el muestreo 734, en el que se paralizó la purga hasta alcanzar los 40 días de SRT que se mantuvieron hasta el final del periodo de investigación. Con el fin de poder manejar estos grupos comparativos, se agruparon los valores de SRT obtenidos en seis categorías: 20, 25, 30, 35, 40 y 43 días.

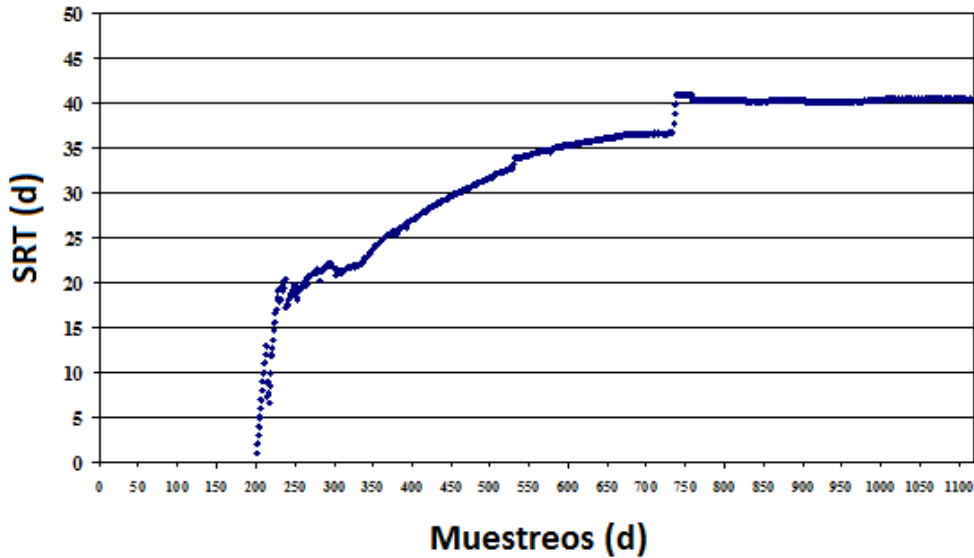


Figura 4.38. Evolución del SRT para la instalación de MF.

4.1.3.4. Variación de la altura de lámina de agua

La altura de lámina de agua es una de las variables que puede afectar principalmente a la transferencia de oxígeno en el sistema. Durante el primer año de investigación, las dos instalaciones experimentales mantuvieron una altura de lámina de agua de 3,75 metros. Durante la segunda anualidad se modificó la altura de la lámina de agua de forma que la instalación de UF permaneció a 3,75 m para posteriormente pasar a 2,5 m en el último periodo de estudio tras el parón por mantenimiento. Por otro lado, la instalación de MF incrementó su altura hasta los 5 metros el 24 de agosto de 2010.

4.1.3.5. Análisis de la evolución de la carga contaminante

Una de las principales características de las aguas residuales urbanas es su variabilidad en cuanto a la concentración y al volumen generado, con diferencias importantes tanto a nivel horario, como diario o estacional. Durante el periodo de investigación y dado que los caudales de aportación se mantuvieron constantes, se

hizo necesario evaluar las características del influente para los principales parámetros de control (DQO, DBO₅ y sólidos en suspensión) con el objeto de apreciar diferencias entre las fases de estudio a comparar. Teniendo en cuenta que el volumen de reactores de cada instalación era diferente, los valores de carga se han definido como carga orgánica volumétrica (COV, en kg DQO/d m³).

Las figuras 4.39 y 4.40 reflejan las variaciones de carga para el parámetro DQO en cada una de las instalaciones experimentales. En dichas figuras se aprecia una importante variabilidad en la carga que soporta cada instalación, la cual fue similar para ambas, sin diferencias estadísticamente significativas (p-valor 0,8754).

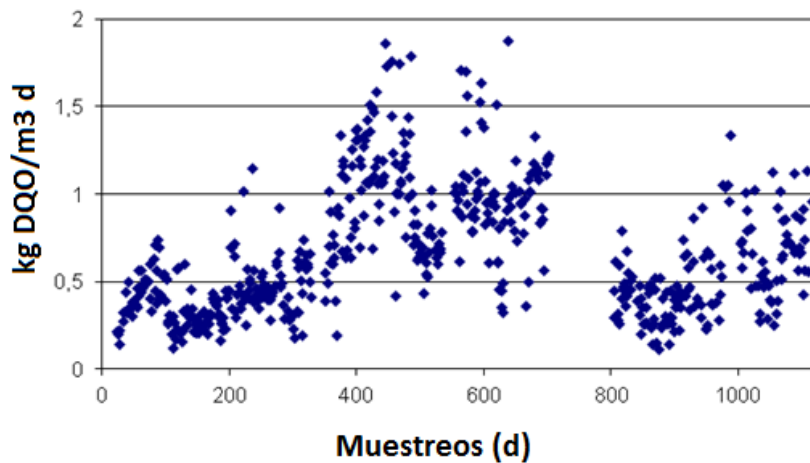


Figura 4.39. Evolución de la carga contaminante para la instalación de UF.

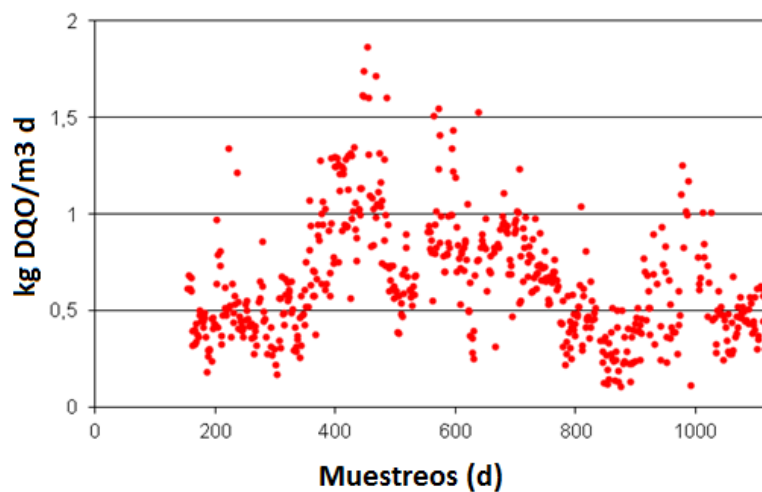


Figura 4.40. Evolución de la carga contaminante para la instalación de MF.

La instalación de UF comenzó a trabajar con una carga media de 0,36 kg/d m³, manteniéndose en estas condiciones hasta el muestreo 186, pasando posteriormente a 0,5 kg/d m³ hasta el muestreo 372, donde la carga subió hasta 1,08 kg/d m³ hasta que a partir del muestreo 487 bajó a 0,92 kg/d m³ hasta el muestreo 773. Continuó descendiendo a 0,41 kg/d m³ hasta el muestreo 972 para elevarse finalmente hasta un valor medio de 0,7 kg/d m³.

Por otro lado, la instalación de MF comenzó a trabajar con una carga media de 0,5 kg/d m³ hasta el muestreo 372 a partir del cual la carga se elevó a 1,15 kg/d m³ hasta el muestreo 487 en el que bajó a 0,77 kg/d m³ hasta el muestreo 773, continuando con el descenso a 0,42 kg/d m³ hasta el muestreo 972 y elevándose hasta un valor medio de 0,81 kg/d m³, con un descenso final hasta 0,45 kg/d m³.

Las variaciones de carga fueron similares para cada instalación, ya que se empleó el mismo influente y a pesar de que su tamaño es diferente, los caudales de entrada han sido calculados en función de ellos para que las condiciones en ambos sistemas fueran similares y fácilmente comparables. Con el objeto de estandarizar las diferentes fases de carga contaminante, se agruparon las fases con valores medios de 0,36, 0,41, 0,42 y 0,45 en un valor de 0,4 kg/d m³. El segundo grupo mantiene un valor de 0,5 kg/d m³. Por otro lado, el valor de 0,75 kg/d m³ agrupará a los valores medios de 0,7, 0,77 y 0,81 y se mantiene la fase de 0,9 kg/d m³. Finalmente, el valor de 1,1 kg/d m³ agrupará a los valores de 1,08 y 1,15. En total se consideraron cinco periodos para la instalación de UF y cuatro para la de MF.

4.1.3.6. Fases experimentales a comparar

Tras el periodo inicial en el que se llevó a cabo la comparativa en el comportamiento de ambas instalaciones trabajando bajo las mismas condiciones operacionales, se trabajó simultáneamente con ambas en condiciones diferentes cuyos resultados serán comparables entre sí dado que no se observó ninguna influencia de la tecnología MBR utilizada sobre la actividad biológica. Se distinguen

en total 39 fases de estudio diferentes en base a las cinco variables anteriormente descritas cuya influencia se pretende analizar (Tablas 4.9 y 4.10).

Tabla 4.9. Fases de estudio para la instalación de UF.

Fase	Inicio Fecha (Muestreo)	Fin Fecha (Muestreo)	h, m	SRT, d	HRT, h	T, °C	COV, kg DQO/d m ³
1	7/4/09 (27)	13/5/09 (63)	3,75	20	40	15-20	0,4
2	14/5/09 (64)	11/6/09 (92)	3,75	20	40	20-25	0,4
3	12/6/09 (93)	13/9/09 (186)	3,75	20	40	> 25	0,4
4	14/9/09 (187)	7/11/09 (241)	3,75	20	40	20-25	0,5
5	8/11/09 (242)	22/11/09 (256)	3,75	20	35	20-25	0,5
6	23/11/09 (257)	6/1/10 (301)	3,75	20	35	15-20	0,5
7	7/1/10 (302)	3/2/10 (329)	3,75	20	35	< 15	0,5
8	8/4/10 (393)	30/5/10 (445)	3,75	35	35	20-25	1,1
9	31/5/10 (446)	29/6/10 (475)	3,75	35	35	> 25	1,1
10	30/6/10 (476)	11/7/10 (487)	3,75	35	32	> 25	1,1
11	12/7/10 (488)	25/9/10 (563)	3,75	35	32	> 25	0,9
12	26/9/10 (564)	7/11/10 (606)	3,75	35	32	20-25	0,9
13	25/11/10 (624)	22/1/11 (682)	3,75	16	32	15-20	0,9
14	23/1/11 (683)	11/2/11 (702)	3,75	16	32	< 15	0,9
15	3/7/11 (843)	19/9/11 (922)	2,5	40	35	> 25	0,4
16	20/9/11 (923)	17/10/11 (959)	2,5	40	35	20-25	0,4
17	16/12/11 (1010)	28/1/12 (1053)	2,5	35	35	15-20	0,75
18	29/1/12 (1054)	18/2/12 (1074)	2,5	16	23	< 15	0,75
19	19/2/12 (1055)	31/3/12 (1116)	2,5	16	23	15-20	0,75

Tabla 4.10. Fases de estudio para la instalación de MF.

Fase	Inicio Fecha (Muestreo)	Fin Fecha (Muestreo)	h, m	SRT, d	HRT, h	T, °C	COV, kg DQO/d m ³
20	14/9/09 (187)	3/11/09 (237)	3,75	20	35	20-25	0,5
21	4/11/09 (238)	30/12/09 (294)	3,75	20	35	15-20	0,5
22	31/12/09 (295)	20/2/10 (346)	3,75	20	35	<15	0,5
23	21/2/10 (347)	18/3/10 (372)	3,75	25	35	15-20	0,5
24	19/3/10 (373)	16/5/10 (431)	3,75	25	35	15-20	1,1
25	17/5/10 (432)	23/6/10 (469)	3,75	30	35	20- 25	1,1
26	24/6/10 (470)	11/7/10 (487)	3,75	30	35	> 25	1,1
27	12/7/10 (488)	23/8/10 (530)	3,75	30	35	> 25	0,75
28	24/8/10 (531)	16/9/10 (554)	5	35	35	> 25	0,75
29	17/9/10 (555)	9/10/10 (577)	5	35	35	20-25	0,75
30	10/10/10 (578)	20/1/10 (681)	5	35	35	15-20	0,75
31	21/1/10 (682)	6/2/11 (697)	5	35	35	<15	0,75
32	7/2/11 (698)	7/4/11 (757)	5	35	35	15-20	0,75
33	8/4/11 (758)	23/4/11 (773)	5	40	35	20-25	0,75
34	8/4/11 (758)	11/6/11 (823)	5	40	35	20-25	0,4
35	12/6/11 (824)	24/9/11 (927)	5	40	35	> 25	0,4
36	25/9/11 (928)	3/11/11 (967)	5	40	35	20-25	0,4
37	4/11/11 (968)	28/12/11 (1022)	5	40	35	15-20	0,75
38	29/12/11 (1023)	18/2/12 (1074)	5	40	35	<15	0,4
39	19/2/12 (1075)	31/3/12 (1116)	5	40	35	15-20	0,4

4.1.4. Puesta a punto y optimización de las técnicas respirométricas utilizadas

Los métodos respirométricos utilizados para evaluar y controlar las plantas de tratamiento de aguas residuales y para calibrar los modelos de fangos activos han sido utilizados casi desde el desarrollo del proceso y, especialmente, tras la publicación del ASM1 (Henze *et al.*, 1987). Durante décadas, investigadores de todo el mundo han realizado estudios basados en la respirometría y han mejorado estas técnicas, de manera que cuando aparecieron los sistemas MBR se utilizaron indistintamente con fango activo procedente de estos sistemas o de sistemas convencionales. Sin embargo, debido a diferencias en la configuración y características específicas del proceso MBR en comparación con el sistema convencional, es necesario modificar ciertos aspectos operacionales cuando se aplica la respirometría a estos sistemas y es por ello que antes de utilizar en este trabajo ensayos respirométricos para la caracterización de las distintas fracciones del influente y para la calibración de determinados parámetros cinéticos y estequiométricos, se ha intentado comprobar su aplicabilidad a sistemas MBR y optimizar estas técnicas con el fin de obtener los mejores resultados.

4.1.4.1. Tiempo necesario para que el fango alcance el estado endógeno (t.t.e.)

Antes de llevar a cabo la mayoría de los ensayos de respirometría en los que se va a evaluar la respiración exógena, es necesario asegurar que el fango activo ha alcanzado un estado endógeno estable. Tradicionalmente se considera necesario que este tiempo sea de 24 horas o al menos durante la noche previa al experimento, tanto para fangos procedentes de sistemas convencionales (Sin *et al.*, 2005) como para sistemas MBR (Munz *et al.*, 2008, Laera *et al.*, 2009). Sin embargo, otros autores como Malamis *et al.*, 2011, Strotmann *et al.* (1998) o Sperandio y Paul (2000) mantienen el fango aireándose durante tiempos menores de 18 horas, 16 horas y 2-3 horas, respectivamente.

Puesto que una de las principales características de los sistemas MBR es que operan a elevados SRTs, es posible suponer que el tiempo requerido para alcanzar el estado endógeno sea inferior al necesario para fango activo procedente de sistemas convencionales puesto que, especialmente si el sistema trabaja a baja carga, el fango puede entrar en endogénesis en el interior del biorreactor al final del proceso (Malamis *et al.*, 2011). Por este motivo, se han realizado una serie de ensayos respirométricos con fango activo procedente de ambos sistemas MBR trabajando a elevados SRTs (25, 35 y 45 días) con el objeto de analizar la evolución del OUR durante más de 24 horas y comprobar el tiempo transcurrido hasta que el fango alcanza un estado endógeno. En estas condiciones de endogénesis, el consumo de oxígeno del fango activo se estabiliza y se alcanza un valor constante de OUR, lo que indica que todo el sustrato exógeno ha sido consumido y únicamente se consume sustrato generado por la propia biomasa (Keesman *et al.*, 1998). Este tiempo se conoce como *t.t.e.* (“*time to endogenous*”) y depende de las propiedades del fango activo, de las condiciones operacionales del sistema y de las características del agua residual a tratar tales como la presencia de tóxicos o la mayor o menor presencia de compuestos lentamente biodegradables (Munz *et al.*, 2008).

Un aspecto importante a tener en cuenta y que justifica la necesidad de llevar a cabo estos análisis es el hecho de que el tiempo que el fango activo permanece aireándose puede ocasionar diferencias importantes en los resultados obtenidos a partir de los ensayos respirométricos y es por ello que se considera imprescindible determinar el *t.t.e.* adecuado para cada caso con el fin de evitar la incertidumbre de los resultados derivada bien de someter al fango a una aireación excesiva previa al ensayo o bien de utilizar un fango que aún no ha alcanzado el estado endógeno.

Así pues, para comprobar la importancia de optimizar el *t.t.e.* y justificar la realización de estos ensayos cuyo objetivo es la obtención de un valor de *t.t.e.* apropiado para sistemas MBR, se realizaron ensayos con un mismo sustrato (acetato sódico) tras mantener un mismo fango aireándose durante diferentes tiempos (0, 3, 6, 12 y 24 horas). Los resultados de estos ensayos demostraron que

el tiempo de aireación previa puede ocasionar diferencias superiores al 12 % en el oxígeno consumido durante el ensayo cuando se añade sustrato al fango activo. Estas variaciones son especialmente importantes cuando el objetivo del ensayo es la determinación del parámetro Y_H , ya que se utiliza para determinar la concentración de materia orgánica biodegradable y una variación del 10 % en el valor de este parámetro lleva a diferencias de más del 18 % en la posterior estimación de la DQO biodegradable (Gatti *et al.*, 2010).

La figura 4.41 muestra los resultados de *t.t.e.* obtenidos con fango activo procedente de las instalaciones de UF y MF y permite observar cómo el *t.t.e.* del fango procedente de sistemas MBR es muy inferior a las 24 horas tradicionalmente utilizadas por científicos e investigadores de todo el mundo. El tiempo medio necesario para que el fango activo procedente de sistemas MBR que trabajan a elevados SRTs alcance el estado endógeno es de $44,9 \pm 32,3$ minutos y el máximo valor alcanzado es igual a 175,5 minutos, lo que significa que, en todos los casos, el *t.t.e.* es inferior a las 3 horas y, por lo tanto, no es recomendable dejar el fango activo aireándose durante toda una noche o durante las 24 horas previas al ensayo cuando dicho fango procede de sistemas MBR. Estos resultados coinciden con las conclusiones de otros autores como Malamis *et al.* (2011), que evaluaron el funcionamiento de un sistema MBR trabajando bajo diferentes condiciones de operación y obtuvieron valores de OUR, tras dejar que el fango alcance el estado endógeno, muy similares a los obtenidos con fango recién muestreado, lo que indica que el fango recién muestreado de instalaciones que trabajan a elevados SRTs, ya se encuentra en estado endógeno. Comparando los resultados de ambas instalaciones, no existen diferencias estadísticas significativas entre ellas (p-valor 0,4823).

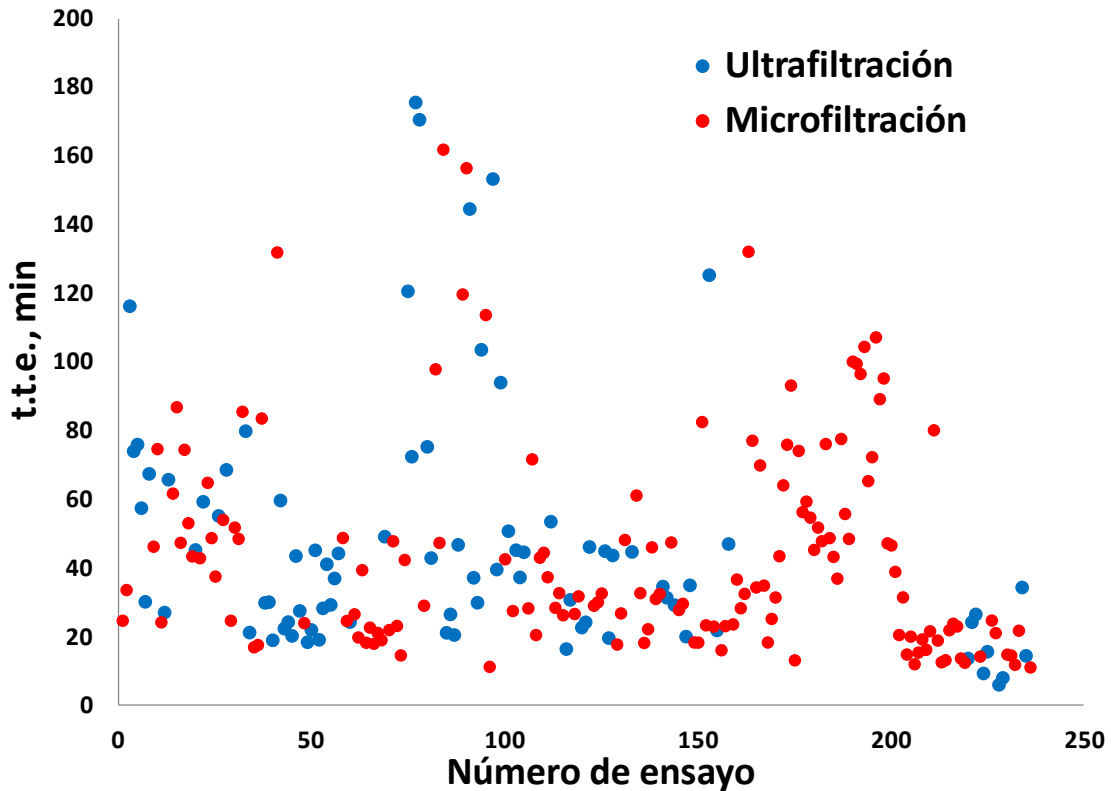


Figura 4.41. Tiempo necesario para que el fango activo alcance un estado endógeno.

Por todo ello, con el fin de asegurar que los ensayos respirométricos se realizan con un fango estable pero sin dejarlo demasiado tiempo como para desvirtuar los resultados obtenidos y dar lugar al crecimiento de microorganismos indeseados o a modificaciones de las propiedades de la biomasa, se decidió finalmente llevar a cabo siempre un ensayo previo a cada análisis respirométrico en el que, sin añadir sustrato alguno, se controla el valor de OD hasta que éste se estabilice. Una vez estabilizado se considera que el fango ha alcanzado un estado endógeno apropiado y se procede a realizar el ensayo de manera fiable.

4.1.4.2. Concentración de OD óptima durante el ensayo respirométrico

Para poner a punto el protocolo de realización de ensayos respirométricos en el laboratorio, otro aspecto importante a tener en cuenta es la concentración de OD en el interior del respirómetro durante el ensayo, ya que es necesario que esta concentración sea suficientemente elevada como para asegurar que no es un factor limitante durante el ensayo y que existe oxígeno disponible para la actividad biológica. Por otro lado, es aconsejable que no sea excesivamente elevado porque puede dar lugar al crecimiento de otros microorganismos no deseados (Kusiak y Wei, 2013). Así mismo, la concentración de OD en el respirómetro debe ser similar a la concentración de OD del sistema experimental, para asegurar que los resultados sean representativos del sistema que se pretende estudiar y que no se sobreestimen los parámetros cinéticos debido a que en el respirómetro se dan condiciones completamente aeróbicas mientras que en el sistema real la transferencia de oxígeno se ve limitada (Ortigara *et al.*, 2011).

Algunos autores afirman que mantener una concentración de OD en el respirómetro en torno a 5 mg O₂/L (Cokgor *et al.*, 2009) o superiores a 6 mg O₂/L (Orhon y Okutman, 2003) proporciona un nivel de OD apropiado durante el experimento. Sin embargo, los resultados obtenidos en este trabajo demuestran que utilizando un mismo fango al que se le añade un mismo sustrato (acetato sódico), tanto la duración del ensayo (Figura 4.42) como la tasa máxima de respiración (Figura 4.43) o el oxígeno consumido (Figura 4.44) disminuyen al aumentar el caudal de aireación, incluso cuando la concentración de OD se mantiene siempre por encima de 6 mg O₂/L. Esto significa que cuando aumenta el oxígeno disponible disminuye la velocidad a la que los microorganismos consumen el sustrato y, por tanto, su actividad. Por otro lado, al aumentar el caudal de aire y, por tanto, el OD presente durante el ensayo, también aumenta el tiempo necesario para que el fango activo se estabilice y alcance el estado endógeno (Figura 4.45), indicando una mayor dificultad para estabilizar el fango activo.

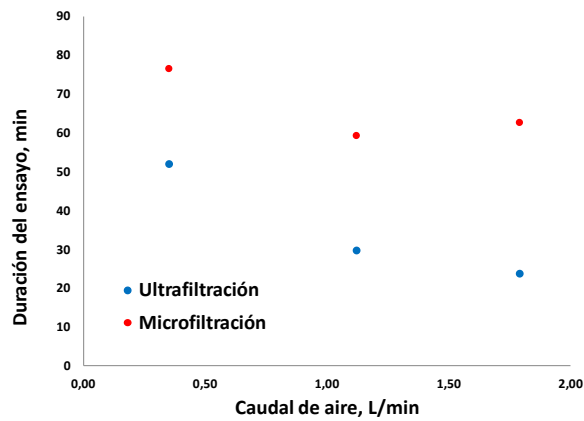


Figura 4.42. Influencia del caudal de aire en el respirómetro sobre la duración del ensayo.

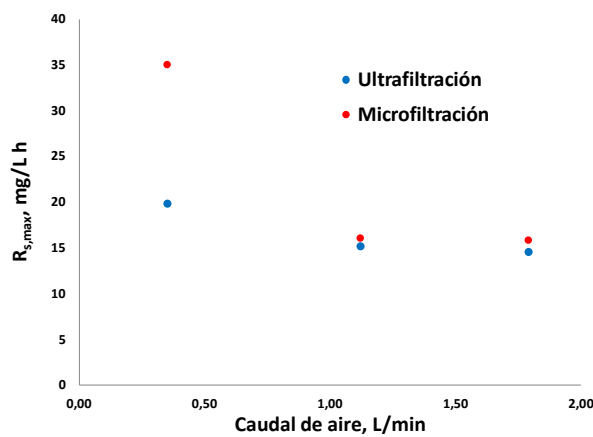


Figura 4.43. Influencia del caudal de aire en el respirómetro sobre la tasa de respiración máxima.

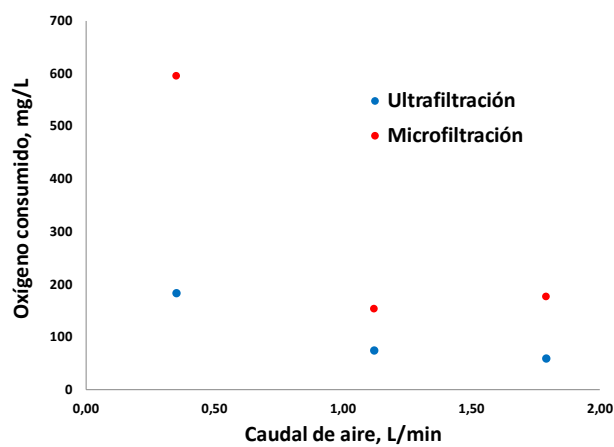


Figura 4.44. Influencia del caudal de aire en el respirómetro sobre el oxígeno consumido durante el ensayo.

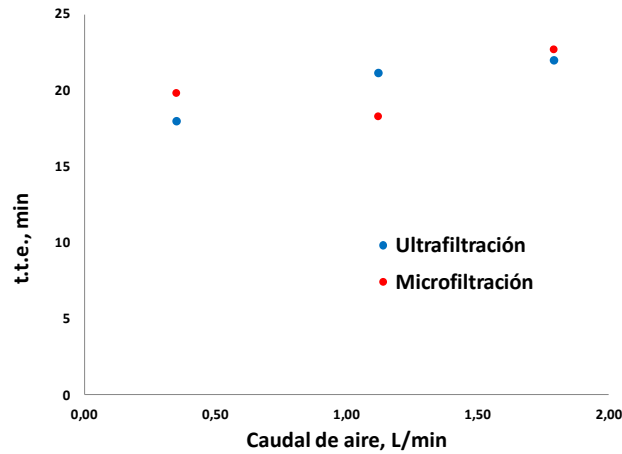


Figura 4.45. Influencia del caudal de aire en el respirómetro sobre el *t.t.e.*

La figura 4.46 muestra cómo la concentración de OD en el respirómetro afecta también a los resultados de los parámetros cinéticos y estequiométricos obtenidos, que pueden variar considerablemente en función de las condiciones. Esto implica que la determinación de las fracciones biodegradables o de otros parámetros que dependen de estos valores, podrían estimarse también de manera incorrecta (Gatti *et al.*, 2010).

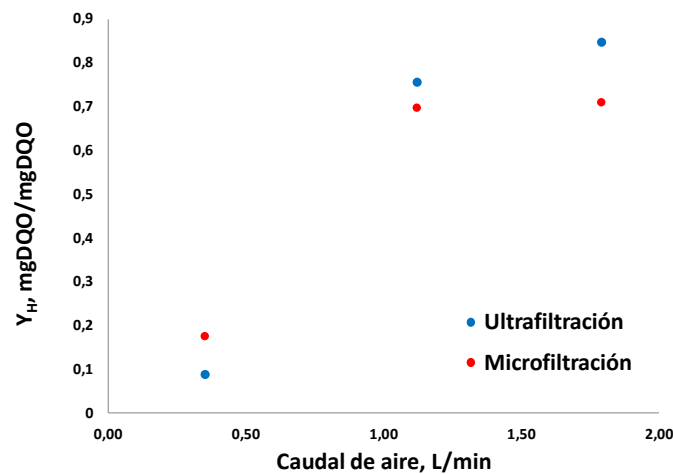


Figura 4.46. Influencia del caudal de aire en el respirómetro sobre el valor de Y_H .

Los ensayos de respirometría se ven muy afectados por las condiciones experimentales (Orhon *et al.*, 2007), de manera que es necesario tener mucho cuidado a la hora de seleccionar y estandarizar el procedimiento para conseguir resultados fiables, representativos de la instalación que se está evaluando y comparables entre sí. A lo largo del periodo de investigación se decidió llevar a cabo los ensayos en los que se mide la respiración exógena seleccionando siempre un caudal de aire intermedio (1,12 L/min), lo que permite asegurar que hay suficiente oxígeno disponible para el ensayo y que, como se observa en las figuras anteriores, no supone grandes diferencias con los resultados obtenidos si se aumentara el caudal de aire. De esta manera se estandariza la concentración de OD en el respirómetro durante los ensayos.

4.1.4.3. Otros factores a tener en cuenta durante los ensayos respirométricos

La selección del ratio sustrato/biomasa al cual se llevan a cabo los ensayos es también un factor importante para obtener resultados coherentes y representativos del proceso real (Ekama *et al.*, 1986; Kappeler y Gujer, 1992; Wang *et al.*, 2013), ya que su valor determina la prevalencia del anabolismo frente al catabolismo o viceversa (Gatti *et al.*, 2010). Esto es así porque si existe limitación de sustrato, dominará la producción de energía para mantenimiento (catabolismo) frente al crecimiento (anabolismo), dando lugar a un descenso en el valor obtenido de parámetros como Y_H , lo que puede implicar una disminución en el valor estimado de DQO biodegradable. Si, por el contrario, este ratio es demasiado elevado, puede dar lugar al crecimiento de la concentración de biomasa durante el experimento, de manera que se modifica el estado y las concentraciones del fango activo y deja de ser representativo de la instalación experimental.

Es recomendable que el ratio F/M sea similar al de la instalación analizada (Gatti *et al.*, 2010), pero dada la variabilidad de la concentración de materia orgánica presente en el influente real y, puesto que en la instalación experimental se mantiene constante el caudal de entrada, se ha mantenido el mismo criterio para la

realización de los ensayos de respirometría, utilizando siempre un volumen de muestra constante que ha de ser suficiente para poder observar la caída del valor de OD en el respirómetro. Así mismo, es importante evitar trabajar con un volumen demasiado elevado como para que la biomasa consuma sólo una parte del mismo y tenga lugar el almacenamiento de la materia orgánica para su posterior consumo (Ni y Yu, 2008; Ortigara *et al.*, 2011; Insel *et al.*, 2012). Con independencia de que el sustrato utilizado para el ensayo sea influente, influente filtrado o acetato sódico, este volumen se ha fijado en 50 ml de sustrato por cada litro de fango activo, lo que da lugar a un ratio F/M similar al real en la mayoría de los ensayos, salvo fluctuaciones puntuales de la concentración de materia orgánica en el influente o de las características del fango activo.

4.2. ANÁLISIS DE SENSIBILIDAD

El objetivo principal cuando se lleva a cabo un análisis de sensibilidad consiste en identificar los principales causantes de la incertidumbre en las variables de salida del modelo (Hofer, 1999). Además, este análisis aporta información muy útil sobre qué parámetros es aconsejable seleccionar para su calibración (Machado *et al.*, 2009) y permite minimizar esfuerzos, ya que la determinación de todos los parámetros del modelo supondría un elevado consumo de recursos tanto técnicos como humanos (Vanrolleghem *et al.*, 2003) y los autores de los protocolos de calibración más importantes enfatizan la necesidad de seleccionar un subconjunto de parámetros para la calibración (Melcer *et al.*, 2003; Vanrolleghem *et al.*, 2003; Langergraber *et al.*, 2004).

A continuación se realizan diversos análisis de sensibilidad local utilizando como modelo el ASM3 (Gujer *et al.*, 1999) que, como se mencionó anteriormente, es el modelo seleccionado para llevar a cabo esta investigación porque es el que mejor se adapta a las instalaciones experimentales de las que se dispone. En primer lugar, se va a utilizar una herramienta informática numérica en la cual se implementará el modelo y se llevarán a cabo tanto simulaciones del sistema bajo diversas

condiciones operacionales, como análisis de sensibilidad local cuyos resultados se compararán posteriormente con aquellos obtenidos al realizar el mismo análisis y las mismas simulaciones con un simulador comercial ampliamente utilizado, con el fin de validar este software. Posteriormente se van a comparar los resultados del análisis de sensibilidad local llevado a cabo mediante el simulador WEST con otros resultados encontrados en bibliografía y se evaluará la influencia de distintos parámetros operacionales tales como la duración del análisis, la concentración de OD o la temperatura a la que se lleva el análisis sobre los resultados del mismo.

4.2.1. Validación de MATHEMATICA como herramienta para realizar análisis de sensibilidad y simulaciones del proceso biológico de depuración de aguas residuales.

En este apartado se pretende estudiar el comportamiento de una herramienta matemática simple, rápida y fácil de usar que permita implementar en ella los modelos existentes o evaluar modelos nuevos desarrollados por el usuario y seleccionar las mejores alternativas de diseño que posteriormente pueden ser implementadas en otros simuladores o herramientas más complejas que requieren mayores recursos tanto de tiempo como computacionales para un estudio más exhaustivo.

Dado que la adición de nuevas variables en el modelo incrementa la necesidad de llevar a cabo experimentos adicionales en laboratorio e incrementa la complejidad de la etapa de calibración, siempre que sea posible es preferible utilizar un modelo simple que permita obtener predicciones que se ajusten a la realidad, sin necesidad de llevar a cabo un número tan elevado de ensayos que hagan de la calibración una etapa económicamente inviable (Fenu *et al.*, 2010; Galinha *et al.*, 2013). Por este motivo, los modelos se suelen reducir lo máximo posible hasta un nivel en el que sea posible la identificación de los parámetros, mientras se mantienen las capacidades predictivas de los principales fenómenos del proceso

(Jeppsson, 1996). En este caso, al implementar el modelo en MATHEMATICA, se han asumido las siguientes hipótesis o simplificaciones del modelo:

- Se considera estado estacionario.
- Las concentraciones del influente permanecen constantes en el tiempo.
- Los volúmenes de los biorreactores son constantes.
- Se supone mezcla perfecta en los biorreactores.
- Temperatura constante e igual a 20°C.
- No tiene lugar actividad biológica en el tanque de membranas, únicamente separación física.
- La membrana es capaz de retener todos los sólidos e impedir la presencia de sólidos en el efluente, de manera que en el efluente únicamente están presentes las fracciones solubles.
- Además, puesto que no es posible simular la dinámica del sistema, no se pueden plasmar los ciclos de aireación entre dos puntos de consigna, así que se ha tomado como concentración de OD en el biorreactor aireado un valor medio entre los dos puntos de consigna experimentales.

El modelo implementado está basado en la matriz de Petersen del modelo ASM3 (Gujer *et al.*, 1999), ya que las ecuaciones que constituyen el modelo se han desarrollado a partir de los balances másicos a cada componente en cada uno de los reactores biológicos que se incluyen en dicha matriz. El sistema experimental dispone de un MBR en el que se supone que únicamente se lleva a cabo una separación física y no tiene lugar actividad biológica, por lo que las concentraciones de cada compuesto se han determinado en este biorreactor mediante balances másicos en los que no se incluye ni un término de generación ni un término de eliminación.

A continuación se detallan las ecuaciones del modelo implementado en MATHEMATICA y que incluyen, por un lado, las tasas de reacción (hidrólisis,

crecimiento, decaimiento, etc.), tanto en condiciones anóxicas como aeróbicas y, por otro lado, los balances másicos a cada componente en cada uno de los biorreactores. Además, se implementaron previamente en el software los datos correspondientes a condiciones operacionales, volúmenes de los biorreactores, concentraciones de OD en cada biorreactor y valores de los parámetros cinéticos y estequiométricos y se definió el rango de incertidumbre de cada parámetro, así como sus valores iniciales para facilitar al programa un punto de partida para el cálculo.

- TASAS DE REACCIÓN:

- Hidrólisis:

$$r_{1an} = k_H * \left(\frac{\left(\frac{X_{San}}{X_{Han}}\right)}{K_X + \left(\frac{X_{San}}{X_{Han}}\right)} \right) * X_{Han}$$

$$r_{1ai} = k_H * \left(\frac{\left(\frac{X_{Sai}}{X_{Hai}}\right)}{K_X + \left(\frac{X_{Sai}}{X_{Hai}}\right)} \right) * X_{Hai}$$

- Almacenamiento aeróbico de X_{STO} :

$$r_2 = k_{STO} * \left(\frac{S_{Oai}}{K_O + S_{Oai}} \right) * \left(\frac{S_{Sai}}{K_S + S_{Sai}} \right) * X_{Hai}$$

- Almacenamiento anóxico de X_{STO} :

$$r_3 = k_{STO} * \eta_{NO} * \left(\frac{K_O}{K_O + S_{Oan}} \right) * \left(\frac{S_{NOan}}{K_{NO} + S_{NOan}} \right) * \left(\frac{S_{San}}{K_S + S_{San}} \right) * X_{Han}$$

- Crecimiento aeróbico de X_H :

$$r_4 = \mu_{H,max} * \left(\frac{S_{Oai}}{K_O + S_{Oai}}\right) * \left(\frac{S_{NHai}}{K_{NH} + S_{NHai}}\right) * \left(\frac{S_{ALK}}{K_{ALK,H} + S_{ALK}}\right) * \left(\frac{\left(\frac{X_{STOai}}{X_{Hai}}\right)}{K_{STO} + \left(\frac{X_{STOai}}{X_{Hai}}\right)}\right) * X_{Hai}$$

- Crecimiento anóxico de X_H (desnitrificación):

$$r_5 = \mu_{H,max} * \eta_{NO} * \left(\frac{K_O}{K_O + S_{Oan}}\right) * \left(\frac{S_{NOan}}{K_{NO} + S_{NOan}}\right) * \left(\frac{S_{NHan}}{K_{NH} + S_{NHan}}\right) * \left(\frac{S_{ALK}}{K_{ALK,H} + S_{ALK}}\right) * \left(\frac{\left(\frac{X_{STOan}}{X_{Han}}\right)}{K_{STO} + \left(\frac{X_{STOan}}{X_{Han}}\right)}\right) * X_{Han}$$

- Respiración aeróbica endógena de X_H :

$$r_6 = b_{H,O_2} * \left(\frac{S_{Oai}}{K_O + S_{Oai}}\right) * X_{Hai}$$

- Respiración anóxica endógena de X_H :

$$r_7 = b_{H,NO} * \left(\frac{K_O}{K_O + S_{Oan}}\right) * \left(\frac{S_{NOan}}{K_{NO} + S_{NOan}}\right) * X_{Han}$$

- Respiración aeróbica endógena de X_{STO} :

$$r_8 = b_{STO,O_2} * \left(\frac{S_{Oai}}{K_O + S_{Oai}}\right) * X_{STOai}$$

- Respiración anóxica endógena de X_{STO} :

$$r_9 = b_{STO,NO} * \left(\frac{K_O}{K_O + S_{Oan}}\right) * \left(\frac{S_{NOan}}{K_{NO} + S_{NOan}}\right) * X_{STOan}$$

- Crecimiento de X_A (nitrificación):

$$r_{10} = \mu_{A,max} * \left(\frac{S_{Oai}}{K_{A,O} + S_{Oai}}\right) * \left(\frac{S_{NHai}}{K_{A,NH} + S_{NHai}}\right) * \left(\frac{S_{ALK}}{K_{ALK,A} + S_{ALK}}\right) * X_{Aai}$$

- Respiración aeróbica endógena de X_A :

$$r_{11} = b_{A,O2} * \left(\frac{S_{Oai}}{K_{A,O} + S_{Oai}}\right) * X_{Aai}$$

- Respiración anóxica endógena de X_A :

$$r_{12} = b_{A,NO} * \left(\frac{K_{A,O}}{K_{A,O} + S_{Oan}}\right) * \left(\frac{S_{NOan}}{K_{NO} + S_{NOan}}\right) * X_{Aan}$$

- CONCENTRACIONES EN EL BIORREACTOR ANÓXICO:

- DQO soluble biodegradable:

$$S_{San} = \frac{1}{Q_{an_ai}} (Q_{in} * S_{S0} + Q_{rec} * S_{S,MBR} - V_{an} * r_3)$$

- DQO particulada biodegradable:

$$X_{San} = \frac{Q_{in} * X_{S0} + Q_{rec} * X_{S,MBR} - V_{an} * r_{1,an}}{Q_{an_ai}}$$

- DQO particulada inerte:

$$X_{Ian} = \frac{1}{Q_{an_ai}} (Q_{in} * X_{I0} + Q_{rec} * X_{I,MBR} + V_{an} * f_{XI} * (r_7 + r_{12}))$$

- DQO soluble inerte:

$$S_{Ian} = \frac{Q_{in} * S_{I0} + Q_{rec} * S_{I,MBR} + V_{an} * f_{SI} * r_{1,an}}{Q_{an_ai}}$$

- Biomasa heterótrofa:

$$X_{Han} = \frac{1}{Q_{an_ai}} (Q_{in} * X_{H0} + Q_{rec} * X_{H,MBR} + V_{an} * (r_5 - r_7))$$

- Biomasa autótrofa:

$$X_{Aan} = \frac{1}{Q_{an_ai}} (Q_{in} * X_{A0} + Q_{rec} * X_{A,MBR} - V_{an} * r_{12})$$

- Productos internos de almacenamiento intracelular en organismos heterótrofos:

$$X_{STOan} = \frac{1}{Q_{an_ai}} (Q_{in} * X_{STO0} + Q_{rec} * X_{STO,MBR} + V_{an} * (Y_{STO,NO} * r_3 - r_9 - \frac{1}{Y_{H,NO}} * r_5))$$

- Nitrato:

$$S_{NOan} = \frac{1}{Q_{an_ai}} (Q_{in} * S_{NO0} + Q_{rec} * S_{NO,MBR} + V_{an} * (\frac{-(1 - f_{XI})}{i_{NO,N2}} * (r_{12} + r_7) - \frac{1}{i_{NO,N2}} * (r_9 + \frac{(1 - Y_{H,NO})}{Y_{H,NO}} * r_5) - \frac{(1 - Y_{STO,NO})}{i_{NO,N2}} * r_3))$$

- Nitrógeno amoniacal:

$$S_{NHan} = \frac{1}{Q_{an_ai}} (Q_{in} * S_{NH0} + Q_{rec} * S_{NH,MBR} + V_{an} * (i_{N,SS} * r_3 - i_{N,BM} * r_5 + (i_{N,BM} - f_{XI} * i_{N,XI}) * (r_7 + r_{12})))$$

- Nitrógeno gaseoso:

$$S_{N2an} = \frac{1}{Q_{an_ai}} \left(V_{an} * \left(\frac{(1 - f_{XI})}{i_{NO,N2}} * (r_{12} + r_7) + \frac{1}{i_{NO,N2}} * \left(r_9 + \frac{(1 - Y_{H,NO})}{Y_{H,NO}} * r_5 \right) + \frac{(1 - Y_{STO,NO})}{i_{NO,N2}} * r_3 \right) \right)$$

- CONCENTRACIONES EN EL BIORREACTOR AIREADO:

- DQO soluble biodegradable:

$$S_{Sai} = \frac{1}{(Q_{ai_MBR} + Q_P)} (Q_{an_ai} * S_{San} + V_{ai} * ((1 - f_{SI}) * r_{1ai} - r_2))$$

- DQO particulada biodegradable:

$$X_{Sai} = \frac{Q_{an_ai} * X_{San} - V_{ai} * r_{1ai}}{(Q_{ai_MBR} + Q_P)}$$

- DQO particulada inerte:

$$X_{Iai} = \frac{1}{(Q_{ai_MBR} + Q_P)} (Q_{an_ai} * X_{Ian} + V_{ai} * f_{XI} * (r_6 + r_{11}))$$

- DQO soluble inerte:

$$S_{Iai} = \frac{Q_{an_ai} * S_{Ian} + V_{ai} * f_{SI} * r_{1ai}}{(Q_{ai_MBR} + Q_P)}$$

- Biomasa heterótrofa:

$$X_{Hai} = \frac{1}{(Q_{ai_MBR} + Q_P)} (Q_{an_ai} * X_{Han} + V_{ai} * (r_4 - r_6))$$

- Biomasa autótrofa:

$$X_{Aai} = \frac{1}{(Q_{ai_MBR} + Q_P)} (Q_{an_ai} * X_{Aan} + V_{ai} * (r_{10} - r_{11}))$$

- Productos internos de almacenamiento intracelular en organismos *heterótrofos*:

$$X_{STOai} = \frac{1}{(Q_{ai_MBR} + Q_P)} (Q_{an_ai} * X_{STOan} + V_{ai} * (Y_{STO} * r_2 - \frac{1}{Y_H} * r_4 - r_3))$$

- Nitrato:

$$S_{NOai} = \frac{1}{(Q_{ai_MBR} + Q_P)} (Q_{an_ai} * S_{NOan} + V_{ai} * \frac{1}{Y_A} * r_{10})$$

- Nitrógeno amoniacal:

$$S_{NHai} = \frac{1}{(Q_{ai_MBR} + Q_P)} (Q_{an_ai} * S_{NHan} + V_{ai} * ((i_{N,XS} - (1 - f_{SI}) * i_{N,SS} - f_{SI} * i_{N,SI}) * r_{1ai} + i_{N,SS} * r_2 - i_{N,BM} * r_4 + (i_{N,BM} - f_{XI} * i_{N,XI}) * (r_6 + r_{11}) - (\frac{1}{Y_A} + i_{N,BM}) * r_{10}))$$

- CONCENTRACIONES EN EL MBR:

- DQO soluble biodegradable:

$$S_{S,MBR} = \frac{1}{(Q_{ef} + Q_{rec})} (Q_{ai_MBR} * S_{Sai})$$

- DQO particulada biodegradable:

$$X_{S,MBR} = \frac{Q_{ai_MBR} * X_{Sai}}{Q_{rec}}$$

- DQO particulada inerte:

$$X_{I,MBR} = \frac{Q_{ai_MBR} * X_{Iai}}{Q_{rec}}$$

- DQO soluble inerte:

$$S_{I,MBR} = \frac{Q_{ai_MBR} * S_{Iai}}{(Q_{ef} + Q_{rec})}$$

- Biomasa heterótrofa:

$$X_{H,MBR} = \frac{Q_{ai_MBR} * X_{Hai}}{Q_{rec}}$$

- Biomasa autótrofa:

$$X_{A,MBR} = \frac{Q_{ai_MBR} * X_{Aai}}{Q_{rec}}$$

- Productos internos de almacenamiento intracelular en organismos *heterótrofos*:

$$X_{STO,MBR} = \frac{Q_{ai_MBR} * X_{STOai}}{Q_{rec}}$$

- Nitrato:

$$S_{NO,MBR} = \frac{Q_{ai_MBR} * S_{NOai}}{(Q_{ef} + Q_{rec})}$$

- Nitrógeno amoniacal:

$$S_{\text{NH,MBR}} = \frac{Q_{\text{ai_MBR}} * S_{\text{NHai}}}{(Q_{\text{ef}} + Q_{\text{rec}})}$$

Con el fin de validar su uso como herramienta para la simulación de sistemas de depuración biológica, se llevaron a cabo primero una serie de simulaciones del proceso en las que se modificaron parámetros como la concentración de OD en el biorreactor aireado, los volúmenes de los biorreactores, caudales o las concentraciones de entrada al sistema (Tabla 4.11) y se compararon los resultados con aquellos obtenidos al emplear una herramienta validada y utilizada a nivel internacional como es WEST, en el que se implementó el sistema con los mismos valores de las variables de entrada, condiciones de operación y parámetros del modelo que en MATHEMATICA.

Tabla 4.11. Simulaciones llevadas a cabo para validar MATHEMATICA.

Nº simulación	Variable modificada	Valor de la variable modificada
1	Simulación base: condiciones reales en planta	
2	Concentración OD biorreactor aireado	2 mg/L
3	Concentración OD biorreactor aireado	6 mg/L
4	Volumen biorreactor anóxico	1,44 m ³
5	Volumen biorreactor anóxico	5,77 m ³
6	Volumen biorreactor aireado	4,41 m ³
7	Volumen biorreactor aireado	12,36 m ³
8	S _s influente	92 mg/L
9	S _s influente	276 mg/L
10	X _s influente	134 mg/L
11	X _s influente	448 mg/L
12	X _i influente	152 mg/L
13	X _i influente	760 mg/L
14	S _{NH} influente	24 mg/L
15	S _{NH} influente	97 mg/L
16	Caudal influente	6,5 m ³ /d
17	Caudal influente	21,6 m ³ /d
18	Caudal purga	0,186 m ³ /d
19	Caudal purga	0,932 m ³ /d
20	Caudal recirculación	26 m ³ /d
21	Caudal recirculación	70 m ³ /d

La comparación de los resultados de algunas de las variables de salida más significativas obtenidos tras simular el sistema tanto en WEST como en MATHEMATICA demuestran que esta nueva herramienta es capaz de simular correctamente el proceso de degradación de materia orgánica, obteniéndose valores muy similares tanto de las concentraciones de S_S en el efluente (Figura 4.47) y X_S al final del proceso (Figura 4.48) como de biomasa heterótrofa (X_H) en el biorreactor (Figura 4.49).

En el caso de la concentración de S_S (Figura 4.47), la diferencia entre los valores obtenidos en ambos simuladores es prácticamente constante, destacando que las concentraciones mostradas por el simulador WEST son ligeramente inferiores a las obtenidas en MATHEMATICA, aunque las diferencias se pueden considerar despreciables, ya que teniendo en cuenta el rango de los resultados obtenidos, es posible afirmar que la degradación de S_S es prácticamente completa en todos los casos. Las mayores diferencias en los resultados de S_S se observan en las simulaciones 10 y 11, pero se observan las mismas tendencias en ambos simuladores y se mantiene la diferencia entre sus resultados, indicando que tanto WEST como MATHEMATICA son capaces de simular la influencia de la modificación de un determinado parámetro sobre los resultados de esta variable de salida. En las simulaciones 10 y 11 se han modificado los valores de X_S en el influente, cuyo aumento lleva consigo un incremento de S_S generado por hidrólisis que, en caso de no ser completamente degradado, abandonará el sistema en el efluente y, por ello, su incremento.

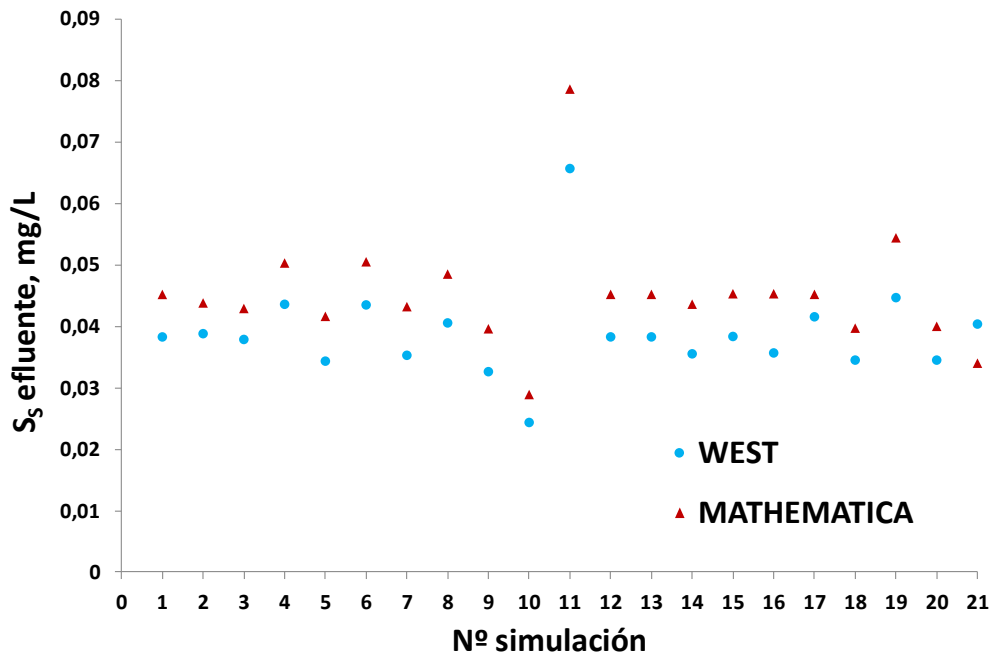


Figura 4.47. Resultados de S_5 en el efluente simulados en WEST y MATHEMATICA.

Lo mismo ocurre con X_5 (Figura 4.48), pero en este caso las diferencias son más importantes, aunque se mantienen constantes en la mayoría de las simulaciones. Además de los resultados de las simulaciones 10 y 11, también varían considerablemente los valores de X_5 obtenidos en las simulaciones 16 y 17 en las que la variable modificada es el caudal de entrada del influente, ya que un aumento de este caudal equivale a una disminución del HRT y, por lo tanto, aumenta la concentración de X_5 que entra al sistema y que no ha sido degradada durante el proceso. Se observa también la influencia de otras variables como son los volúmenes de los biorreactores (simulaciones 6 y 7), cuyo aumento hace disminuir las concentraciones de todas las especies presentes en el fango. El resto de variables no parece influir sobre el valor de X_5 . No obstante, el objetivo de estos resultados no es evaluar la influencia de los distintos parámetros sobre las concentraciones de salida, sino comprobar la capacidad del modelo implementado en MATHEMATICA para simular el funcionamiento del sistema MBR en un amplio rango de condiciones, de manera que lo más destacable es que tanto si se simula

con WEST como si se hace con MATHEMATICA, el patrón que siguen los resultados es similar en ambos casos.

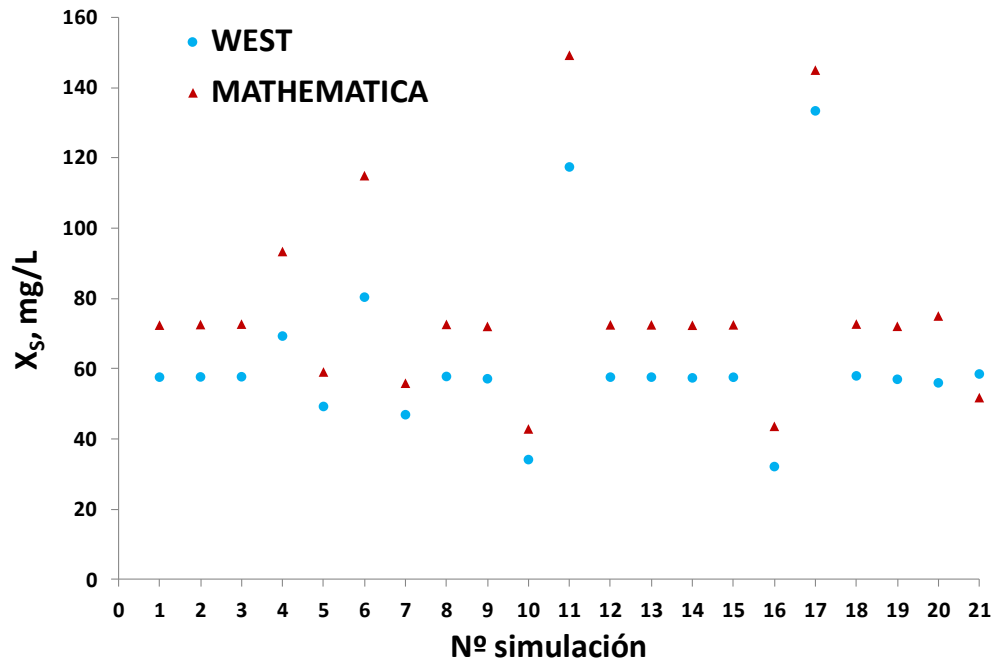


Figura 4.48. Resultados de X_S en el MBR simulados en WEST y MATHEMATICA.

En el caso de X_H (Figura 4.49), se observa la misma tendencia en las simulaciones con WEST y con MATHEMATICA y las diferencias entre los resultados obtenidos con ambos softwares no son significativas, salvo en el caso de la simulación número 17 en la que se observa cómo un aumento en el caudal influente lleva consigo un aumento en la concentración de biomasa heterótrofa activa, ya que dispone de mayor cantidad de sustrato biodegradable para su crecimiento. Sin embargo, este efecto es mucho mayor cuando se simula el sistema con WEST.

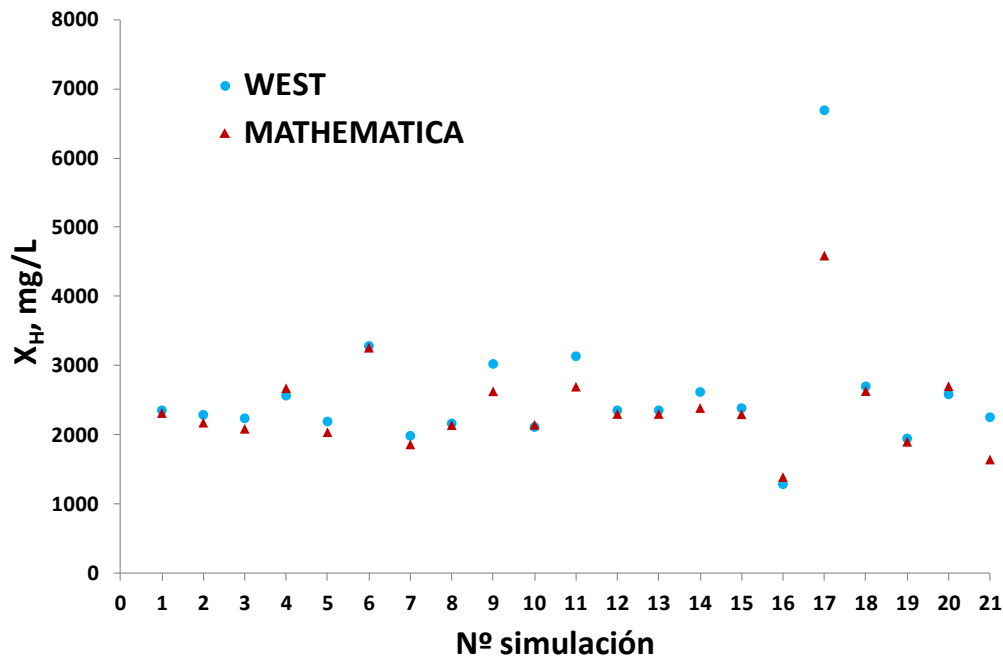


Figura 4.49. Resultados de X_H en el MBR simulados en WEST y MATHEMATICA.

También en la concentración de X_I (Figura 4.50) y en la concentración de TSS en el biorreactor (Figura 4.51) se obtienen valores similares con ambos softwares. En ambas gráficas se observa una gran similitud en los resultados obtenidos con WEST y MATHEMATICA. En el caso de la concentración de X_I , su valor se ve alterado en aquellas simulaciones en las que varía la concentración de X_I en el influente (simulaciones 12 y 13) o los caudales de influente (simulaciones 16 y 17) o purga (simulaciones 18 y 19), variables cuya influencia sobre la concentración de sólidos inertes es conocida (Gong *et al.*, 2012; Sperandio *et al.*, 2013). Por otro lado, sobre los TSS en el MBR influyen estos mismos parámetros y además el caudal de recirculación (simulaciones 20 y 21), ya que al aumentar este caudal, disminuye la concentración de sólidos en el MBR.

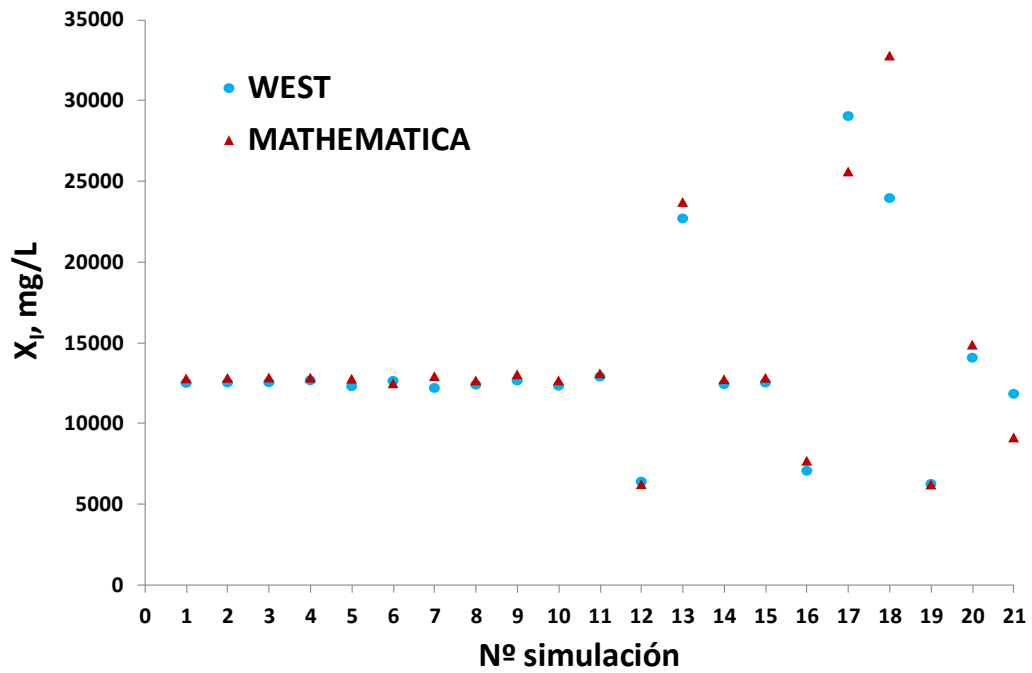


Figura 4.50. Resultados de X_I en el MBR simulados en WEST y MATHEMATICA.

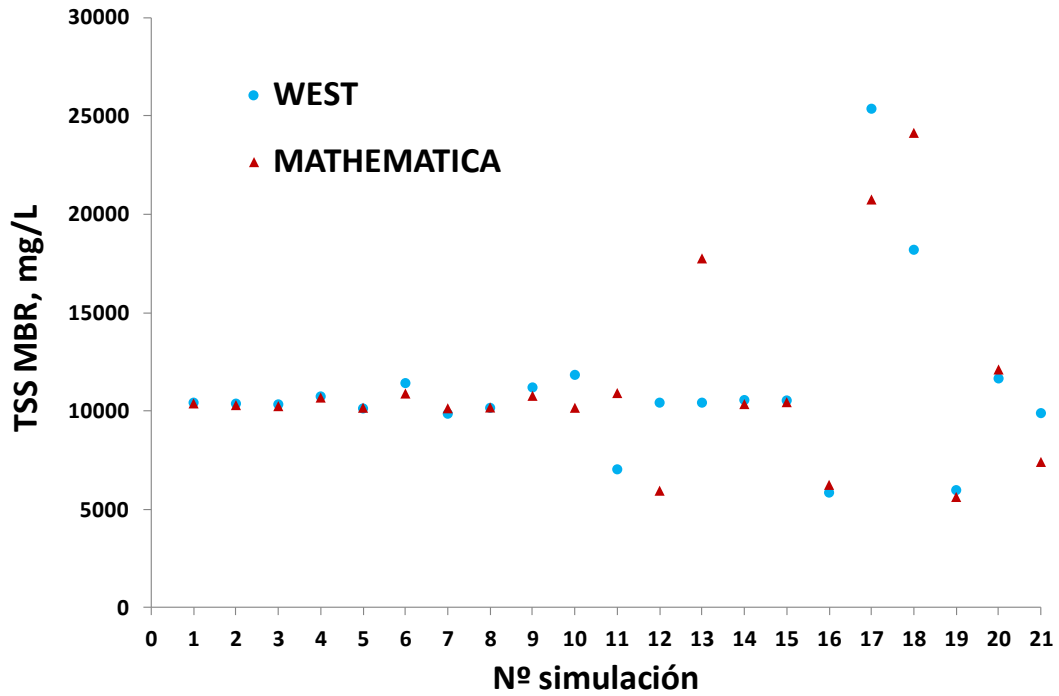


Figura 4.51. Resultados de TSS en el MBR simulados en WEST y MATHEMATICA.

A pesar de que los resultados mostrados anteriormente son bastante satisfactorios, se observaron diferencias significativas en los resultados de las variables relativas al proceso de nitrificación-desnitrificación, principalmente en la concentración de nitrato en el efluente (Figura 4.52) y también en el consumo de oxígeno (Figura 4.53).

En general se observa que los resultados de nitrato (Figura 4.52) obtenidos en WEST son inferiores a los obtenidos en MATHEMATICA, diferencias que pueden ser debidas a que el modelo implementado en MATHEMATICA simula únicamente las reacciones biológicas pero no tiene en cuenta otros aspectos relacionados con la hidráulica del sistema, mientras que en WEST sí se tienen en cuenta estos aspectos e incluye modelos que describen la hidráulica del sistema. Las tendencias de los resultados obtenidos con ambos simuladores son iguales y en ambos casos se pone de manifiesto la influencia de los mismos parámetros sobre la concentración de nitrato. En primer lugar, a la concentración de nitrato en el efluente le influye el volumen del biorreactor aireado (simulaciones 6 y 7), ya que un aumento de éste aumenta el HRT y potencia la actividad nitrificante, aumentando así la cantidad de nitrato generado durante el proceso biológico. Otros parámetros que afectan a los valores de nitrato en el efluente son la elevada concentración de S_S o de X_S en el influente o su caudal (simulaciones 9, 11 y 17), ya que incrementan la materia orgánica disponible para que tenga lugar la desnitrificación y con ello, la eliminación de nitrato en el biorreactor anóxico. Por último, la concentración de amonio en el influente (simulaciones 14 y 15) aumenta el nitrato generado en el sistema.

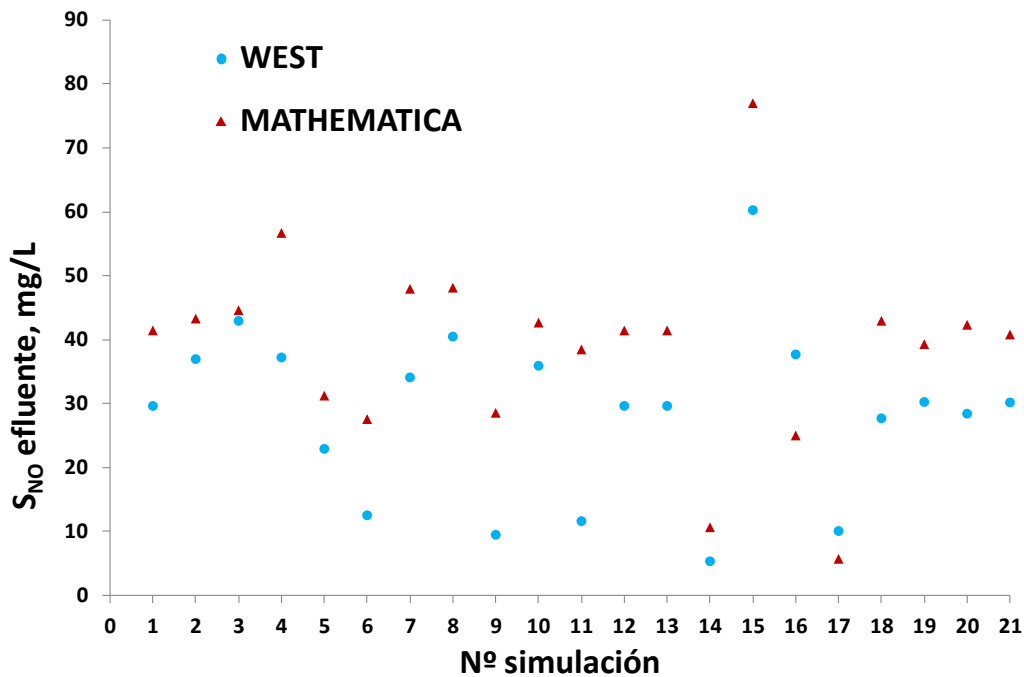


Figura 4.52. Resultados de S_{NO} en el efluente simulados en WEST y MATHEMATICA.

En relación al OUR (Figura 4.53), ambos simuladores muestran nuevamente las mismas tendencias, pero se observan diferencias en un rango comprendido entre el 0.9 y el 33 %, siendo mayores los resultados obtenidos en WEST. El cálculo de esta variable en MATHEMATICA se ha realizado sumando las tasas de almacenamiento de materia orgánica, crecimiento de la biomasa heterótrofa, nitrificación y endogénesis, tanto de la biomasa autótrofa como heterótrofa, mientras que en WEST se calcula a partir del valor de K_{La} y la concentración de saturación de oxígeno, que varían cíclicamente en el tiempo a lo largo de la simulación debido a la selección de ciclos de aireación intermitente, de manera que su valor oscila en un amplio rango de valores en función de los valores de K_{La} . Los parámetros que más afectan a esta variable son el volumen del biorreactor aireado (simulaciones 6 y 7) y el caudal de influente (simulaciones 16 y 17), ya que las unidades en las que se mide el valor de OUR son miligramos de oxígeno consumido por litro en un tiempo determinado, de tal manera que al aumentar el volumen, se diluye la concentración de biomasa capaz de llevar a cabo los procesos biológicos,

disminuyendo la cantidad de oxígeno consumido por litro de fango activo. Por otro lado, la segunda de estas variables determina la cantidad de materia orgánica y nitrógeno disponible para los procesos biológicos en los que se consume oxígeno.

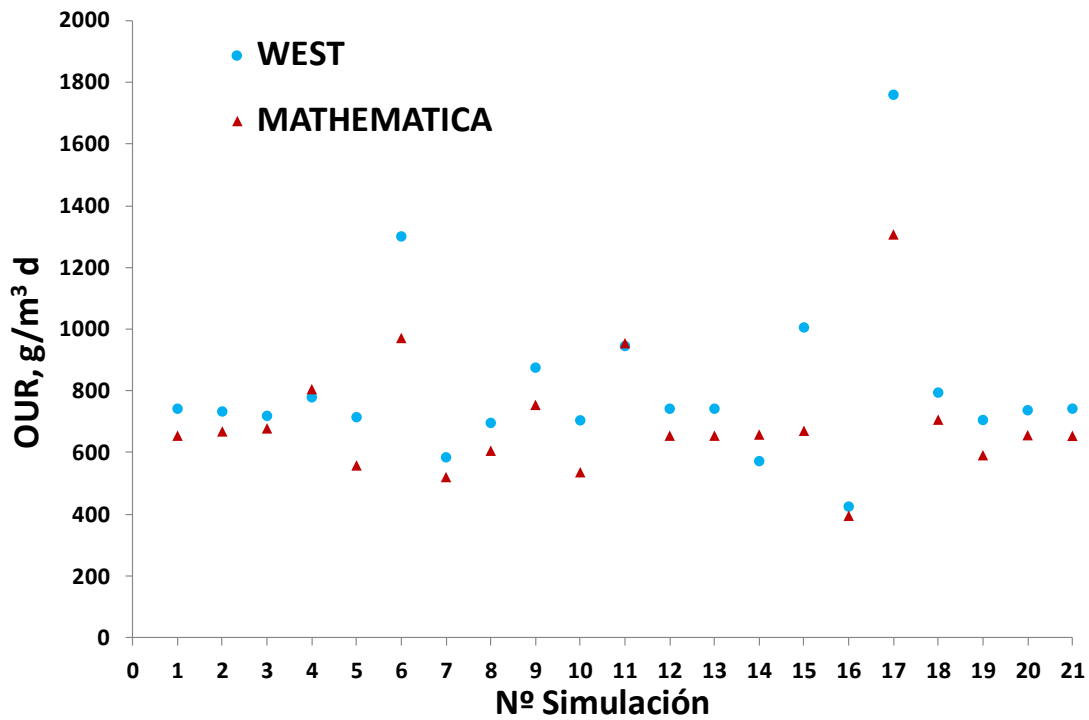


Figura 4.53. Resultados de OUR en el biorreactor aireado simulados en WEST y MATHEMATICA.

Otras variables relativas al proceso de nitrificación no muestran una influencia significativa del software con el que se ha llevado a cabo la simulación. La concentración de amonio en el efluente (Figura 4.54) permanece siempre en un rango entre 0 y 0,6 mg/L, de manera que se puede asegurar que la nitrificación es prácticamente completa en todos los casos. Al igual que en los casos anteriores, se observa cierta influencia del volumen del biorreactor aireado (simulaciones 6 y 7), que promueve la eliminación de amonio del sistema gracias al aumento del HRT que conlleva un incremento del volumen.

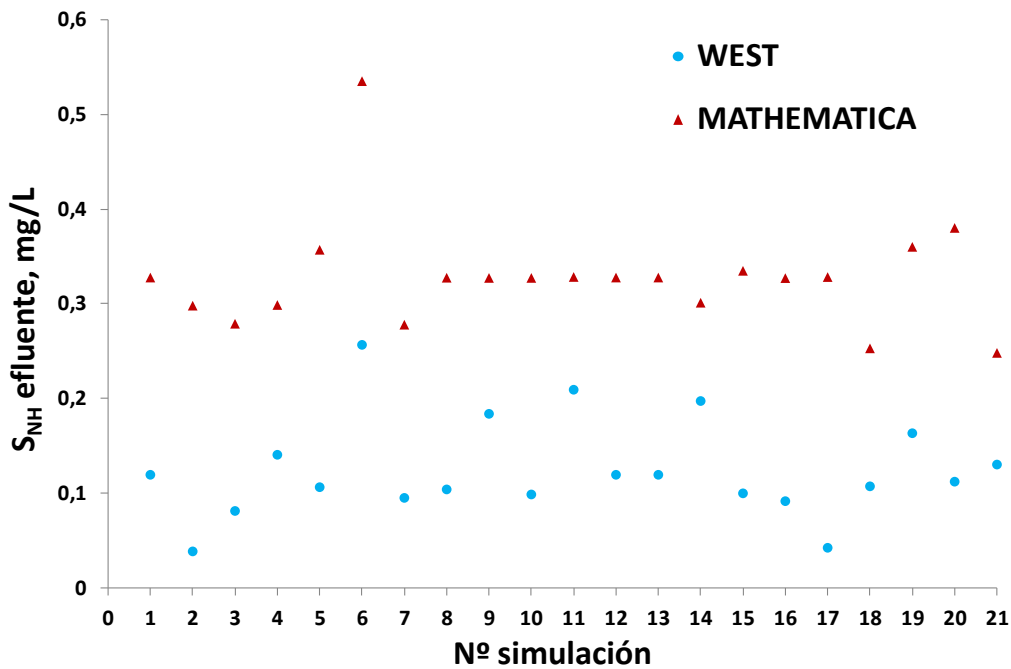


Figura 4.54. Resultados de S_{NH} en el efluente simulados en WEST y MATHEMATICA.

Finalmente, se observa también una gran similitud en los resultados de la concentración de biomasa autótrofa (Figura 4.55) cuando se simula con ambos softwares. Los parámetros que mayor influencia muestran sobre esta concentración son la concentración de amonio en el influente (simulaciones 14 y 15) y el caudal de influente (simulaciones 16 y 17), que promueven la nitrificación. Por otro lado, el volumen del biorreactor (simulaciones 6 y 7) afecta negativamente y en menor medida a la concentración de biomasa autótrofa, debido a la dilución del fango activo que se produce como consecuencia del aumento de volumen.

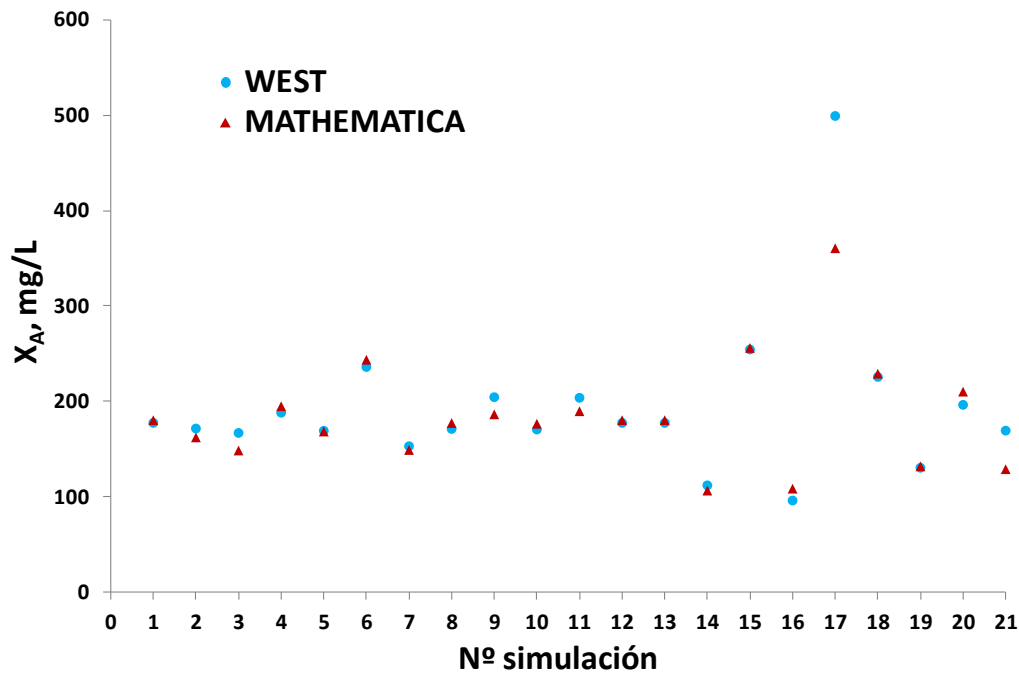


Figura 4.55. Resultados de X_A en el MBR simulados en WEST y MATHEMATICA.

Una vez comprobada la validez de esta nueva herramienta para simular sistemas experimentales, se evaluó también su validez en la realización de un análisis de sensibilidad local para evaluar la influencia de cada parámetro o variable de entrada sobre los parámetros de salida. Para ello se han comparado los resultados de las funciones de sensibilidad relativas (FSRs) obtenidos en MATHEMATICA con aquellos obtenidos en el simulador WEST.

Las variables de salida más comúnmente seleccionadas para llevar a cabo tanto el análisis de sensibilidad como la calibración de los parámetros del modelo son la concentración de TSS en el biorreactor y las concentraciones de DQO, N-NH₄ y N-NO₃ en el efluente (Di Bella *et al.*, 2008). Otros autores como Printemps *et al.*, (2004) o Sperandio y Espinosa (2008) han centrado su trabajo en la concentración de TSS, en la producción de fango y en la nitrificación. Teniendo estos estudios en cuenta, en este trabajo se ha evaluado la sensibilidad a los parámetros más significativos del modelo (Tabla 4.12) de cinco variables de salida: concentraciones

de $N-NH_4$, $N-NO_3$ y S_s del efluente, concentración de TSS en el biorreactor aireado y OUR en el mismo biorreactor.

Tabla 4.12. Parámetros seleccionados para los análisis de sensibilidad.

Parámetro	Descripción
b_{A,O_2}	Tasa de respiración endógena aerobia de la biomasa autótrofa
b_{H,O_2}	Tasa de respiración endógena aerobia de la biomasa heterótrofa
b_{STO,O_2}	Tasa de respiración endógena aerobia de X_{STO}
$i_{N,BM}$	Contenido en nitrógeno de la biomasa
$i_{TS,BM}$	Ratio TSS/DQO de la biomasa
$K_{A,O}$	Constante de semi-saturación de la biomasa autótrofa para el oxígeno
k_H	Constante de hidrólisis
K_{NH}	Constante de semi-saturación para el amonio como nutriente
K_{NO}	Constante de semi-saturación para el nitrato
K_O	Constante de semi-saturación para el oxígeno
K_S	Constante de semi-saturación para el sustrato S_s
K_X	Constante de semi-saturación para la hidrólisis
$\mu_{A,max}$	Tasa máxima de crecimiento de la biomasa autótrofa
$\mu_{H,max}$	Tasa máxima de crecimiento de la biomasa heterótrofa
θ_{bA,O_2}	Factor de corrección por temperatura para b_{A,O_2}
θ_{bH,O_2}	Factor de corrección por temperatura para b_{H,O_2}
θ_{bSTO,O_2}	Factor de corrección por temperatura para b_{STO,O_2}
θ_{kH}	Factor de corrección por temperatura para k_H
θ_{kSTO}	Factor de corrección por temperatura para k_{STO}
$\theta_{\mu A,max}$	Factor de corrección por temperatura para $\mu_{A,max}$
$\theta_{\mu H,max}$	Factor de corrección por temperatura para $\mu_{H,max}$
Y_A	Rendimiento aeróbico de la biomasa autótrofa
Y_H	Rendimiento aeróbico de la biomasa heterótrofa
Y_{STO}	Rendimiento aeróbico de la biomasa heterótrofa para el producto almacenado

La figura 4.56 muestra los resultados de ambos análisis siendo la variable de salida la concentración de TSS en el biorreactor. En ambos casos se obtienen FSRs muy bajas, siendo los parámetros ligeramente más influyentes sobre esta variable los rendimientos de crecimiento y almacenamiento de la biomasa heterótrofa y la constante de decaimiento, siendo la influencia de los dos primeros positiva para la variable estudiada y la influencia de la constante de decaimiento negativa.

Por otro lado, los resultados obtenidos con WEST coinciden con los de MATHEMATICA, con la única diferencia de que en este caso hay una fuerte influencia negativa del ratio TSS/DQO de la biomasa ($i_{TS,BM}$), cuyo aumento lleva consigo, según WEST, una disminución del valor de la concentración de TSS. Este es el factor de conversión utilizado para transformar las concentraciones de biomasa, tanto autótrofa como heterótrofa, de unidades de DQO a unidades de TSS,

y se obtiene como la inversa del producto de dos coeficientes. Por un lado, el valor correspondiente al porcentaje de VSS respecto a TSS expresado en tanto por uno y, por otro lado, el factor de conversión 1,42 g DQO/g VSS, utilizado comúnmente para transformar el valor de VSS a DQO (Ismail *et al.*, 2007). Dada la implementación del ASM3 (Gujer *et al.*, 1999), un aumento de este parámetro lleva consigo la disminución del valor de TSS. Esta es precisamente una de las limitaciones de modelos como el ASM2d o el ASM3, en los que se considera a la concentración de TSS como variable de estado independiente.

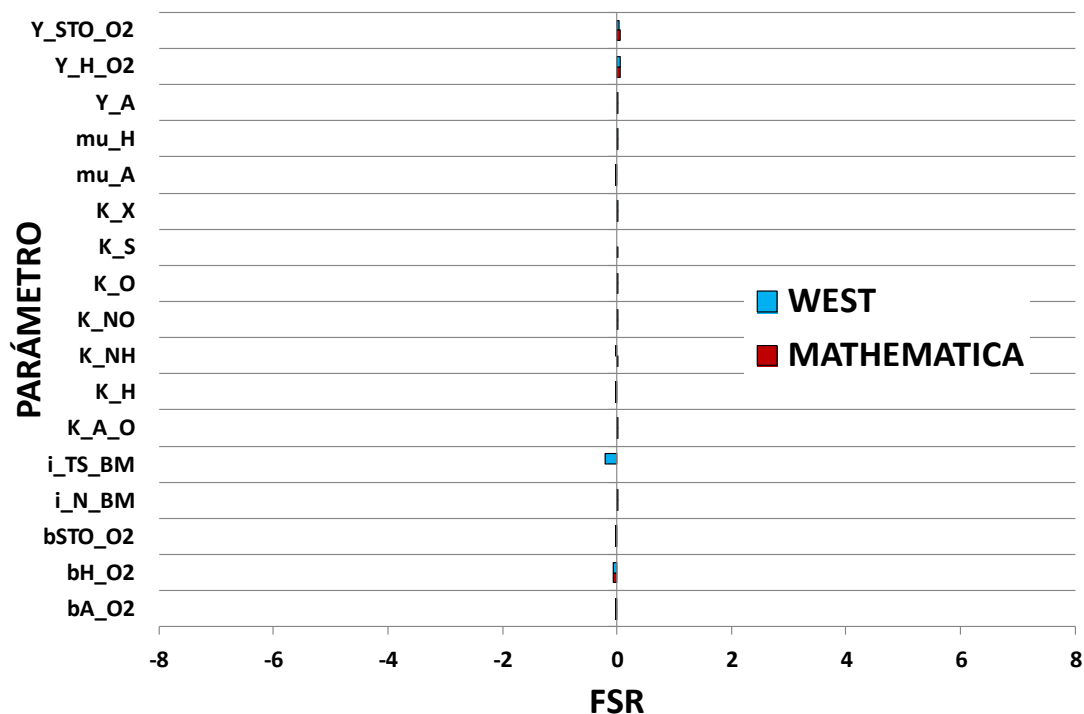


Figura 4.56. FSRs para la concentración de TSS en el biorreactor obtenidas mediante análisis de sensibilidad local con WEST y con MATHEMATICA.

Para la variable OUR (Figura 4.57) se obtiene también una buena correspondencia entre los resultados de ambos análisis, que, aunque con valores de FSRs superiores en MATHEMATICA debido a la forma de calcular del OUR, coinciden en la influencia tanto de los rendimientos de crecimiento y almacenamiento heterótrofo como de la constante de decaimiento, ya que un aumento de Y_H implica un mayor

consumo de oxígeno para crecimiento y un aumento de Y_{STO} indica que se almacena una mayor cantidad de sustrato que posteriormente será degradado, con el consecuente consumo de oxígeno necesario para ello. Por otro lado, un aumento de $b_{H_{O_2}}$ supone también un mayor consumo de oxígeno para el proceso de endogénesis. El resto de variables no tienen efecto significativo sobre esta variable.

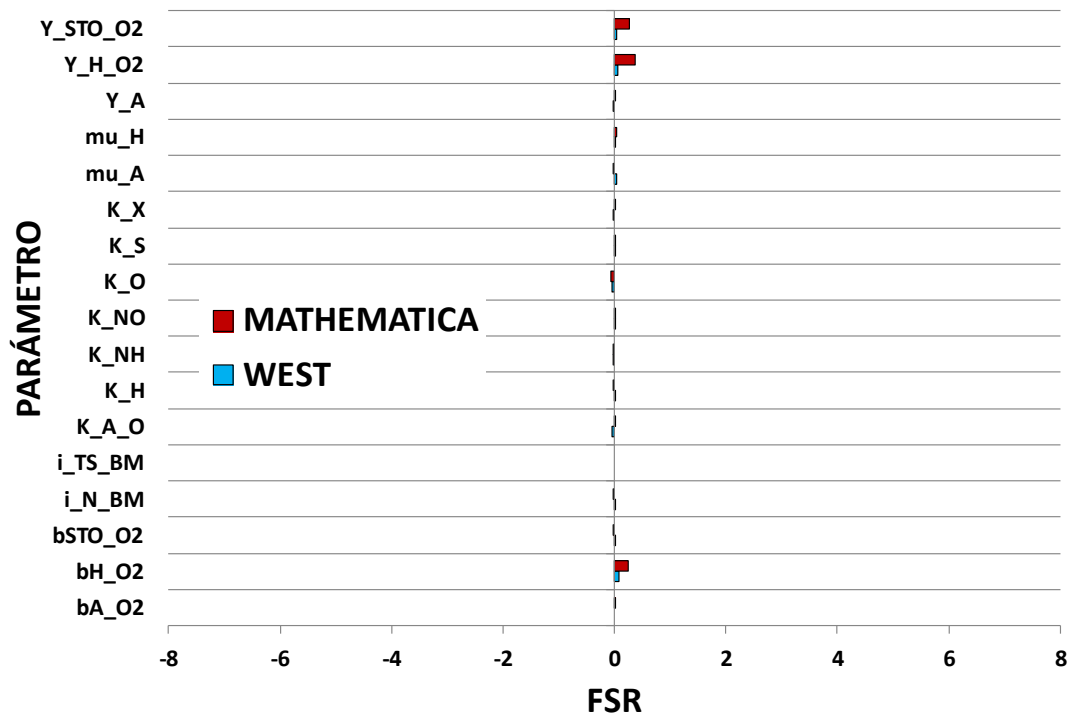


Figura 4.57. FSRs para la tasa de consumo de oxígeno (OUR) en el biorreactor obtenidas mediante análisis de sensibilidad local con WEST y con MATHEMATICA.

Tanto en el análisis de la variable S_S (Figura 4.58), como en el correspondiente a las concentraciones de amonio (Figura 4.59) y nitrato (Figura 4.60) en el efluente, lo más destacable es el hecho de que utilizando las mismas ecuaciones para obtener los valores de las FSRs (Ecuación 3.11), éstas alcanzan valores mucho más elevados en WEST, mientras que según los resultados obtenidos en MATHEMATICA, estas variables son mucho más insensibles a los parámetros analizados.

En lo referente a S_S (Figura 4.58), los parámetros que más le afectan positivamente son la constante de decaimiento b_{H, O_2} y la constante de semi-saturación para la hidrólisis, K_X , ya que un aumento de la primera aumenta la pérdida de biomasa heterótrofa y, por lo tanto, disminuyen los microorganismos capaces de degradar S_S , de manera que parte del S_S de entrada puede no ser degradada durante el proceso y sale en el efluente.

Por otro lado, un aumento de K_X implica, según las ecuaciones del modelo (Gujer *et al.*, 1999), que las tasas de hidrólisis disminuyan y, puesto que el ASM3 se caracteriza por el hecho de que el crecimiento de biomasa heterótrofa depende de la concentración de S_S que se transforma en X_{STO} durante el proceso de almacenamiento para ser posteriormente consumido, si disminuye la concentración de S_S debido a una menor hidrólisis de X_S , el crecimiento de biomasa se ve limitado y disminuye capacidad de degradación de materia orgánica del sistema.

Negativamente le afectan sobre todo la constante de hidrólisis k_H y los rendimientos heterótrofos de crecimiento y almacenamiento, Y_H e Y_{STO} . Para explicar la influencia de k_H es necesario observar las ecuaciones que describen las tasas de hidrólisis, ya que éstas son directamente proporcionales al valor de esta constante y su aumento lleva consigo una mayor cantidad de sustrato biodegradable hidrolizado fácilmente degradable, mayor crecimiento de la biomasa heterótrofa y, por consiguiente, mayor capacidad de degradación del sistema y menor cantidad de S_S que sale del proceso sin degradar. Por último, la influencia negativa de los rendimientos heterótrofos de almacenamiento y crecimiento se debe a que aumentan el crecimiento de biomasa y, por consiguiente, la capacidad de degradación del sistema y mayor eliminación de S_S .

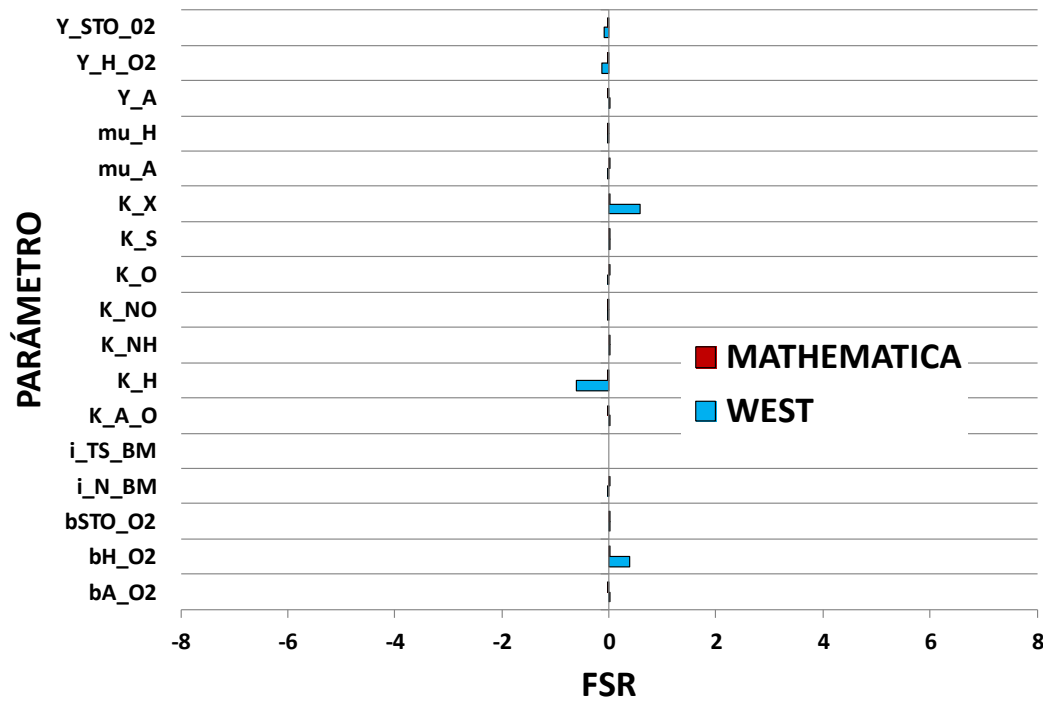


Figura 4.58. FSRs de la concentración de S_S en el efluente obtenidas mediante análisis de sensibilidad local con WEST y con MATHEMATICA.

Los resultados para S_{NH} (Figura 4.59) son similares, siendo la constante de decaimiento de la biomasa autótrofa $b_{A,O2}$ el parámetro que mayor influencia positiva presenta, ya que afecta a la cantidad de biomasa autótrofa capaz de transformar el amonio a nitrato. Por el mismo motivo le afecta la constante de semi-saturación de la biomasa autótrofa para el oxígeno $K_{A,O}$, cuyo aumento implica un menor crecimiento de la biomasa autótrofa, según las ecuaciones del modelo basadas en un crecimiento tipo Monod. Estos resultados coinciden con los obtenidos por otros autores como Cierkens *et al.* (2012), que determinaron que los parámetros que mayor influencia tenían sobre S_{NH} eran aquellos relacionados con la cantidad de biomasa autótrofa capaz de eliminar el amonio y las constantes $K_{A,O}$ y $K_{A,NH}$.

Esta variable de salida también se ve afectada positivamente por las constantes involucradas en el crecimiento de biomasa heterótrofa (Y_H y $\mu_{H,max}$), ya que su crecimiento implica un mayor consumo de oxígeno para los procesos heterótrofos y menor disponibilidad de oxígeno para la nitrificación.

Esta influencia positiva también se aprecia para K_x , pero en este caso no es lógica, ya que como se comentó anteriormente, disminuye la tasa de hidrólisis limitando el crecimiento heterótrofo, lo que implica que hay mayor disponibilidad de oxígeno para la nitrificación y se favorecería la transformación de amonio a nitrato, por lo que su influencia debería ser negativa.

Autores como Galleguillos *et al.* (2011) o Chen *et al.* (2012) llevaron a cabo sendos análisis de sensibilidad de los modelos ASM1 (Henze *et al.*, 1987) y ASM3 (Gujer *et al.*, 1999) para sistemas MBR mediante WEST y FAST, respectivamente y en ninguno de estos estudios se incluyen parámetros relativos a la hidrólisis entre aquellos a los que las concentraciones de amonio son más sensibles. Sin embargo, otros autores como Cho *et al.* (2004) estudiaron también un sistema MBR y lo simularon en MATLAB utilizando el ASM1 (Henze *et al.*, 1987) y afirmaron que la concentración de nitrógeno en el biorreactor era especialmente sensible a k_H , Y_H y b_{H,O_2} , de manera que los resultados obtenidos sobre este asunto difieren entre sí dependiendo del método utilizado para llevar a cabo el análisis.

Por las mismas razones anteriormente comentadas, el crecimiento de la biomasa autótrofa (Y_A y $\mu_{A,max}$) o la pérdida de biomasa heterótrofa (b_{H,O_2}) disminuyen la concentración de S_{NH} a la salida del sistema porque mejoran la capacidad de nitrificación del sistema.

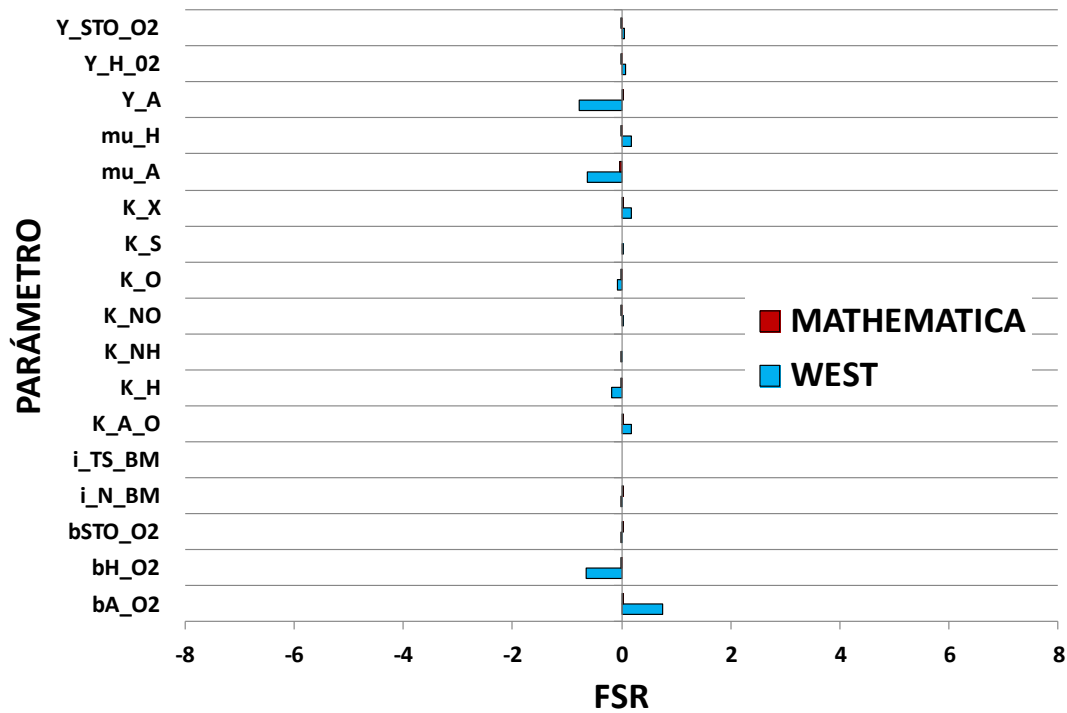


Figura 4.59. FSRs de la concentración de S_{NH} en el efluente obtenidas mediante análisis de sensibilidad local con WEST y con MATHEMATICA.

Finalmente, los parámetros que mayor influencia positiva tienen sobre la concentración de nitrato que sale del sistema (Figura 4.60) son $b_{H,O2}$, $i_{N,BM}$, k_H y las tasas de crecimiento $\mu_{A,max}$ y $\mu_{H,max}$. La influencia de $b_{H,O2}$ radica en que un aumento de este parámetro disminuye la cantidad de biomasa heterótrofa capaz de llevar a cabo la desnitrificación, aumentando así la concentración de nitrato que sale del sistema. Además, autores como Okutman (2010) observaron un aumento de la concentración de nitrato procedente de la nitrificación del nitrógeno mineralizado que se libera durante el decaimiento del fango activo, de manera que un aumento de esta constante también afecta porque aumenta la cantidad de amonio disponible para ser nitrificado y transformado a nitrato.

El coeficiente $i_{N,BM}$ representa el contenido en nitrógeno de la biomasa, por lo que un incremento de su valor implica la liberación durante la endogénesis de una mayor cantidad de amonio disponible para la nitrificación y, por lo tanto, mayor

cantidad de nitrato generado. Así mismo, la tasa de crecimiento $\mu_{A,max}$ aumenta la concentración de biomasa autótrofa y, por lo tanto, la capacidad de nitrificación del sistema.

Hay que destacar también dos influencias difíciles de explicar. Por un lado, la constante de hidrólisis k_H , cuya influencia no debería ser positiva según lo expuesto anteriormente en el caso de la sensibilidad de S_{NH} a K_X , ya que un aumento en la tasa de hidrólisis supone un aumento en la concentración de S_S disponible, favoreciendo el crecimiento de la biomasa heterótrofa capaz de llevar a cabo la desnitrificación en el biorreactor anóxico para eliminar el nitrato. Además, este incremento en el crecimiento de biomasa heterótrofa inhibe el proceso de nitrificación debido a que disminuye el oxígeno disponible para ello, de manera que se generaría menos nitrato y su concentración a la salida sería menor. Por otro lado, la influencia de $\mu_{H,max}$ debería ser de signo opuesto a la de $\mu_{A,max}$, ya que supone un aumento de la biomasa heterótrofa, con la consecuente eliminación de nitrato que ello conlleva. En este caso, hay discrepancias entre los análisis llevados a cabo con WEST y MATHEMATICA, ya que dan como resultado FSRs de signo opuesto, siendo más lógico el valor de signo negativo obtenido con MATHEMATICA.

Negativamente, la concentración de nitrato en el efluente se ve influenciada principalmente por los rendimientos heterótrofos de crecimiento y almacenamiento y por K_O . El crecimiento de biomasa heterótrofa derivado del aumento de los rendimientos heterótrofos da lugar a un mayor crecimiento de la biomasa heterótrofa y a una mejora del proceso de desnitrificación en el que se elimina nitrato. Del mismo modo, un aumento de la constante de semi-saturación para el oxígeno lleva consigo, según las ecuaciones del modelo, una disminución de las tasas de reacción, tanto de crecimiento como de decaimiento de la biomasa, que en conjunto da lugar a un aumento de la concentración de biomasa heterótrofa capaz de desnitrificar y eliminar nitrato del sistema.

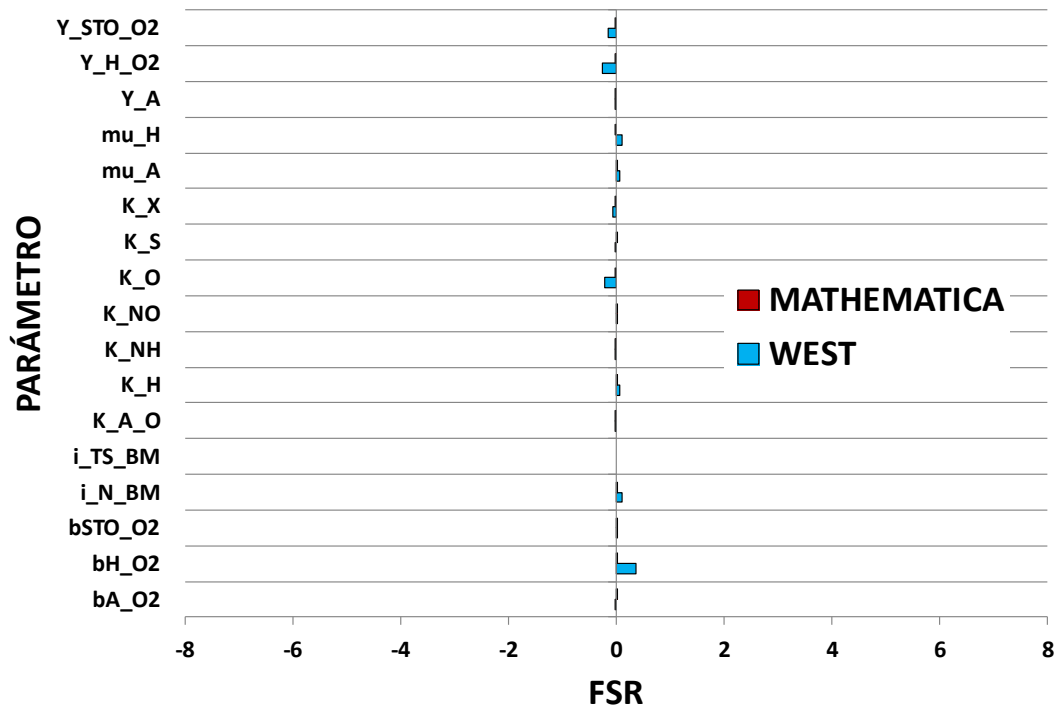


Figura 4.60. FSRs de la concentración de S_{NO} en el efluente obtenidas mediante análisis de sensibilidad local con WEST y con MATHEMATICA.

En general se puede decir que los resultados obtenidos con MATHEMATICA en estado estacionario se asemejan en gran medida a aquellos obtenidos mediante el análisis dinámico que realiza WEST, confirmando lo publicado por Liwarska-Bizukojc *et al.* (2011), que afirmaron que las sensibilidades obtenidas en un análisis de sensibilidad para un determinado proceso serán iguales, con independencia de que el análisis sea estacionario o dinámico y confirmando la validez de MATHEMATICA como herramienta para simular procesos de depuración biológica y para llevar a cabo análisis de sensibilidad de los modelos de fangos activos. Sin embargo, no se debe olvidar que estos resultados han mostrado algunas discrepancias en relación a la sensibilidad de algunos binomios parámetro/variable que, tal y como se ha observado al comparar los resultados de otros autores encontrados en bibliografía, son relativamente frecuentes cuando se comparan análisis en los que se han empleado distintos métodos.

Así mismo, estos resultados ponen de manifiesto el hecho de que a pesar de tratarse de una descripción muy simple del sistema de tratamiento de aguas residuales, se puede utilizar MATHEMATICA como una herramienta rápida y fácil de usar para simular el sistema en estado estacionario, evaluar diferentes escenarios o diferentes alternativas de diseño y descartar algunas de ellas en función de los resultados obtenidos. Posteriormente se puede utilizar un simulador comercial como WEST únicamente para evaluar de una manera más exhaustiva sólo aquellas alternativas preseleccionadas, lo que supondría un importante ahorro tanto de tiempo como de recursos informáticos. No obstante, aún es necesario optimizar esta herramienta para mejorar los resultados, principalmente a la hora de realizar análisis de sensibilidad en los que no sólo se pueda modificar un parámetro en cada simulación, sino en los que, siguiendo una metodología tipo MonteCarlo, se puedan modificar aleatoriamente varios parámetros a la vez.

4.2.2. Análisis de sensibilidad local utilizando el simulador WEST.

Tras los resultados obtenidos en el apartado anterior, se han llevado a cabo análisis de sensibilidad en WEST variando ciertas condiciones como son la duración del análisis, la concentración de OD o la temperatura a la cual se lleva a cabo el análisis, con el fin de determinar si las variaciones encontradas al comparar los resultados obtenidos con diferentes métodos de análisis se deben al software utilizado, a una errónea implementación del modelo o a las condiciones a las que se lleva a cabo el análisis.

En todos estos análisis, las variables de salida son las mismas que en el caso anterior, de manera que no se van a comentar nuevamente aquellos resultados que coincidan con los anteriormente expuestos, sino que se hará especial hincapié y se discutirá únicamente sobre la influencia de las condiciones a las que se lleva el análisis y sobre aquellos resultados que muestren discrepancias o influencias que no hayan sido comentadas con anterioridad.

Es necesario resaltar que se incluyen en estos análisis como parámetros de entrada los coeficientes de corrección por temperatura de Arrhenius de las principales constantes cinéticas, ya que la influencia de estos coeficientes cuyo valor se suele suponer constante ya fue puesta de manifiesto por autores como Ruano *et al.* (2007). Sin embargo, como se mencionó anteriormente, una de las suposiciones impuestas al implementar el modelo en MATHEMATICA era que el sistema trabajaba a temperatura constante, por lo que dichos coeficientes no podían ser incluidos en el análisis llevado a cabo en MATHEMATICA y, por lo tanto, no fueron incluidos en la comparativa con los resultados obtenidos en WEST.

Puede ocurrir que parámetros a los que una determinada variable es sensible en determinadas condiciones no lo sea cuando éstas varían y es por ello que no sólo debe tenerse cuidado a la hora de seleccionar un criterio apropiado para determinar aquellos parámetros que se consideran influyentes, sino también a la hora de seleccionar las condiciones óptimas a las que se lleva a cabo el análisis. Por todo ello, en primer lugar se han llevado a cabo dos análisis de diferente duración, 10 y 50 días, con el fin de comparar la fiabilidad de los resultados con independencia de la duración del análisis. Según Henze *et al.* (1987), los compuestos particulados requieren mayores tiempos para alcanzar el estado estacionario, mientras que los compuestos solubles lo alcanzan con mayor rapidez, de manera que si la duración del ensayo no es suficiente para que todos los componentes del modelo hayan alcanzado un estado estacionario, pueden darse diferencias significativas entre los resultados de las simulaciones y, por consiguiente también se observarán diferencias en las FSRs calculadas.

Los resultados respecto a la variable TSS (Figura 4.61) vuelven a mostrar la influencia negativa del coeficiente $i_{TS,BM}$, así como la importancia de un nuevo parámetro que afecta positivamente a la concentración de TSS en el biorreactor, el coeficiente de Arrhenius para $b_{H_2O_2}$. Es destacable el hecho de que tenga mayor influencia el valor del coeficiente de Arrhenius que la propia constante, lo cual coincide con los resultados del análisis de sensibilidad llevado a cabo por Ruano *et al.* (2007). Para el resto de las FSRs no se alcanzan en ningún caso valores

superiores a 0,06, lo que indica que la sensibilidad de la variable TSS a la mayoría de los parámetros del modelo es baja. Estos resultados coinciden también con los obtenidos por Di Bella *et al.* (2008) o Mannina *et al.* (2012), que observaron que esta variable era sensible a muy pocos parámetros.

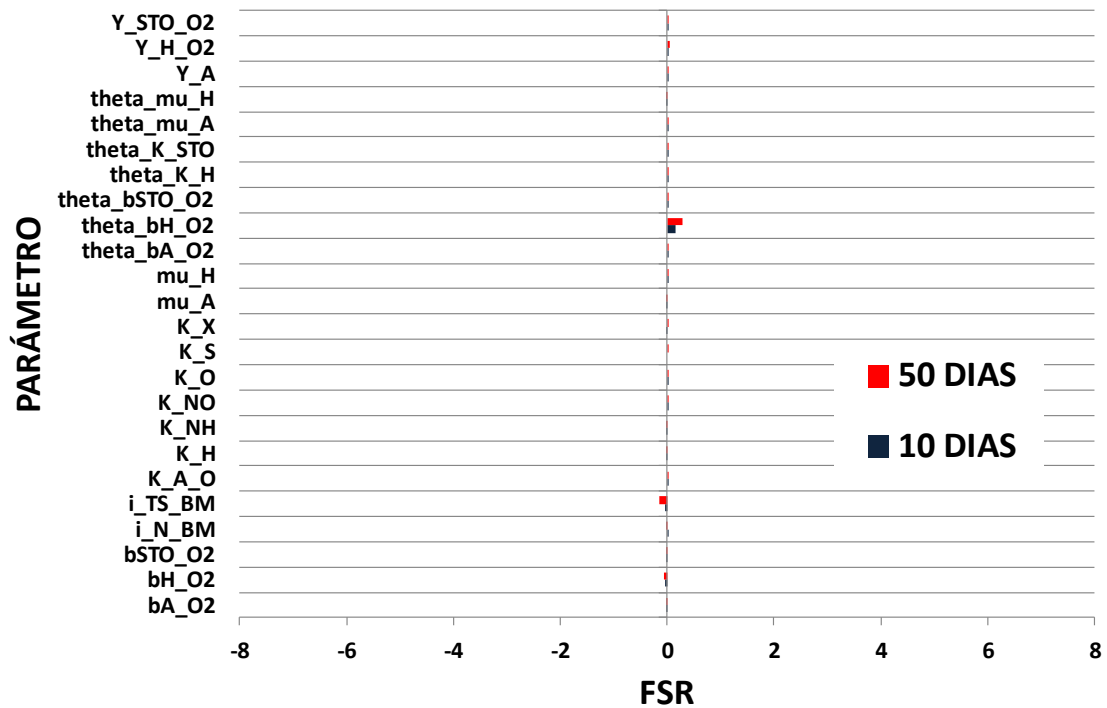


Figura 4.61. FSRs de la concentración de TSS en el reactor aireado tras 10 y 50 días de simulación.

En el caso de la variable OUR (Figura 4.62), se pone de manifiesto la elevada influencia del coeficiente de Arrhenius para $b_{H_{O_2}}$ y se observa nuevamente el hecho de que debido a que, según la ecuación de Arrhenius, su efecto sobre el valor de $b_{H_{O_2}}$ es exponencial, su influencia es superior a la influencia del parámetro propiamente dicho. Los procesos biológicos de degradación de materia orgánica y nitrógeno no son los únicos procesos que llevan consigo el consumo de oxígeno en un sistema de fangos activos, también el decaimiento de la biomasa lleva asociado un importante consumo de oxígeno (Henze *et al.*, 1987), de manera que un aumento de $b_{H_{O_2}}$ lleva consigo el aumento del OUR, mientras que el aumento del

coeficiente de Arrhenius correspondiente disminuye el valor de dicha constante y, por lo tanto, lleva a una disminución del OUR. Por otro lado, sobre esta variable influyen relativamente diversos parámetros, tanto relativos a la biomasa autótrofa como relativos a la biomasa heterótrofa. Entre ellos destacan los rendimientos heterótrofos de crecimiento y almacenamiento (Y_H e Y_{STO}), que afectan negativamente al consumo de oxígeno, debido a que cuanto mayor sea la biomasa heterótrofa, mayor será el consumo de oxígeno para la degradación de materia orgánica y el consecuente crecimiento de la biomasa y menor será tanto el decaimiento como la cantidad de oxígeno utilizada por la biomasa autótrofa para llevar a cabo la nitrificación. Esto implica una disminución global del consumo de oxígeno debido a que, según la estequiometría de los procesos de nitrificación y degradación de materia orgánica, este último tiene un coeficiente estequiométrico igual a la unidad, mientras que el consumo de amonio tiene un coeficiente estequiométrico igual a 4,57 g O₂/g N-NH₃ (Henze *et al.*, 1987), es decir, la demanda teórica de oxígeno para la nitrificación es muy superior a la demanda teórica de oxígeno para la degradación de materia orgánica, por lo que limitar el proceso de nitrificación frente a la degradación de materia orgánica lleva consigo una disminución del consumo de oxígeno. Del mismo modo, el proceso de decaimiento de biomasa heterótrofa es el responsable del mayor consumo de oxígeno del sistema, de manera que al incrementar el crecimiento y reducir el decaimiento, se reduce el consumo global de oxígeno.

Otros parámetros que muestran cierta influencia sobre esta variable son $\mu_{A,max}$, la constante de semi-saturación para el oxígeno K_O y los coeficientes de corrección por temperatura de $\mu_{A,max}$, $\mu_{H,max}$ y k_H . En el caso de $\mu_{A,max}$, su influencia es positiva, ya que al aumentar el crecimiento de biomasa autótrofa, aumenta el proceso de nitrificación y su correspondiente consumo de oxígeno. Sin embargo, el resto de parámetros mencionados muestran influencia negativa sobre el consumo de oxígeno, ya que un aumento de los coeficientes de corrección por temperatura de $\mu_{A,max}$, $\mu_{H,max}$ y k_H disminuyen exponencialmente los valores de las tasas de crecimiento e hidrólisis y, con ello, el consumo de oxígeno correspondiente. Finalmente, un aumento en el valor de K_O supone, según las ecuaciones del modelo,

que disminuya la tasa de crecimiento y las consecuencias son las mismas que las descritas anteriormente.

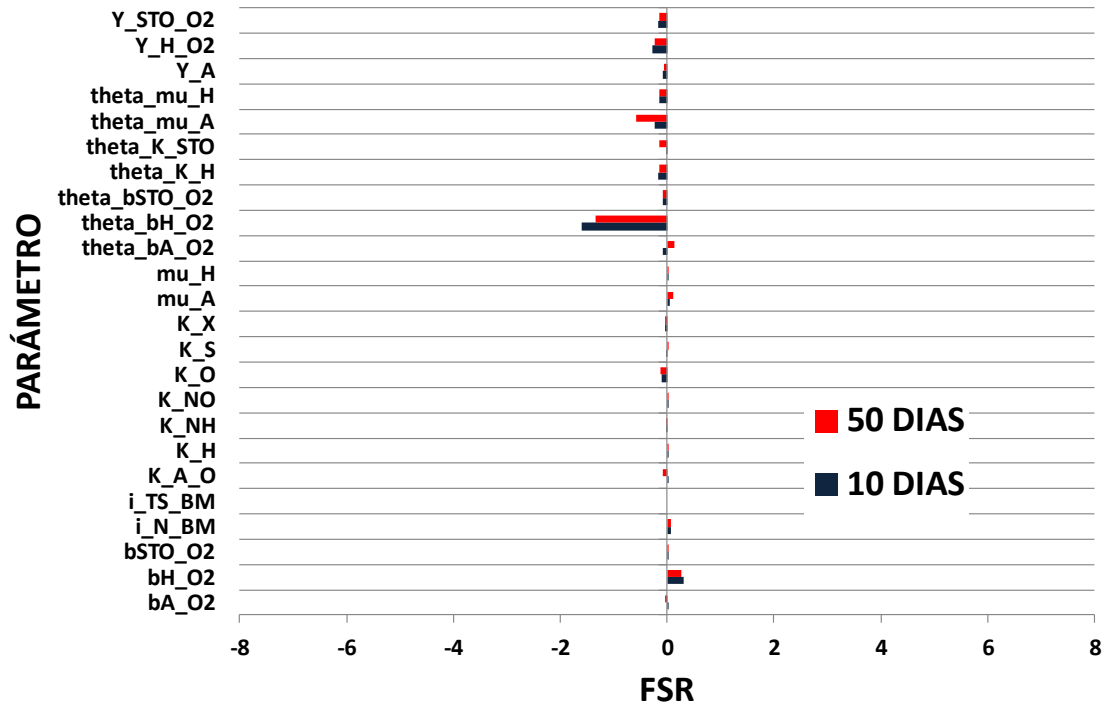


Figura 4.62. FSRs de la tasa de consumo de oxígeno (OUR) en el reactor aireado tras 10 y 50 días de simulación.

Para la variable S_S (Figura 4.63), el parámetro que muestra una influencia notablemente superior al resto es el coeficiente de Arrhenius para la constante de hidrólisis, ya que su incremento implica un valor menor de dicha constante y, por lo tanto, menor hidrólisis de X_S y menor disponibilidad de sustrato fácilmente biodegradable, lo que afecta negativamente a la actividad de la biomasa heterótrofa, que tendrá un crecimiento menor y, por consiguiente, disminuirá la capacidad del sistema para degradar S_S . Otros parámetros importantes son K_X o la propia constante de hidrólisis k_H , cuya influencia sobre S_S es de sentido opuesto, ya que, según las ecuaciones del modelo, un aumento de la primera disminuye la tasa de hidrólisis mientras que la segunda la aumenta. La constante de decaimiento heterótrofo $b_{H,O2}$ también le afecta positivamente debido a la disminución de la

biomasa heterótrofa activa capaz de degradarla y nuevamente se observa cómo su respectivo coeficiente de corrección por temperatura tiene un efecto superior al de la propia constante y de sentido opuesto. Finalmente, los coeficientes de corrección por temperatura de $\mu_{A,max}$ y $\mu_{H,max}$ le influyen también positivamente, mientras que las tasas de crecimiento y los rendimientos de crecimiento y almacenamiento lo hacen de manera negativa porque aumentan la cantidad de biomasa capaz de eliminarla y, por lo tanto, hacen disminuir su concentración a la salida del sistema.

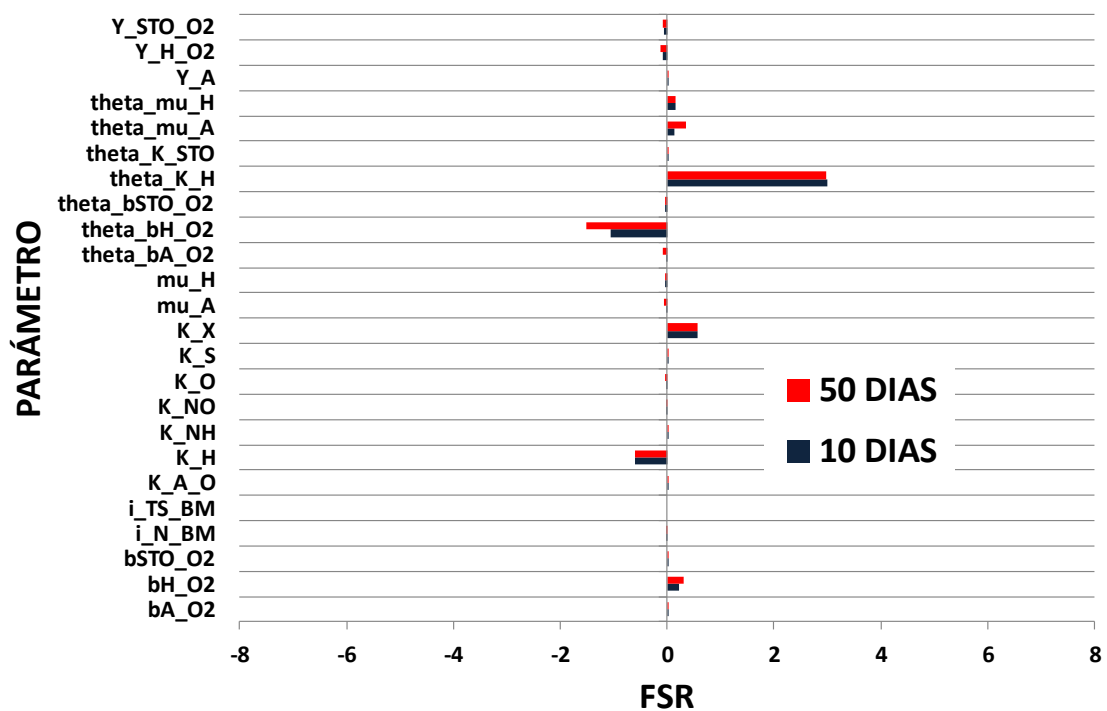


Figura 4.63. FSRs de la concentración de S_S en el efluente tras 10 y 50 días de simulación.

Los resultados correspondientes a la variable S_{NH} (Figura 4.64) muestran en general mayores FSRs, un mayor número de parámetros a los que dicha concentración es relativamente sensible y mayor diferencia entre los valores obtenidos tras 10 y 50 días de simulación. Los parámetros más influyentes son relativos a la biomasa autótrofa, mostrando una especial sensibilidad a los

coeficientes de corrección por temperatura de $\mu_{A,max}$ y b_{A,O_2} . En el primer caso, un aumento en el valor del coeficiente supone la disminución de $\mu_{A,max}$ y, por lo tanto, menor cantidad de biomasa autótrofa capaz de nitrificar el amonio disponible, por lo que su concentración en el efluente será mayor. Por el contrario, un aumento del coeficiente de b_{A,O_2} implica la disminución del valor de dicha constante y, por lo tanto, mayor cantidad de biomasa autótrofa capaz de eliminar amonio, de manera que disminuye su concentración a la salida. Esta variable también es sensible al rendimiento de la biomasa autótrofa, Y_A , ya que al aumentar el valor de éste, aumenta la concentración de biomasa autótrofa. Por otro lado, la constante de hidrólisis k_H y su correspondiente coeficiente, ponen de manifiesto nuevamente el hecho de que al aumentar la hidrólisis de X_S , disminuye la concentración de amonio en el efluente, pero tal y como se comentó en la comparativa de los resultados de WEST y de MATHEMATICA, se trata de una relación que ha provocado discrepancias entre los resultados de diferentes análisis de sensibilidad publicados.

Además de la evidente influencia que tienen los parámetros relacionados con la biomasa autótrofa sobre S_{NH} , también le afectan parámetros relativos a la biomasa heterótrofa como $\mu_{H,max}$ y b_{H,O_2} y sus correspondientes coeficientes de corrección por temperatura, ya que un mayor crecimiento (o menor decaimiento) de biomasa heterótrofa implica que se consume más oxígeno para la degradación de sustrato y disminuye el oxígeno disponible para la actividad nitrificante, aumentando también el valor de S_{NH} en el efluente. En este sentido, las constantes de semi-saturación para el oxígeno de la degradación de materia orgánica y de la nitrificación, K_O y $K_{A,O}$, determinan el uso del oxígeno disponible, ya que al aumentar K_O disminuye el consumo de oxígeno por parte de la biomasa heterótrofa, mientras que un aumento de $K_{A,O}$ disminuye el oxígeno consumido por la biomasa autótrofa, de tal manera que en el primer caso disminuye la concentración de S_{NH} , mientras que en el segundo caso aumenta.

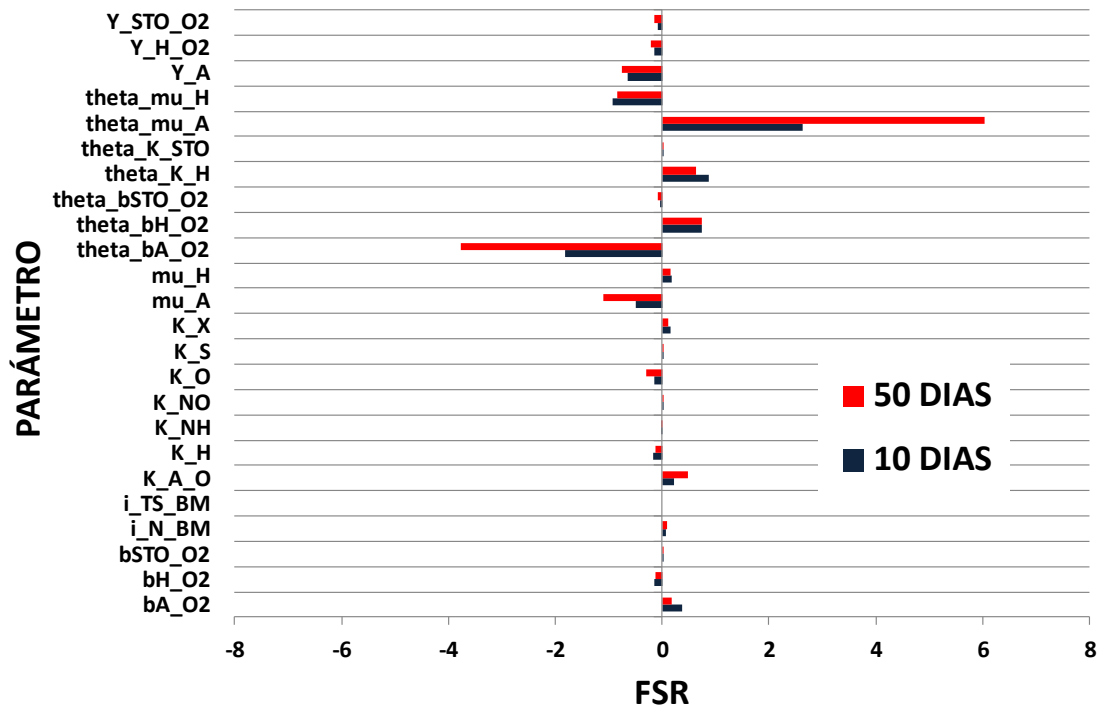


Figura 4.64. FSRs de la concentración de S_{NH} en el efluente tras 10 y 50 días de simulación.

La última variable analizada es la concentración de nitrato en el efluente S_{NO} (Figura 4.65), cuyos valores de FSRs son, en general bajos, destacando entre ellos los coeficientes de corrección por temperatura de $\mu_{A,max}$, $\mu_{H,max}$ y $b_{A,O2}$ y la constante de semi-saturación para el oxígeno, K_O . Por un lado, el coeficiente correspondiente a $b_{A,O2}$ muestra una influencia positiva sobre S_{NO} , mientras que el resto le influye negativamente. Tanto en el caso del coeficiente correspondiente a $b_{A,O2}$ como en el caso del coeficiente correspondiente a $\mu_{A,max}$, su influencia radica en el hecho de que un aumento en la concentración de biomasa autótrofa ya sea debida a una disminución del decaimiento (mayor coeficiente de corrección para $b_{A,O2}$) o a un mayor valor de $\mu_{A,max}$ (menor valor de su coeficiente), lleva consigo una mayor actividad nitrificante que dará lugar a una mayor concentración de nitrato en el efluente. Sin embargo, tal y como se comentó anteriormente, la influencia del coeficiente correspondiente a $\mu_{H,max}$ debería mostrar signo opuesto al obtenido para el coeficiente de $\mu_{A,max}$.

Por el mismo motivo, la constante K_0 , cuyo aumento supone según las ecuaciones del modelo una disminución de las tasas de crecimiento y endogénesis, lleva consigo un incremento global de la concentración de biomasa heterótrofa, empeorando la nitrificación y, por lo tanto, disminuyendo la concentración de S_{NO} .

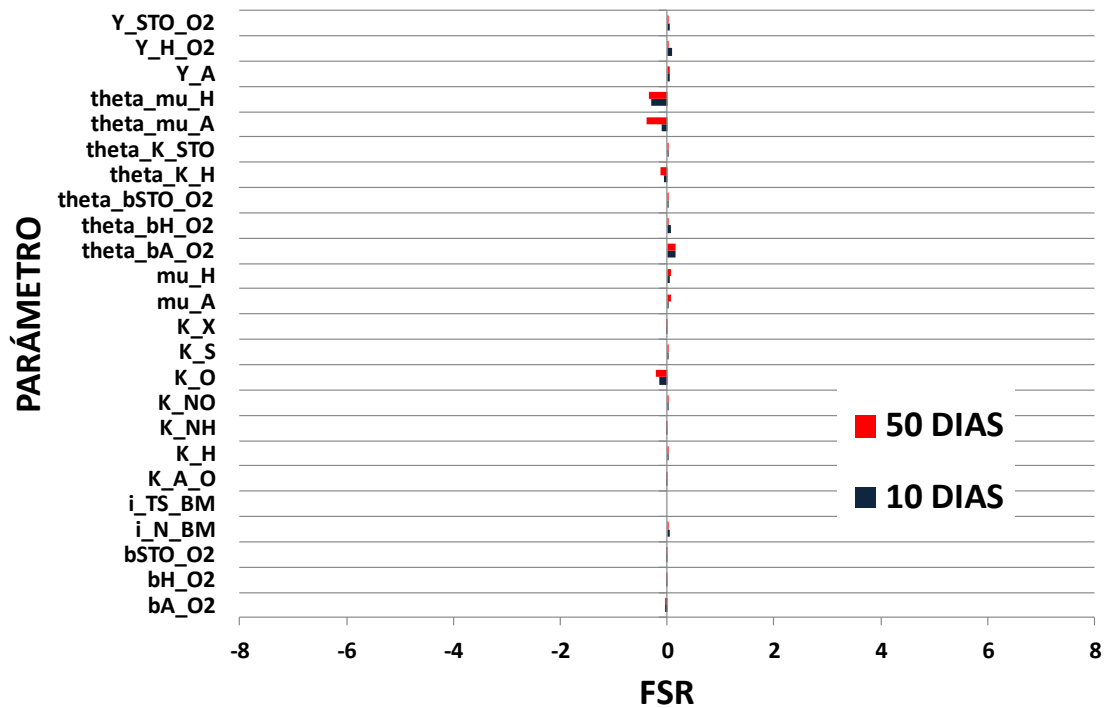


Figura 4.65. FSRs de la concentración de S_{NO} en el efluente tras 10 y 50 días de simulación.

Tras analizar estos resultados, no se observan en general grandes diferencias en función de la duración de las simulaciones realizadas durante el análisis, de manera que incluso cuando el periodo de investigación es bajo (10 días), los resultados obtenidos son iguales a aquellos obtenidos cuando la duración de las simulaciones permite asegurar que todos los componentes del modelo han alcanzado un estado estacionario y su valor es estable. La principal implicación de estos resultados radica en que es posible reducir la duración de las simulaciones y, teniendo en cuenta el elevado número de simulaciones que conlleva cada análisis de sensibilidad, esto permite reducir considerablemente tanto los requisitos de

tiempo como de recursos informáticos necesarios para llevarlo a cabo. Como ejemplo, un análisis como los realizados en este estudio en el que se consideran 5 variables de salida y 24 parámetros de entrada, supone un total de 120 binomios parámetro/variable cuya sensibilidad se pretende evaluar. A su vez, para obtener los resultados de cada binomio es necesario realizar 3 simulaciones (referencia, perturbación y control), lo que supone un total de 360 simulaciones por análisis, de manera que el ahorro de recursos y de tiempo que supone una disminución de la duración de las simulaciones es considerable.

Con estos resultados de sensibilidad obtenidos para cada binomio parámetro/variable se puede establecer un ranking de aquellos parámetros que mayor influencia tienen sobre cada una de las variables de salida (Tabla 4.13), así como el ranking de los parámetros que menos influyen sobre cada una de ellas (Tabla 4.14). Lo primero que es necesario destacar en este caso es que hay cuatro parámetros que aparecen entre los más influyentes para todas las variables analizadas y todos ellos son coeficientes de corrección por temperatura correspondientes a $b_{H_{O_2}}$, $b_{A_{O_2}}$, $\mu_{H_{max}}$ y k_H , que, en última instancia, ponen de manifiesto la importancia de estos parámetros debido a que afectan exponencialmente a su valor. Además, uno de ellos aparece entre los cinco primeros puestos para cuatro de las cinco variables, el coeficiente de $b_{H_{O_2}}$. También hay dos parámetros que aparecen en cuatro de los cinco rankings, los coeficientes de corrección de $\mu_{A_{max}}$ e Y_H .

Estos resultados coinciden con los de otros autores como Ekama y Wentzel (2008) o Williams *et al.* (2012), que afirmaban que las constantes biocinéticas que mejor definen el proceso de depuración biológica son $b_{H_{O_2}}$ e Y_H según los primeros y además $\mu_{H_{max}}$ para los segundos. Galleguillos *et al.* (2011) o Kusiak y Wei (2013) también obtuvieron rankings similares a éste, aunque en el caso de Kusiak y Wei (2013) realizaron el análisis tanto para el ASM1 como para el ASM3 y concluyeron que el ASM1 era más dependiente de Y_H que el ASM3 y que la biomasa autótrofa tiene mayor importancia en el ASM1 que en el ASM3.

Tabla 4.13. Ranking de sensibilidad.

RANKING SENSIBILIDAD	S_S	S_{NH}	S_{NO}	TSS	OUR
1	∂_{k_H}	$\partial_{\mu_{A,max}}$	$\partial_{\mu_{A,max}}$	$\partial_{b_{H,O_2}}$	$\partial_{b_{H,O_2}}$
2	$\partial_{b_{H,O_2}}$	$\partial_{b_{A,O_2}}$	$\partial_{\mu_{H,max}}$	i_{TS_BM}	$\partial_{\mu_{A,max}}$
3	k_H	$\mu_{A,max}$	K_O	b_{H,O_2}	b_{H,O_2}
4	K_X	$\partial_{\mu_{H,max}}$	$\partial_{b_{A,O_2}}$	Y_H	Y_H
5	$\partial_{\mu_{A,max}}$	$\partial_{b_{H,O_2}}$	∂_{k_H}	Y_{STO}	Y_{STO}
6	b_{H,O_2}	Y_A	$\mu_{A,max}$	$\partial_{b_{A,O_2}}$	$\partial_{\mu_{H,max}}$
7	$\partial_{\mu_{H,max}}$	∂_{k_H}	$\mu_{H,max}$	Y_A	∂_{k_H}
8	Y_H	$K_{A,O}$	Y_A	$\partial_{b_{STO,O_2}}$	$\partial_{k_{STO}}$
9	$\partial_{b_{A,O_2}}$	K_O	b_{A,O_2}	$\partial_{\mu_{H,max}}$	$\partial_{b_{A,O_2}}$
10	Y_{STO}	Y_H	$\partial_{b_{H,O_2}}$	∂_{k_H}	K_O

Por otro lado, el ranking de los parámetros que menos influyen sobre estas variables de salida da una idea de aquellos parámetros que no es recomendable o no merece la pena calibrar.

Destacan, entre otros, las constantes de semi-saturación K_{NH} , K_{NO} y K_S , que pueden mantener su valor por defecto sin que ello afecte negativamente a los resultados de las simulaciones.

También se observa que algunos de los parámetros cuyos coeficientes de corrección por temperatura estaban incluidos entre los más influyentes, aparecen ahora entre aquellos que menos efecto tienen sobre las variables, de manera que más importante que obtener el valor exacto del parámetro bajo determinadas condiciones de temperatura es llevar a cabo un buen ajuste de la ecuación de Arrhenius para poder realizar simulaciones a diferentes temperaturas y determinar correctamente el valor correspondiente de dicho parámetro.

Tabla 4.14. Ranking de insensibilidad.

RANKING INSENSIBILIDAD	S_S	S_{NH}	S_{NO}	TSS	OUR
1	i_{TS_BM}	i_{TS_BM}	i_{TS_BM}	K_S	i_{TS_BM}
2	K_{NH}	K_S	K_S	ϑ_{kSTO}	K_{NH}
3	K_{NO}	K_{NH}	K_{NH}	K_{NH}	K_S
4	i_{N_BM}	K_{NO}	b_{STO_O2}	$K_{A,O}$	K_{NO}
5	K_S	ϑ_{kSTO}	ϑ_{kSTO}	K_{NO}	ϑ_{bSTO_O2}
6	b_{STO_O2}	b_{STO_O2}	ϑ_{bSTO_O2}	$\mu_{A,max}$	b_{A_O2}
7	b_{A_O2}	ϑ_{bSTO_O2}	K_{NO}	K_X	k_H
8	Y_A	i_{N_BM}	Y_{STO}	$\mu_{H,max}$	K_X
9	ϑ_{kSTO}	K_X	b_{H_O2}	i_{N_BM}	$\mu_{H,max}$
10	$K_{A,O}$	k_H	Y_H	ϑ_{bSTO_O2}	Y_A

Los resultados obtenidos se pueden comparar con los de otros análisis encontrados en bibliografía, pero algunos de estos análisis se han aplicado a sistemas MBR y otros a sistemas convencionales y además se han llevado a cabo con distintos modelos de la IWA o bien con modelos desarrollados por los propios autores, lo que hace que su comparación sea complicada. En primer lugar, la tabla 4.15 recoge los rankings encontrados en bibliografía para la variable de salida TSS en el biorreactor. En ella se observa que, independientemente del modelo analizado, hay dos parámetros que se repiten prácticamente en todos los casos, b_{H_O2} e Y_H . También se observa la influencia de las fracciones de DQO del influente, la tasa de crecimiento heterótrofa, las constantes de semi-saturación o los coeficientes de reducción para condiciones anóxicas, pero debido a que, como se mencionó anteriormente, hay parámetros de un modelo que en otros modelos no existen, no es posible comparar sus resultados.

Tabla 4.15. Resumen de resultados de análisis de sensibilidad para TSS.

AUTORES	Jiang et al.	Lee et al.	Di Bella et al.	Galleguillos et al.	Galleguillos et al.	Chen et al.	Mannina et al.
AÑO	2005	2008	2008	2011	2011	2012	2012
MODELO	ASM1	ASM1	Modelo integrado	ASM1	ASM3	ASM3 modificado	Modelo integrado
VARIABLE DE SALIDA	TSS	TSS	TSS	TSS	TSS	TSS	TSS
SISTEMA	MBR	CAS	MBR	MBR	MBR	MBR	MBR
RANKING							
1	X_I	Y_H	$Y_{UAP,A}$	X_I	$X_{I,inf}$	Δ	Y_H
2	X_S	i_{XB}	Y_{SMP}	Y_H	$Q_{an,ai}$	f_{XI}	f_{UAP}
3	S_S	f_p	f_p	$Q_{an,ai}$	$Y_{STO,NO}$	$\mu_{H,max}$	$b_{H,02}$
4	Y_H	Y_A	$b_{H,02}$	X_P	f_{XI}	$Y_{UAP,H}$	f_p
5	S_{NH}	K_S	η_C	f_p	Y_H	b_{STO}	$\mu_{H,max}$
6	$b_{H,02}$	$\mu_{H,max}$	f_{XS}	$b_{H,02}$	Y_A	K_S	$\mu_{A,max}$
7		K_H	μ_{SMP}	Y_A	$Q_{ai,MBR}$	η_θ	K_{OH}
8		$S_{O,sat}$	F	$Q_{ai,MBR}$	Y_H	K_{NH}	K_{NO}
9			$b_{BAP,H}$	$b_{A,02}$	$b_{H,02}$	$b_{A,02}$	η_H
10			Y_H	$X_{A,inf}$	$X_{A,inf}$	i_{NEM}	K_S

En relación a la concentración de DQO en el efluente, los resultados encontrados se recogen en la tabla 4.16. En este caso también hay dos parámetros que se repiten en todos los análisis, $b_{H,02}$ y $\mu_{H,max}$, pero hay mayor discrepancia entre los resultados, ya que hay parámetros diferentes en cada uno de los rankings que no se repiten en los demás. También es destacable el hecho de que en los análisis de sensibilidad llevados a cabo con modelos modificados e integrados, la mayoría de los parámetros no están relacionados con el modelo biológico sino con los procesos de filtración y de formación de SMP.

Tabla 4.16. Resumen de resultados de análisis de sensibilidad para S_s .

AUTORES	Jiang et al.	Lee et al.	Di Bella et al.	Chen et al.	Mannina et al.
AÑO	2005	2008	2008	2012	2012
MODELO	ASM1	ASM1	Modelo integrado	ASM3 modificado	Modelo integrado
VARIABLE DE SALIDA	S_s	DQO	DQO	DQO	DQO
SISTEMA	MBR	CAS	MBR	MBR	MBR
RANKING					
1	X_S	Y_H	η_C	δ	η_C
2	$\mu_{H,max}$	K_S	f_i	$k_{h,UAP}$	λ
3	$b_{H,02}$	$\mu_{H,max}$	μ_{SMP}	K_{UAP}	$\mu_{H,max}$
4	K_S	$b_{H,02}$	Y_{SMP}	K_{STO}	$\mu_{A,max}$
5		η_θ	K_{SMP}	f_{BAP}	f_{XBH}
6		$S_{O,sat}$	F	$\mu_{H,max}$	$b_{H,02}$
7		f_p	Λ	K_{STO}	$K_{O,A}$
8		K_{OH}	$b_{H,02}$	$Y_{UAP,A}$	η_H
9			f_p	$b_{H,02}$	F
10			$\mu_{H,max}$	η_H	k_I

Los análisis encontrados en los que se evalúa la sensibilidad de los compuestos nitrogenados se recogen en las tablas 4.17 y 4.18, que recogen respectivamente aquellos resultados correspondientes a la concentración de amonio (Figura 4.17) y de nitrato (Figura 4.18) en el efluente. En el primer caso, los parámetros que más se repiten son los relativos a la biomasa autótrofa y al proceso de nitrificación, $b_{A,O2}$ y $\mu_{A,max}$, y en menor medida otros parámetros como $\mu_{H,max}$, Y_H e Y_A , las concentraciones del influente, constantes de semi-saturación o incluso un parámetro relativo a la transferencia de oxígeno como es K_{La} . En los análisis de aquellos modelos que incluyen eliminación de fósforo, hay varios parámetros relativos a este proceso entre aquellos a los que S_{NH} es más sensible. Por otro lado, en relación a la concentración de nitrato en el efluente, destacan nuevamente las constantes $b_{H,O2}$, Y_H y $\mu_{H,max}$, pero no tanto los parámetros relativos al proceso de nitrificación y la biomasa autótrofa. También la constante de hidrólisis, los coeficientes de reducción en condiciones anóxicas, las fracciones del influente o el coeficiente K_{La} se repiten en varios de estos análisis.

Tabla 4.17. Resumen de resultados de análisis de sensibilidad para S_{NH} .

AUTORES	Jiang et al.	Makinia et al.	Makinia et al.	Di Bella et al.	Galleguillos et al.	Galleguillos et al.	Chen et al.	Mannina et al.
AÑO	2005	2006	2006	2008	2011	2011	2012	2012
MODELO	ASM1	ASM2d	ASM3P	Modelo integrado	ASM1	ASM3	ASM3 modif.	Modelo integrado
VARIABLE DE SALIDA	S_{NH}	S_{NH}	S_{NH}	S_{NH}	S_{NH}	S_{NH}	S_{NH}	S_{NH}
SISTEMA	MBR	CAS	CAS	MBR	MBR	MBR	MBR	MBR
RANKING								
1	X_S	$\mu_{A,max}$	$\mu_{A,max}$	η_g	Y_H	$\mu_{A,max}$	K_{NH}	Y_H
2	S_S	$K_{NH,A}$	$K_{NH,A}$	K_{La}	Y_A	$K_{A,NH}$	$b_{A,O2}$	$\mu_{A,max}$
3	$\mu_{A,max}$	$X_S/bCOD$	q_{PHA}	i_{XB}	$\mu_{A,max}$	Y_A	$\mu_{A,max}$	k_1
4	$b_{A,O2}$	q_{PHA}	q_{PP}	f_{XBA}	K_{NH}	$b_{A,O2}$	$K_{O,A}$	f_{XbA}
5	K_{NH}	q_{PP}	X_I	$K_{O,A}$	$b_{A,O2}$	$b_{H,O2}$	K_S	f_p
6	S_{NH}	$\mu_{H,max}$	X_S/X_I	K_{NH}	$K_{A,O}$	$i_{N,BM}$	k_{STO}	i_{XB}
7		Y_{PO4}	Y_{PO4}	μ_{SMP}	$i_{N,BM}$	$Q_{oi,MBR}$	η_g	$K_{O,A}$
8		k_H	K_{maxPAO}	Y_{UAPA}	$Q_{oi,MBR}$	$\mu_{H,max}$		$b_{A,O2}$
9		$\eta_{NO3,H}$	$X_S/bCOD$	$\mu_{A,max}$	$b_{H,O2}$	$Y_{STO,NO}$		f_{UAP}
10		$\eta_{NO3,hyd}$	K_{OH}	Y_{SMP}	$\mu_{H,max}$	$b_{A,NO}$		i_{XP}

Tabla 4.18. Resumen de resultados de análisis de sensibilidad para S_{NO} .

AUTORES	Jiang et al.	Makinia et al.	Makinia et al.	Lee et al.	Di Bella et al.	Galleguillos et al.	Galleguillos et al.	Chen et al.
AÑO	2005	2006	2006	2008	2008	2011	2011	2012
MODELO	ASM1	ASM2d	ASM3P	ASM1	Modelo integrado	ASM1	ASM3	ASM3 modificado
VARIABLE DE SALIDA SISTEMA	S_{NO}	S_{NO}	S_{NO}	TKN	S_{NO}	S_{NO}	S_{NO}	S_{NO}
RANKING	MBR	CAS	CAS	CAS	MBR	MBR	MBR	MBR
1	X_S	$\eta_{NO3,H}$	q_{PHA}	K_A	b_{H, O_2}	Y_H	$Y_{STO, NO}$	K_{OH}
2	S_S	K_{OH}	K_{OH}	$S_{O, sat}$	$b_{BAP, H}$	$q_{an, ai}$	$Y_{H, NO}$	$\mu_{H, max}$
3	S_{NH}	$X_S/bCOD$	b_{H, O_2}	K_{La}	Y_{SMP}	η_θ	η_θ	η_θ
4	b_{H, O_2}	q_{PHA}	$X_S/bCOD$	$\mu_{A, max}$	$Y_{UAP, A}$	b_{H, O_2}	$\mu_{H, max}$	K_{STO}
5	Y_H	$\mu_{H, max}$	X_I	b_{H, O_2}	η_C	$S_{NO} influente$	$i_{N, SS}$	Δ
6		X_I	k_H	i_{XB}	f_{XS}	Y_A	b_{H, O_2}	Y_A
7		X_S/X_I	$\eta_{NO3,H}$	Y_H	f_{XI}	$i_{N, COD formado}$	Y_H	K_{NH}
8		k_H	Y_{PO4}	K_{NH}	i_{XB}		$b_{H, NO}$	K_{STO}
9		η_{fe}	$\mu_{H, max}$		K_{La}		$i_{N, BM}$	$Y_{UAP, H}$
10		$\eta_{NO3, hyd}$	K_{NH}		f_{xbH}		$S_{NO} influente$	b_{STO}

Algunos de los trabajos encontrados en bibliografía no han evaluado la sensibilidad respecto a una variable determinada, sino que han hecho el análisis en función del funcionamiento general del sistema, ya sea calculando como variable un índice de calidad del efluente (EQI , de sus siglas en inglés), un índice de optimización de costes (OCI) u otra función objetivo que englobe distintas variables de salida (Williams *et al.*, 2012; Dalmau *et al.*, 2013) o bien mediante el cálculo de coeficientes de sensibilidad basados en la sumatoria de los coeficientes de cada una de las variables (Ruano *et al.*, 2007; Machado *et al.*, 2009; Liwarska-Bizukojc *et al.*, 2011; Mannina *et al.*, 2012). La tabla 4.19 recoge los resultados de este tipo de análisis de sensibilidad encontrados en bibliografía y en ella se observa cómo independientemente del método utilizado para evaluar la sensibilidad del sistema a los parámetros del modelo, algunos de ellos como son b_{H, O_2} , Y_H , $\mu_{H, max}$ y $\mu_{A, max}$ se repiten en todos los análisis. Así mismo, se observa que cuando el modelo utilizado incluye el proceso biológico de eliminación de fósforo, muchos de los parámetros que más influyen sobre el sistema en su conjunto están relacionados con este proceso.

Tabla 4.19. Resumen de resultados de análisis de sensibilidad para el funcionamiento general del sistema.

AUTORES	Weijers y Vanrolleghem	Ruano et al.	Machado et al.	Liwarska-Bizukojc et al.	Mannina et al.
AÑO	1997	2007	2009	2011	2012
MODELO	ASM1	ASM2d	ASM2d	BioWin AS/AD model	Modelo integrado
VARIABLE DE SALIDA SISTEMA RANKING	General CAS	General CAS	General CAS	General CAS	General MBR
1	Y_H	α_{SF}	Y_{PAO}	$Y_{pacetic}$	η_C
2	Y_A	θ_{qPP}	$\mu_{A,max}$	Y_{lowPP}	Y_H
3	$\mu_{H,max}$	θ_{qPHA}	X_{PHASTO}	$Y_{P/PHA,seq}$	$\mu_{A,max}$
4	b_{H,O_2}	$\theta_{\mu_{A,max}}$	b_{PAO}	Y_H	$\mu_{H,max}$
5	$\mu_{A,max}$	$\theta_{\mu_{PAO}}$	$\mu_{H,max}$	$Y_{P/PHA,aerobic}$	f_{XbA}
6	K_S	$\theta_{b_{H,O_2}}$	X_{PP}/X_{PAO}	$\mu_{A,max}$	f_{UAP}
7	$K_{O,A}$	$\theta_{b_{PAO}}$	Y_H	b_{A,O_2}	Δ
8	η_θ	Y_H	K_A	K_{NH}	Λ
9		$\theta_{\mu_{H,max}}$	K_O	b_{H,O_2}	f_P
10		$\theta_{b_{A,O_2}}$	$K_{acetate}$	$\mu_{H,max}$	k_I

Además de llevar a cabo los análisis de sensibilidad a diferentes tiempos, éstos se han realizado a diferentes temperaturas para las mismas variables anteriormente evaluadas. Las temperaturas seleccionadas se encuentran comprendidas entre 12 y 23°C, rango de temperatura baja/media al que han trabajado las instalaciones experimentales utilizadas en esta investigación. La figura 4.66 muestra los resultados correspondientes a la variable de salida TSS y en ella no se observan diferencias debidas a la temperatura a la cual se lleva a cabo el análisis, salvo en el caso de la constante de corrección por temperatura de b_{H,O_2} , ya que el valor de estos coeficientes de Arrhenius depende de la temperatura.

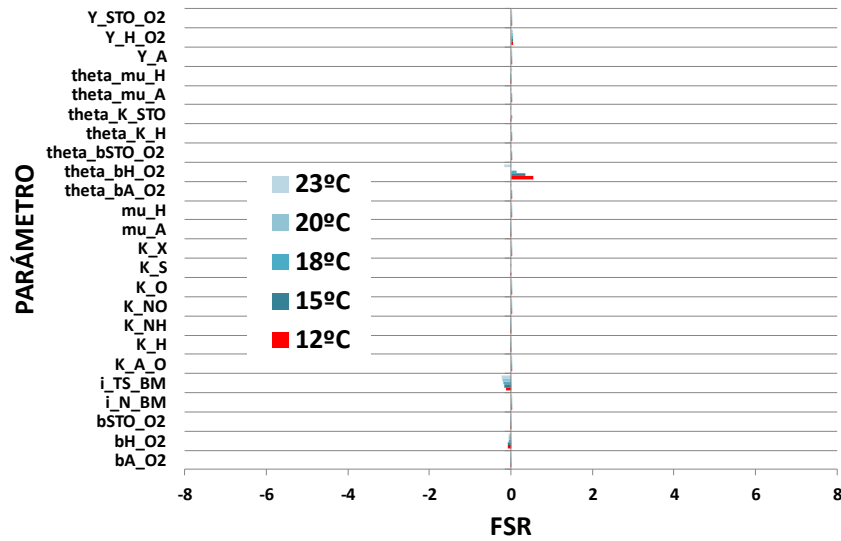


Figura 4.66. FSRs de la concentración de TSS en el biorreactor aireado a distintas temperaturas.

En el caso de la variable OUR (Figura 4.67), únicamente muestran diferencias en función de la temperatura los coeficientes de corrección de b_{H_O2} o $\mu_{A,max}$, cuyas FSRs disminuyen al aumentar la temperatura.

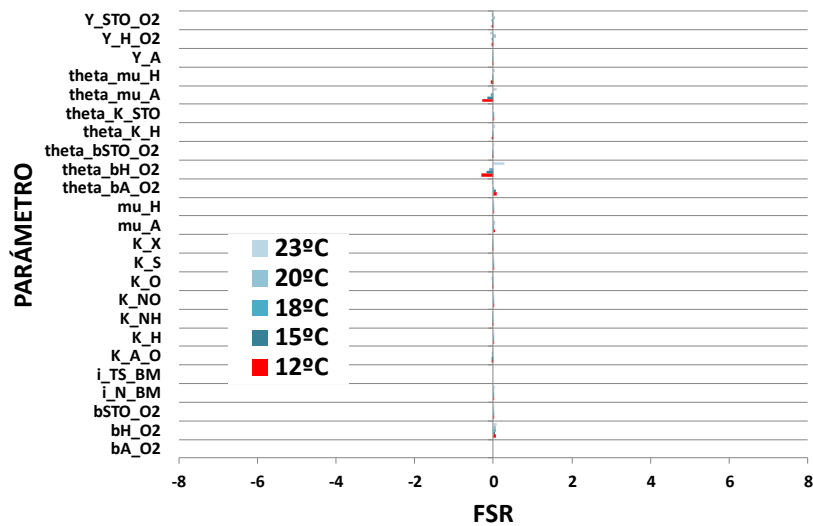


Figura 4.67. FSRs del OUR en el biorreactor aireado a distintas temperaturas.

Las FSRs correspondientes a la variable S_S en el efluente (Figura 4.68) muestran una mayor influencia negativa del aumento en la temperatura del análisis sobre la sensibilidad de esta variable a los coeficientes de corrección de b_{H,O_2} , k_H , $\mu_{H,max}$ y $\mu_{A,max}$.

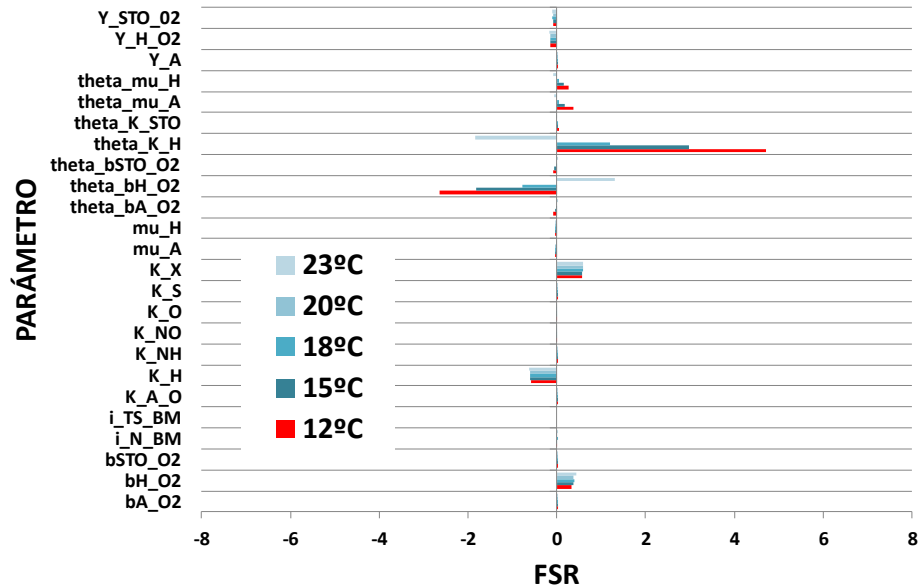


Figura 4.68. FSRs de la concentración de S_S en el efluente a distintas temperaturas.

En el caso de la concentración de amonio en el efluente, S_{NH} (Figura 4.69), se observan diferencias debidas a los cambios de temperatura en las FSRs de un mayor número de parámetros, no sólo en aquellas correspondientes a los coeficientes de corrección, sino también en las relativas a parámetros como b_{H,O_2} , $\mu_{A,max}$ o $K_{A,O}$. En algunos casos como el de $\theta_{\mu_{A,max}}$, se alcanzan valores de FSRs muy elevados a bajas temperaturas (12°C), llegando incluso a duplicar el valor obtenido a 15°C.

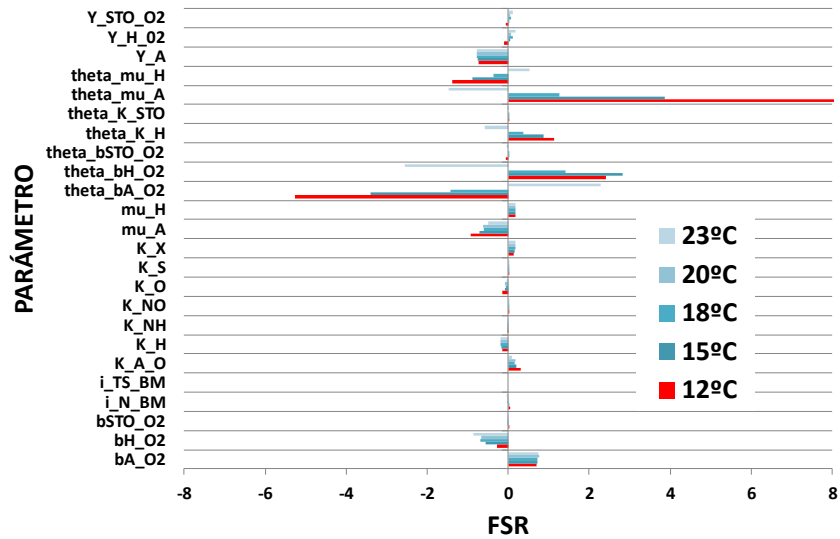


Figura 4.69. FSRs de la concentración de S_{NH} en el efluente a distintas temperaturas.

Por último, los resultados correspondientes a S_{NO} (Figura 4.70) muestran también la influencia de la temperatura sobre las FSRs de parámetros como $b_{H,O2}$, Y_H o Y_{STO} , pero en este caso la tendencia es opuesta, de manera que aumenta el valor de la FSR al aumentar la temperatura del análisis.

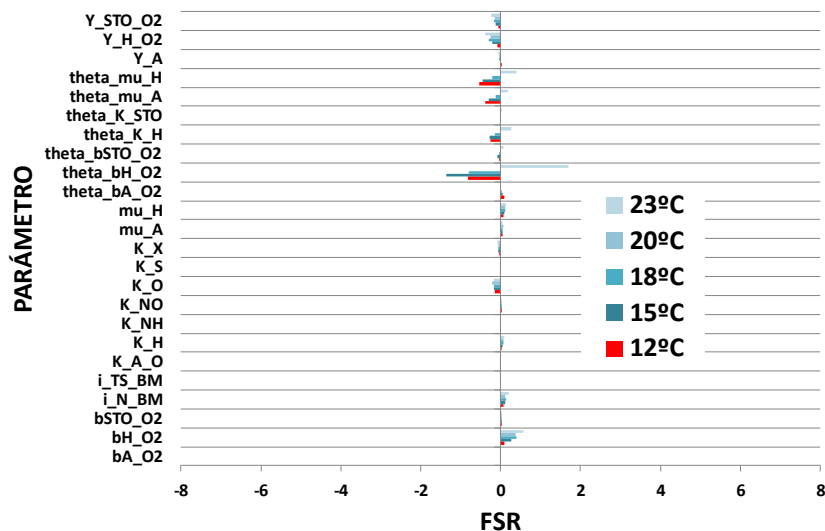


Figura 4.70. FSRs de la concentración de S_{NO} en el efluente a distintas temperaturas.

Para finalizar el apartado correspondiente a la realización de análisis de sensibilidad, se han realizado los mismos análisis variando el rango de concentración de OD en el biorreactor, ya que esto puede afectar considerablemente a los procesos que se llevan a cabo en su interior. La figura 4.71 muestra los resultados correspondientes a la variable TSS y en ella no se observa ninguna variación de las FSRs en función de la concentración de OD durante el análisis.

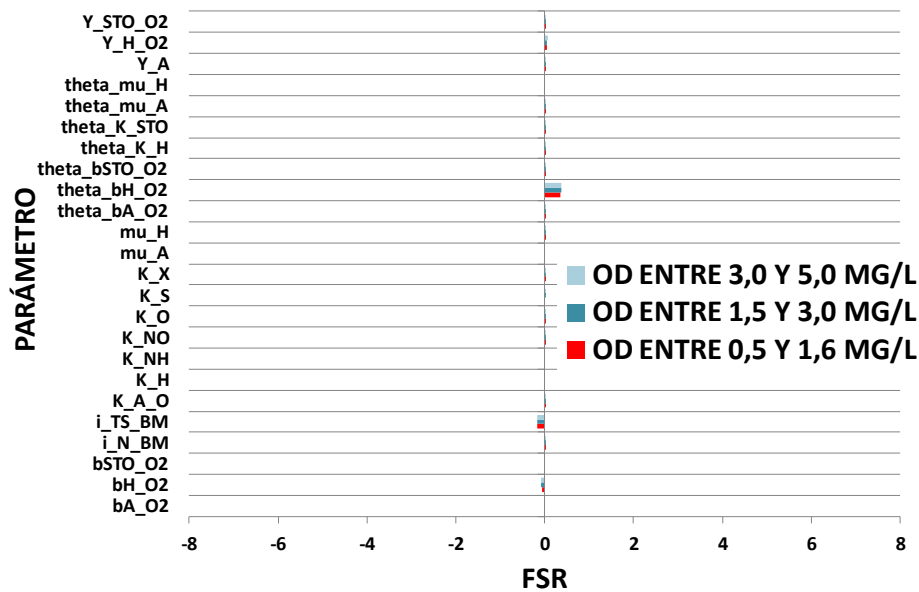


Figura 4.71. FSRs de la concentración de TSS en el biorreactor aireado a distintas concentraciones de OD.

En el caso de la variable OUR (Figura 4.72), sí se observan diferencias en el valor de las FSRs correspondientes a b_{H,O_2} , θ_{bH,O_2} , Y_H o Y_{STO} , cuyo valor aumenta ligeramente al aumentar el rango de OD en el biorreactor, pero estas diferencias no son significativas.

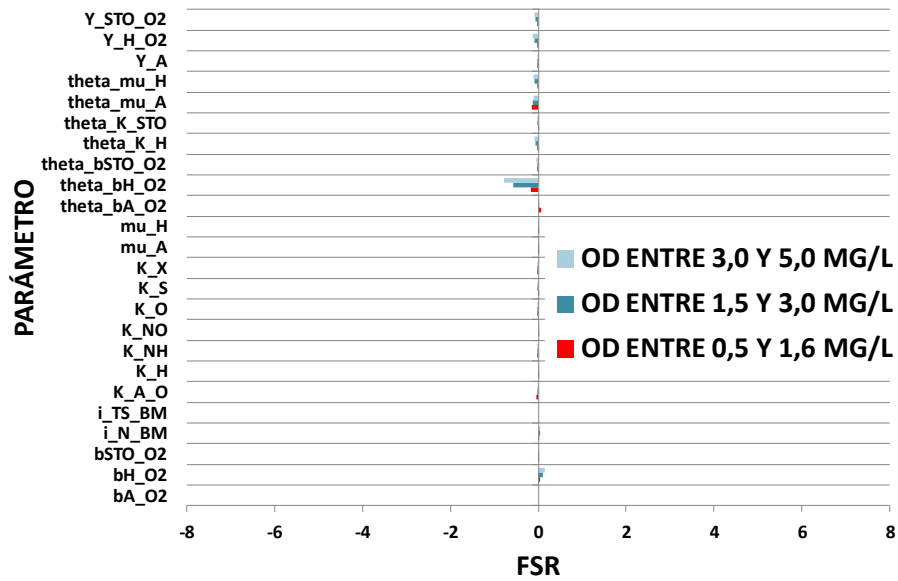


Figura 4.72. FSRs del OUR en el biorreactor aireado a distintas concentraciones de OD.

Los resultados correspondientes a S_S (Figura 4.73) tampoco muestran variaciones significativas debidas a los cambios en el rango de OD durante el análisis.

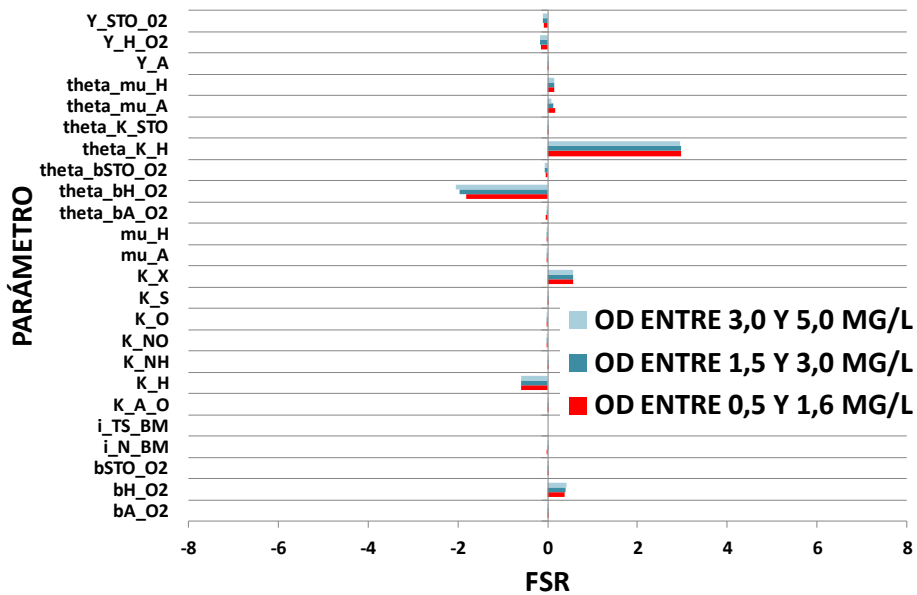


Figura 4.73. FSRs de la concentración de S_S en el efluente a distintas concentraciones de OD.

La variable S_{NH} (Figura 4.74) es la que nuevamente muestra los resultados más variables, ya que hay casos como b_{H,O_2} , θ_{bH,O_2} , Y_H o Y_{STO} , cuyas FSRs aumentan al aumentar la concentración de OD durante el análisis, mientras que en otros casos como son $\mu_{A,max}$, $\theta_{\mu A,max}$, b_{A,O_2} o $K_{A,O}$, su influencia es opuesta y los valores más altos de las FSRs se obtienen a menores concentraciones de OD. Al igual que en casos anteriores, las diferencias obtenidas son insignificantes y no alteran los resultados del análisis de sensibilidad.

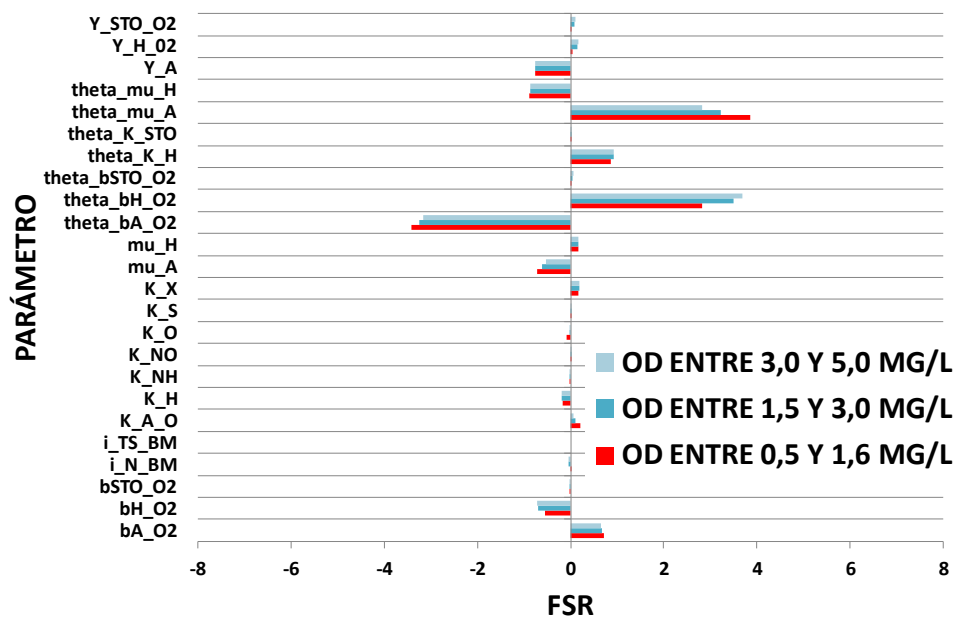


Figura 4.74. FSRs de la concentración de S_{NH} en el efluente a distintas concentraciones de OD.

Finalmente, la variable S_{NO} (Figura 4.75) tampoco muestra variaciones significativas de las FSRs obtenidas en función del rango de concentraciones de OD a las cuales se lleva a cabo el análisis.

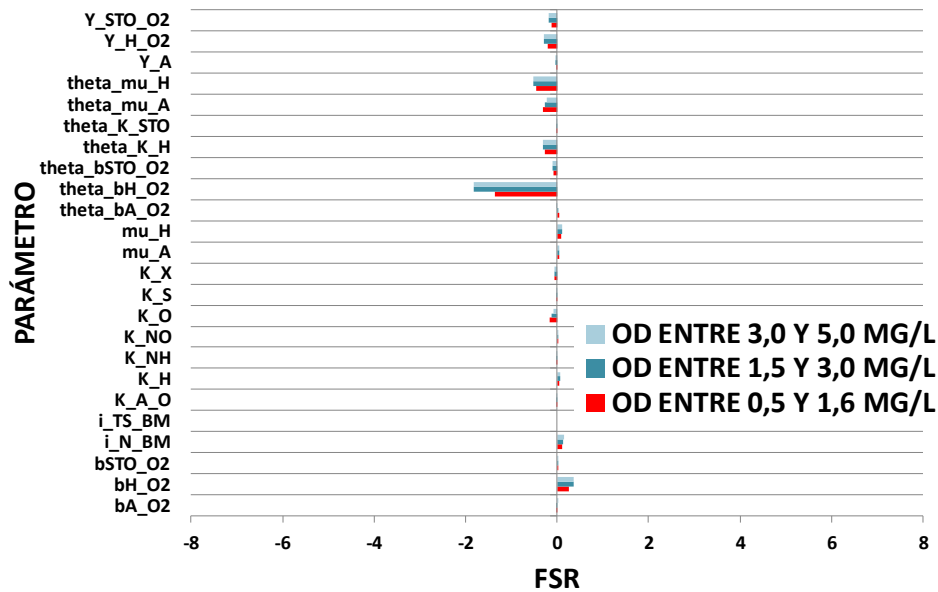


Figura 4.75. FSRs de la concentración de S_{NO} en el efluente a distintas concentraciones de OD.

En general, los resultados obtenidos permiten afirmar que en aquellos parámetros cuya variación con respecto a la temperatura sigue una ecuación de Arrhenius, la sensibilidad de las variables de salida se debe principalmente al valor del coeficiente de corrección por temperatura de dicha ecuación, más que al valor inicial del propio parámetro, ya que un cambio en dichos coeficientes tiene una influencia incrementada exponencialmente sobre las variables de salida. Por otro lado, las condiciones de temperatura o concentración de OD en el biorreactor no afectan significativamente a los resultados obtenidos, salvo en el caso de los coeficientes de corrección por temperatura, cuyo valor depende de la temperatura y, en algunos casos, $b_{H_{O_2}}$, que es uno de los parámetros cuyas FSRs muestran, en general, mayor variabilidad. En el caso de la concentración de OD, su efecto sobre los resultados del análisis de sensibilidad es muy inferior al efecto de las variaciones de la temperatura seleccionada durante el análisis.

4.3. CALIBRACIÓN DEL MODELO ASM3

El presente apartado está dedicado a la calibración del modelo ASM3 (Gujer *et al.*, 1999) antes de aplicarlo a un sistema MBR concreto y poder obtener resultados fiables de las simulaciones realizadas en WEST. En primer lugar se realiza un estudio comparativo de las principales metodologías encontradas en bibliografía para fraccionar la materia orgánica del influente según se describe en los ASMs. Con este estudio se pretende determinar cuál de ellas se ajusta mejor a la realidad, ya que la elevada variabilidad de las fracciones resultantes en función del método utilizado supone grandes variaciones en los resultados de las simulaciones, lo que lleva a importantes imprecisiones en las predicciones. En segundo lugar se evalúan las condiciones a las que se llevan a cabo los muestreos intensivos necesarios para la calibración dinámica del sistema, tanto su duración como la frecuencia en la toma de muestras, con el fin de conseguir datos que representen la dinámica del influente con suficiente exactitud pero sin necesidad de hacer frente al coste que supone un aumento excesivo en el número de análisis de laboratorio. Finalmente se calibran mediante respirometría las constantes cinéticas y estequiométricas más influyentes del modelo y se evalúa la influencia de las condiciones operacionales sobre el valor de dichas constantes con el fin de calibrar el valor de las mismas para el sistema experimental utilizado, así como determinar si dicho valor puede considerarse constante o si, por el contrario, cada uno de los parámetros debe ser nuevamente calibrado cuando se alteren las condiciones a las que trabaja el sistema (Galinha *et al.*, 2013). Una vez calibradas tanto las fracciones del influente que le llega al sistema como las constantes más representativas del modelo, se ha implementado el sistema en el simulador y se ha calibrado el ASM3 (Gujer *et al.*, 1999) para dicho sistema.

4.3.1. Caracterización y fraccionamiento del influente

Como se ha mencionado anteriormente, la calidad de las predicciones obtenidas mediante modelado y simulación de instalaciones experimentales depende en gran

medida de la correcta caracterización de las fracciones de la materia orgánica presente en el influente (Hulsbeek *et al.*, 2002; Boursier *et al.*, 2004), ya que los valores de las fracciones de DQO soluble/particulada y biodegradable/inerte influyen mucho en los valores de las constantes cinéticas y estequiométricas que describen el proceso biológico y debe tenerse especial cuidado a la hora de determinarlas cuando se van a utilizar estos datos como base para diseñar u optimizar una EDAR.

Son muchos los artículos publicados en relación a experiencias de calibración de los modelos ASMs para plantas experimentales concretas (Koch *et al.*, 2000; Jiang *et al.*, 2005; Sperandio y Espinosa, 2008, entre otros) y en los que se describen aquellos parámetros del modelo que deben ser modificados para conseguir que el sistema simulado se ajuste lo máximo posible a la realidad (van Waveren, 1999; Langergraber *et al.*, 2004; Grau *et al.*, 2009). Sin embargo, no hay acuerdo entre la comunidad científica en relación al uso y estandarización de un procedimiento único de calibración ni de una metodología de caracterización del influente, pese a que se han publicado varios procedimientos como por ejemplo los protocolos de STOWA, WERF, BIOMATH o HSG (Sin *et al.*, 2005), así como otros muchos artículos relacionados con este tema. Cada investigador o cada grupo de investigación tiene su propio protocolo o han modificado los existentes, de manera que aspectos como la forma de caracterizar el influente y determinar las distintas fracciones que se definen en el modelo o los periodos de muestreo intensivo necesarios para obtener información relativa a la dinámica del sistema dependen en última instancia del criterio del investigador.

4.3.1.1. Comparativa de distintos métodos de fraccionamiento de la DQO del influente

Se puede afirmar que existen importantes discrepancias en relación a la determinación de las diferentes fracciones de DQO del agua residual y a los métodos analíticos más apropiados para ello y, por este motivo, en este apartado se pretende determinar el método de fraccionamiento de la DQO del influente que

mejor se ajuste a la realidad y que permita llevar a cabo la simulación del sistema experimental minimizando los esfuerzos necesarios para su correcta calibración. Para este estudio se han tomado datos de la instalación de MF durante un periodo estable en el cual los valores medios de las principales características del agua residual influente fueron: DQO: 1200 ± 395 mg O₂/L; nitrógeno total: 64 ± 10 mg N/L y sólidos en suspensión: 693 ± 356 mg/L. Las condiciones operacionales del sistema durante este periodo se describen en la tabla 4.20.

Tabla 4.20. Condiciones operacionales en planta durante el estudio comparativo de los distintos métodos de fraccionamiento.

PARAMETRO	UNIDADES	VALOR
Caudal de influente (Q _{in})	m ³ /d	10,8
Caudal de efluente (Q _{ef})	m ³ /d	10,33
Caudal de purga (Q _p)	m ³ /d	0,47
Caudal de recirculación (Q _{rec})	m ³ /d	1,68
Altura del reactor aireado (h)	m	5
Volumen reactor anóxico (V _{an})	m ³	3,61
Volumen reactor aireado (V _{ai})	m ³	8,83
Volumen MBR (V _{MBR})	m ³	3,89
SRT	d	35
HRT	h	35
Temperatura (T)	°C	15-20
Oxígeno disuelto (OD)	mg/L	0,50 - 1,50
Carga orgánica volumétrica (COV)	kg DQO/m ³ d	0,77
K _{1,a} reactor anóxico	h ⁻¹	3
K _{1,a} reactor aireado	h ⁻¹	0-160
K _{1,a} MBR	h ⁻¹	50

Los cinco métodos de fraccionamiento de la DQO del agua residual analizados a continuación se resumen en la tabla 4.21. El primero de ellos es el método de fraccionamiento más comúnmente utilizado en el que la fracción soluble se determinó filtrando el agua residual por un filtro de tamaño de poro igual a 0,45 µm y determinando analíticamente su DQO y S_s se determinó mediante respirometría realizando dos ensayos con dos sustratos, por un lado agua residual sin filtrar y por otro lado agua residual filtrada. La DQO resultante del ensayo con agua residual filtrada corresponde a S_s mientras que la diferencia entre los

resultados de ambos ensayos corresponde a X_S . Finalmente, los balances de DQO se utilizaron para determinar el resto de fracciones, S_I se calculó como la diferencia entre la DQO soluble y S_S y X_I como la diferencia entre la fracción particulada y X_S . Los métodos 2 y 3 fueron similares al método anterior pero se diferenciaron en el cálculo de S_S , ya que en el método 2 se obtuvo realizando el ensayo respirométrico con agua residual filtrada por un tamaño de poro inferior ($0,22 \mu\text{m}$) y en el caso del método 3, S_S se determinó a partir del agua residual sometida primero a floculación con FeCl_3 (a una concentración de $0,5 \text{ mg/L}$) y posteriormente filtrada por $0,22 \mu\text{m}$ para separar la fracción coloidal.

También se han evaluado dos métodos teóricos, el primero de ellos (método 4) no utiliza respirometría, sino que se basa únicamente en análisis físico-químicos de DQO y DBO_5 y en la aplicación de coeficientes teóricos encontrados en bibliografía. En este caso se supone que S_I es igual a la DQO del efluente de salida del sistema MBR (Sperandio y Espinosa, 2008) y S_S se obtiene a partir de los resultados de DBO_5 utilizando un coeficiente igual a 1,66 (Ronzano y Dapena, 1995), que representa la relación teórica entre DQO y DBO_5 para un agua residual estándar (Weijers, 1999). Para las fracciones particuladas, puesto que la DQO particulada es conocida (diferencia entre la DQO total y la DQO soluble obtenidas analíticamente), se determinó X_S a partir de la DBO_5 y el mismo coeficiente anterior y finalmente X_I se calculó como la diferencia entre la DQO particulada y X_S . El segundo de los métodos teóricos utilizados (método 5) se basó en el fraccionamiento que lleva a cabo el simulador WEST cuando los únicos datos conocidos del agua residual son las concentraciones de DQO y de sólidos en suspensión.

Tabla 4.21. Métodos de fraccionamiento comparados.

Nº	DESCRIPCIÓN DEL PROCEDIMIENTO
1	Filtración del agua residual por $0,45 \mu\text{m}$ + respirometría
2	Filtración del agua residual por $0,22 \mu\text{m}$ + respirometría
3	Floculación con FeCl_3 + filtración por $0,22 \mu\text{m}$ + respirometría
4	Análisis físico-químicos y coeficientes teóricos
5	Fraccionamiento realizado por WEST

En todos los casos, la fracción de biomasa autótrofa presente en el agua residual (X_A) se consideró despreciable con respecto al resto de fracciones (Roeleveld y van Loosdrecht, 2002) y, aunque la fracción de biomasa heterótrofa en el influente (X_H) también se suele considerar despreciable, esta consideración puede influir considerablemente en los resultados de otras fracciones como X_I que se suelen calcular por diferencia para cerrar el balance másico de DQO, lo que puede llevar a errores importantes en los resultados de la simulación. Por este motivo se decidió estimar esta fracción según el método descrito por Lu *et al.* (2010) en el que se utiliza la ecuación 4.1. Únicamente para el método 5 se supone que X_H corresponde al 10 % de la DQO particulada, ya que el simulador WEST utiliza el factor $f_{X_{BH}} = 0,1$ para calcularla.

$$X_H = 1000 \cdot \left(\frac{OUR}{SOUR_{max}} \right) \cdot f_{cv} \quad [\text{Ec. 4.1}]$$

Dónde $SOUR_{max}$ es 150 mg O₂/g VSS h y f_{cv} se considera igual a 1,42 g DQO/g VSS.

Las fracciones del influente tras aplicar cada uno de estos métodos se introdujeron como variables de entrada en el simulador para llevar a cabo las correspondientes simulaciones utilizando el modelo ASM3 (Gujer *et al.*, 1999) y comparar sus resultados con los valores experimentales. Para estas simulaciones se han mantenido los valores por defecto de las constantes cinéticas y estequiométricas consideradas en el modelo y únicamente se han modificado parámetros operacionales e hidráulicos relativos a la configuración de la instalación experimental, cuyos valores han sido iguales en todas las simulaciones.

La tabla 4.22 recoge los resultados medios obtenidos para las distintas fracciones de la DQO del influente. En ella se observan diferencias estadísticamente significativas para todas las fracciones excepto para X_H , que se estimó de la misma manera en todas las metodologías en las que se emplean ensayos respirométricos y no se estimó en el caso del método teórico basado en análisis físico-químicos (método 4). El valor calculado en el simulador WEST como un porcentaje fijo de la

DQO particulada es significativamente inferior al obtenido mediante el método de Lu *et al.* (2010).

Tabla 4.22. Resultados medios del fraccionamiento de la DQO del influente (%).

FRACCIÓN	MÉTODO DE FRACCIONAMIENTO UTILIZADO				
	1	2	3	4	5
S_s	17,43±6,75 ^b	12,6±3,87 ^a	10,77±5,45 ^a	26,66±10,79 ^c	16,24±5,98 ^b
X_s	15,12±8,75 ^a	19,88±8,74 ^b	21,09±8,07 ^b	50,10±14,16 ^c	52,28±7,82 ^c
S_f	9,55±3,81 ^b	14,42±4,63 ^c	15,72±5,72 ^c	1,49±1,02 ^a	10,83±3,99 ^b
X_f	35,24±10,10 ^c	30,85±10,65 ^c	29,63±9,82 ^c	19,56±11,10 ^b	15,55±1,85 ^a
X_H	22,77	22,77	22,77	0,00	7,26±1,13

La fracción S_s es la más inestable de todas (Sperandio *et al.*, 2001). Según la IWA (Henze *et al.*, 2000), su valor suele variar en un rango de entre el 10 y el 20 % de la DQO total. Los valores obtenidos en este estudio mediante métodos respirométricos se encuentran en este rango, pero el valor obtenido a partir de un método físico-químico es muy superior, doblando incluso al valor obtenido por ejemplo a partir del método 2 y más similar a aquellos valores obtenidos normalmente para aguas residuales altamente biodegradables procedentes de industrias como las vinícolas (Guglielmi *et al.*, 2009). Estos resultados coinciden con autores como Lu *et al.* (2010) o Anderson *et al.* (2001), que afirmaron respectivamente que esta fracción suele sobreestimarse cuando se emplean métodos de caracterización físico-químicos y que la precisión de los procedimientos biológicos es superior a la de los físico-químicos. Otros autores han observado también una marcada diferencia entre los resultados de S_s y X_s obtenidos por métodos respirométricos y físico-químicos (Melcer *et al.*, 2003; Gillot *et al.*, 2010; Fall *et al.*, 2011).

Comparando estos resultados se observa que los valores obtenidos con los métodos 1 y 5 son muy similares, sin diferencias estadísticas significativas. Lo mismo ocurre para el caso de los valores obtenidos con los métodos 2 y 3, cuyos valores son inferiores a los anteriores debido a que la filtración por $0,22 \mu\text{m}$ elimina mayor concentración de materia orgánica particulada que la filtración por $0,45 \mu\text{m}$ y la floculación aumenta la capacidad de eliminación debido a la desestabilización y agregación de la materia coloidal, lo que facilita su eliminación mediante filtración. Las diferencias más significativas en cuanto a la fracción S_s fueron alcanzadas entre los resultados del método 4 y el resto, ya que este método se basa en medidas de DBO_5 y coeficientes teóricos de la relación DBO/DQO obtenidos para aguas residuales urbanas estándar, pero pueden no ser aplicables a cualquier tipo de agua residual urbana. Los principales inconvenientes de este método es que la DBO_5 es un parámetro que puede variar mucho de un agua residual a otra (Weijers, 1999) y que los coeficientes teóricos (ratios DBO_5/DQO y DQO_b/DQO) se basan en la cinética de la DBO y en el valor de Y_H , que también es variable (Ruiz *et al.*, 2011). Por todo ello, hay cierto grado de incertidumbre en la conversión de DBO_5 a DQO biodegradable y puede sobreestimarse el valor de S_s cuando su determinación se basa en la DBO_5 . Además, un análisis de DBO requiere varios días, siendo los análisis respirométricos más rápidos, más simples y más prácticos (Choi *et al.*, 2005).

Por estas mismas razones, los valores obtenidos para X_s mediante el método físico-químico (método 4) fueron muy superiores a los obtenidos mediante respirometría (métodos 1, 2 y 3), con diferencias estadísticas significativas (Tabla 4.22). Los valores de X_s obtenidos utilizando el método empleado por el simulador WEST (método 5) fueron similares a los valores obtenidos por el método físico-químico, sin diferencias estadísticamente significativas.

En relación a las fracciones inertes, tanto el valor de S_I obtenido por el método físico-químico como el valor de X_I difieren mucho del resto de valores. S_I se ha determinado en el método 4 como la concentración de DQO en el efluente. Esta aproximación es especialmente válida para sistemas MBR en los que se supone que

no hay ninguna fracción particulada en el efluente y para sistemas de baja carga en los que el SRT es superior a 3 días, asegurando así que no queda fracción soluble biodegradable en el efluente (Jiang *et al.*, 2005; Malamis *et al.*, 2011), pero no tiene en cuenta la fracción de DQO inerte retenida en la membrana y, por lo tanto, puede subestimar el valor de S_I del influente obtenido. Por otro lado, al determinar el valor de X_I como la diferencia entre el valor de DQO particulada y el valor de X_S , la sobrestimación de ésta última lleva consigo la subestimación de X_I . El fraccionamiento basado en WEST (Método 5) también da como resultado un valor de X_I bajo.

Antes de llevar a cabo las simulaciones dinámicas del sistema cuyos resultados han sido comparados, se llevó a cabo una simulación del sistema en estado estacionario durante un tiempo de 60 días (aproximadamente dos veces el SRT), cuyos resultados fueron el punto de partida para las simulaciones dinámicas. La tabla 4.23 muestra los resultados obtenidos tras 60 días de simulación en estado estacionario y se comparan con los datos experimentales de la instalación de MF previos al periodo de estudio. En general se observa un buen ajuste de los datos experimentales y los datos obtenidos tras 60 días de simulación.

Tabla 4.23. Datos de partida en estado estacionario para las simulaciones dinámicas.

VARIABLE	UNIDADES	VALOR SIMULADO	VALOR EXPERIMENTAL
TSS reactor anóxico	g/m ³	8760	8625,71
TSS reactor aireado	g/m ³	8390	8583,45
TSS MBR	g/m ³	10410	10654,16
VSS reactor anóxico	g/m ³	6310	6469,29
VSS reactor aireado	g/m ³	6040	6437,59
VSS MBR	g/m ³	7500	7990,62
DQO en el efluente	g/m ³	105,69	93,02
Nitrato en el efluente	g/m ³	15,96	6,2
Amonio en el efluente	g/m ³	0,2	0,38

La figura 4.76 muestra la configuración experimental de la instalación de MF implementada en WEST. Cada una de las simulaciones dinámicas tuvo una duración de 90 días, que es el tiempo real en el que se ha caracterizado el influente de acuerdo a los métodos anteriormente descritos.

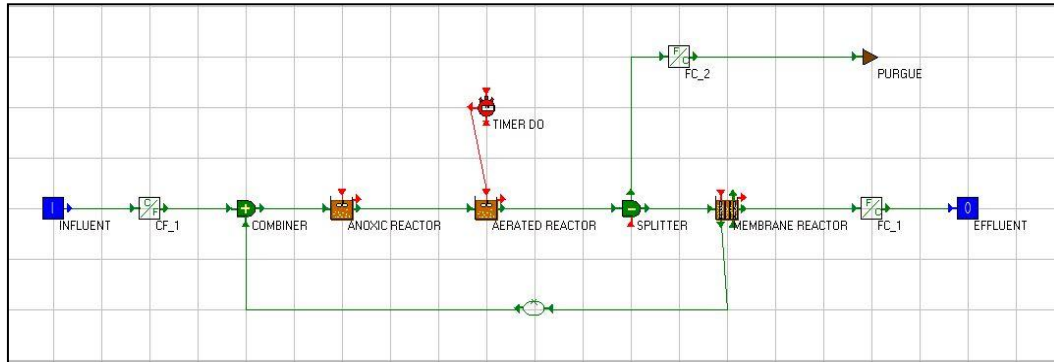


Figura 4.76. Configuración del sistema experimental MBR en WEST.

Las concentraciones experimentales de DQO a la salida de la instalación de MF, así como los valores obtenidos en cada una de las simulaciones se muestran en la figura 4.77. En ella se representan tanto las concentraciones experimentales de DQO del efluente como las del sobrenadante del fango. El valor medio de la primera fue de $15,7 \pm 14,9$ mg O₂/L, mientras que la segunda se mantuvo más estable durante el periodo experimental, con un valor medio de $118,3 \pm 26,7$ mg O₂/L. La diferencia entre estos valores sugiere que la membrana retiene más del 85% de la DQO del sobrenadante debido a la retención de moléculas orgánicas y coloides, principalmente polisacáridos, proteínas y ácidos húmicos (Masse *et al.*, 2006). Otros autores como Zheng y Liu (2006) o Shariati *et al.* (2013) obtuvieron diferencias incluso mayores al comparar las concentraciones de DQO del efluente y del sobrenadante. Aunque algunos estudios recientes relativos al modelado de sistemas MBR incluyen modificaciones del modelo para tener en cuenta y cuantificar la eliminación física de DQO (Di Bella *et al.*, 2008, Hocaoglu *et al.*, 2013, Zuthi *et al.*, 2013), el modelo ASM3 es un modelo biológico que no tiene en cuenta la capacidad de retención física de la membrana, por lo que las concentraciones de DQO del efluente obtenidas en las simulaciones no se ajustan a las concentraciones

experimentales del efluente, pero si se asemejan a las del sobrenadante del fango activo. El único método que consigue valores similares a los experimentales es el método físico-químico (Método 4), ya que en este método se asume que S_I es igual a la DQO del efluente. Sin embargo, al no tener en cuenta la fracción inerte retenida en la membrana, se está subestimando el valor de S_I .

No se observan diferencias estadísticamente significativas entre los valores reales de la DQO del sobrenadante y los valores obtenidos tras las simulaciones que utilizan los métodos de fraccionamiento basados en respirometría o el método utilizado por WEST (Figura 4.78), lo que indica que estos valores de S_I pueden ser considerados correctos. Las simulaciones basadas en los métodos de fraccionamiento 2 y 3 dieron lugar a elevados valores de DQO en el efluente debido a que por diferencia, valores menores de la fracción S_S dan lugar a valores más elevados de S_I , que al ser inerte pasa sin sufrir modificación alguna y sale en el efluente. En resumen, los valores de DQO en el efluente obtenidos tras la simulación basada en el método físico-químico de fraccionamiento (método 4) son muy inferiores a los demás, mostrando diferencias estadísticamente significativas (Figura 4.78).

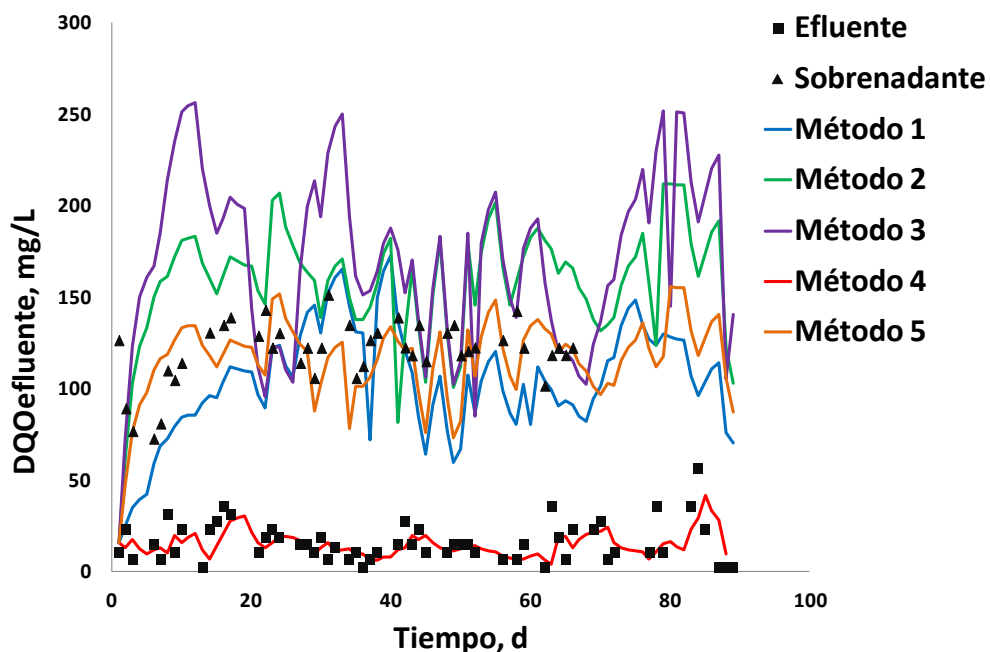


Figura 4.77. Concentración experimental y simulada de DQO en el efluente.

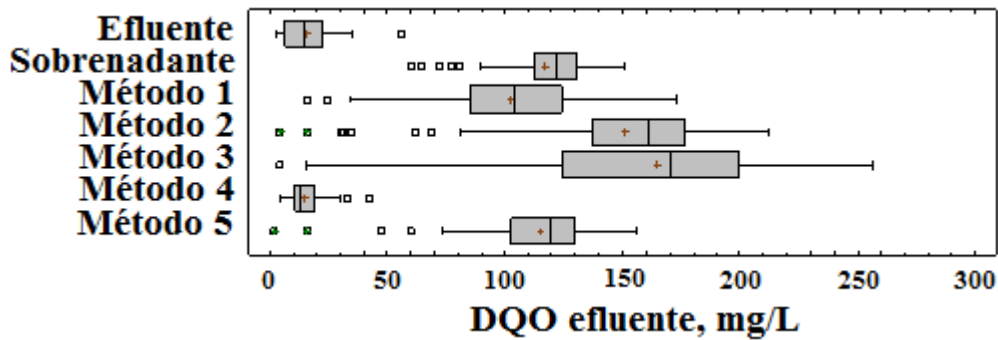


Figura 4.78. Comparación estadística de las concentraciones experimentales y simuladas de DQO en el efluente.

Para comparar el ajuste obtenido en cada caso con respecto a los datos experimentales, la tabla 4.24 recoge los valores de la raíz del error medio cuadrático (RMSE) para cada una de las variables de salida analizadas. En ella se observa cómo el mejor ajuste en relación a la concentración de DQO en el efluente se obtiene con el método físico-químico, pero tal y como se ha comentado anteriormente, esto se debe a que en este método se supone el valor de S_f igual al valor de DQO del efluente a la salida del sistema, pero este tipo de caracterización no puede considerarse correcta porque no se está teniendo en cuenta la fracción de DQO soluble que queda retenida en la membrana.

Tabla 4.24. Valores de RMSE para comprobar el ajuste de las simulaciones basadas en distintos métodos de fraccionamiento del influente.

VARIABLE	MÉTODO DE FRACCIONAMIENTO					UNIDADES
	Método 1	Método 2	Método 3	Método 4	Método 5	
TSS anóxico	0,186	0,146	0,141	0,364	0,241	g/L
TSS aireado	0,151	0,113	0,101	0,248	0,153	g/L
TSS MBR	0,159	0,125	0,112	0,252	0,151	g/L
DQO efluente	16,709	25,588	28,727	2,006	18,971	mg/L
S_{NH} efluente	3,642	3,987	0,865	1,902	0,777	mg/L
S_{NO} efluente	0,677	0,695	0,683	0,862	0,583	mg/L

Por otro lado, los resultados de la concentración de compuestos nitrogenados en el efluente muestran una excelente eliminación de amonio (Figura 4.79), ya que se observan concentraciones de S_{NH} en el efluente inferiores a 1 mg/L para todas las simulaciones, con independencia de la metodología utilizada para el fraccionamiento de la DQO. A pesar de las diferencias estadísticas observadas entre los valores obtenidos a partir de los distintos tipos de fraccionamiento (Figura 4.80), las bajas concentraciones de S_{NH} en el efluente ponen de manifiesto que el método de fraccionamiento utilizado no influye sobre la actividad nitrificante, ya que ésta depende principalmente del SRT, de la concentración de OD y de la carga de amonio del influente (Wanner *et al.*, 2005). Esta última fue constante en todos los casos, el SRT también fue constante e igual a 35 días en todas las simulaciones y la concentración de OD se mantuvo entre 0,5 y 1,5 mg O_2/L , garantizando una nitrificación total (Wanner *et al.*, 2005), de manera que sólo el $N-NH_4^+$ no biodegradable abandona el sistema en el efluente.

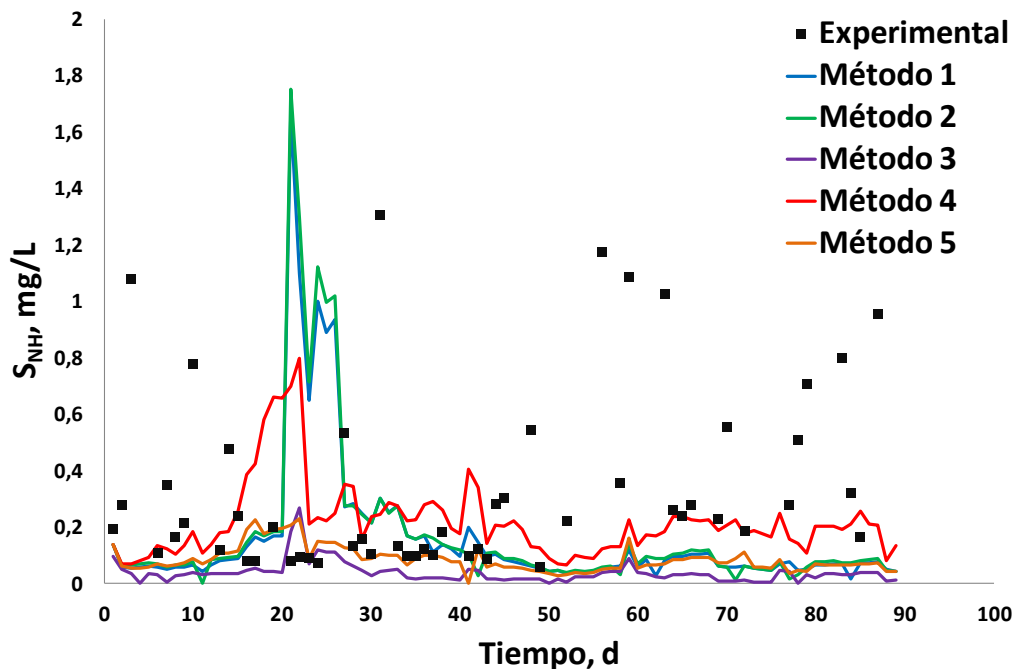


Figura 4.79. Concentración experimental y simulada de S_{NH} en el efluente.

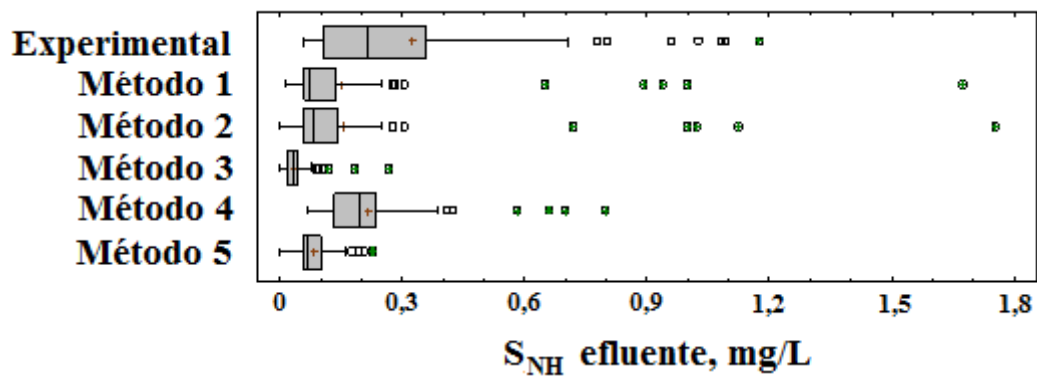


Figura 4.80. Comparación estadística de las concentraciones experimentales y simuladas de S_{NH} en el efluente.

Los valores de RMSE de esta variable (Tabla 4.24) indican que el mejor ajuste se consigue cuando se utiliza el método teórico implementado en WEST (método 5) o el método en el que S_s se determina a partir del influente floculado y filtrado (método 3). Sin embargo, dadas las concentraciones tan bajas de amonio obtenidas en todos los casos, las diferencias que tienen lugar al utilizar un método u otro no son significativas.

Finalmente, cabe destacar que la eliminación de nitrato está limitada en esta instalación experimental debido a una elevada recirculación desde el MBR hacia el biorreactor anóxico, que lleva consigo un arrastre de oxígeno hacia el biorreactor anóxico que inhibe la desnitrificación permitiendo una eliminación de nitrato máxima del 80 %, de manera que el 20 % del nitrógeno nitrificado permanece en el sistema, dando lugar a concentraciones elevadas de nitrato en el efluente. En las simulaciones realizadas se consideraron diferentes valores de K_La para los distintos reactores (Tabla 4.20), valores fijos de 3 h^{-1} y 50 h^{-1} para el reactor anóxico y el MBR, respectivamente y valores en un rango de entre 0 y 160 h^{-1} para simular los ciclos de encendido/apagado de las soplantes en el biorreactor aireado. El valor de 3 h^{-1} fijado para simular las condiciones anóxicas del biorreactor anóxico es un valor que permanece fijo durante las simulaciones y no tiene en cuenta el oxígeno residual arrastrado por la recirculación de fango, de manera que

la concentración real de OD en dicho reactor y la simulada no coinciden, lo que puede dar lugar a las diferencias observadas entre los valores simulados y los experimentales (Figura 4.81).

La simulación en la que se empleó el método de fraccionamiento físico-químico muestra valores inferiores al resto. Estas diferencias pueden ser debidas a que la desnitrificación es altamente dependiente de la concentración de S_S (Knerr *et al.*, 2011), de manera que cuando se usa el método de fraccionamiento físico-químico en el que la concentración de S_S es muy superior al resto, la concentración de nitrato en el efluente es mucho menor. Sin embargo, las diferencias con respecto a los datos experimentales muestran claramente que la concentración de S_S obtenida mediante esta metodología de fraccionamiento está sobreestimada. En este caso no hay diferencias estadísticas significativas entre los resultados de ninguno de los métodos respirométricos ni en el método de caracterización llevado a cabo por el simulador (Figura 4.82).

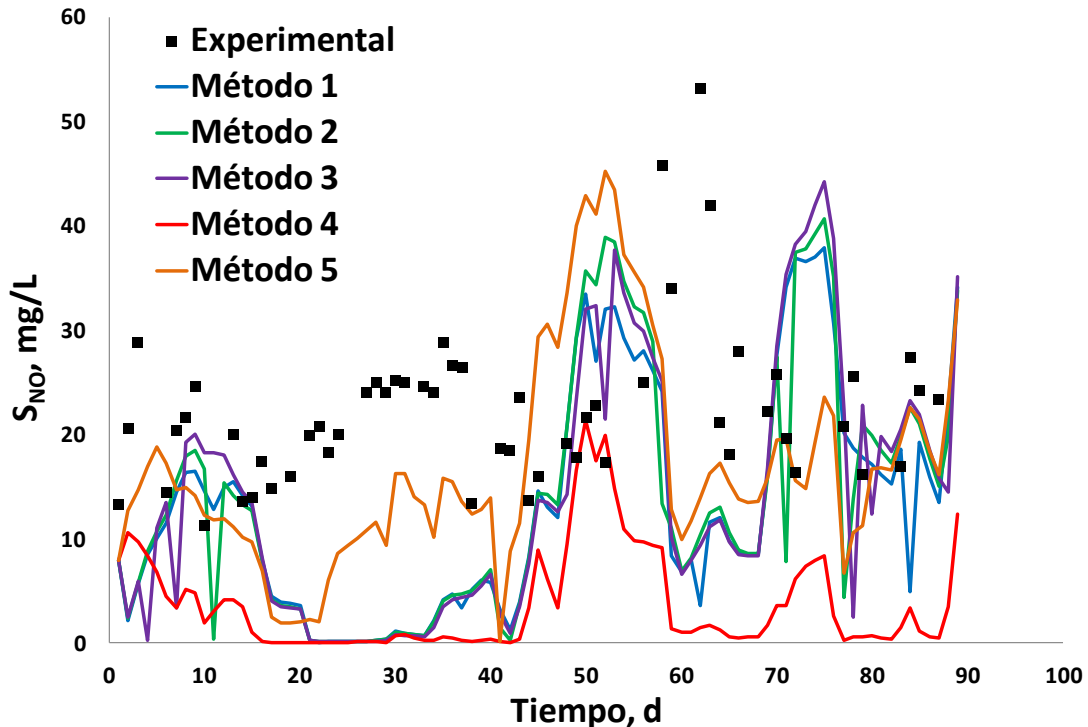


Figura 4.81. Concentración experimental y simulada de S_{NO} en el efluente.

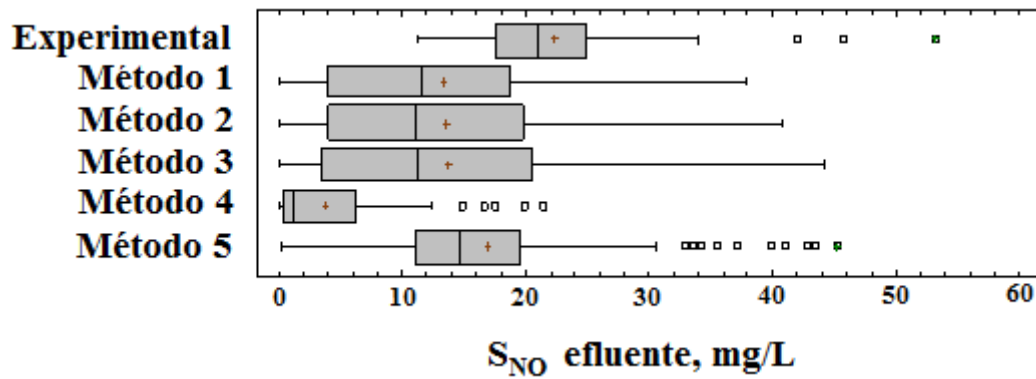


Figura 4.82. Comparación estadística de las concentraciones experimentales y simuladas de S_{NO} en el efluente.

Para esta variable, las diferencias en los valores de RMSE obtenidos para cada uno de los fraccionamientos (Tabla 4.24) son mínimas, siendo el valor más bajo el correspondiente al método basado en coeficientes teóricos implementado en WEST (método 5), pero muy similar a aquellos valores obtenidos para los fraccionamientos basados en respirometría, cuyos valores son prácticamente iguales en los tres casos.

La figura 4.83 muestra la evolución de las concentraciones de TSS en cada biorreactor, tanto experimental como simulada. No se observan diferencias en los resultados de los métodos respirométricos durante los primeros 40-50 días de simulación, pero tras éste periodo inicial, la diferencia entre los valores obtenidos fue incrementando y, aunque el método de fraccionamiento con el que se consigue un mejor ajuste es el método basado en la filtración del influente por un tamaño de poro de $0,22 \mu\text{m}$ (método 3), los valores de RMSE de este método y del método basado en la filtración del influente floculado por $0,22 \mu\text{m}$ (método 2) son prácticamente iguales (Tabla 4.24). Lo mismo ocurre con los métodos 1 y 5, siendo el método físico-químico (método 4) el que peor ajusta la concentración de TSS en los biorreactores.

Estadísticamente no se observan diferencias significativas en ninguno de los diferentes métodos respirométricos (Figura 4.84). Los métodos 4 y 5 subestiman las concentraciones de TSS en los biorreactores debido a que la producción del fango es muy sensible a la concentración de X_I en el influente (Sperandio y Espinosa, 2008) que, según estos resultados se determina con mayor precisión cuando se utilizan métodos respirométricos, ya que la fracción X_S obtenida en el método 4 se sobrestima puesto que se determina a partir del valor de DBO_5 y, en consecuencia, se subestima el valor de X_I y, por lo tanto, también del valor de TSS. Por otro lado, Ginestet *et al.* (2002) concluyeron que en los experimentos respirométricos de menos de un día de duración como aquellos realizados en este estudio, hay una fracción considerada como inerte que puede ser realmente biodegradable, especialmente cuando se usa fango activo procedente de sistemas MBR que trabajan a elevados SRTs (Fernández-Fontaina *et al.*, 2013), de manera que con estos métodos de fraccionamiento se estaría sobreestimando X_I y con ello las concentraciones de TSS. Sin embargo, la similitud de los resultados de TSS obtenidos con estos métodos y los experimentales demuestra que no existe tal sobreestimación.

En cuanto a los datos experimentales, éstos se mantuvieron más o menos estables durante todo el periodo analizado, con valores entre 9,3 y 6,6 g/L en el caso del biorreactor aireado. Los valores de TSS fueron muy similares en los reactores anóxico y aireado, con valores medios de $8,1 \pm 0,9$ y $7,9 \pm 0,8$ g/L, respectivamente y superiores en el reactor de membranas (valor medio de $9,7 \pm 0,8$ g/L) debido a la concentración del fango que se produce al permear.

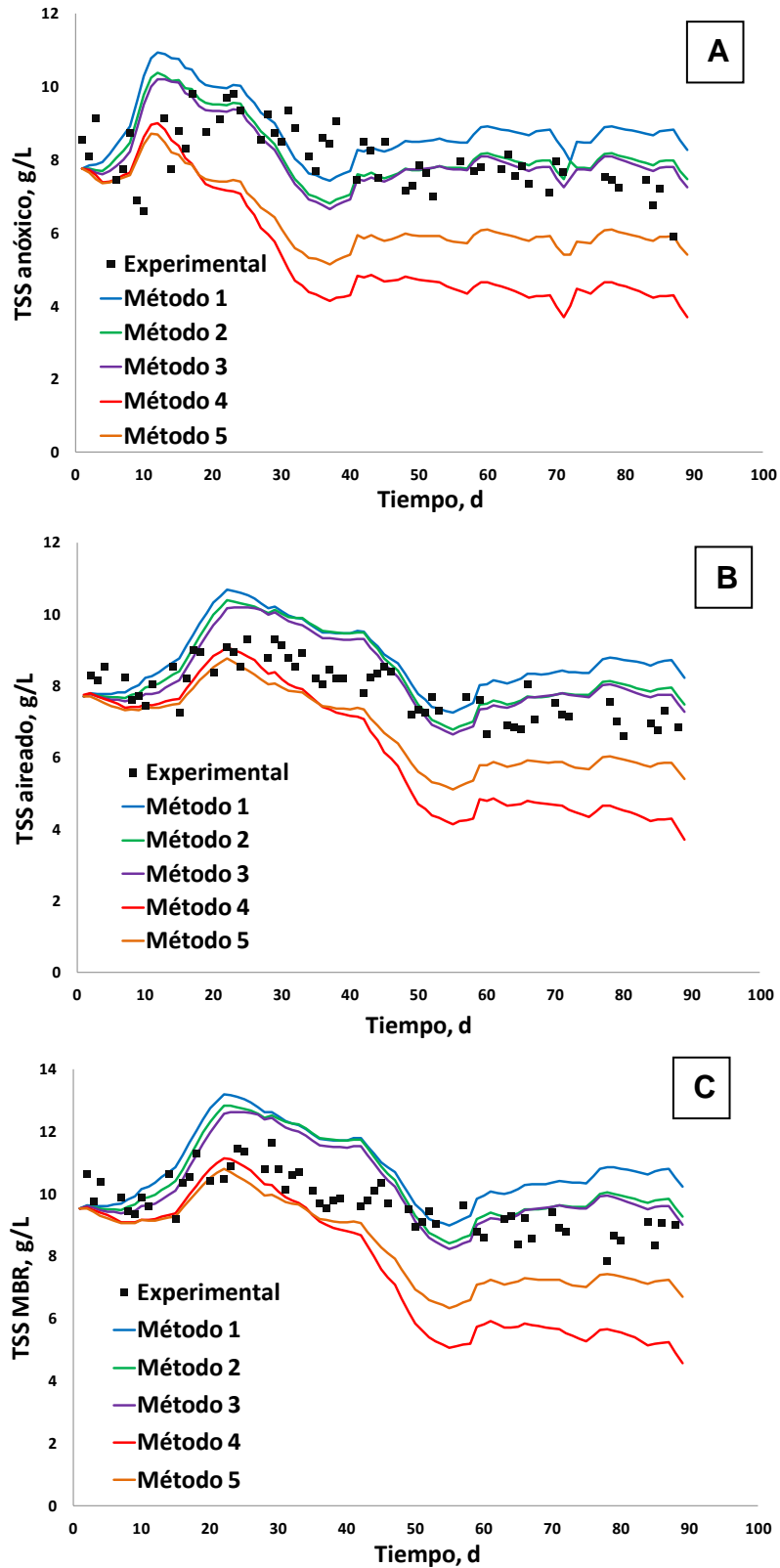


Figura 4.83. Concentraciones experimentales y simuladas de TSS en el biorreactor anóxico (A), aireado (B) y MBR (C).

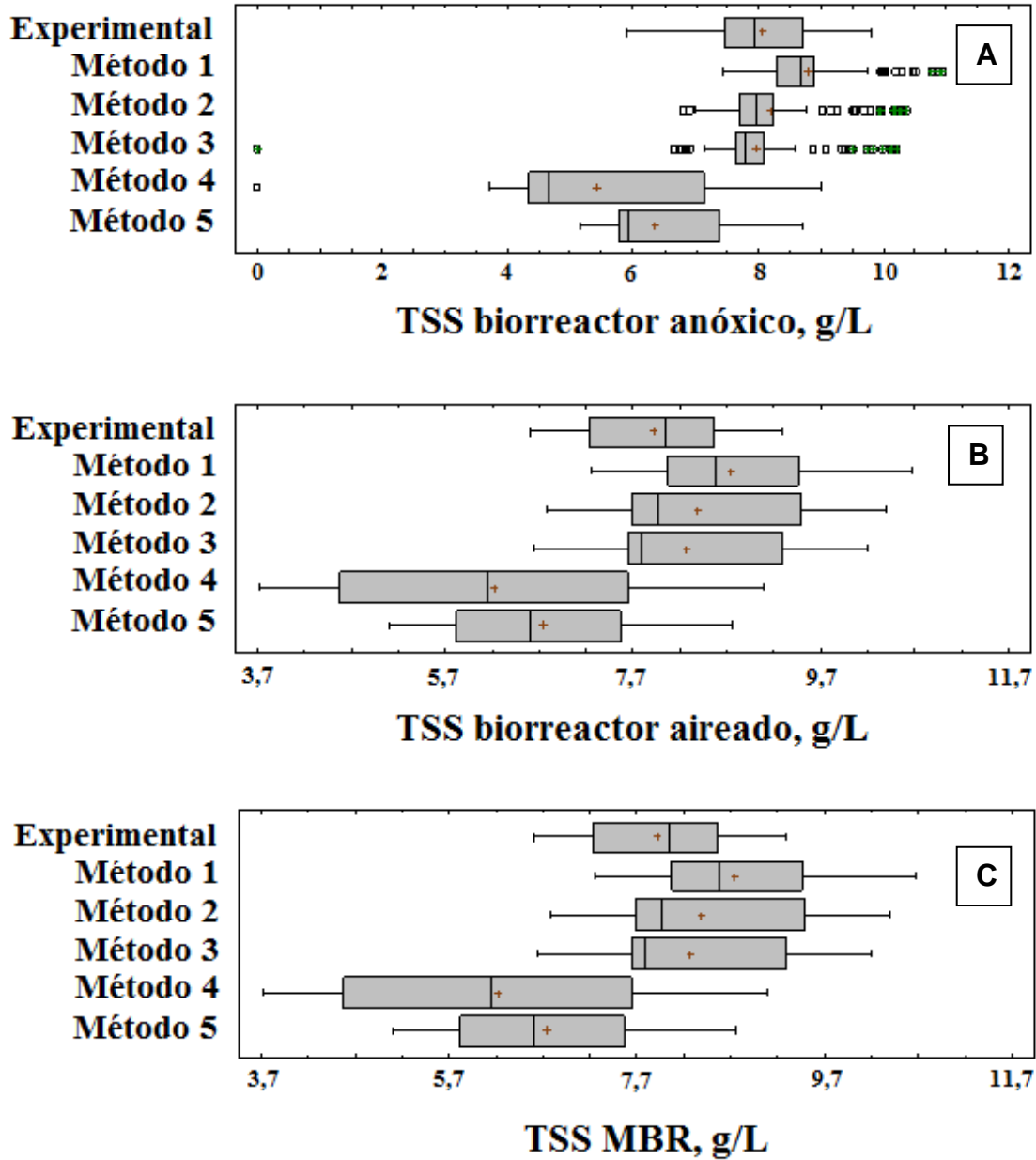


Figura 4.84. Comparación estadística de las concentraciones experimentales y simuladas de TSS en el biorreactor anóxico (A), aireado (B) y MBR (C).

Con estos resultados se ha comprobado la importancia que una correcta estimación de las fracciones de DQO del influente tiene sobre los resultados de las simulaciones en las que se utilizan estos datos como variables de entrada.

Dada la diversidad de métodos existentes para la determinación de estas fracciones y la variabilidad de los resultados obtenidos con cada uno de ellos, durante la etapa de calibración del modelo para simular el sistema en cuestión es necesario calibrar no sólo los valores de las constantes cinéticas y estequiométricas incluidas en el modelo, sino también los valores de las fracciones que caracterizan el contenido de materia orgánica del influente, ya que una correcta estimación de éstas fracciones no sólo mejora los resultados obtenidos al simular el sistema, sino que además facilita considerablemente la etapa de calibración del modelo.

En general, los métodos de caracterización basados en técnicas respirométricas se ajustan a la realidad mejor que los métodos físico-químicos o basados en coeficientes teóricos calculados para aguas residuales estándar, ya que las diferencias entre un agua residual y otro suelen ser importantes. Sin embargo, las diferencias entre utilizar un tamaño de poro diferente o flocular previamente el influente para separar la fracción soluble que será analizado en el respirómetro no son significativas. Otros autores como Lu *et al.* (2010) o Delrue *et al.* (2010), que también compararon diferentes métodos de fraccionamiento del influente concluyeron que las mejores combinaciones eran, respectivamente, la floculación seguida de filtración por 0,45 µm y respirometría para los primeros y la filtración por 0,45 µm seguida de análisis de DBO última y un procedimiento de “*prueba y error*” para ajustar la concentración de VSS para los segundos.

4.3.1.2. Duración y frecuencia de los periodos de muestreo intensivo para la calibración

La ausencia de un protocolo estandarizado de calibración no sólo es aplicable a la metodología utilizada para determinar las fracciones de DQO que constituyen el influente, sino que también es aplicable a la duración del periodo de muestreo intensivo o a la frecuencia de muestreo necesarios para conocer la dinámica del influente y obtener la información necesaria para una correcta calibración dinámica del modelo (Hulsbeek *et al.*, 2002).

Cuando se diseña una nueva EDAR no existen datos disponibles sobre la caracterización del influente o sobre los valores de parámetros operacionales, de manera que se requiere una recolección de datos inicial para llevar a cabo la calibración del modelo y posterior diseño y simulación de la instalación. Puesto que se trata generalmente de ensayos de laboratorio que suponen un elevado coste económico, así como tiempo de dedicación del personal, encontrar la frecuencia óptima de muestreo para describir correctamente el sistema, minimizando el coste, puede ser no sólo útil sino también muy necesario en determinadas ocasiones. Cierkens *et al.* (2012) evaluaron el impacto que la frecuencia de los datos de influente tenía sobre la calibración y la simulación de una EDAR y sobre la incertidumbre de sus predicciones, afirmando que una frecuencia demasiado baja puede dar lugar a una mayor incertidumbre en las variables de salida, debido a que se pierde información sobre picos puntuales de las características del influente. Por otro lado, autores como Ostace *et al.* (2013) simularon una EDAR para probar diferentes sistemas de control utilizando un perfil dinámico de influente de 14 días de duración y un intervalo de muestreo de 15 minutos, cuyo coste puede llegar a ser excesivo.

En este sentido, se han realizado simulaciones dinámicas de un mismo sistema MBR utilizando diferentes protocolos de recolección de datos para la caracterización dinámica del influente. En primer lugar, se ha simulado la instalación experimental basándose en los datos de influente obtenidos durante un

periodo de 15 días en los que la toma de muestras se realizó con una frecuencia diaria, pero se incluyen dos días en los que se llevan a cabo muestreos horarios. Estos muestreos sirven para estimar un perfil dinámico diario de las características del agua residual mediante la determinación de coeficientes horarios, que se aplicarán posteriormente al resto de días del periodo. Este tipo de muestreo fue propuesto en el protocolo desarrollado por el grupo de investigación del BIOMATH (Vanrolleghem *et al.*, 2003). Por otro lado, se ha simulado el sistema con los datos de caracterización del influente recogidos durante un periodo de 30 días en los que se han tomado muestras cada 5 horas, siguiendo las recomendaciones del protocolo WERF (Melcer *et al.*, 2003).

Los resultados de ambos casos se han comparado con los resultados experimentales reales para comprobar en qué caso se consigue un mejor ajuste y también con los resultados de las mismas simulaciones, pero utilizando únicamente datos diarios (caracterización del influente no intensiva). Esto permite evaluar si es posible llevar a cabo una simulación exitosa de la instalación con una frecuencia de muestreo mínima no intensiva que, aunque no recoja la dinámica de las variaciones del influente con precisión, simule el proceso correctamente. Para realizar estas simulaciones se ha utilizado nuevamente la plataforma WEST.

La figura 4.85 muestra los datos utilizados para caracterizar el influente durante el periodo de muestreo de 15 días. Estos datos se obtienen a partir de las muestras analizadas diariamente, aplicándole al valor de DQO diario los coeficientes horarios determinados a partir de dos días de muestreo horario intensivo. Por otro lado, la figura 4.86 muestra la caracterización del influente durante ese mismo periodo pero basada únicamente en muestras compuestas diarias. Comparando ambas gráficas se observa que los perfiles obtenidos son iguales en ambos casos, pero cuando se realiza una caracterización del influente basada en su dinámica horaria se observa un perfil con picos más pronunciados. De este modo, aunque no haya diferencias estadísticas significativas entre los valores medios diarios y aquellos obtenidos a partir de muestras compuestas ni para la concentración de TSS (p-valor 0,8365) ni para la concentración de DQO (p-valor 0,5131 para la DQO

total y 0,4879 para la DQO soluble), el muestreo intensivo aporta más información sobre los valores máximos y mínimos. Sin embargo, aún es necesario evaluar si esta información modifica los resultados de las simulaciones y determinar si merece la pena aumentar el número de muestreos para alcanzar el objetivo del estudio de simulación, ya que el ahorro económico que supone realizar únicamente muestreos diarios es considerable y si los resultados de la simulación son suficientemente buenos en ambos casos, este análisis permitirá optimizar la etapa de calibración de un modelo.

Es necesario señalar también que una de las desventajas de extrapolar la dinámica de un día al resto mediante el uso de coeficientes horarios es el riesgo de que si hay anomalías o picos puntuales durante el día analizado, estas variaciones también se extrapolan al resto de días. En este caso, durante la segunda semana se observa una mayor irregularidad y dispersión en los valores obtenidos.

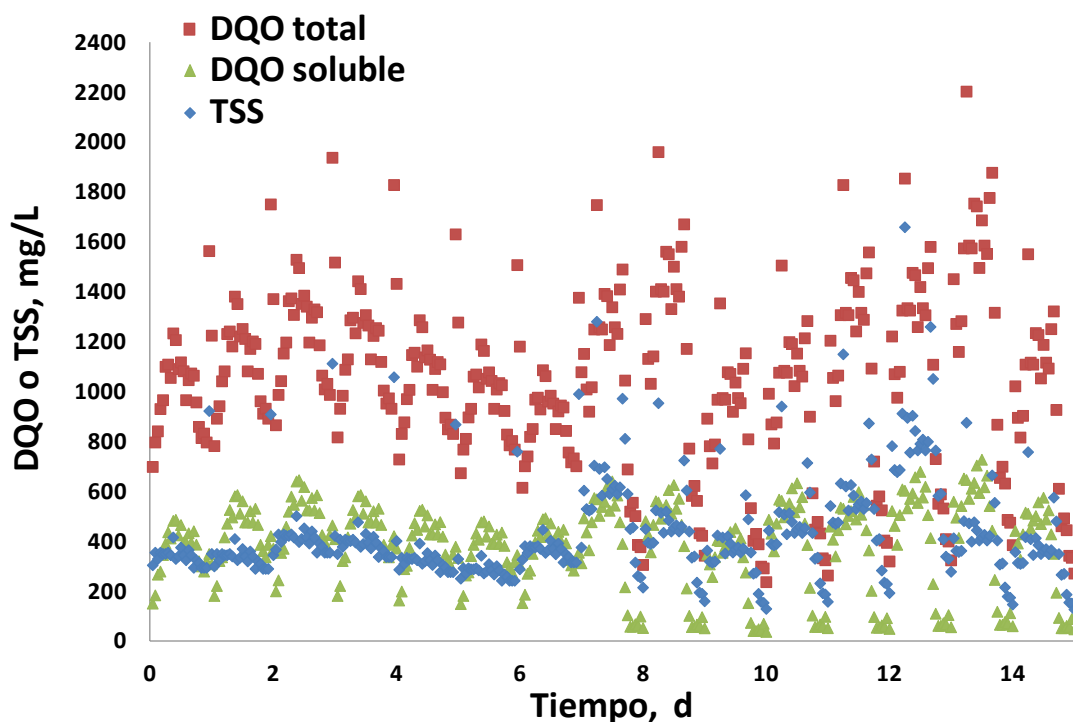


Figura 4.85. Caracterización intensiva horaria del influente para la calibración del modelo durante 15 días.

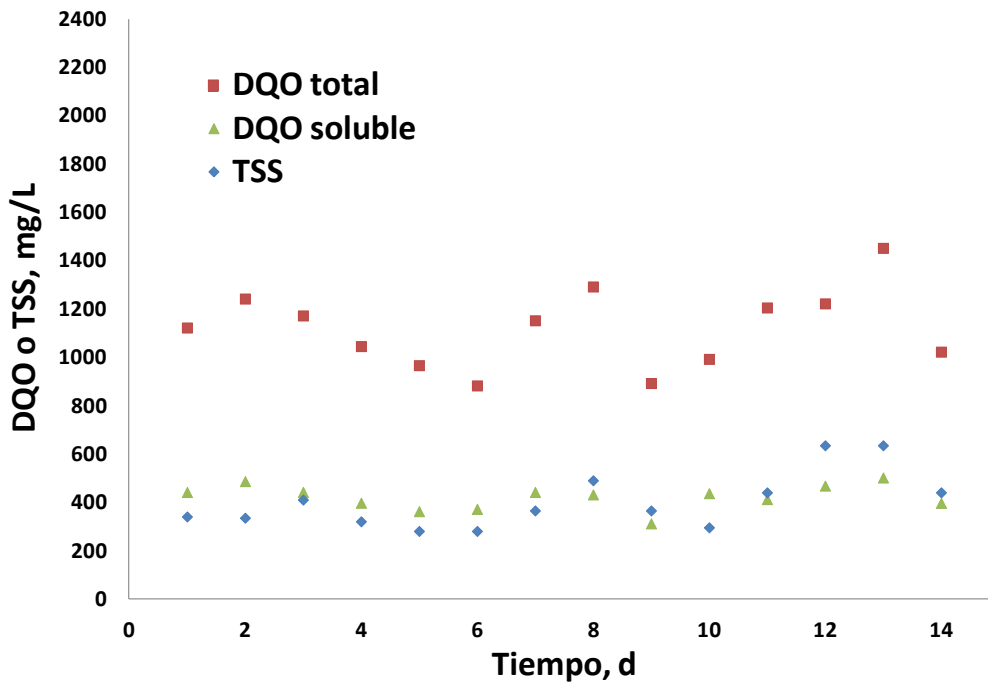


Figura 4.86. Caracterización diaria del influente durante 15 días.

Del mismo modo, las figuras 4.87 y 4.88 muestran respectivamente los datos utilizados para la caracterización del influente durante 30 días a partir de muestras tomadas cada 5 horas y muestras compuestas diarias. Al igual que en la comparativa anterior, los perfiles dinámicos de las concentraciones del influente muestran tendencias similares y no se observan diferencias estadísticas significativas en cuanto a la concentración de TSS (p-valor 0,6381) ni en cuanto a la concentración de DQO (p-valor 0,4800 para la DQO total y 0,3631 para la DQO soluble).

Comparando los resultados de la caracterización horaria anterior con esta basada en el análisis de muestras tomadas cada 5 horas, se observa un perfil más claro en el primer tipo de caracterización, pero esos resultados tampoco son reales, ya que están basados en la caracterización de uno o varios días y la extrapolación de sus perfiles al resto de días, de manera que no representan realmente la variabilidad del influente cuyas concentraciones pueden cambiar significativamente de un día para otro.

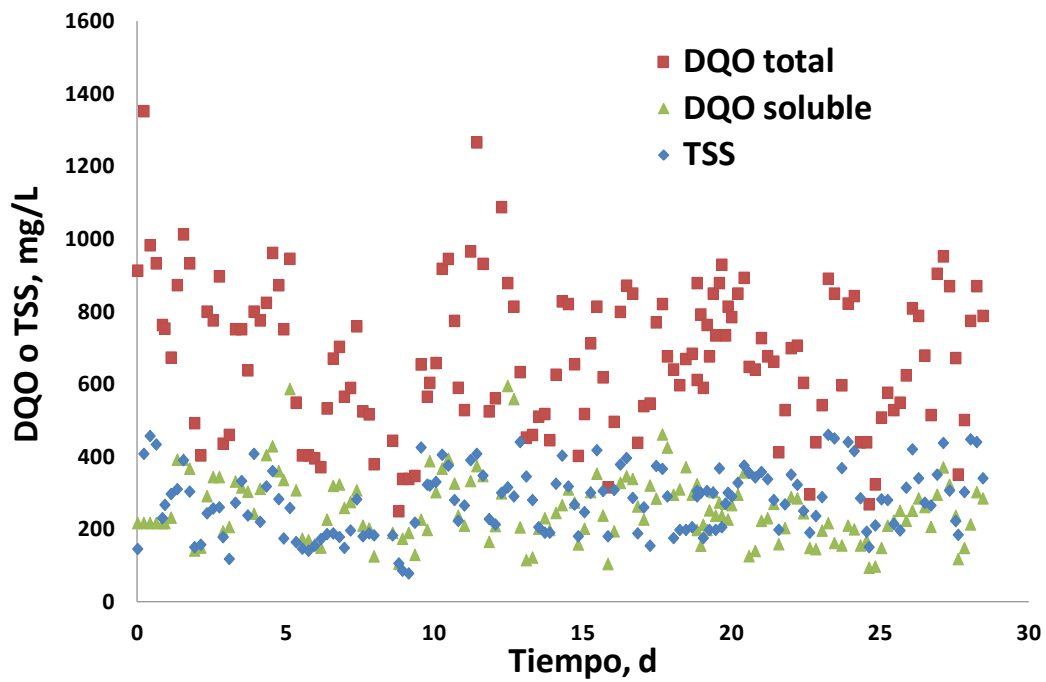


Figura 4.87. Caracterización intensiva (cada 5 horas) del influente durante 30 días.

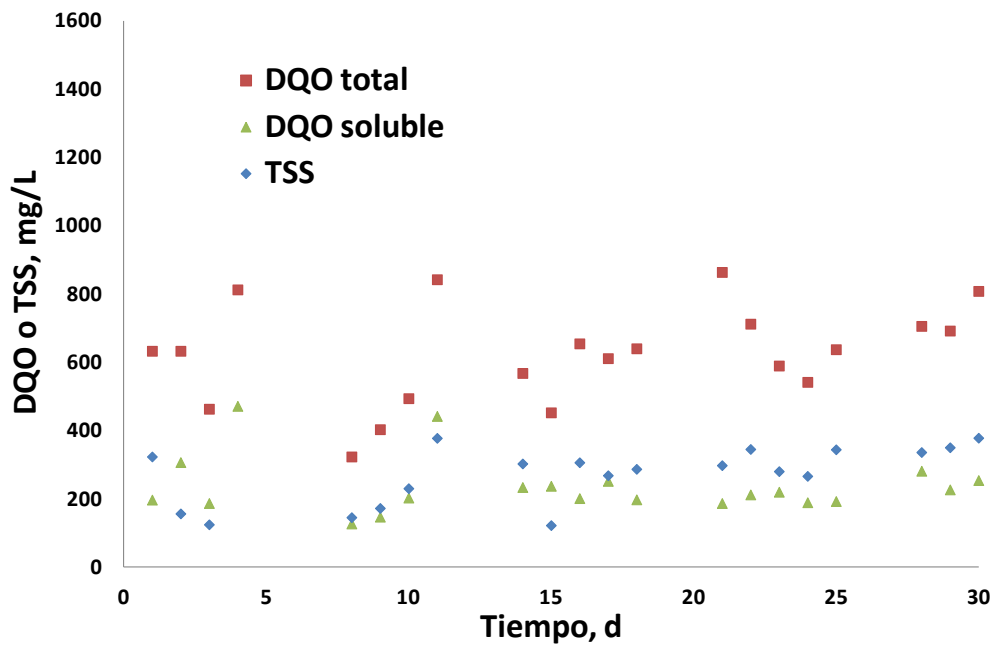


Figura 4.88. Caracterización diaria del influente durante 30 días.

Los resultados de las simulaciones del periodo de calibración de 15 días para el contenido en TSS en los diferentes biorreactores de la instalación experimental son prácticamente iguales durante los primeros días (Figura 4.89), con independencia de la frecuencia de la toma de datos de caracterización del influente. Sin embargo, con el paso de los días se observa un aumento de la diferencia entre los resultados obtenidos en ambas simulaciones. Por otro lado, las diferencias entre los valores simulados y los valores experimentales son, en general, inferiores cuando se lleva a cabo un muestreo intensivo para caracterizar el influente, tal y como verifican los valores del error cuadrático medio (RMSE) que se recogen en la tabla 4.25.

Tabla 4.25. Valores de RMSE para comprobar el ajuste de las simulaciones realizadas con distintas frecuencias de muestreo del influente.

VARIABLE	CALIBRACIÓN DURANTE 15 DÍAS		CALIBRACIÓN DURANTE 30 DÍAS		UNIDADES
	RMSE HORARIO	RMSE DIARIO	RMSE CADA 5 HORAS	RMSE DIARIO	
TSS anóxico	0,136	0,157	0,139	0,195	mg/L
TSS aireado	0,070	0,089	0,073	0,058	mg/L
TSS MBR	0,121	0,143	0,147	0,154	mg/L
DQO efluente	2,456	2,899	2,091	2,103	mg/L

Para las simulaciones del periodo de calibración de 30 días (Figura 4.90), los resultados de las concentraciones de TSS son ligeramente superiores al simular la instalación con datos intensivos de influente. El mejor ajuste se consigue para la concentración de TSS del biorreactor aireado (Figura 4.90B), mientras que tanto el anóxico (Figura 4.90A) como el MBR (Figura 4.90C) muestran valores simulados inferiores a los reales, tanto si se utilizan datos intensivos como con los datos correspondientes a muestras diarias compuestas. Por otro lado, salvo en el caso del biorreactor anóxico, que muestra mayores diferencias (Tabla 4.25), tanto en el aireado como en el MBR, las concentraciones de TSS simuladas son prácticamente iguales ya sea utilizando datos intensivos o datos diarios. Esta mayor diferencia en el caso del biorreactor anóxico puede deberse a que es el biorreactor en el que se introduce el influente y, por consiguiente, es el que más afectado se ve por los cambios en los resultados de su caracterización.

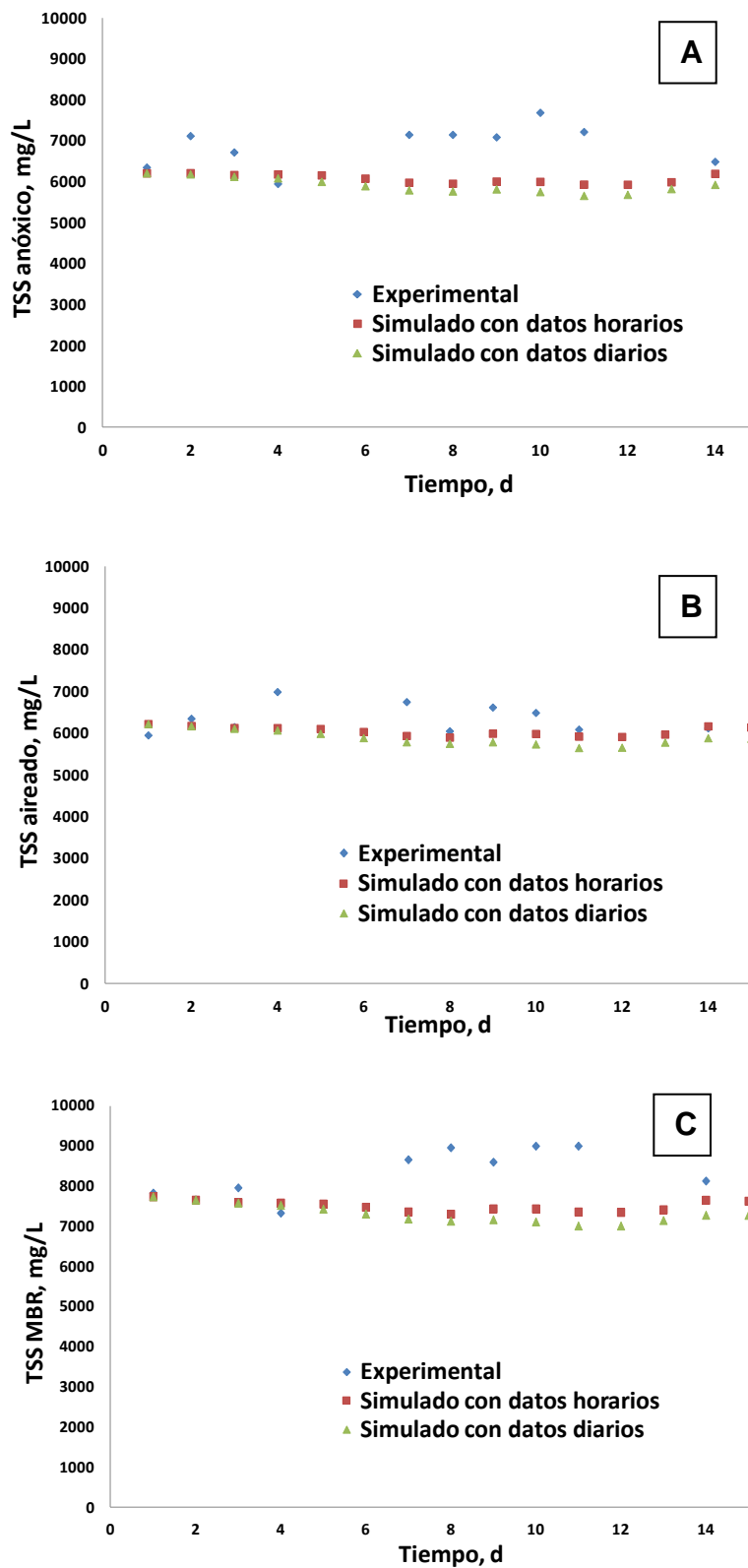


Figura 4.89. Concentración de TSS en el biorreactor anóxico (A), aireado (B) y MBR (C) al utilizar datos de influente durante 15 días.

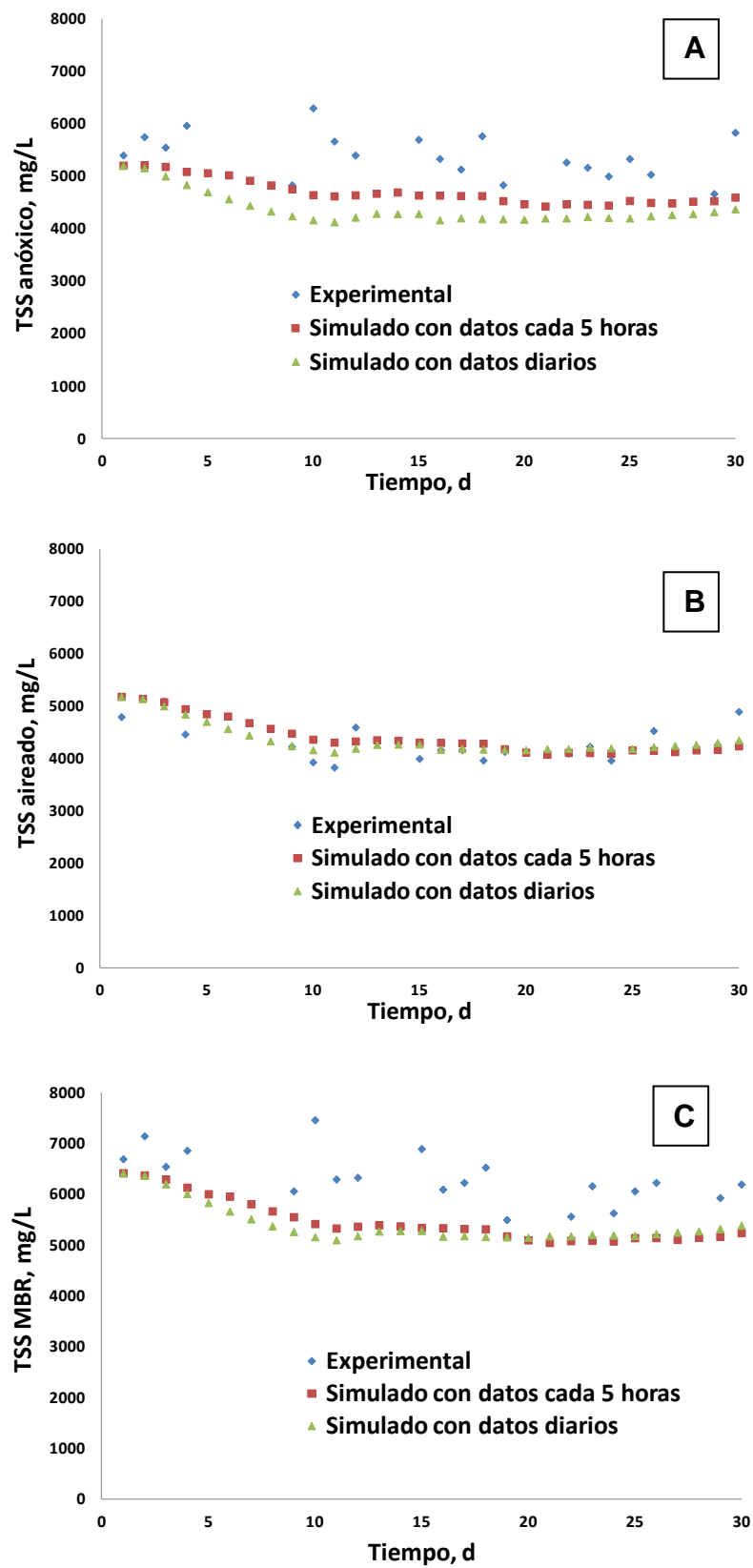


Figura 4.90. Concentración de TSS en el biorreactor anóxico (A), aireado (B) y MBR (C) al utilizar datos de influente durante 30 días.

Además de comprobar la influencia de la frecuencia de muestreo sobre las concentraciones de TSS en los biorreactores, se ha evaluado su influencia sobre la eliminación de materia orgánica analizando los resultados de DQO en el efluente, tanto en el periodo de muestreo de 15 días (Figura 4.91) como en el de 30 días (Figura 4.92). En ambos casos se comprobó que con independencia de la frecuencia de muestreo del influente, la DQO soluble biodegradable que entra al sistema se elimina completamente durante el proceso y, puesto que se considera que no hay materia particulada que atraviese la membrana, únicamente está presente en el efluente la fracción de DQO soluble inerte del influente, que depende de los valores de DQO del influente y de que se haya llevado a cabo un fraccionamiento correcto del mismo (ver apartado 4.3.1.1), pero la frecuencia de muestreo no le afecta.

Tanto para la calibración realizada durante 15 días como para la calibración durante 30 días, el fraccionamiento de DQO del influente se llevó a cabo mediante el método habitual de filtración por $0,45\ \mu\text{m}$ y respirometría para calcular las fracciones biodegradables, pero se obtienen valores muy elevados de esta fracción inerte, especialmente en el periodo de 15 días. Esto es debido a que, como se comentó en el apartado anterior, el simulador no tiene en cuenta la fracción de S_i que queda retenida en la membrana. Ahora bien, si se compararan los valores simulados de DQO en el efluente con valores experimentales de DQO del sobrenadante del fango activo antes de su paso por la membrana, se obtendrían valores similares. No obstante, con independencia del hecho de que el simulador no tenga en cuenta la retención de DQO en la membrana, lo importante en este estudio es que, tal como indican los valores de RMSE obtenidos tanto para la calibración llevada a cabo con un muestreo intensivo como para aquella llevada a cabo a partir de datos medios diarios (Tabla 4.25), no existen diferencias significativas en la incertidumbre de las predicciones de DQO del efluente obtenidas en función de la frecuencia de muestreo del influente, especialmente en el caso de la calibración realizada durante 30 días, cuyos valores de RMSE son prácticamente iguales en ambos casos.

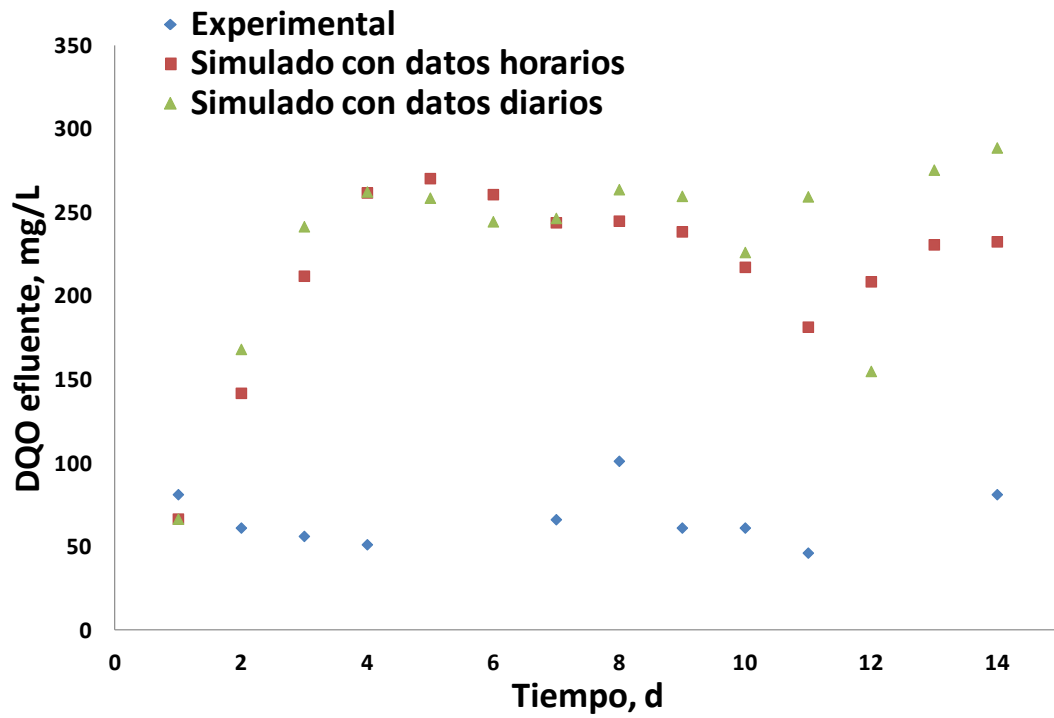


Figura 4.91. Concentración de DQO en el efluente al utilizar datos de influente durante 15 días.

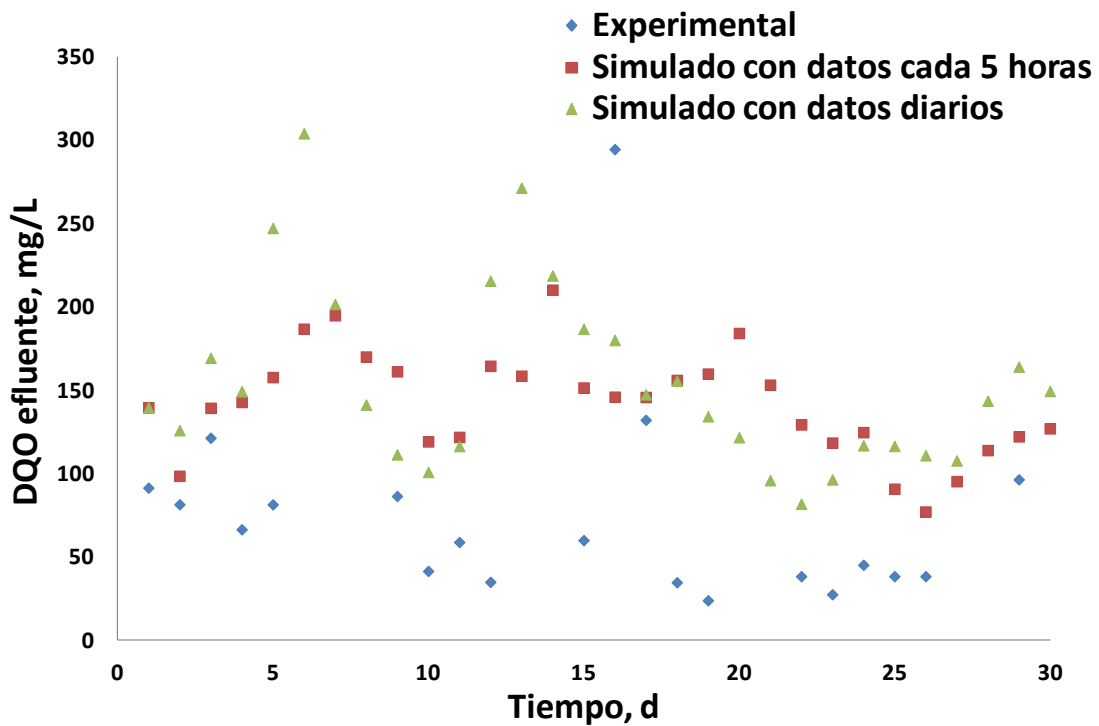


Figura 4.92. Concentración de DQO en el efluente al utilizar datos de influente durante 30 días.

Para este estudio no se disponía de resultados experimentales relativos a las concentraciones de compuestos nitrogenados en el efluente durante los periodos evaluados, pero los resultados de las simulaciones demuestran que los resultados obtenidos para la concentración de amonio en el efluente son similares aunque se lleve a cabo una caracterización más exhaustiva del influente, tanto en el caso de la calibración durante 15 días (Figura 4.93) como en el caso de la calibración durante 30 días (Figura 4.94).

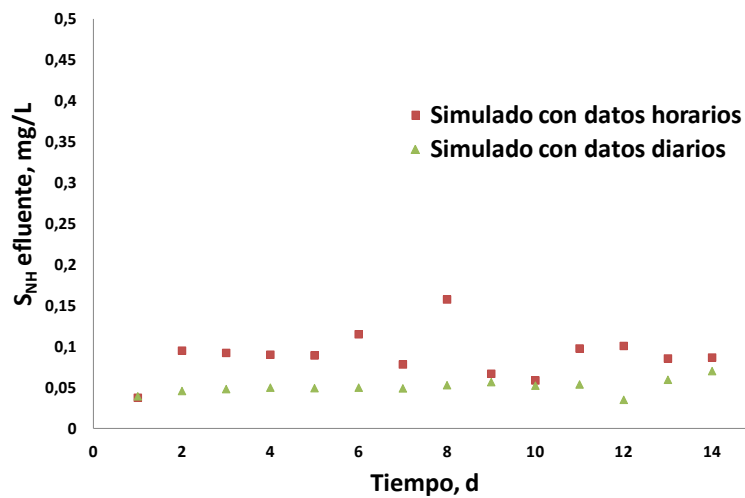


Figura 4.93. Concentración de S_{NH} en el efluente al utilizar datos de influente durante 15 días.

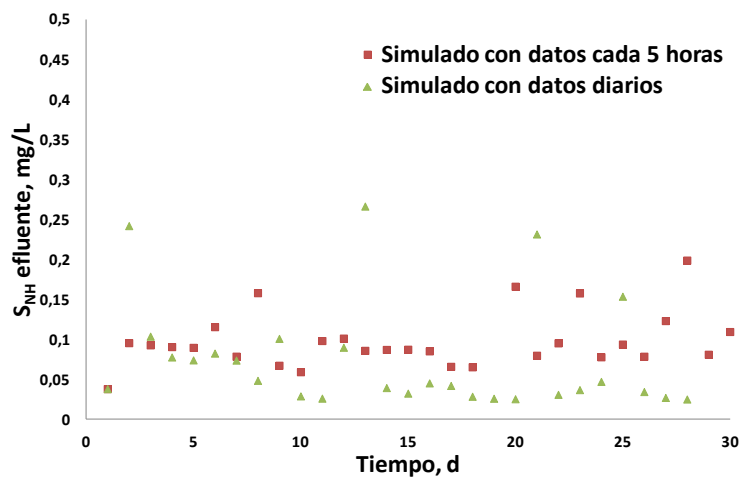


Figura 4.94. Concentración de S_{NH} en el efluente al utilizar datos de influente durante 30 días.

Comparando todos los valores de RMSE obtenidos (Tabla 4.25), se observa cómo el mejor ajuste en relación a las concentraciones de TSS en los biorreactores, se consigue cuando se utilizan valores horarios para caracterizar el influente, aunque estos valores no sean reales sino obtenidos a partir de la extrapolación de valores reales de uno o varios días. Estos resultados son mejores incluso que cuando se utilizan valores reales cada 5 horas. Por otro lado, en relación a la concentración de DQO en el efluente, se consiguió un error menor en las predicciones obtenidas cuando el periodo de muestreo fue de 30 días, pero estas diferencias no dependen de la frecuencia de muestreo.

Las diferencias entre los valores de RMSE obtenidos cuando se lleva a cabo simplemente el análisis de una muestra compuesta diaria de influente y aquellos obtenidos cuando se lleva a cabo una caracterización intensiva son mínimas, demostrando así que para simular instalaciones experimentales reales y evaluar distintos escenarios o distintas alternativas de diseño no siempre es necesario llevar a cabo una caracterización intensiva y exhaustiva del influente. Solamente se debe aumentar la frecuencia de muestreo para obtener un perfil dinámico más exacto del influente en aquellos casos en los que el objetivo del estudio exija mayor precisión en los resultados o se pretenda evaluar la respuesta del sistema a episodios concretos de gran variabilidad en el influente. En estudios de diseño, optimización o análisis de escenarios se consigue una caracterización adecuada de la dinámica del influente cuando éste se caracteriza simplemente con muestras compuestas diarias.

Así mismo, con independencia de la frecuencia de muestreo del influente, sigue siendo necesario calibrar el modelo y estimar correctamente tanto los valores de las fracciones de DQO del influente, como el valor de determinados parámetros del modelo para ajustar los resultados de las simulaciones a la realidad, sin que el número de parámetros cuyos valores necesitan ser modificados y el orden de magnitud de estas modificaciones dependan de la frecuencia con la que se caracterice la dinámica del influente durante el periodo de calibración.

4.3.2. Calibración de parámetros cinéticos y estequiométricos mediante respirometría

La experiencia ha demostrado que el número de parámetros que es necesario modificar durante la calibración de un modelo suele ser muy pequeño (Xu y Hultman, 1996; Nuhoglu *et al.*, 2005; Fall *et al.*, 2009; Liwarska-Bizukojc *et al.*, 2011; Hauduc *et al.*, 2011) e incluso en ocasiones nulo si los resultados son suficientemente buenos cuando se utilizan los valores por defecto (Galleguillos *et al.*, 2011). Seleccionar aquellos parámetros que han de ser modificados es una tarea difícil y por ello la calibración suele estar basada en un análisis de sensibilidad previo (Machado *et al.*, 2009) que aporte información sobre aquellos parámetros cuya influencia sobre el sistema es elevada. En este caso, el análisis de sensibilidad llevado a cabo en el apartado 4.2.2 puso de manifiesto que los parámetros que más influyen sobre el proceso biológico son principalmente dos parámetros relativos a la biomasa heterótrofa: la constante de decaimiento ($b_{H,02}$) y el rendimiento de la biomasa (Y_H), ya que no sólo el proceso relativo al consumo de materia orgánica es sensible a estos parámetros, sino también el proceso de nitrificación-desnitrificación. Es por ello que el trabajo de calibración se ha centrado principalmente en estimar mediante respirometría el valor de estos dos parámetros que representan respectivamente la pérdida de biomasa heterótrofa por endogénesis y la capacidad de generar nueva biomasa a partir del consumo de materia orgánica biodegradable. Trabajos previos realizados por Ruiz *et al.* (2011) han puesto de manifiesto cómo estas constantes no varían en función del tipo de tecnología de membrana empleada para sistemas MBR. Sin embargo, es posible que su valor se vea afectado por variables operacionales tales como el SRT o la temperatura, cuya influencia suele definirse mediante la ecuación de Arrhenius para $b_{H,02}$, aunque no para Y_H (Ekama y Wentzel, 2008), ya que este último parámetro suele considerarse constante con independencia de las condiciones de operación (Henze *et al.*, 1987).

Generalmente, aunque se calibre un determinado parámetro de los modelos de fangos activos para una instalación experimental dada, el cambio en las

condiciones operacionales a las que trabaja dicha instalación puede dar lugar a variaciones que hagan necesaria una nueva calibración de dicho parámetro (Jeppsson, 1996; Martin y Ayesa, 2010). Así, si las constantes cinéticas y estequiométricas se calibran bajo determinadas condiciones operacionales y se utilizan valores constantes para simular el sistema trabajando a diferentes condiciones, los resultados de la simulación pueden no ser suficientemente realistas (Vanrolleghem *et al.*, 2003). Es por ello que en este estudio se han determinado los valores de estos dos parámetros utilizando fango procedente de las dos instalaciones experimentales trabajando en paralelo bajo distintas condiciones de HRT, SRT, carga orgánica, temperatura y altura de lámina de agua. En total, tal y como se describe en el apartado 4.1.3 (Tablas 4.9 y 4.10), se distinguen 39 fases de estudio para comparar.

Un aspecto fundamental de esta investigación radica en que aunque en los últimos años se han publicado varios estudios sobre los efectos de parámetros operacionales tales como la carga orgánica (Stephenson *et al.*, 2000; Ren *et al.*, 2005), el HRT (Ren *et al.*, 2005b; Chen *et al.*, 2009) o el SRT (Huang *et al.*, 2001; Ng y Hermanowicz, 2005; Teck *et al.*, 2009) sobre el funcionamiento de sistemas MBR, aún son escasos los trabajos en los que se evalúan los valores de las constantes biocinéticas para sistemas reales a gran escala trabajando bajo diversas configuraciones (Kurian *et al.*, 2006; Al-Malack, 2006; Baek *et al.*, 2009; Xue *et al.*, 2011), ya que la investigación experimental relacionada con sistemas MBR está enfocada a otros aspectos específicos de estos sistemas como son aquellos relacionados con el ensuciamiento de la membrana (Meng *et al.*, 2009; Patsios *et al.*, 2010; Fenu *et al.*, 2010; Tian y Su, 2012).

4.3.2.1. Constante de decaimiento de la biomasa heterótrofa (b_{H, O_2})

El primer parámetro que ha sido determinado mediante respirometría es la constante de decaimiento de la biomasa heterótrofa (b_{H, O_2}), cuya caracterización es fundamental para conseguir una correcta predicción de la producción de fango y

de los requisitos de oxigenación del proceso y suele ser uno de los parámetros que más se repite en todos los análisis de sensibilidad que se llevan a cabo tanto para sistemas convencionales como para MBR (ver tablas 4.13 a 4.19 del apartado 4.2.2).

La figura 4.95 muestra los resultados de $b_{H_{O_2}}$ obtenidos en cada una de las dos instalaciones experimentales trabajando bajo distintas condiciones operacionales. En esta gráfica se observa que durante el periodo de investigación, $b_{H_{O_2}}$ tomó valores entre 0,019 y 0,524 d^{-1} en la instalación de UF y entre 0,0088 y 0,583 d^{-1} en la instalación de MF, sin diferencias estadísticas significativas entre los datos obtenidos (p-valor 0,7236).

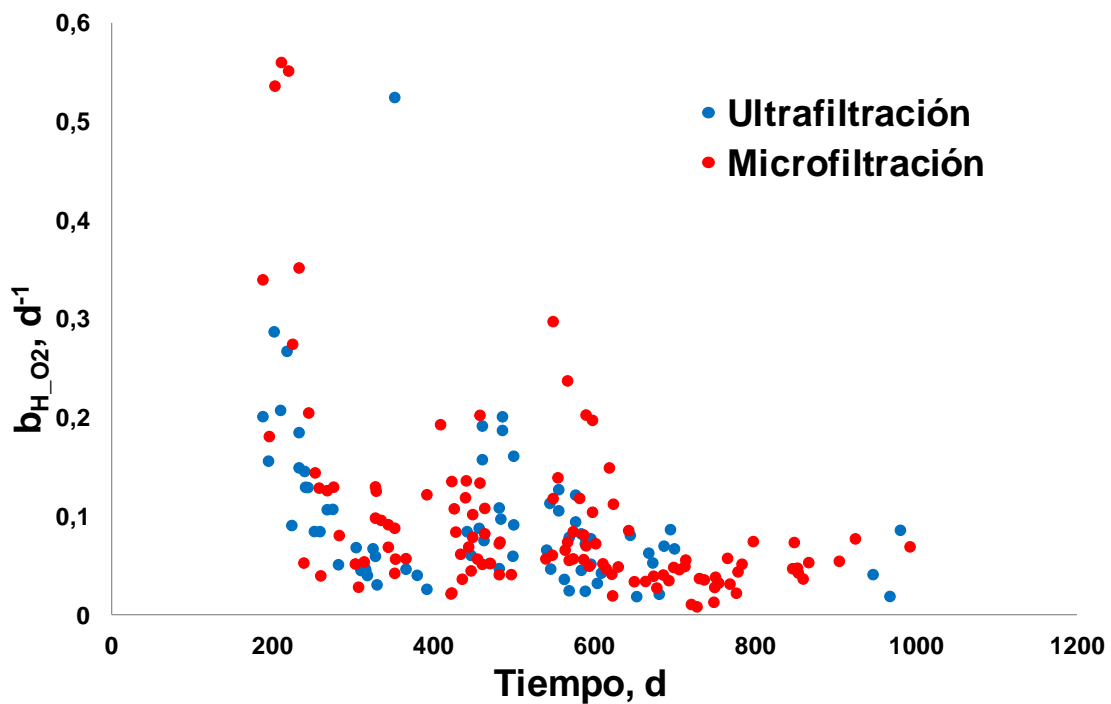


Figura 4.95. Evolución temporal de $b_{H_{O_2}}$ para las instalaciones experimentales.

Estos valores son similares a aquellos publicados por otros autores para sistemas MBR (Avcioglu *et al.*, 1998; Al-Malack *et al.*, 2005; Jiang *et al.*, 2005; Teck *et al.*, 2008) y también coinciden con lo observado en sistemas convencionales (Ekama y

Wentzel, 2008; Troiani *et al.*, 2011), pero el amplio rango de los resultados obtenidos para ambas instalaciones pone de manifiesto la gran variabilidad del valor de esta constante y la elevada influencia de las condiciones operacionales.

La tabla 4.26 recoge los valores de esta constante encontrados en bibliografía y que corroboran el amplio rango de valores que puede tomar y que van desde los 0,026 d⁻¹ obtenidos por Al-Malack *et al.* (2006), que determinaron éste y otros parámetros para un sistema MBR hasta los 0,99 d⁻¹ obtenidos por Mannina *et al.* (2011) al calibrar un modelo ASM1 modificado también para un sistema MBR.

Aunque en algunos casos los resultados fueron algo mayores cuando se calibran sistemas MBR frente a los obtenidos para sistemas convencionales (Mannina *et al.*, 2011; Sabia *et al.*, 2013), no hay una tendencia clara en este sentido y otros autores como Al-Malack *et al.* (2006), Fernández-Fontaina *et al.* (2013) o Wang *et al.* (2013) determinaron valores en sistemas MBR en el rango de valores propios para sistemas convencionales.

Uno de los estudios más completos sobre la constante $b_{H,02}$ para procesos de fangos activos fue el llevado a cabo por Avcioglu *et al.* (1998), en el que se recogen valores para la constante de decaimiento heterótrofa obtenidos entre los años 1983 y 1995. Estos valores variaban entre 0,05 y 0,25 d⁻¹ y se atribuían estas diferencias, al menos parcialmente, a las variaciones en las características del agua residual y a las limitaciones analíticas asociadas con la actividad cada vez menor de la biomasa durante un ensayo respirométrico largo.

En general existe una gran disparidad de resultados para este parámetro, tanto para sistemas MBR como para convencionales. El valor de $b_{H,02}$ depende también del modelo calibrado, obteniéndose valores superiores para el ASM1 debido al concepto de muerte-regeneración (Henze *et al.*, 1987; Jeppsson, 1996).

Tabla 4.26. Valores de $b_{H,02}$ encontrados en bibliografía.

CONSTANTE	VALOR	UNIDADES	FUENTE	MODELO	SISTEMA
$b_{H,02}$	0,1896	d ⁻¹	Plazl et al. (1999)	ASM1	CAS
$b_{H,02}$	0,3	d ⁻¹	Koch et al. (2000)	ASM3	CAS
$b_{H,02}$	0,22	d ⁻¹	Lu et al. (2001)	Propio	MBR
$b_{H,02}$	0,62 (0,05-1,6)	d ⁻¹	Hulsbeek et al. (2002)	ASM1	CAS
$b_{H,02}$	0,2	d ⁻¹	Orhon y Okutman (2003)	ASM1 modificado	MBR
$b_{H,02}$	0,25	d ⁻¹	Jiang et al. (2005)	ASM1	MBR
$b_{H,02}$	0,026 - 0,151	d ⁻¹	Al-Malack et al. (2006)	No especificado	MBR
$b_{H,02}$	0,19 (0,05-0,7)	d ⁻¹	Di Bella et al. (2008)	Modificado	MBR
$b_{H,02}$	0,24	d ⁻¹	Sarioglu et al. (2008)	ASM1 modificado	MBR
$b_{H,02}$	0,22	d ⁻¹	Baek et al. (2009)	ASM1	MBR
$b_{H,02}$	0,07	d ⁻¹	Okutman (2010)	ASM3	CAS
$b_{H,02}$	0,16	d ⁻¹	Hocaoglu et al. (2011)	ASM1 modificado	MBR
$b_{H,02}$	0,8	d ⁻¹	Liwarska-Bizukojc et al. (2011)	BioWin AS/AD	CAS
$b_{H,02}$	0,99 (0,05-1,6)	d ⁻¹	Mannina et al. (2011)	ASM1+SMP	MBR
$b_{H,02}$	0,09 (0,06-0,10)	d ⁻¹	Troiani et al. (2011)	No especificado	CAS
$b_{H,02}$	0,25	d ⁻¹	Chen et al. (2012)	ASM3	MBR
$b_{H,02}$	0,185	d ⁻¹	Williams et al. (2012)	Propio	MBR
$b_{H,02}$	0,16	d ⁻¹	Hocaoglu et al. (2013)	ASM1 modificado	MBR
$b_{H,02}$	0,35	d ⁻¹	Sabia et al. (2013)	No especificado	MBR
$b_{H,02}$	0,31	d ⁻¹	Sabia et al. (2013)	No especificado	MBR
$b_{H,02}$	0,55	d ⁻¹	Sabia et al. (2013)	No especificado	MBR
$b_{H,02}$	0,42	d ⁻¹	Sabia et al. (2013)	No especificado	MBR
$b_{H,02}$	0,129 (0,06-0,15)	d ⁻¹	Wang et al. (2013)	No especificado	MBR

La figura 4.96 muestra el diagrama de cajas y bigotes para las diferentes fases de estudio en las que ambas instalaciones han trabajado bajo distintas condiciones operacionales. En ella se observan principalmente dos fases que presentan una mayor diferencia con respecto al resto y que son las fases 4 y 20. La fase 20 coincide con el periodo inicial de la instalación de MF, es decir, durante su puesta en marcha, y por lo tanto su funcionamiento no era aún estable. La fase 4 corresponde al mismo periodo de la fase 20 pero en la instalación de UF, lo que demuestra que las diferencias encontradas en la fase 20 no se deben exclusivamente a la inestabilidad propia del periodo de puesta en marcha, sino a alguna condición común a ambas instalaciones. Los análisis de laboratorio llevados a cabo diariamente para determinar la DQO y los TSS muestran que durante este periodo tuvo lugar un crecimiento inestable de la biomasa debido a elevadas

concentraciones de DQO en el influente y, posteriormente tuvo lugar un descenso brusco tanto de la DQO del influente como de los TSS hasta volver a estabilizarse. Estos cambios bruscos y puntuales obligan a la biomasa a adaptarse a las nuevas condiciones (Jeppsson *et al.*, 1996; Ahmed y Lan, 2012), modificando así los valores de los parámetros que definen su actividad.

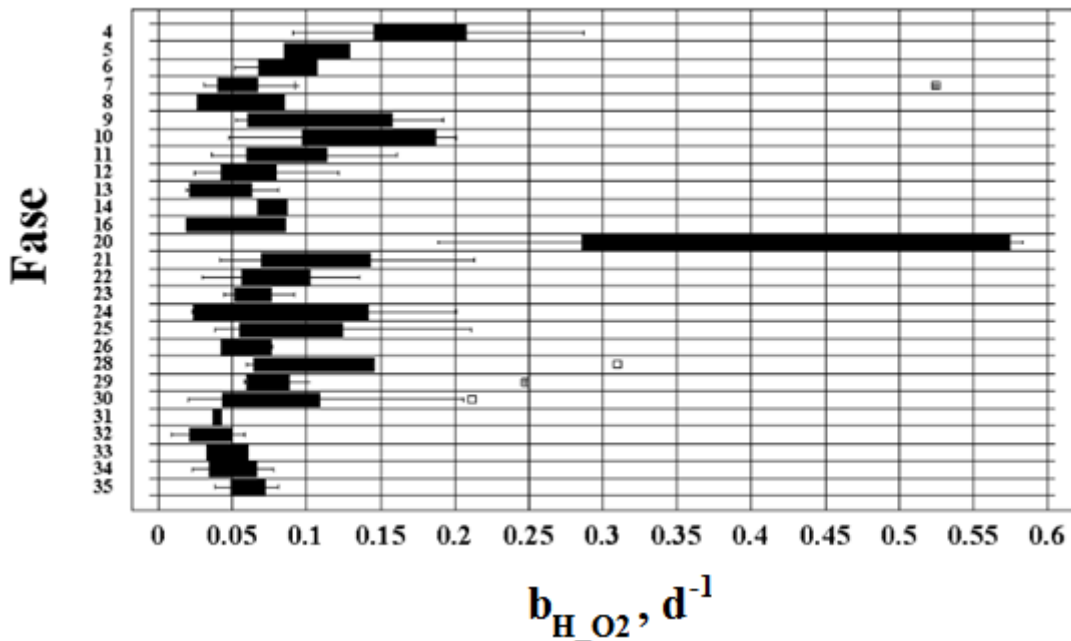


Figura 4.96. Diagrama de cajas y bigotes de $b_{H_2O_2}$ para las distintas fases de estudio.

Analizando los resultados del test de rangos múltiples realizado (Tabla 4.27) puede obtenerse información relativa a la influencia de las cinco variables operacionales modificadas a lo largo del periodo de investigación sobre el valor del parámetro $b_{H_2O_2}$.

Tabla 4.27. Análisis estadístico de $b_{H_2O_2}$.

FASE	h, m	SRT, d	HRT, h	T, °C	COV, kgDQO/d m ³	Grupos homogéneos
1	3,75	20	40	15-20	0,4	
2	3,75	20	40	20-25	0,4	
3	3,75	20	40	> 25	0,4	
4	3,75	20	40	20-25	0,5	d
5	3,75	20	35	20-25	0,5	a b c d
6	3,75	20	35	15-20	0,5	a b c
7	3,75	20	35	< 15	0,5	b c
8	3,75	35	35	20-25	1,1	a b c
9	3,75	35	35	> 25	1,1	b c
10	3,75	35	32	> 25	1,1	b c d
11	3,75	35	32	> 25	0,9	a b c
12	3,75	35	32	20-25	0,9	a b
13	3,75	16	32	15-20	0,9	a b
14	3,75	16	32	< 15	0,9	a b c
15	2,5	40	35	> 25	0,4	
16	2,5	40	35	20-25	0,4	a b c
17	2,5	35	35	15-20	0,75	
18	2,5	16	23	< 15	0,75	
19	2,5	16	23	15-20	0,75	
20	3,75	20	35	20-25	0,5	e
21	3,75	20	35	15-20	0,5	b c
22	3,75	20	35	<15	0,5	a b c
23	3,75	25	35	15-20	0,5	a b c
24	3,75	25	35	15-20	1,1	b c
25	3,75	30	35	20- 25	1,1	b c
26	3,75	30	35	> 25	1,1	a b c
27	3,75	30	35	> 25	0,75	
28	5,00	35	35	> 25	0,75	c d
29	5,00	35	35	20-25	0,75	b c
30	5,00	35	35	15-20	0,75	b c
31	5,00	35	35	<15	0,75	a b c
32	5,00	35	35	15-20	0,75	a
33	5,00	40	35	20-25	0,75	a b c
34	5,00	40	35	20-25	0,4	a b
35	5,00	40	35	> 25	0,4	a b
36	5,00	40	35	20-25	0,4	
37	5,00	40	35	15-20	0,75	
38	5,00	40	35	<15	0,4	
39	5,00	40	35	15-20	0,4	

Según estos resultados, las fases 28 y 32 también muestran diferencias estadísticas significativas con respecto al resto. En el caso de la fase 28, estas variaciones se deben a que se produjo el cambio de la altura de lámina de agua del biorreactor en la instalación de MF, pasando de 3,75 a 5,00 m de altura, lo que supuso un aumento del volumen del sistema, con el consecuente empeoramiento de la transferencia de oxígeno y la dilución de las concentraciones del fango activo, dificultando así el contacto entre las especies involucradas en los procesos biológicos e incrementando con ello el decaimiento de la biomasa (Wang *et al.*, 2013b). Por otro lado, la fase 32 viene determinada por el incremento de la temperatura en la instalación de MF de valores inferiores a 15 °C a valores comprendidos entre 15 y 20 °C. Con independencia de las condiciones operacionales, esta fase coincide con un periodo de disminución brusca de la concentración de DQO del influente que llega a la planta y esta limitación en el sustrato disponible obliga a la biomasa a limitar su crecimiento, de manera que disminuye la cantidad de biomasa heterótrofa capaz de alcanzar el estado de endogénesis (Drews y Kraume, 2005).

Las fases 4 y 5 para la instalación de UF y las fases 21 y 22 para la de MF se corresponden con los mismos periodos y las mismas condiciones de trabajo y los resultados de $b_{H,02}$ obtenidos no muestran diferencias entre ellos, confirmando así el hecho de que las condiciones operacionales tienen una influencia mucho mayor sobre el funcionamiento del sistema que la tecnología de membrana utilizada (Ruiz *et al.*, 2011).

Por otro lado, las fases 9 y 10 ponen de manifiesto los efectos del HRT, no apreciándose diferencias estadísticas significativas en función de esta variable para valores próximos entre 35 y 32 horas. También las fases 4 y 5 se corresponden con un cambio en el HRT, pero no es posible obtener conclusiones representativas en este caso debido a que la fase 4 muestra diferencias con la mayoría de fases, pero estas diferencias no se deben a variaciones en las condiciones de operación sino a variaciones puntuales en las características del influente, como se comentó anteriormente. Aunque este parámetro no ha sido tan analizado como el SRT, autores como Wu *et al.* (2013) han evaluado su influencia

sobre la calidad del efluente obtenido, Zhou *et al.* (2009) evaluaron su influencia sobre el atascamiento de la membrana y otros como Brown *et al.* (2013) o Khan *et al.* (2013) afirmaron que una disminución del HRT favorece el crecimiento de la biomasa dado que esta disminución supone un incremento de la carga orgánica disponible. Sin embargo, estos resultados ponen de manifiesto la elevada estabilidad de los sistemas MBR frente a variaciones de carga.

El efecto de la temperatura sobre $b_{H_{O_2}}$ puede analizarse entre las fases 28 y 31, apreciándose una clara influencia de la temperatura que hace disminuir el valor de $b_{H_{O_2}}$ a medida que disminuye la temperatura. Las fases 8 y 9 por un lado o 21 y 22 por otro confirman esta tendencia.

Desde la publicación del ASM1 (Henze *et al.*, 1987), la influencia de la temperatura sobre las constantes cinéticas y estequiométricas incluidas en los modelos de fangos activos suele representarse mediante una ecuación de tipo Arrhenius (Ecuación 1.4). En el caso de la constante de decaimiento, el coeficiente θ toma el valor determinado por Marais (1974) para sistemas convencionales de tratamiento de aguas residuales (Ecuación 4.2) y éste valor se ha utilizado desde entonces tanto para sistemas convencionales como para MBR, sin que se le preste demasiada atención hasta que en los últimos años, autores como Ruano *et al.* (2007) consideraron éste y otros coeficientes de Arrhenius al realizar un análisis de sensibilidad del modelo, determinando una elevada influencia de estos coeficientes sobre el funcionamiento del sistema.

$$b_{H_{O_2},T} = b_{H_{O_2},20} \cdot 1,029^{(T-20)} \quad [\text{Ec. 4.2}]$$

La figura 4.97 representa los resultados de la influencia real de la temperatura sobre $b_{H_{O_2}}$ comparándolos con los valores obtenidos mediante la ecuación de Arrhenius a distintas temperaturas (Henze *et al.*, 1987). Los resultados experimentales se determinaron mediante respirometría utilizando fango procedente de la instalación de MF y modificando la temperatura del ensayo.

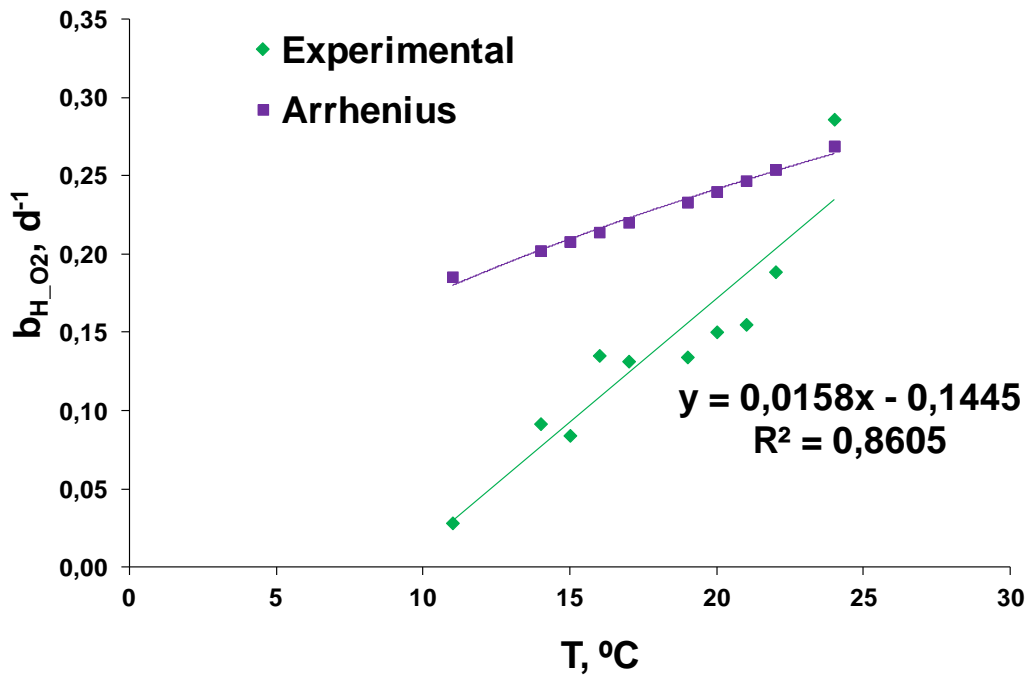


Figura 4.97. Influencia teórica y experimental de la temperatura sobre $b_{H_2O_2}$.

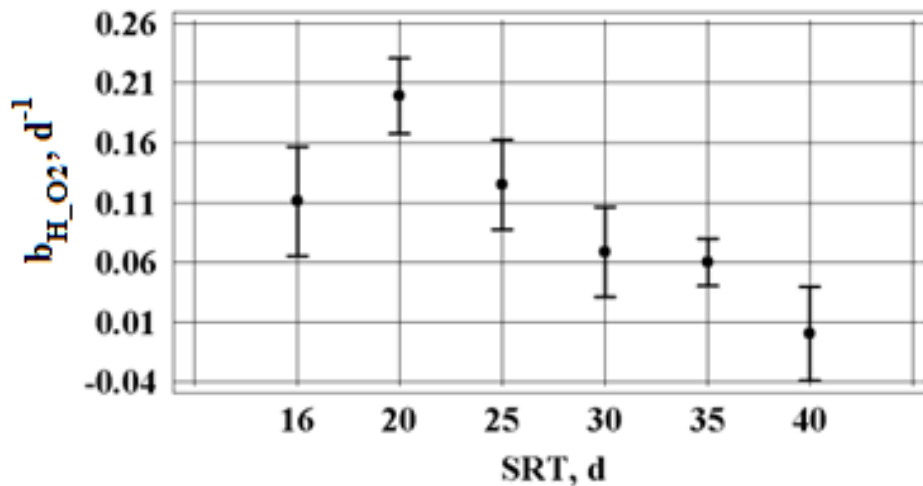
Estos resultados ponen de manifiesto el hecho de que experimentalmente la pendiente es más pronunciada, indicando que estos datos no se ajustan a la ecuación de Arrhenius con el valor de θ anteriormente indicado, sino que éste debería de calibrarse para el sistema en cuestión al igual que se calibran otros parámetros del modelo.

En resumen, de los resultados del test de rangos múltiples para $b_{H_2O_2}$ se pueden identificar 61 parejas que muestran diferencias estadísticas significativas a un nivel de confianza del 95 % y un total de 5 grupos homogéneos.

Por otro lado, la tabla 4.28 muestra los p-valores obtenidos en el test ANOVA multifactorial o MANOVA para $b_{H_2O_2}$. Puesto que dos de los p-valores obtenidos son inferiores a 0,05, estos dos factores (SRT y temperatura media del fango) tienen un efecto estadísticamente significativo sobre $b_{H_2O_2}$ a un nivel de confianza del 95 %. Las figuras 4.98 y 4.99 muestran la relación entre $b_{H_2O_2}$ y estos dos factores.

Tabla 4.28. p-valores obtenidos en el test MANOVA para el análisis de $b_{H_2O_2}$.

FACTOR	p-valor
HRT, h	0,7647
SRT, d	0,0000
Temperatura media, °C	0,0000
Carga orgánica, kg DQO/m ³ d	0,9489
Altura del biorreactor aireado, m	0,1140

**Figura 4.98.** Influencia del SRT sobre $b_{H_2O_2}$ según el análisis estadístico MANOVA.

En relación al SRT, se identifican 4 grupos homogéneos y se observa cómo al aumentar el SRT entre 20 y 40 d, el valor de $b_{H_2O_2}$ disminuye. Lubello *et al.* (2007) determinaron un valor de SRT óptimo de 50 días aproximadamente para minimizar los costes operacionales derivados de la producción de fango y de la demanda de oxígeno. Otros autores como Wang *et al.* (2013b) limitaron el rango óptimo de SRT de un sistema MBR entre 20 y 60 d con el fin de reducir la producción de fango y evitar, o al menos reducir, el ensuciamiento de las membranas, ya que valores de SRT excesivamente elevados dan lugar a un aumento en los TSS debido principalmente al aumento de sólidos inertes (Sperandio *et al.*, 2013), que disminuyen cualquier actividad biológica y reducen la biomasa activa que pueda entrar en estado endógeno (Sabia *et al.*, 2013). Además, el aumento del SRT empeora la transferencia de oxígeno, necesario para la

actividad endógena (Verrecht *et al.*, 2010). Por este motivo, interesan SRTs elevados que permitan reducir el consumo de oxígeno a la vez que mantienen un fango estable que contenga una adecuada fracción de biomasa activa capaz de mantener la actividad biológica (Zheng y Liu, 2006; Hao *et al.*, 2010; Zuthi *et al.*, 2013).

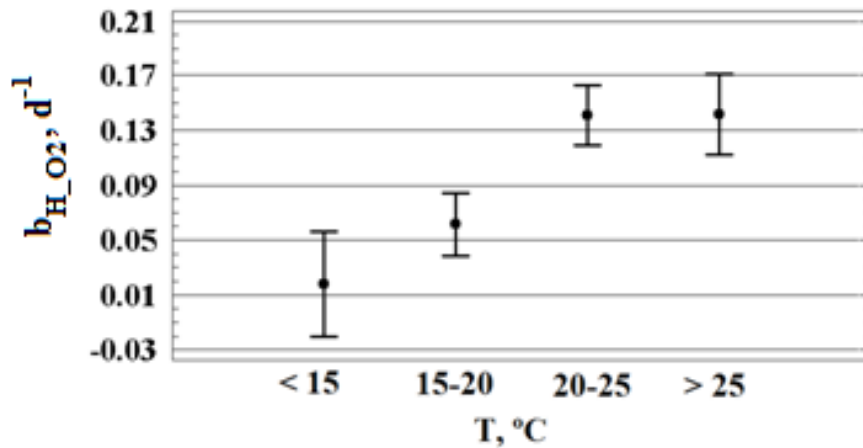


Figura 4.99. Influencia de la temperatura sobre $b_{H_2O_2}$ según el análisis estadístico MANOVA.

Los resultados del análisis MANOVA para la temperatura muestran diferencias estadísticas significativas entre todos los grupos de temperatura excepto para los dos grupos con temperaturas por encima de 20 °C (entre 20 y 25 °C y por encima de 25 °C), se identifican 3 grupos homogéneos y se observa que al aumentar la temperatura, aumentan también los valores de $b_{H_2O_2}$ tal y como se comentó anteriormente y como han manifestado otros autores en sus publicaciones (Henze *et al.*, 1987; Krzeminski *et al.*, 2012).

A continuación se detallan los resultados del análisis de las correlaciones entre las variables independientes, siendo las correlaciones más significativas aquellas entre los pares de variables recogidos en la tabla 4.29.

Tabla 4.29. Coeficientes de correlación entre variables independientes para $b_{H_{O2}}$.

VARIABLE 1	VARIABLE 2	COEF. CORREL. PEARSON
SRT	ALTURA	0,528
HRT	CARGA ORGÁNICA	-0,403
SRT	TEMPERATURA	0,350
SRT	CARGA ORGÁNICA	0,250
SRT	HRT	-0,243

En relación a las correlaciones de las variables independientes con respecto a la variable dependiente, los valores de los coeficientes de correlación de orden cero, semi-parcial y parcial se recogen en la tabla 4.30. Estos coeficientes suelen tomar valores que van de -1 a 1, el signo del coeficiente indica la dirección de la relación y su valor absoluto indica la fuerza de la relación. Los valores mayores indican que la relación es más estrecha. Como muestran los valores obtenidos en este caso, las correlaciones más altas son las correspondientes al SRT (en negativo) y a la temperatura (en positivo) y, posteriormente, por orden de magnitud, el HRT, la altura y la carga orgánica.

Tabla 4.30. Coeficientes de correlación respecto a la variable dependiente $b_{H_{O2}}$.

VARIABLE	COEFICIENTES DE CORRELACIÓN		
	DE ORDEN CERO	PARCIAL	SEMIPARCIAL
SRT	-0,320	-0,363	-0,332
HRT	0,212	0,064	0,054
TEMPERATURA	0,237	0,411	0,383
CARGA ORGÁNICA	-0,168	-0,099	-0,085
ALTURA	-0,179	0,097	0,083

Por otro lado, los coeficientes estandarizados (β) definen la ecuación de regresión y ayudan a valorar la importancia relativa de cada variable independiente dentro de la ecuación. La tabla 4.31 también recoge las pruebas de significación de cada coeficiente, el estadístico de contraste (t) y su p-valor. Los valores de p-valor correspondientes a las variables SRT y temperatura permiten afirmar que sus coeficientes son significativos para la variable analizada.

Tabla 4.31. Coeficientes estandarizados de las variables independientes para $b_{H_2O_2}$.

VARIABLE	Coefficiente de regresión estandarizado (β)	Estadístico t	p-valor
SRT	-0,499	-5,258	0,000
HRT	0,062	0,863	0,389
TEMPERATURA	0,449	6,075	0,000
CARGA ORGÁNICA	-0,098	-1,342	0,181
ALTURA	0,115	1,317	0,190

Los resultados del ajuste del modelo incluyen también los valores del coeficiente de correlación múltiple (R múltiple) y su cuadrado (R^2 , coeficiente de determinación), que expresa la proporción de varianza de la variable dependiente que está explicada por la variable o variables independientes. En este caso, R^2 tiene un valor demasiado bajo, 0,275, que pone de manifiesto una baja dependencia lineal de $b_{H_2O_2}$ respecto a estas variables. Al añadir o eliminar una variable independiente del modelo, un cambio significativo en el valor de R^2 indica que esa variable es un buen predictor de la variable dependiente. En este caso, cuando se obtiene el modelo sin la variable independiente SRT, $R^2=0,165$, cuando se elimina la variable HRT, $R^2=0,272$, cuando la variable eliminada es la temperatura, $R^2=0,128$, cuando lo es la carga orgánica, $R^2=0,268$ y cuando la variable que se elimina es la altura, $R^2=0,268$, demostrando nuevamente que las variables independientes que más peso tienen sobre el modelo descriptivo de la variable dependiente $b_{H_2O_2}$ y que provocan un cambio mayor en el valor de R^2 de la regresión lineal múltiple son el SRT y la temperatura, mientras que los cambios producidos al eliminar cualquiera de las otras variables es mínimo.

La co-linealidad (o multicolinealidad) es una situación no deseable en la que una de las variables independientes es una función lineal de otras variables independientes. En este caso, los valores del estadístico FIV (factor de inflación de la varianza) resultantes toman valores entre 1,308 y 2,259, indicando que no existe colinealidad entre las variables independientes.

4.3.2.2. Rendimiento de la biomasa heterótrofa (Y_H)

El parámetro estequiométrico Y_H es uno de los más estudiados desde la publicación del ASM1 (Henze *et al.*, 1987), no sólo por su influencia sobre los resultados del modelo, especialmente en cuanto a producción de fango y demanda de oxígeno, sino también por su impacto sobre otros parámetros o sobre las fracciones de la DQO (Gatti *et al.*, 2010).

La figura 4.100 muestra la evolución temporal de Y_H en ambas instalaciones experimentales durante este estudio. Se observa que esta constante tomó valores entre 0,461 y 0,887 mg DQO/mg DQO en la instalación de UF, con un valor medio de $0,665 \pm 0,091$ mg DQO/mg DQO y entre 0,323 y 0,883 mg DQO/mg DQO en la instalación de MF, con un valor medio de $0,650 \pm 0,123$ mg DQO/mg DQO y sin diferencias estadísticas significativas entre los valores obtenidos (p-valor 0,8241).

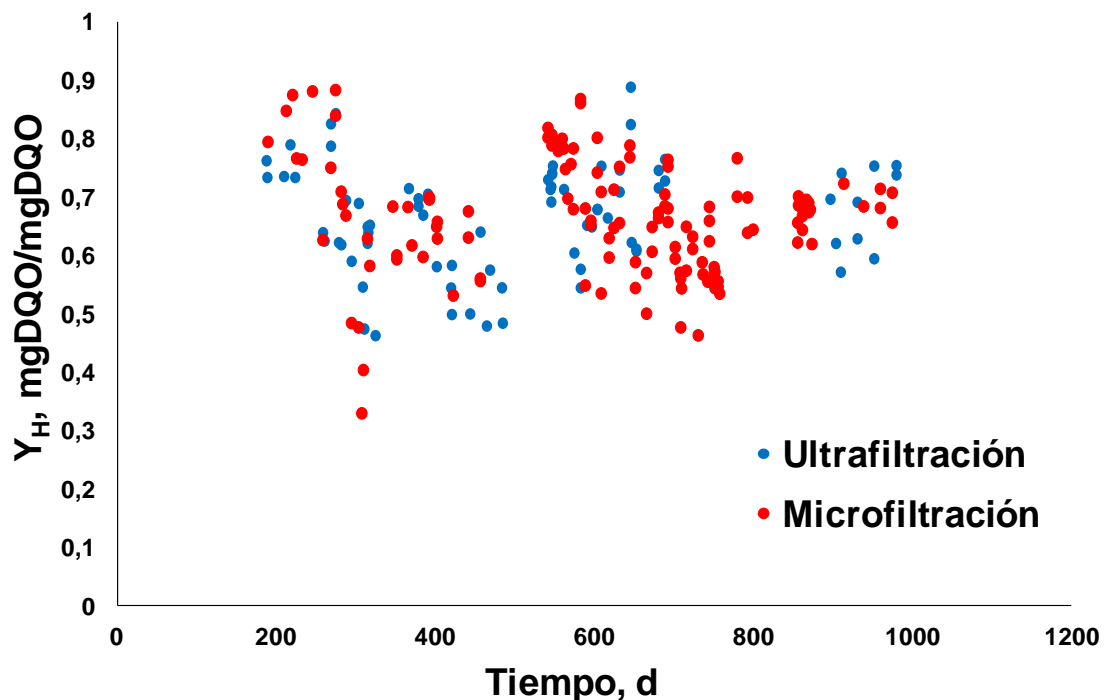


Figura 4.100. Evolución temporal de Y_H para las instalaciones experimentales.

Comparando estos resultados con otros encontrados en bibliografía (Tabla 4.32), se observa que se encuentran dentro del rango habitual, tanto para sistemas convencionales como para sistemas MBR. Algunos estudios realizados con sistemas MBR (Sperandio y Paul, 2000; Al-Malack *et al.*, 2006; Jiang *et al.*, 2005; Baek *et al.*, 2009; Xue *et al.*, 2011; Mannina *et al.*, 2011) coinciden en la obtención de valores similares a los obtenidos para sistemas convencionales, a pesar de que el crecimiento de la biomasa se ve teóricamente limitado por los elevados SRTs y los reducidos valores de carga orgánica (Brown *et al.*, 2013). En estudios como el de Guglielmi *et al.* (2009) se determinaron valores elevados de Y_H (0,685 y 0,71 mg DQO/mg DQO) tratando agua residual de la industria del vino, debido a la elevada biodegradabilidad del sustrato utilizado ($S_S = 32 \%$).

Tabla 4.32. Valores de Y_H encontrados en bibliografía.

CONSTANTE	VALOR	UNIDADES	FUENTE	MODELO	SISTEMA
Y_H	0,8	gDQO/gDQO	Koch <i>et al.</i> (2000)	ASM3	CAS
Y_H	0,67	gDQO/gDQO	Lu <i>et al.</i> (2001)	Propio	MBR
Y_H	0,67 (0,46-0,69)	gDQO/gDQO	Hulsbeek <i>et al.</i> (2002)	ASM1	CAS
Y_H	0,67	gDQO/gDQO	Orhon y Okutman (2003)	ASM1 modificado	MBR
Y_H	0,757	gDQO/gDQO	Guisasola <i>et al.</i> (2005)	ASM1	CAS
Y_H	0,792	gDQO/gDQO	Guisasola <i>et al.</i> (2005)	ASM1	CAS
Y_H	0,666	gDQO/gDQO	Guisasola <i>et al.</i> (2005)	ASM1	CAS
Y_H	0,726	gDQO/gDQO	Guisasola <i>et al.</i> (2005)	ASM1	CAS
Y_H	0,72	gDQO/gDQO	Jiang <i>et al.</i> (2005)	ASM1	MBR
Y_H	0,487 - 0,583	gDQO/gDQO	Al-Malack <i>et al.</i> (2006)	No especificado	MBR
Y_H	0,7 (0,38-0,75)	gDQO/gDQO	Di Bella <i>et al.</i> (2008)	Modificado	MBR
Y_H	0,64	gDQO/gDQO	Munz <i>et al.</i> (2008)	No especificado	MBR
Y_H	0,66	gDQO/gDQO	Sarioglu <i>et al.</i> (2008)	ASM1 modificado	MBR
Y_H	0,69	gDQO/gDQO	Baek <i>et al.</i> (2009)	ASM1	MBR
Y_H	0,685	gDQO/gDQO	Guglielmi <i>et al.</i> (2009)	ASM3	MBR
Y_H	0,71	gDQO/gDQO	Guglielmi <i>et al.</i> (2009)	ASM3	MBR
Y_H	0,65	gDQO/gDQO	Okutman (2010)	ASM3	CAS
Y_H	0,67	gDQO/gDQO	Hocaoglu <i>et al.</i> (2011)	ASM1 modificado	MBR
Y_H	0,7	gDQO/gDQO	Liwarska-Bizukojc <i>et al.</i> (2011)	BioWin AS/AD	CAS
Y_H	0,57 (0,38-0,75)	gDQO/gDQO	Mannina <i>et al.</i> (2011)	ASM1+SMP	MBR
Y_H	0,6	gDQO/gDQO	Fan <i>et al.</i> (2012)	ASM3	CAS
Y_H	0,67	gDQO/gDQO	Hocaoglu <i>et al.</i> (2013)	ASM1 modificado	MBR
Y_H	0,67	gDQO/gDQO	Sabia <i>et al.</i> (2013)	No especificado	MBR
Y_H	0,6	gDQO/gDQO	Sabia <i>et al.</i> (2013)	No especificado	MBR
Y_H	0,61	gDQO/gDQO	Sabia <i>et al.</i> (2013)	No especificado	MBR
Y_H	0,61	gDQO/gDQO	Sabia <i>et al.</i> (2013)	No especificado	MBR
Y_H	0,355 (0,3-0,6)	gDQO/gDQO	Wang <i>et al.</i> (2013)	No especificado	MBR

En este caso también se ha llevado a cabo el test de rangos múltiples para los datos obtenidos trabajando bajo diferentes condiciones operacionales (Figura 4.101; Tabla 4.33).

Estos análisis muestran la influencia de la temperatura entre las fases 28 y 31, apreciándose un aumento del valor de Y_H con el incremento de la temperatura, motivado por su efecto positivo sobre la actividad microbiana (Henze *et al.*, 1987; Ma *et al.*, 2013). La misma tendencia se observa también en las fases 5, 6 y 7 y en las fases 21 y 22. La temperatura es especialmente importante en sistemas MBR, ya que no sólo afecta al proceso biológico sino que afecta también al funcionamiento de la membrana, a su permeabilidad, a la viscosidad del fango o a la transferencia de oxígeno y, por este motivo, Krzeminski *et al.* (2012) definieron el rango óptimo de temperatura para los procesos biológicos de fangos activos entre 25 y 35 °C.

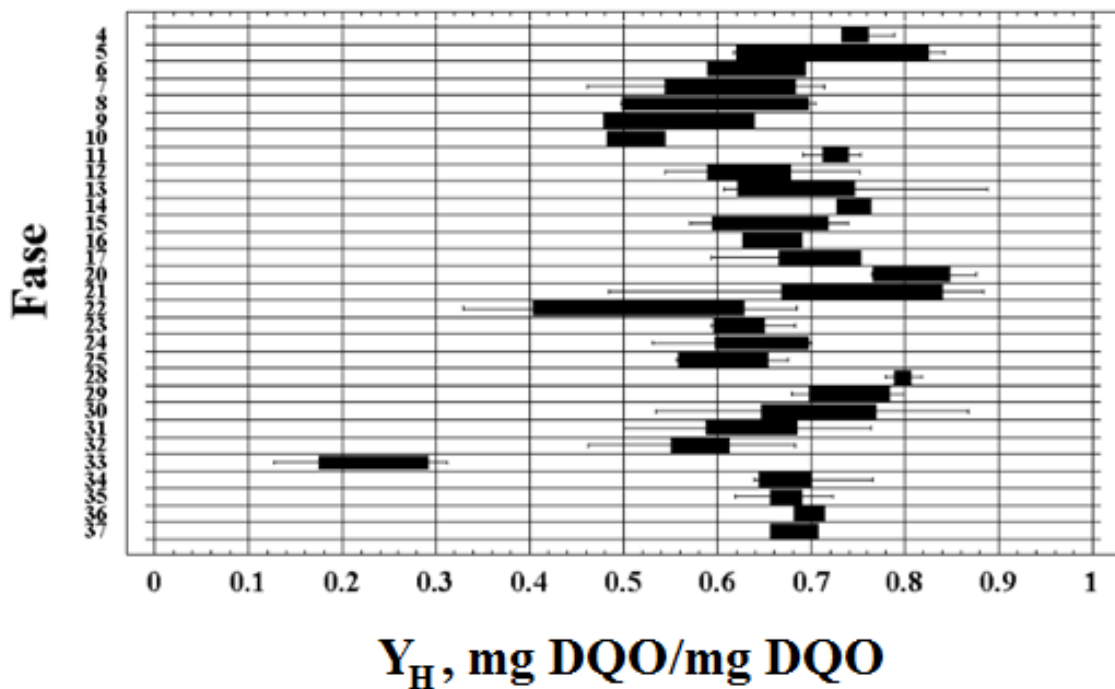


Figura 4.101. Diagrama de cajas y bigotes de Y_H para las distintas fases de estudio.

Tabla 4.33. Análisis estadístico de Y_H .

FASE	h, m	SRT, d	HRT, h	T, °C	COV, kgDQO/d m ³	Grupos homogeneous
1	3,75	20	40	15-20	0,4	
2	3,75	20	40	20-25	0,4	
3	3,75	20	40	> 25	0,4	
4	3,75	20	40	20-25	0,5	klmn
5	3,75	20	35	20-25	0,5	hijkl
6	3,75	20	35	15-20	0,5	defghijkl
7	3,75	20	35	<15	0,5	cdef
8	3,75	35	35	20-25	1,1	bcde
9	3,75	35	35	> 25	1,1	bcde
10	3,75	35	32	> 25	1,1	bc
11	3,75	35	32	> 25	0,9	jklm
12	3,75	35	32	20-25	0,9	efghi
13	3,75	16	32	15-20	0,9	jkl
14	3,75	16	32	<15	0,9	hijklmn
15	2,5	40	35	> 25	0,4	defghijk
16	2,5	40	35	20-25	0,4	cdefghijkl
17	2,5	35	35	15-20	0,75	ghijklm
18	2,5	16	23	<15	0,75	
19	2,5	16	23	15-20	0,75	
20	3,75	20	35	20-25	0,5	n
21	3,75	20	35	15-20	0,5	jklm
22	3,75	20	35	<15	0,5	b
23	3,75	25	35	15-20	0,5	cdefghi
24	3,75	25	35	15-20	1,1	defghi
25	3,75	30	35	20-25	1,1	bcdefg
26	3,75	30	35	> 25	1,1	
27	3,75	30	35	> 25	0,75	
28	5	35	35	> 25	0,75	mn
29	5	35	35	20-25	0,75	lmn
30	5	35	35	15-20	0,75	hijkl
31	5	35	35	<15	0,75	efghi
32	5	35	35	15-20	0,75	bcd
33	5	40	35	20-25	0,75	a
34	5	40	35	20-25	0,4	fghijkl
35	5	40	35	> 25	0,4	fghij
36	5	40	35	20-25	0,4	fghijkl
37	5	40	35	15-20	0,75	defghijklm
38	5	40	35	<15	0,4	
39	5	40	35	15-20	0,4	

VARIABLES como la carga contaminante no parecen afectar de forma significativa al valor de Y_H , tal y como se observa en las fases 23 y 24, donde a pesar de cambiar la carga contaminante de 0,5 a 1,0 Kg DQO/d m³, se determinaron valores de Y_H similares. La altura de lámina de agua tampoco presentó una influencia clara, como se aprecia en las fases 15 y 16 con respecto a los resultados de las fases 35 y 36, cuyas características son similares excepto por el hecho de que en las primeras la altura del reactor fue de 2,5 m y en las últimas fue de 5 m.

Aunque autores como Brown *et al.* (2013) o Khan *et al.* (2013) afirmaron que una disminución del HRT favorece el crecimiento de la biomasa dado que esta disminución supone un incremento de la carga orgánica disponible, el efecto del HRT tampoco fue significativo, tal como se aprecia entre las fases 6 y 21 o las fases 9 y 10, entre las que no hay diferencias estadísticamente significativas a pesar de las variaciones de HRT.

El SRT, sin embargo, sí parece ser una variable determinante para los valores de Y_H . Entre las fases 30 y 37 hay una variación de SRT de 35 a 40 d y no se aprecian diferencias estadísticas, pero entre las fases 6 y 23, el cambio se produce entre 20 y 25 días y en este caso sí hay un importante descenso en el valor alcanzado para Y_H conforme asciende el SRT debido al aumento de sólidos inertes. Los mayores valores de Y_H se han alcanzado principalmente para bajos valores de SRT que incrementan la actividad y el crecimiento de los microorganismos (Sabia *et al.*, 2013).

En este caso se identifican un mayor número de parejas que muestran diferencias estadísticamente significativas al 95 % de nivel de confianza (191) y 14 grupos homogéneos. En general, los valores de Y_H muestran una mayor variabilidad que los valores de $b_{H,02}$, con un valor superior de desviación estándar.

La tabla 4.34 muestra los p-valores obtenidos en el test MANOVA para Y_H . De estos resultados se puede concluir que, en este caso, además del SRT y la temperatura media del fango, también la carga orgánica de entrada tiene efectos

estadísticamente significativos sobre Y_H , pese a que en el test de rangos múltiples no se observaran diferencias estadísticas entre los valores de Y_H obtenidos en fases en las que se modificó esta variable. Las tendencias observadas consisten en un aumento del valor de Y_H para mayores temperaturas o para menores valores de SRT o carga orgánica.

Tabla 4.34. p-valores obtenidos en el test MANOVA para el análisis de Y_H .

FACTOR	p-valor
HRT, h	0,4838
SRT, d	0,0000
Temperatura media, °C	0,0000
Carga orgánica, kg DQO/m ³ d	0,0000
Altura del biorreactor aireado, m	0,7238

Las figuras 4.102, 4.103 y 4.104 muestran la relación entre Y_H y sus tres factores más influyentes. Los resultados del análisis MANOVA para Y_H muestran también diferencias estadísticas significativas entre todos los grupos de temperatura y la identificación de 3 grupos homogéneos. En cuanto al SRT, se identifican 4 grupos homogéneos y para la carga orgánica se identifican 2 grupos homogéneos, ya que existen diferencias entre bajas cargas (fases correspondientes a 0,4 y 0,5 kg DQO/m³ d) y altas cargas (fases correspondientes a 0,75, 0,9 y 1,1 kg DQO/m³ d).

Tanto la influencia del SRT como de la temperatura sobre la actividad microbiana se han comentado anteriormente. En relación a la carga orgánica, autores como Brown *et al.* (2013) establecieron la relación existente entre la carga orgánica y la actividad de la biomasa en un sistema MBR. Sin embargo, estos resultados no muestran una influencia muy pronunciada durante un periodo en el que la DQO ha sufrido continuas fluctuaciones, alcanzando incluso picos altísimos de concentración, poniendo de manifiesto una de las principales ventajas de los sistemas MBR, que es su estabilidad frente a fluctuaciones en la carga orgánica (Ahmed y Lan, 2012; Shariati *et al.*, 2013).

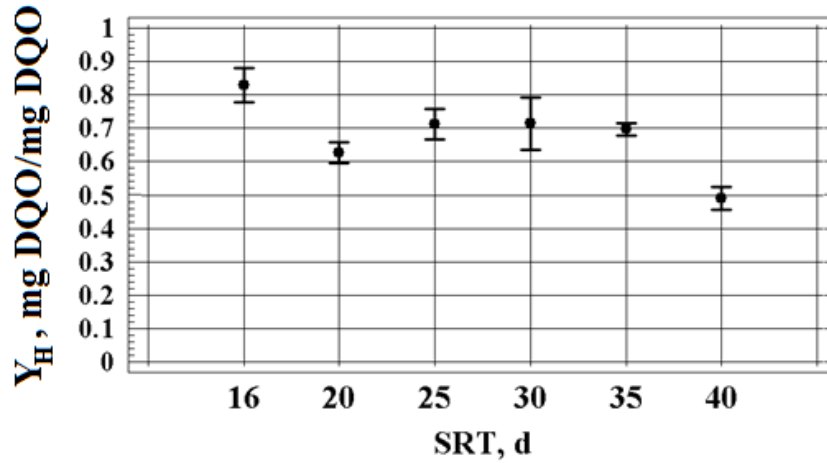


Figura 4.102. Influencia de SRT sobre Y_H .

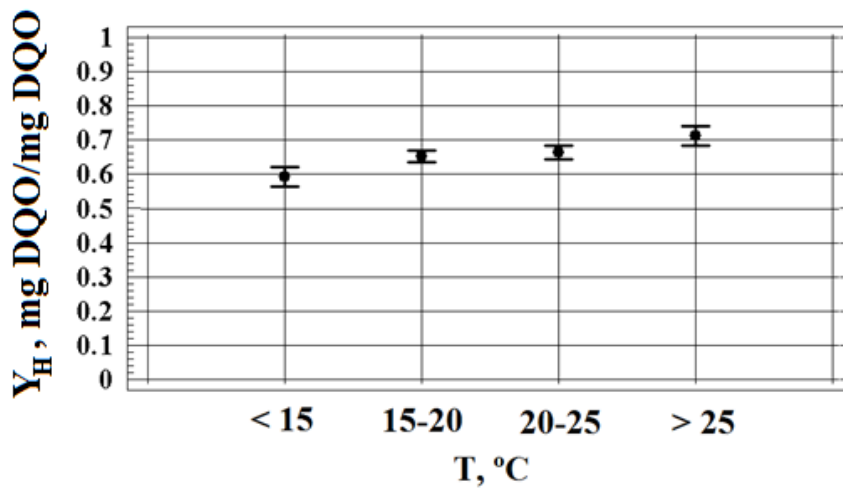


Figura 4.103. Influencia de la temperatura sobre Y_H .

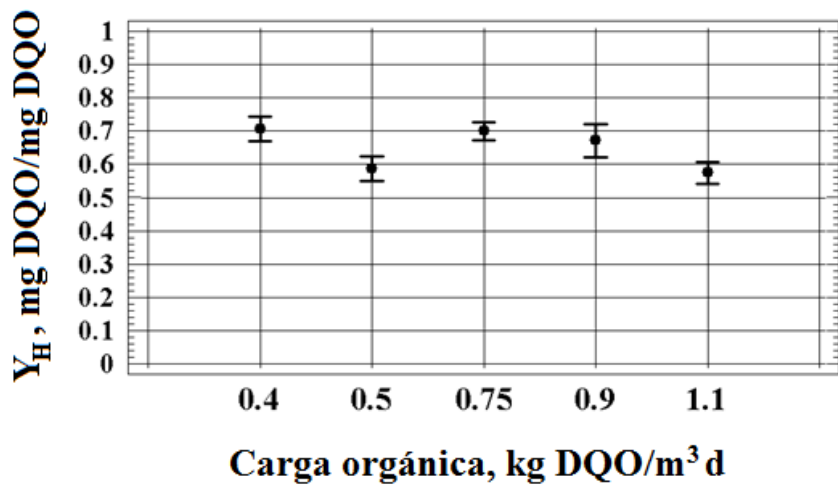


Figura 4.104. Influencia de la carga orgánica sobre Y_H .

La tabla 4.35 muestra las correlaciones entre variables independientes para el análisis correspondiente a la variable dependiente Y_H . En este caso hay un menor número de correlaciones que para el caso anterior.

Tabla 4.35. Coeficientes de correlación entre variables independientes para Y_H .

VARIABLE 1	VARIABLE 2	COEF. CORREL. PEARSON
SRT	ALTURA	0,498
SRT	TEMPERATURA	0,448
HRT	CARGA ORGÁNICA	-0,403

En relación a las correlaciones de las variables independientes con respecto a la variable dependiente, los valores de los coeficientes de correlación de orden cero, semi-parcial y parcial se recogen en la tabla 4.36 y muestran que las correlaciones más altas son las correspondientes al SRT (en negativo) y a la temperatura (en positivo) y, posteriormente, por orden de magnitud, la carga orgánica, la altura y finalmente el HRT. Al igual que en el caso de b_{H_02} , las variables más influyentes son el SRT y la temperatura, pero es destacable que el HRT tiene una importancia muy inferior a la obtenida en el caso de b_{H_02} .

Tabla 4.36. Coeficientes de correlación respecto a la variable dependiente Y_H .

VARIABLE	COEFICIENTES DE CORRELACIÓN		
	DE ORDEN CERO	PARCIAL	SEMIPARCIAL
SRT	-0,165	-0,262	-0,255
HRT	-0,009	-0,072	-0,067
TEMPERATURA	0,153	0,266	0,260
CARGA ORGÁNICA	-0,140	-0,117	-0,111
ALTURA	-0,077	0,104	0,099

Por otro lado, la tabla 4.37 recoge las pruebas de significación de cada coeficiente estandarizado (β), el estadístico de contraste (t) y su nivel crítico (p-valor), confirmado los resultados anteriores.

Tabla 4.37. Coeficientes estandarizados de las variables independientes para Y_H .

VARIABLE	Coefficiente de regresión estandarizado (β)	Estadístico t	p-valor
SRT	-0,358	-3,858	0,000
HRT	-0,075	-1,020	0,309
TEMPERATURA	0,314	3,926	0,000
CARGA ORGÁNICA	-0,123	-1,677	0,095
ALTURA	0,125	1,489	0,138

Los resultados del ajuste del modelo dan un R^2 demasiado bajo, 0,115, inferior incluso al obtenido en el caso de $b_{H_{O_2}}$, lo que demuestra que la proporción de varianza de la variable dependiente que está explicada por las variables independientes es muy baja.

En este caso, cuando se obtiene el modelo sin la variable independiente SRT, $R^2=0,050$, cuando se elimina la variable HRT, $R^2=0,111$, cuando la variable eliminada es la temperatura, $R^2=0,048$, cuando lo es la carga orgánica, $R^2=0,103$ y cuando la variable que se elimina es la altura, $R^2=0,106$, demostrando nuevamente que las variables independientes que más peso tienen sobre el modelo descriptivo de la variable dependiente Y_H son el SRT y la temperatura, ya que el cambio en R^2 que se produce al añadir o eliminar estas variables independientes es más elevado que en el resto de los casos y son, por tanto, mejores predictores de la variable dependiente.

Finalmente, los valores del estadístico FIV se encuentran en un rango entre 1,223 y 1,964, de manera que no existe co-linealidad entre las variables independientes.

Todos estos análisis estadísticos indican que las variables operacionales que más afectan a las constantes $b_{H_{O_2}}$ e Y_H son el SRT y la temperatura, aunque en ningún caso la dependencia de estos parámetros a dichas condiciones operacionales analizadas se ajusta a una relación lineal que permita predecir el valor de dichas constantes a partir de valores conocidos de estas variables (valores muy bajos de R^2).

La influencia de la temperatura sobre ambas constantes es positiva y más lineal que en el caso del SRT. Además, esta influencia es mucho más marcada para $b_{H,02}$ que para Y_H , ya que un aumento de 5 °C puede triplicar el valor de $b_{H,02}$ (Figura 4.99), mientras que en el caso de Y_H , variaciones de temperatura de más de 10 °C provocan modificaciones del valor de la constante inferiores al 20 % (Figura 4.103). También en el caso del SRT, su influencia negativa sobre $b_{H,02}$ es mucho más pronunciada que sobre Y_H , ya que el valor medio de $b_{H,02}$ obtenido a 20 días de SRT prácticamente triplica al obtenido a 30 días (Figura 4.98), mientras que los valores de Y_H obtenidos a SRTs entre 25 y 35 días permanecen constantes en torno a 0,7 mg DQO/mg DQO (Figura 4.102).

Durante el periodo experimental se alcanzaron valores de $b_{H,02}$ y de Y_H sin diferencias estadísticas significativas entre los resultados de ambas instalaciones experimentales, pero con variaciones en función de estas condiciones operacionales, por lo que no es aconsejable considerar un valor fijo para un determinado sistema, sin tener en cuenta las condiciones operacionales, ya que puede dar lugar a errores considerables en las simulaciones. Si los recursos técnicos y humanos disponibles lo permiten, es aconsejable determinar el valor de estos parámetros cada vez que el sistema sufra cambios significativos en el diseño o en su funcionamiento. Así mismo, se recomienda realizar periódicamente determinaciones de los valores de estos parámetros como medida de control.

4.3.2.3. Tasa máxima de crecimiento de la biomasa heterótrofa ($\mu_{H,max}$) y constante de semi-saturación (K_S)

Como se vio en el apartado dedicado a la realización de análisis de sensibilidad (apartado 4.2.2), además de $b_{H,02}$ e Y_H , son también parámetros importantes para describir el funcionamiento del sistema y el estado de la biomasa heterótrofa las constantes de Monod, es decir, la tasa máxima de crecimiento de la biomasa heterótrofa ($\mu_{H,max}$) y la constante de semi-saturación (K_S), que describen la relación entre el crecimiento de la biomasa y la concentración de sustrato

disponible (Jiang *et al.*, 2005; Lee *et al.*, 2008; Chen *et al.*, 2012). Para su determinación se adquirió un nuevo respirómetro y se utilizó fango activo procedente de la instalación de MF.

El principal problema a la hora de determinar $\mu_{H,max}$ ha sido la necesidad de llevar a cabo un tratamiento individualizado de los resultados obtenidos en cada experimento para obtener el valor de dicho parámetro, debido a que el respirómetro utilizado (BioCalibra) basa su funcionamiento en el método desarrollado por Cech *et al.* (1984) en el que se obtiene el valor conocido como $\mu_{H,max}$ aparente, es decir, el producto de $\mu_{H,max}$ por la fracción de biomasa heterótrofa activa (X_H), de manera que para su determinación es necesario conocer el valor de X_H . Tradicionalmente se ha estimado esta concentración como el valor de VSS en el biorreactor, que es un parámetro fácil de determinar mediante ensayos rutinarios (Wisniewski *et al.*, 1999; Pai *et al.*, 2010; Majewsky *et al.*, 2011), pero esta aproximación carece de exactitud debido a que el parámetro VSS no es capaz de distinguir entre la biomasa activa y los residuos inertes del influente o aquellos generados durante la endogénesis y que también están presentes en la fracción volátil del fango activo (Cronje *et al.*, 2002). Otros autores incluyen también en esta fracción volátil los EPS (Ramdani *et al.*, 2012). Es por ello que en los últimos años se han desarrollado técnicas para cuantificar la biomasa activa mediante su relación con parámetros como el SRT (Ekama y Wentzel, 2008), mediante el modelado y simulación de ensayos respirométricos en los que según la respuesta del fango ante la adición de sustrato y dependiendo del valor de OUR se estima la cantidad de biomasa activa (Ochoa *et al.*, 2002; Ni *et al.*, 2008; Majewsky *et al.*, 2011) o mediante técnicas moleculares de hibridación (FISH) (Vogelsang *et al.*, 2002; Ismail *et al.*, 2007; Hao *et al.*, 2010) o de bioluminiscencia del ATP (Chu *et al.*, 2001), pero los resultados son aún inciertos.

En este trabajo, para determinar $\mu_{H,max}$ (Figura 4.105), X_H se ha estimado a partir de la simulación del proceso en WEST con las condiciones operacionales bajo las cuales trabajaba la instalación experimental de MF en el momento del análisis. De este modo, los valores de $\mu_{H,max}$ obtenidos van desde 0,43 hasta 7,67 d⁻¹, con un

valor medio de $2,39 \pm 1,69 \text{ d}^{-1}$. Al representar estos resultados frente a la concentración de TSS en el biorreactor, no se observa una tendencia clara, ya que un aumento en el valor de TSS no necesariamente lleva consigo un aumento en la cantidad de biomasa activa ni una mayor actividad biológica, confirmando así las conclusiones de otros autores como Majewsky *et al.* (2011), que afirmaban que la concentración de TSS en el biorreactor no aporta información sobre la actividad heterótrofa. Esto es debido a que, especialmente en instalaciones que trabajan a elevados SRTs, aunque la concentración de TSS aumente, la biomasa activa alcanza un valor máximo, mientras que la biomasa inerte sigue aumentando debido a la endogénesis (Moussa *et al.*, 2005; Ramdani *et al.*, 2012). En relación a otros parámetros cinéticos y estequiométricos calculados en este trabajo, tampoco se obtuvo una influencia clara de la concentración de TSS sobre ellos.

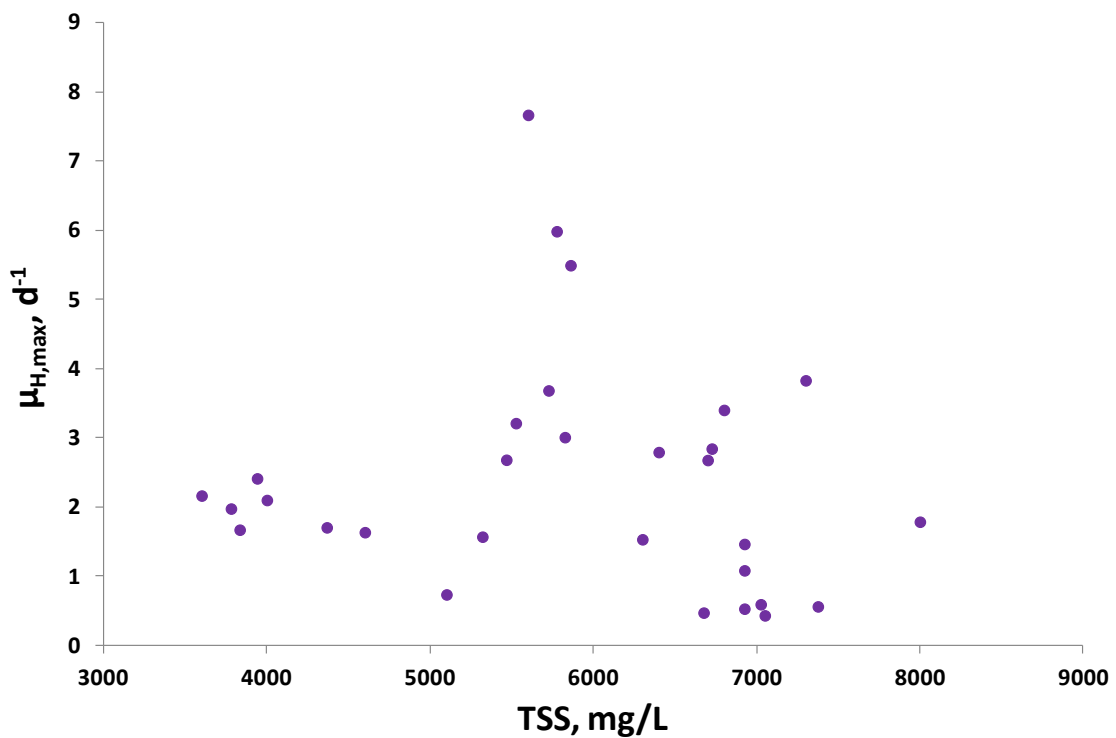


Figura 4.105. Resultados de $\mu_{H,max}$ obtenidos para la instalación de MF.

Comparando estos resultados con otros valores encontrados en bibliografía (Tabla 4.38), se observa cómo los valores obtenidos se encuentran en el mismo rango que aquellos publicados en la mayoría de estos estudios.

En relación a esta constante no se observan diferencias entre los valores obtenidos cuando se calibra un sistema MBR o un sistema convencional, ni tampoco se observa una relación directa con respecto al modelo que se va a calibrar. Entre los artículos enfocados a sistemas MBR, Guglielmi *et al.* (2011) obtuvieron valores de $\mu_{H,max}$ de 1,756 y 2,137 d^{-1} para dos instalaciones que trataban agua residual procedente de la industria del vino, es decir, un sustrato muy biodegradable; Di Bella *et al.* (2011) seleccionaron un valor de SRT en torno a 30 d y una concentración de TSS en el biorreactor de aproximadamente 15 g/L, obteniendo un valor de $\mu_{H,max}$ igual a 1,5 d^{-1} .

Otros autores compararon los resultados obtenidos a distintos SRTs en un rango comprendido entre 2,11 y 31,25 días (Al-Malack *et al.*, 2006), probaron valores de SRT de 2 y 10 días (Insel *et al.*, 2012) u otros más elevados como 25, 50 y 75 días en el caso de Sabia *et al.* (2013), obteniendo valores de $\mu_{H,max}$ entre 1,28 y 6,46 en el primer caso, entre 3 y 14 d^{-1} en el segundo y entre 1,3 y 3,1 d^{-1} en el tercero, demostrando que un aumento del SRT implica la disminución del valor de $\mu_{H,max}$. En todos estos casos, los valores obtenidos son similares a los resultados derivados de este estudio que se ha llevado a cabo a 40 días de SRT. Sin embargo, en otros casos como Chen *et al.* (2012), se evaluaron también diferentes SRTs, 10, 30 y 50 días, obteniendo valores considerablemente más bajos, entre 0,45 y 0,75 d^{-1} , pero no es habitual encontrar valores tan bajos en la bibliografía revisada.

Tabla 4.38. Valores de $\mu_{H,max}$ encontrados en bibliografía.

CONSTANTE	VALOR	UNIDADES	FUENTE	MODELO	SISTEMA
$\mu_{H,max}$	0,35-0,777	d ⁻¹	Plazi et al. (1999)	ASM1	CAS
$\mu_{H,max}$	3	d ⁻¹	Koch et al. (2000)	ASM3	CAS
$\mu_{H,max}$	6	d ⁻¹	Lu et al. (2001)	Propio	MBR
$\mu_{H,max}$	6 (3,0-13,2)	d ⁻¹	Hulsbeek et al. (2002)	ASM1	CAS
$\mu_{H,max}$	3,5	d ⁻¹	Orhon y Okutman (2003)	ASM1 modificado	MBR
$\mu_{H,max}$	3,876	d ⁻¹	Guisasola et al. (2005)	ASM1	CAS
$\mu_{H,max}$	4,112	d ⁻¹	Guisasola et al. (2005)	ASM1	CAS
$\mu_{H,max}$	1,02	d ⁻¹	Guisasola et al. (2005)	ASM1	CAS
$\mu_{H,max}$	2,951	d ⁻¹	Guisasola et al. (2005)	ASM1	CAS
$\mu_{H,max}$	5,5	d ⁻¹	Nuhoglu et al. (2005)	ASM1	CAS
$\mu_{H,max}$	1,28 - 6,46	d ⁻¹	Al-Malack et al. (2006)	No especificado	MBR
$\mu_{H,max}$	1,5 (0,6-8,0)	d ⁻¹	Di Bella et al. (2008)	Modificado	MBR
$\mu_{H,max}$	7,1	d ⁻¹	Munz et al. (2008)	No especificado	MBR
$\mu_{H,max}$	6,9	d ⁻¹	Baek et al. (2009)	ASM1	MBR
$\mu_{H,max}$	1,756	d ⁻¹	Guglielmi et al. (2009)	ASM3	MBR
$\mu_{H,max}$	2,137	d ⁻¹	Guglielmi et al. (2009)	ASM3	MBR
$\mu_{H,max}$	1,08	d ⁻¹	Okutman (2010)	ASM3	CAS
$\mu_{H,max}$	4,2	d ⁻¹	Hocaoglu et al. (2011)	ASM1 modificado	MBR
$\mu_{H,max}$	5,2	d ⁻¹	Liwerska-Bizukojc et al. (2011)	BioWin AS/AD	CAS
$\mu_{H,max}$	6,002 (0,6-8,0)	d ⁻¹	Mannina et al. (2011)	ASM1+SMP	MBR
$\mu_{H,max}$	0,6 (0,45-0,75)	d ⁻¹	Chen et al. (2012)	ASM3	MBR
$\mu_{H,max}$	3-14	d ⁻¹	Insel et al. (2012)	ASM3 modificado	CAS
$\mu_{H,max}$	6,72	d ⁻¹	Williams et al. (2012)	Propio	MBR
$\mu_{H,max}$	2	d ⁻¹	Hocaoglu et al. (2013)	ASM1 modificado	MBR
$\mu_{H,max}$	3,1	d ⁻¹	Sabia et al. (2013)	No especificado	MBR
$\mu_{H,max}$	1,7	d ⁻¹	Sabia et al. (2013)	No especificado	MBR
$\mu_{H,max}$	1,5	d ⁻¹	Sabia et al. (2013)	No especificado	MBR
$\mu_{H,max}$	1,3	d ⁻¹	Sabia et al. (2013)	No especificado	MBR

Por otro lado, los resultados de K_S (Figura 4.106) tampoco muestran una clara dependencia de la concentración de TSS. Los valores obtenidos están en un rango comprendido entre 3,72 y 95,28 mg/L, con un valor medio de $44,27 \pm 24,36$ mg/L.

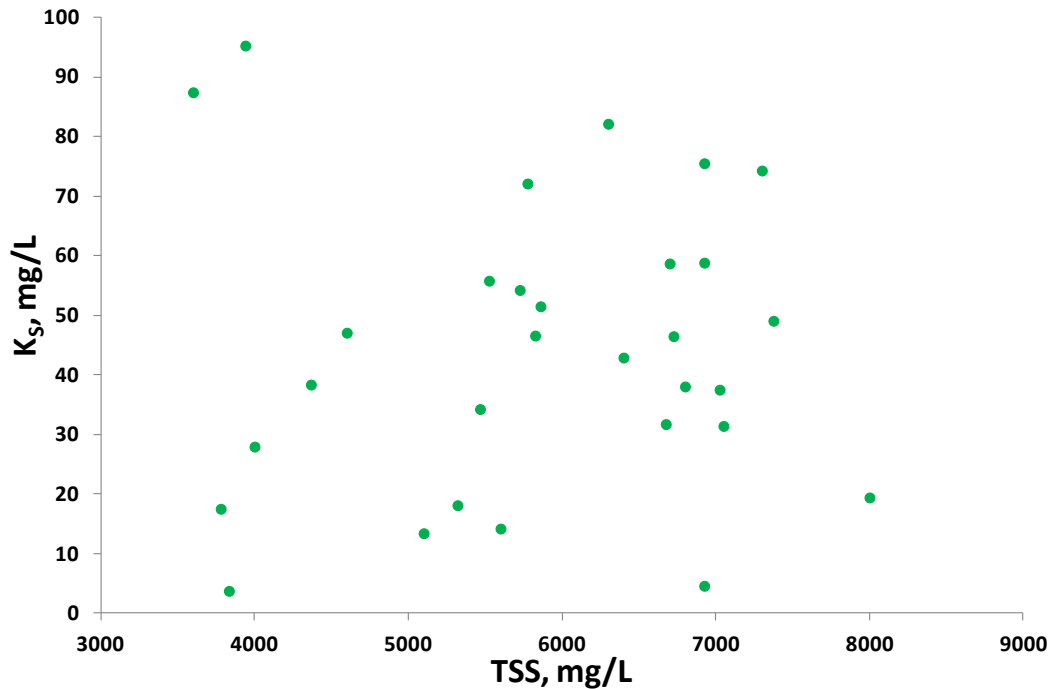


Figura 4.106. Resultados de K_S obtenidos para la instalación de MF.

Comparando estos resultados con otros valores encontrados en bibliografía (Tabla 4.39), se extraen las mismas conclusiones que en el caso anterior, ya que se observa cómo los valores obtenidos se encuentran en el mismo rango que aquellos publicados por otros autores como Hulsbeek *et al.* (2002) y Nuhoglu *et al.* (2005), que calibraron sistemas convencionales o Baek *et al.* (2009) y Mannina *et al.* (2011), que lo hicieron para un sistema MBR. Los valores más elevados para este parámetro son aquellos obtenidos por Al-Malack *et al.* (2006), que utilizaron un agua residual sintética con una concentración de DQO muy elevada.

Aunque los valores de $\mu_{H,max}$ y K_S se suelen considerar constantes (Insel *et al.*, 2012), los amplios rangos de valores obtenidos no sólo en este trabajo sino también en bibliografía, ponen de manifiesto su variabilidad y la necesidad de llevar a cabo una determinación continuada de éstos y otros parámetros característicos del proceso biológico si se pretende llevar un control del proceso y calibrar un modelo determinado bajo diferentes condiciones de funcionamiento para obtener predicciones que representen fielmente la realidad.

Tabla 4.39. Valores de K_S encontrados en bibliografía.

CONSTANTE	VALOR	UNIDADES	FUENTE	MODELO	SISTEMA
K_S	4,0-60,0	mgDQO/L	Plazl et al. (1999)	ASM1	CAS
K_S	10	mgDQO/L	Koch et al. (2000)	ASM3	CAS
K_S	20	mgDQO/L	Lu et al. (2001)	Propio	MBR
K_S	20 (10-180)	mgDQO/L	Hulsbeek et al. (2002)	ASM1	CAS
K_S	6	mgDQO/L	Orhon y Okutman (2003)	ASM1 modificado	MBR
K_S	1,789	mgDQO/L	Guisasola et al. (2005)	ASM1	CAS
K_S	1,63	mgDQO/L	Guisasola et al. (2005)	ASM1	CAS
K_S	0,558	mgDQO/L	Guisasola et al. (2005)	ASM1	CAS
K_S	0,718	mgDQO/L	Guisasola et al. (2005)	ASM1	CAS
K_S	35	mgDQO/L	Nuhoglu et al. (2005)	ASM1	CAS
K_S	289 – 2933	mgDQO/L	Al-Malack et al. (2006)	No especificado	MBR
K_S	59,96 (5-225)	mgDQO/L	Di Bella et al. (2008)	Modificado	MBR
K_S	18	mgDQO/L	Munz et al. (2008)	No especificado	MBR
K_S	20,3	mgDQO/L	Baek et al. (2009)	ASM1	MBR
K_S	6	mgDQO/L	Okutman (2010)	ASM3	CAS
K_S	5	mgDQO/L	Hocaoglu et al. (2011)	ASM1 modificado	MBR
K_S	15	mgDQO/L	Liwarska-Bizukojc et al. (2011)	BioWin AS/AD	CAS
K_S	76,94 (5-225)	mgDQO/L	Mannina et al. (2011)	ASM1+SMP	MBR
K_S	2,0 (1,0-3,0)	mgDQO/L	Chen et al. (2012)	ASM3	MBR
K_S	5 – 25	mgDQO/L	Insel et al. (2012)	ASM3 modificado	MBR
K_S	225	mgDQO/L	Williams et al. (2012)	Propio	MBR
K_S	10	mgDQO/L	Hocaoglu et al. (2013)	ASM1 modificado	MBR

4.3.3. Calibración del ASM3 en el simulador WEST

Una vez estimados los valores de los parámetros más influyentes del modelo, conocidos los parámetros operacionales que describen el funcionamiento del sistema y caracterizado el influente, se dispone de suficiente información para llevar a cabo la calibración del modelo seleccionado y proceder a la simulación del sistema experimental. En este caso, el ASM3 (Gujer *et al.*, 1999) ha sido calibrado en el simulador WEST para simular el sistema MBR de MF situado en las instalaciones de la EDAR Granada-Sur y conseguir que las predicciones obtenidas se ajusten lo máximo posible a la realidad. El criterio seguido para llevar a cabo esta calibración ha sido utilizado por autores como Liwarska-Bizukojc *et al.* (2011) o Dalmau *et al.* (2013) y consiste en validar la calidad de la calibración comprobando que los valores simulados estén dentro del intervalo de confianza

estimado para los valores experimentales. En este caso, este intervalo se estima en un rango de $\pm 15\%$ respecto al valor experimental (Dalmau *et al.*, 2013).

Tras implementar el diagrama de la instalación e introducir tanto los parámetros hidráulicos y de diseño como el perfil del influente obtenido a partir del muestreo intensivo llevado a cabo durante 30 días (ver apartado 4.3.1), se llevó a cabo la calibración hasta obtener el ajuste deseado de las siguientes variables:

1. Caudales de todas las corrientes (purga, recirculación, efluente, etc.).
2. Concentraciones de DQO, amonio y nitrato en el efluente.
3. Concentración de OD en el biorreactor aireado.
4. Concentración de TSS en cada uno de los biorreactores.

Es necesario tener en cuenta que incluso si el modelo ha sido adecuadamente calibrado, existe cierta incertidumbre inherente al modelado (Jeppsson, 1996; Hauduc *et al.*, 2013). Además de la incertidumbre debida a las simplificaciones y suposiciones hechas en el modelo, existen ciertas limitaciones a la hora de simular la instalación experimental de MF. Entre estas limitaciones destaca el hecho de que el simulador no considera la posibilidad de simular ciclos de aireación entre puntos de consigna tal y como está diseñada la instalación experimental. Esta dificultad se solventó introduciendo un temporizador gracias al cual se pueden seleccionar tiempos de funcionamiento y de parada de la soplante que proporciona aire al biorreactor, pero no es posible ajustar la aireación en función de la concentración de OD tal y como ocurre en la realidad.

Otra de las limitaciones del simulador consiste en que para simular condiciones anóxicas se selecciona un K_{La} bajo en el biorreactor anóxico (en este caso igual a 3 h^{-1}), pero este es un valor fijo y no tiene en cuenta el oxígeno que llega al biorreactor anóxico a través del caudal de fango recirculado desde el MBR.

Finalmente, la DQO del efluente según el simulador es igual a la fracción S_I del influente, ya que S_S ha sido eliminada prácticamente en su totalidad durante el proceso y las fracciones particuladas no están presentes en el efluente porque quedan retenidas en la membrana, pero no tiene en cuenta que parte de esta fracción inerte queda retenida en la membrana.

Teniendo en cuenta estas limitaciones, la calibración se ha llevado a cabo siguiendo las recomendaciones del protocolo WERF (Melcer *et al.*, 2003) hasta conseguir un buen ajuste de la mayoría de las variables de salida del modelo, ya que el objetivo de la calibración no consiste en predecir de manera ideal cada uno de los valores de una determinada variable, sino predecir en un grado aceptable la tendencia de las variaciones de las variables más importantes (Liwarska-Bizukojc *et al.*, 2011).

En primer lugar, es necesario comentar que el ajuste de la concentración de DQO a la salida (Figura 4.107) no se ha llevado a cabo con respecto a los resultados experimentales medidos en el efluente del sistema experimental, sino con respecto a la DQO del sobrenadante del fango, ya que este valor es comparable a los resultados obtenidos en WEST.

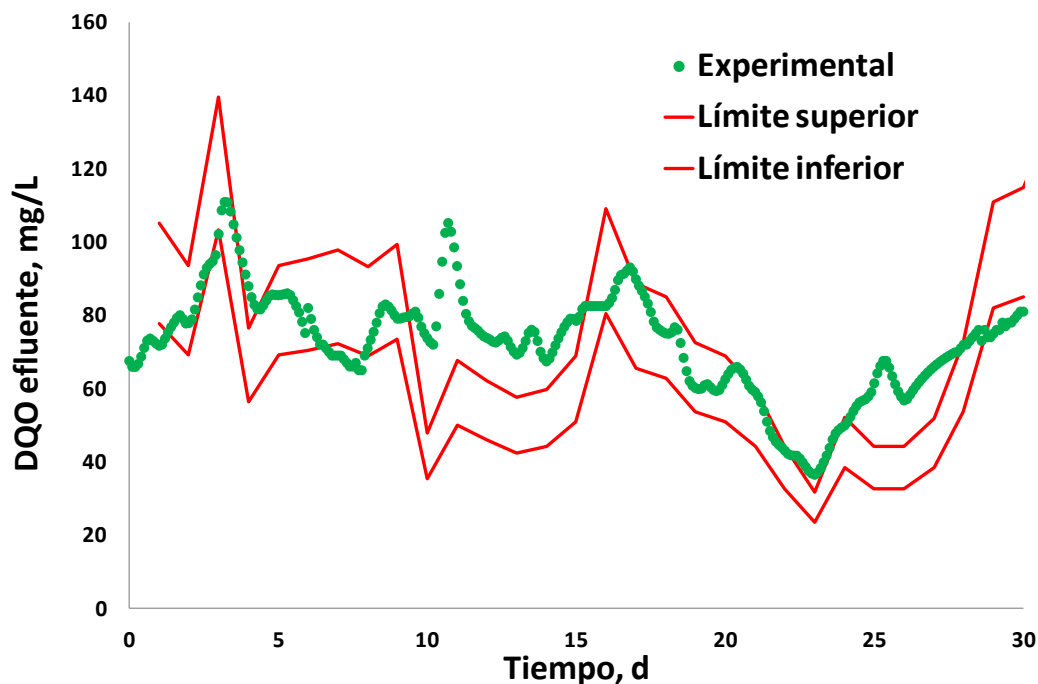


Figura 4.107. Calibración de DQO en el efluente.

Por otro lado, la concentración de TSS ha mostrado una gran estabilidad en todos los biorreactores y un gran ajuste con respecto a los datos experimentales tras modificar el valor por defecto de las constantes de crecimiento y decaimiento y sustituirlos por los valores medios obtenidos mediante respirometría en este trabajo. En las figuras 4.108 y 4.109 se observan los resultados de la calibración de esta variable en los biorreactores aireado y MBR, respectivamente.

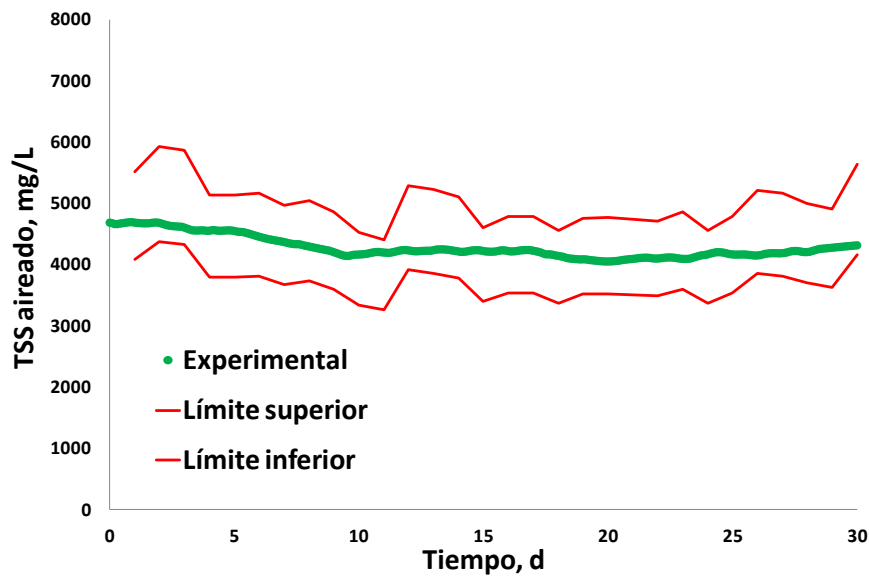


Figura 108. Calibración de la concentración de TSS en el biorreactor aireado.

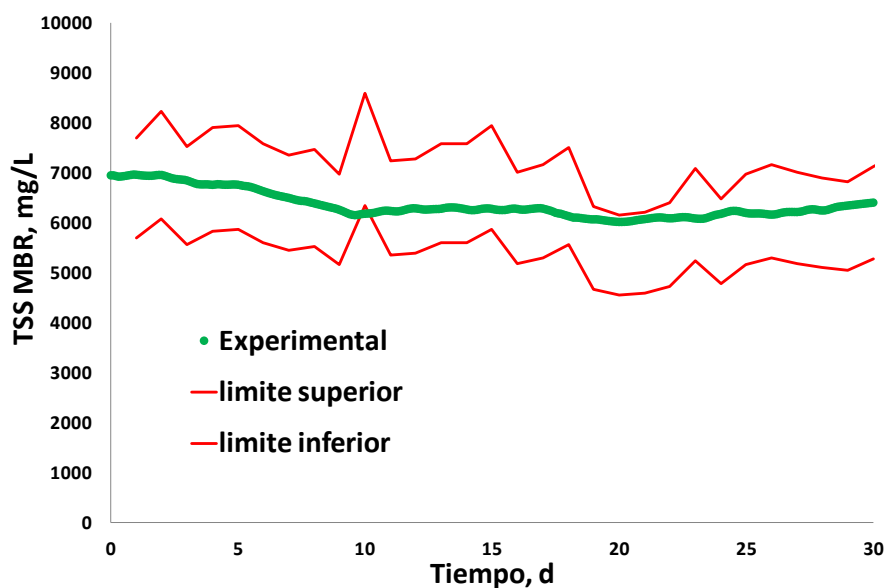


Figura 4.109. Calibración de la concentración de TSS en el MBR.

Finalmente, se ha ajustado el consumo de oxígeno (Figura 4.110), comparando los resultados simulados con aquellos determinados a partir de las pendientes calculadas tras representar los datos de OD recogidos en el SCADA.

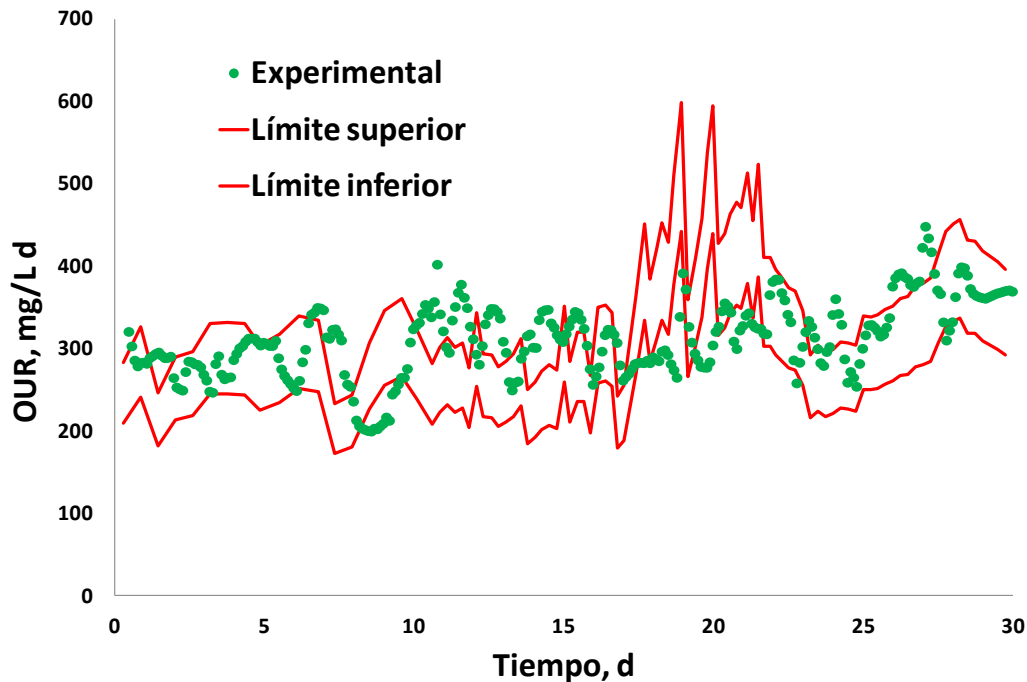


Figura 4.110. Calibración del OUR en el biorreactor aireado.

Al no disponer de datos experimentales relativos a las especies nitrogenadas en el efluente durante la calibración, no se ha podido comprobar el ajuste de estas variables. No obstante, los resultados de la simulación con el modelo calibrado (Figura 4.111) indican que la nitrificación fue prácticamente total, ya que en ningún caso se superaron los 0,2 mg/L de S_{NH} en el efluente. Así mismo, en relación a la desnitrificación, los valores tan elevados de nitrato en el efluente indican que la capacidad de desnitrificación del sistema no es adecuada, ya que su concentración va aumentando con el tiempo hasta alcanzar valores muy superiores a los límites establecidos en la legislación española (R. D. 509/96). Esto es debido a que, como puede observarse en la figura 4.29, la concentración de amonio en el influente tomó valores en continuo crecimiento durante este periodo de 30 días, desde 15 mg/L hasta valores superiores a 60 mg/L. Este amonio fue

completamente transformado a nitrato pero éste no fue eliminado mediante desnitrificación. El rango de valores obtenidos concuerda con resultados analíticos de nitrato obtenidos para la misma instalación experimental durante otros periodos de tiempo en los que se observaron concentraciones de nitrato en el efluente superiores a 30 mg/L (Arévalo, 2011). Para una calibración específica del proceso de nitrificación-desnitrificación, sería necesario disponer de datos experimentales de estas dos variables.

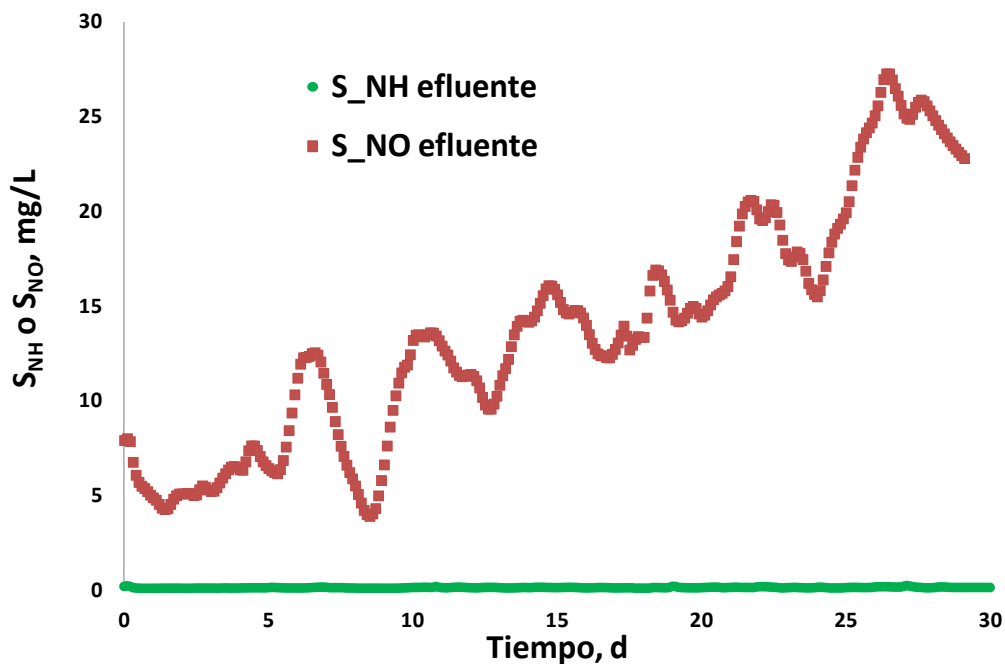


Figura 4.111. Concentraciones de S_{NH} y S_{NO} en el efluente durante el periodo de calibración.

Como se ha comentado a lo largo de este trabajo, generalmente sólo es necesario calibrar unos pocos parámetros para conseguir un buen ajuste de las predicciones del modelo (Galleguillos *et al.*, 2011; Melcer *et al.*, 2003). La tabla 4.40 recoge los parámetros que han sido modificados durante la calibración para conseguir los ajustes anteriormente mostrados. En este caso se han calibrado principalmente aquellos parámetros que, según el análisis de sensibilidad realizado, tienen una elevada influencia sobre el proceso y cuyos valores se han determinado mediante

respirometría. Además, los resultados de esta calibración coinciden con los resultados de otros autores como Liwarska-Bizukojc *et al.* (2011), que, para evitar las discrepancias entre los valores simulados y los experimentales, modificaron también $b_{H_{O_2}}$, Y_H , K_S y $\mu_{H,max}$. Estos dos últimos parámetros suelen requerir calibración cuando el influente contiene una significativa cantidad de agua residual industrial y es muy biodegradable, lo que obliga a incrementar los valores de K_S y de $\mu_{H,max}$ (Coen *et al.*, 1998; Liwarska-Bizukojc *et al.*, 2011).

Además de los anteriores parámetros, para el ajuste del OUR ha sido necesario calibrar las constantes de semi-saturación para el oxígeno (K_O y $K_{A,O}$). En todos los casos, los valores calibrados de estos parámetros se encuentran dentro de los rangos obtenidos por otros autores, como ya se vio en apartados anteriores para los cuatro primeros. En el caso de las constantes aeróbicas de semi-saturación para el oxígeno, especialmente importantes en simulaciones dinámicas (Liwarska-Bizukojc y Biernacki, 2010), autores como Drews y Kraume (2005) definen un rango de valores entre 0,3 y 1,3 mg/L.

Tabla 4.40. Parámetros del ASM3 modificados durante la calibración.

PARÁMETRO	VALOR POR DEFECTO	VALOR CALIBRADO
$b_{H_{O_2}}$	0,20	0,10
Y_H	0,63	0,65
$\mu_{H,max}$	2,00	2,39
K_S	2,00	44,27
K_O	0,20	0,50
$K_{A,O}$	0,50	1,00

Una vez calibrado el modelo, se llevaron a cabo varias simulaciones durante diferentes periodos para comprobar y validar la calibración. En todos los casos se consiguieron resultados aceptables.

4.4. APLICACIÓN DEL MODELO ASM3 CALIBRADO PARA SIMULAR LA INSTALACIÓN EXPERIMENTAL: ANÁLISIS DE ESCENARIOS

Este último capítulo está enfocado a la aplicación práctica del trabajo realizado en los capítulos anteriores y recoge los resultados obtenidos tras simular con el modelo ASM3 (Gujer *et al.*, 1999), previamente calibrado, distintos escenarios para la instalación experimental de MF, permitiendo así realizar un estudio teórico sobre la influencia que determinadas variables operacionales o de diseño tienen sobre el proceso de fangos activos en sistemas MBR y facilitando la toma de decisiones relativas a su diseño u optimización.

Para llevar a cabo este estudio se han realizado distintas simulaciones en las que se ha modificado el valor de una única variable en cada una de ellas. En total, se han llevado a cabo 9 simulaciones para cada una de las 12 variables operacionales analizadas (Tabla 4.41).

Tabla 4.41. Valores modificados en las simulaciones realizadas para llevar a cabo el análisis de escenarios.

VARIABLE MODIFICADA	Nº SIMULACIÓN								
	1	2	3	4	5	6	7	8	9
V anóxico, m ³	1,44	2,16	2,89	3,61	4,33	5,05	5,77	6,49	7,22
K_{La} anóxico, d ⁻¹	0	3	10	15	20	25	30	50	60
V aireado, m ³	4,41	5,3	6,18	7,06	7,95	8,83	10,6	12,36	14,13
S_S influente, mg/L	61	92	123	153	184	215	245	276	307
X_S influente, mg/L	90	135	179	224	269	314	356	404	448
X_I influente, mg/L	152	228	304	380	456	532	608	684	760
S_{NH} influente, mg/L	24	36	48	60	72	85	97	109	121
COV, kgDQO/m ³ d	0,31	0,47	0,55	0,63	0,71	0,79	0,94	1,1	1,26
SRT, d	15	25	35	45	55	65	75	85	95
Recirculación, N x Q_{in}	1,6	2,4	3,2	4,0	4,8	5,6	6,4	7,2	8,0
Temperatura, °C	8	10	12	15	18	20	23	25	28
K_{La} aireado, d ⁻¹	0-50	20-80	0-100	20-100	40-100	20-120	0-150	20-150	0-200

Las figuras 4.112 y 4.113 muestran los resultados de las simulaciones correspondientes a las concentraciones de TSS en el biorreactor aireado y en el MBR. Debido al hecho de que el fango se concentra en el biorreactor de membranas, los valores obtenidos en este biorreactor son superiores a los del biorreactor aireado, pero en ambos casos las tendencias son idénticas.

Las variables operacionales que mayor efecto positivo tienen sobre el valor de TSS son la concentración de sólidos inertes en el influente (X_I), el SRT y la carga orgánica de entrada. Otros parámetros a destacar son la temperatura, la concentración de X_S en el influente y el K_{La} .

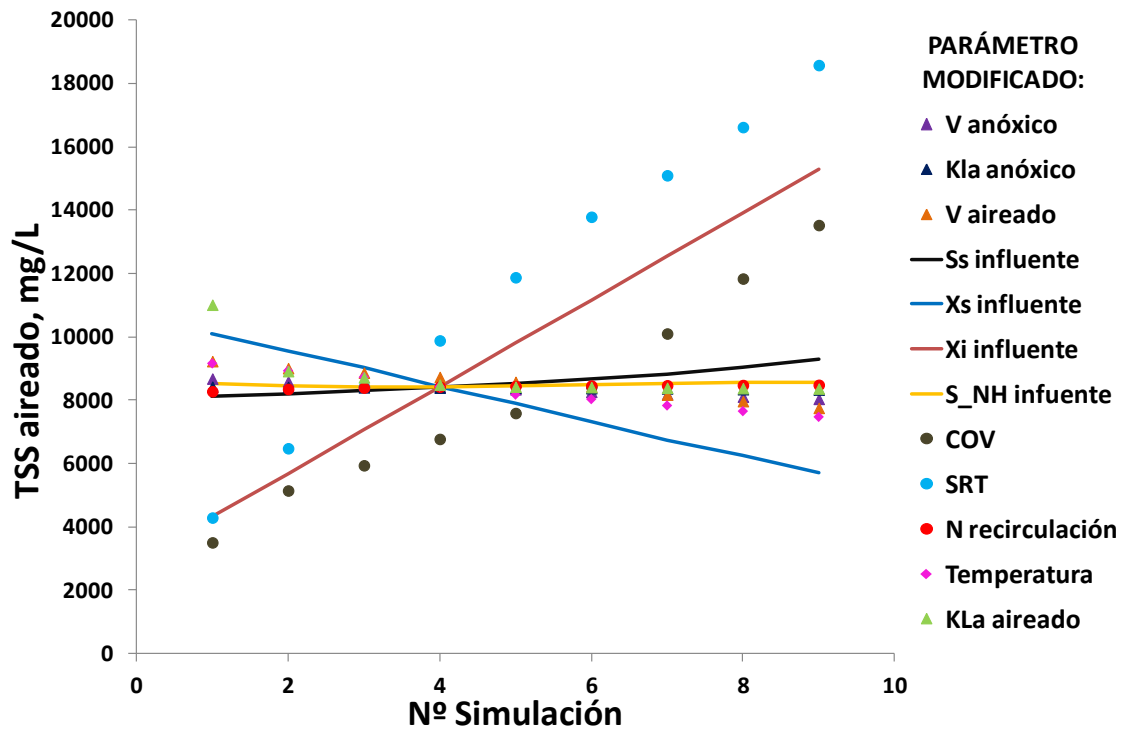


Figura 4.112. Concentración de TSS en el biorreactor aireado bajo distintas condiciones de operación.

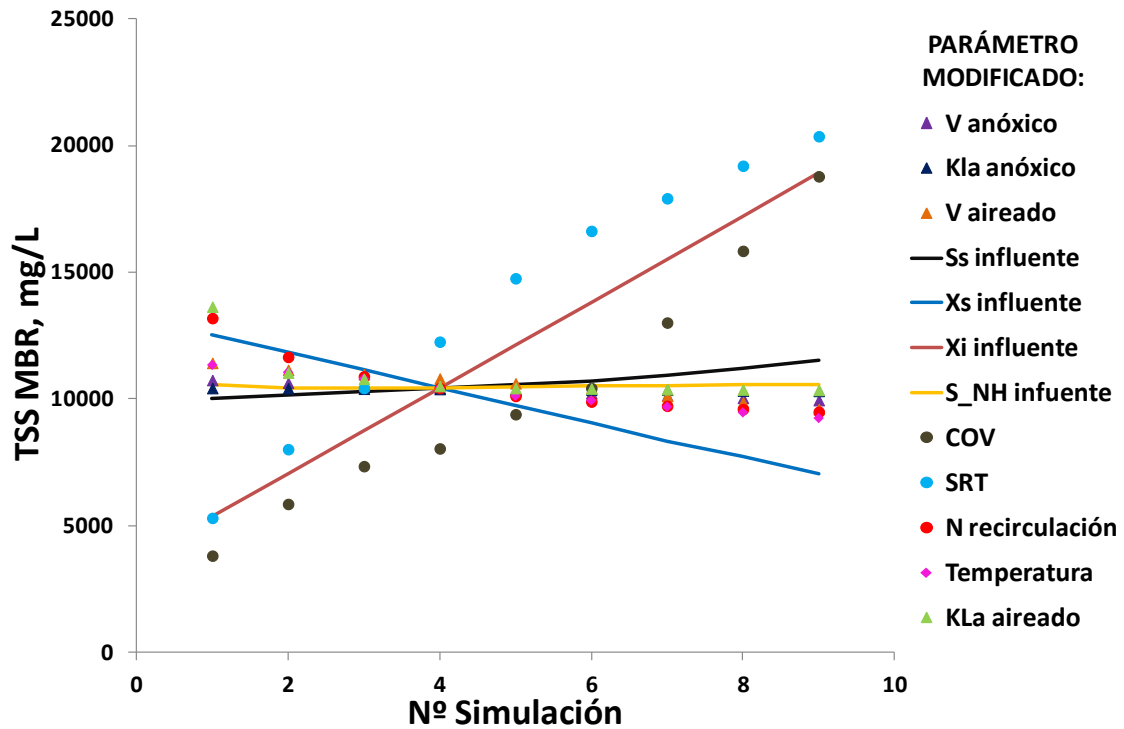


Figura 4.113. Concentración de TSS en el MBR bajo distintas condiciones de operación.

La importancia de X_I radica en que una mayor concentración de X_I en el influente supone directamente una mayor concentración de TSS en los biorreactores puesto que al ser inerte no sufre transformación alguna durante el proceso, de manera que, si no sale a través de la purga, se acumula en el sistema, incrementando la concentración de sólidos inertes en el fango activo (Munz *et al.*, 2008). Debido a esto, X_I es el parámetro en cuya calibración se basa el ajuste de la concentración de TSS en numerosos protocolos (Henze, 1992; Melcer *et al.*, 2003; Lu *et al.*, 2010).

La fracción inerte del fango activo puede afectar negativamente a la membrana y al ensuciamiento de la misma (Zhou *et al.*, 2009; Huyskens *et al.*, 2011; Wang *et al.*, 2013b), a la transferencia de oxígeno en el biorreactor aireado (Fenu *et al.*, 2010b; Verrecht *et al.*, 2010; Barillon *et al.*, 2013; Zhu *et al.*, 2013) o a los requisitos energéticos para mezclar y bombear el fango activo (Verrecht *et al.*, 2010; Khursheed y Kazmi, 2011). Mediante las simulaciones realizadas con el modelo

calibrado se pueden tomar decisiones sobre las condiciones operacionales más adecuadas para optimizar el funcionamiento del sistema tales como el SRT (Lubello *et al.*, 2007; Wang *et al.*, 2013b), la aireación (Guglielmi y Andreottola, 2011) o la recirculación de fango activo (Bracklow *et al.*, 2007), con el objeto de reducir la acumulación de material inerte y sus efectos negativos.

El efecto del SRT sobre la actividad de los microorganismos ha sido ampliamente estudiado y es de sobra conocido el hecho de que un aumento de su valor implica una menor salida de sólidos del sistema y por ello, una mayor acumulación (Bekir-Ersu *et al.*, 2010; Fernández-Fontaina *et al.*, 2013; Sabia *et al.*, 2013, entre otros). Además, una de las principales ventajas de los sistemas MBR frente a los tratamientos biológicos convencionales, es la menor producción de fango alcanzada gracias a los elevados valores de SRT a los que operan estos sistemas (Wen *et al.*, 1999; Lubello *et al.*, 2007; Pollice *et al.* 2008; Le-Clech, 2010; Wang *et al.*, 2013b), ya que valores de SRT superiores a 20 días incrementan las necesidades energéticas para el mantenimiento de la biomasa, de manera que se reduce su crecimiento y, por ende, la concentración de biomasa activa (Ekama y Wentzel, 2008; Khurshheed y Kazmi, 2011). A partir de los datos de concentración de TSS y caudal de purga de cada una de las simulaciones, es posible calcular la producción de fango del sistema para cada una de las condiciones operacionales. Para los valores de SRT evaluados, la producción de fango osciló entre 3,50 kg/d para un SRT de 95 días y 5,78 kg/d para un SRT de 15 días, de tal manera que los costes energéticos y económicos derivados del manejo y post-tratamiento del fango producido, se reducen a mayores SRTs, (Yang *et al.*, 2006; Lubello *et al.*, 2007; Pollice *et al.*, 2008; Wang *et al.*, 2013b). Con todo ello, a pesar de la disminución de la biomasa activa producida, el aumento del SRT supone un incremento neto de la concentración de TSS, debido principalmente a la menor salida de sólidos a través de la purga de fango activo. Esto lleva consigo importantes efectos negativos ya comentados, que pueden afectar al funcionamiento del sistema, tanto desde el punto de vista del atascamiento de la membrana (Zhou *et al.*, 2009; Huyskens *et al.*, 2011; Wang *et al.*, 2013b) como en lo relativo al consumo energético necesario para mezclar, bombear y tratar el fango

activo (Verrecht *et al.*, 2010; Khursheed y Kazmi, 2011) o para mantener la aireación necesaria para que tengan lugar los procesos biológicos (Fenu *et al.*, 2010b; Verrecht *et al.*, 2010; Barillon *et al.*, 2013; Zhu *et al.*, 2013). Se hace preciso pues optimizar los valores de SRT de trabajo con el objeto de reducir costes gracias a una menor producción de fango a la vez que se mantiene la eficacia del proceso biológico y de la separación sólido/líquido.

Uno de los principales objetivos de los sistemas de depuración biológica consiste en alcanzar una óptima estabilización del fango para reducir las necesidades de post-tratamientos tales como la digestión o la estabilización química o física y facilitar así su gestión (Yoon, 2003; Khursheed y Kazmi, 2011). El porcentaje de VSS puede estar comprendido entre el 60 y el 90 % de los TSS (Huang *et al.*, 2001), pero lo habitual para los sistemas MBR es obtener fangos con valores entre el 70 y el 75 % de sólidos volátiles (Laera *et al.*, 2009). Al trabajar con elevados SRTs y baja carga, los sistemas MBR permiten combinar un proceso aeróbico de eliminación de materia orgánica disuelta con una mayor estabilización aeróbica de la biomasa, de manera que se favorece la endogénesis y, con ello, su mineralización (Vuković *et al.*, 2006), reduciendo la concentración de biomasa activa. Sin embargo, esto no siempre se traduce en un descenso en el contenido de compuestos volátiles, debido a que la materia orgánica no biodegradable generada durante la endogénesis y acumulada en el sistema, también es volátil. La modificación de variables como el SRT permite actuar sobre la mineralización del fango, la generación de nueva biomasa o su endogénesis, de modo que autores como Pollice *et al.*, (2008) consiguieron variar el porcentaje de volátiles del fango activo en sistemas MBR desde el 85 % al 75 %. Sin embargo, otros autores han obtenido porcentajes constantes de volátiles a pesar de variar el valor de SRT entre 20 y 80 días, apreciándose una insignificante mineralización (Laera *et al.* 2009).

El aumento en la carga orgánica implica un aumento del caudal influente y, por tanto, un aumento neto de sólidos inertes que entran en el sistema (Munz *et al.*, 2008), cuyo efecto se ha analizado anteriormente. Por otro lado, el aumento de carga supone también un aumento de la cantidad de sustrato biodegradable

disponible para el crecimiento de la biomasa y con ello un incremento de la actividad microbiana (Knerr *et al.*, 2011; Shariati *et al.*, 2013), generando nueva biomasa y también, por decaimiento de dicha biomasa, nuevos compuestos no biodegradables que se acumulan en el sistema (Zuthi *et al.*, 2013b). Hay pues una incidencia directa de las variaciones de carga sobre la producción de fango y la concentración de TSS, debiendo nuevamente decidir las condiciones operacionales en base a los problemas anteriormente comentados. Así, para el caso concreto de las necesidades de aireación, no solo se verá comprometida la transferencia de oxígeno por el incremento de la viscosidad de la biomasa (Verrecht *et al.*, 2010), sino que también se incrementa la demanda de oxígeno al aumentar la actividad biológica por una mayor presencia de sustrato biodegradable (Barillon *et al.*, 2013). Todo esto afectará a la aireación y con ello al consumo energético del sistema, siendo necesario ajustar la intensidad de la aireación en función del sustrato disponible, con el fin de evitar un exceso de aireación y, por lo tanto, un consumo energético innecesario (Amand *et al.*, 2013).

El efecto de la temperatura sobre la actividad de la biomasa ya ha sido previamente evaluado en esta tesis, concluyendo que esta variable determina el valor de parámetros relacionados con el crecimiento y el decaimiento de la biomasa (Henze *et al.*, 1987; Hauduc *et al.*, 2011; Ruiz *et al.*, 2011). Bajo distintas condiciones operacionales, el efecto del aumento de la temperatura es más pronunciado en el caso de $b_{H,02}$ que sobre Y_H , debido a su influencia exponencial según una ecuación de tipo Arrhenius, lo que lleva consigo una pérdida neta de biomasa activa mayor al aumentar la temperatura. Sin embargo, la disminución de biomasa activa debida al incremento del decaimiento por la temperatura se ve parcialmente compensada por el aumento de sólidos volátiles inertes procedentes de la endogénesis que se acumulan en el fango activo (Fenu *et al.*, 2010b; Zuthi *et al.*, 2013b) y por la mejora de la actividad biológica, que lleva consigo un mayor crecimiento microbiano (Ma *et al.*, 2013), minimizando así su efecto sobre la concentración global de TSS. A pesar de ello, en este estudio teórico se observa un descenso de más del 20 % en el contenido en sólidos, lo que supone una menor producción neta de fango al aumentar la temperatura.

Otros efectos positivos de la temperatura sobre el funcionamiento de sistemas MBR están relacionados con la permeabilidad de la membrana, ya que al descender la viscosidad del permeado por un aumento de la temperatura, mejora la permeabilidad (Gil *et al.*, 2010; Huyskens *et al.*, 2011). Ahora bien, el efecto de esta variable sobre las necesidades de aireación y con ello sobre el consumo energético del sistema es más complejo, ya que si bien se favorece la transferencia de oxígeno por una menor concentración de TSS y menor viscosidad del fango (Verrecht *et al.*, 2010; Racault *et al.*, 2011; Barillon *et al.*, 2013; Zhu *et al.*, 2013), al mismo tiempo incrementa la demanda de oxígeno para el crecimiento y el decaimiento de la biomasa dado el aumento de la actividad biológica (Ma *et al.*, 2013).

El rango de valores de $K_L a$ seleccionado para el biorreactor aireado no constituye una variable muy influyente, a pesar de que se podría esperar que la limitación del oxígeno disponible diera lugar a una disminución de la actividad y, por ende, de la concentración de sólidos en suspensión. Sin embargo, esta limitación afectaría en primer lugar a la biomasa autótrofa, que constituye menos del 5 % de la biomasa total (Gómez-Silván *et al.*, 2013), de manera que la limitación de su crecimiento no supondría un efecto significativo en la concentración global de TSS. Por otro lado, cuando existe limitación de oxígeno pero hay sustrato disponible, tal y como ocurre en los sistemas con aireación intermitente, tiene lugar el almacenamiento de sustrato para posteriormente ser utilizado durante la fase de disponibilidad de oxígeno (Okutman, 2010; Oliveira *et al.*, 2011; Insel *et al.*, 2012), de manera que este fenómeno de almacenamiento descrito en el ASM3 (Gujer *et al.*, 1999) evita que el crecimiento de la biomasa heterótrofa se vea limitado por la ausencia puntual de oxígeno. Sin embargo, las bajas concentraciones de S_S y S_{NH} en el efluente obtenidas a lo largo de este estudio, demuestran que ambos sustratos han sido eliminados prácticamente en su totalidad en todas las simulaciones, poniendo de manifiesto que la concentración de oxígeno no ha constituido en ningún caso un factor limitante significativo para la actividad biológica. Autores como Huyskens *et al.* (2011) o Amand *et al.* (2013) han puesto de manifiesto el hecho de que la selección de puntos de consigna fijos para sistemas dinámicos en los que la demanda de aire varía a lo largo del tiempo, conlleva un gasto energético

considerable e innecesario y unas condiciones de trabajo no optimizadas. Es por ello que, siendo la aireación el principal causante del consumo energético de sistemas MBR y una de las principales causas de que su implantación se vea limitada (Annaka *et al.*, 2006; Fenu *et al.*, 2010b; Krzeminski *et al.*, 2012), conseguir optimizar las necesidades de aireación se ha convertido en uno de los mayores focos de atención relacionados con estos sistemas (van Nieuwenhuijzen *et al.*, 2008) y son numerosos los autores que han analizado alternativas como la aireación intermitente en la que se alternan fases aireadas y anóxicas (Verrecht *et al.*, 2010; Guglielmi y Andreottola, 2011; Hocaoglu *et al.*, 2013b).

Por otro lado, en relación al valor del ratio de recirculación de fango activo desde el MBR hacia el biorreactor anóxico, un incremento del mismo lleva consigo la disminución de la concentración de TSS debido a la rotura de flóculos y partículas causada por las fuerzas mecánicas generadas durante el bombeo del fango activo (Pendashteh *et al.*, 2011). Este efecto es bastante más pronunciado en el caso del MBR, ya que al aumentar este ratio se eliminan una mayor cantidad de sólidos de este biorreactor, diluyendo así la concentración de sólidos en su interior. Autores como Dalmau *et al.* (2013) manifestaron la influencia de este parámetro no sólo desde un punto de vista económico, sino también sobre el proceso y sobre la calidad del efluente. Otros como Tan y Ng (2008) evaluaron su influencia en relación al arrastre de OD hacia las zonas no aireadas o Barillon *et al.* (2013) lo hicieron en relación a su importancia a la hora de homogeneizar el fango activo del sistema y su contribución al consumo energético total. Por todo ello, la optimización del valor de este parámetro supone un hito importante durante el diseño y la operación de un sistema MBR, dado que es preciso encontrar un valor adecuado que no afecte a la biomasa pero que sea apropiado para el correcto funcionamiento de las membranas y se adecúe a las recomendaciones de los fabricantes a la vez que permita minimizar los costes energéticos derivados del bombeo de fango activo (Barillon *et al.*, 2013).

Finalmente, es destacable el efecto negativo de la concentración de X_S en el influente sobre la concentración de TSS. Sin embargo, es necesario señalar que esta

influencia se debe a la implementación del modelo seleccionado en WEST para estas simulaciones, ya que el modelo ASM3 (Gujer *et al.*, 1999) considera la concentración de TSS como una variable de estado separada de las fracciones de DQO, a diferencia del ASM1 (Henze *et al.*, 1987), que no considera dicha variable de estado. Por este motivo, aunque un aumento de X_S implica una mayor cantidad de sustrato disponible para el crecimiento heterótrofo, también disminuye en mayor medida la fracción de X_I , de manera que la concentración global de TSS disminuye.

Las figuras 4.114 y 4.115 muestran el efecto de las variables operacionales evaluadas sobre las concentraciones de biomasa heterótrofa y autótrofa, respectivamente. En el caso de la biomasa autótrofa, su concentración fue siempre muy inferior a la de la biomasa heterótrofa y su contribución media a la concentración de TSS, teniendo en cuenta todas las simulaciones realizadas, fue del $1,77 \pm 0,40$ %, resultados similares a los de aquellos autores que afirman que el contenido en biomasa autótrofa de los TSS suele ser muy bajo y no suele superar el 5 % de los TSS (Sears *et al.*, 2005; Gómez-Silván *et al.*, 2013).

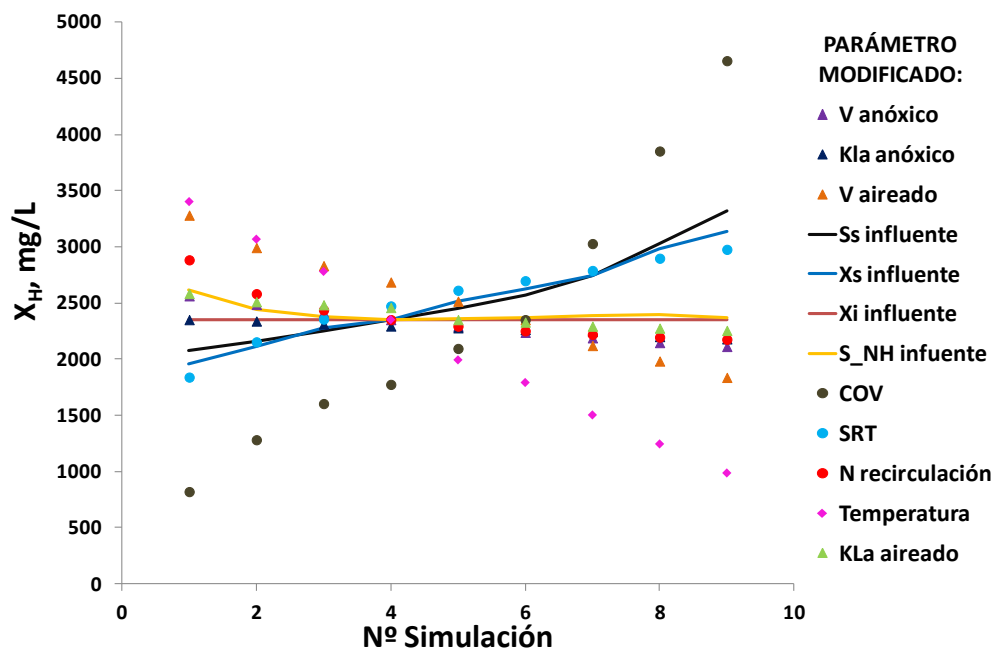


Figura 4.114. Concentración de X_H en el MBR bajo distintas condiciones de operación.

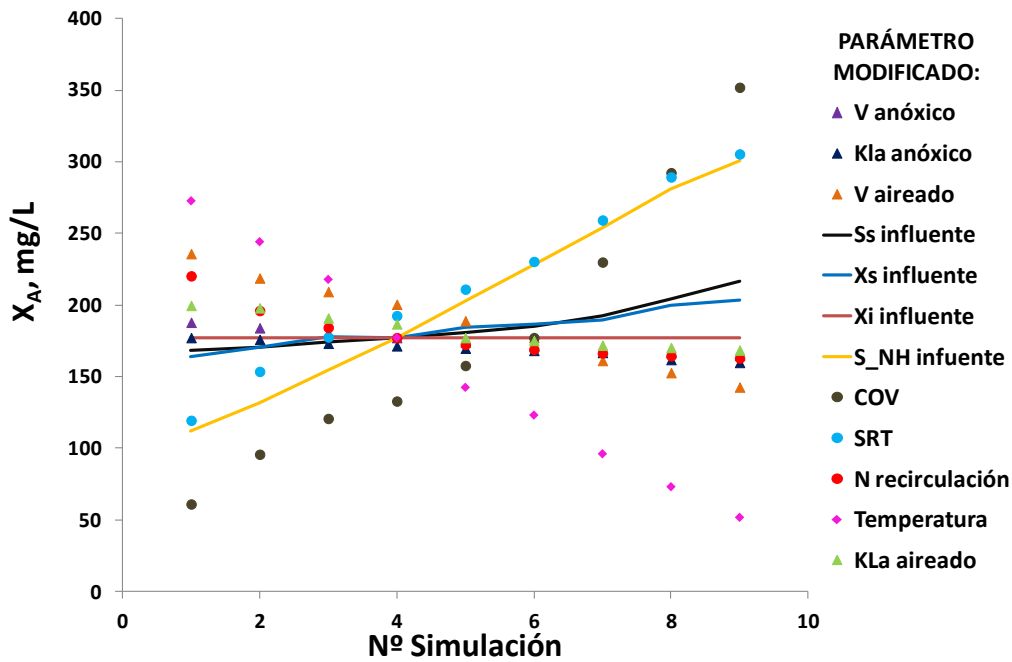


Figura 4.115. Concentración de X_A en el MBR bajo distintas condiciones de operación.

En ambos casos se observan prácticamente las mismas tendencias, siendo las variables positivamente más influyentes para la biomasa heterótrofa la carga orgánica volumétrica (COV) y las fracciones de materia orgánica biodegradable en el influente (X_S y S_S), ya que todas ellas incrementan la cantidad de sustrato disponible para su crecimiento (Barillon *et al.*, 2013).

Por otro lado, el SRT mostró también una importante influencia positiva sobre la concentración de biomasa heterótrofa, ya que un aumento de esta variable supone una menor salida de biomasa del sistema a través de la purga e implica una mayor acumulación de X_H y de las demás fracciones que constituyen los sólidos en suspensión, de tal manera que, siempre que la carga orgánica sea suficiente para suministrar la cantidad de sustrato necesario para mantener su actividad y evitar que la biomasa entre en estado endógeno, su concentración en el interior de los biorreactores se verá incrementada. Esta afirmación coincide con los resultados obtenidos en el apartado de esta tesis dedicado a la calibración de los parámetros

$b_{H_{O_2}}$ e Y_H bajo distintas condiciones de operación, que mostraron una significativa disminución de la constante de decaimiento al aumentar el SRT en un rango comprendido entre 20 y 40 días. Todo esto demuestra que, la mayor acumulación de biomasa heterótrofa debida a la disminución de la cantidad de fango purgado no sólo compensa sino que supera a la pérdida de biomasa activa causada por su endogénesis (Insel *et al.*, 2012).

La temperatura presentó un efecto negativo sobre estas concentraciones, ya que supone un aumento exponencial del proceso de decaimiento de la biomasa (Henze *et al.*, 1987; Hauduc *et al.*, 2011), lo que se traduce en una menor concentración de biomasa activa. Sin embargo, tal y como se comentó anteriormente, la disminución de la biomasa activa provocada por la endogénesis supone al mismo tiempo la producción de material inerte (Fenu *et al.*, 2010b; Zuthi *et al.*, 2013b), por lo que el efecto de la temperatura sobre la concentración global de TSS no fue tan evidente como en el caso de las concentraciones de biomasa activa, tanto autótrofa como heterótrofa.

El aumento del volumen del biorreactor también llevó consigo la disminución de la concentración de X_H , ya que implica una dilución de todas las concentraciones en un volumen mayor y empeora el contacto entre el binomio sustrato/biomasa. En relación a este parámetro, precisamente una de las ventajas de los sistemas MBR es que pueden trabajar a concentraciones muy elevadas, disminuyendo así el volumen de los biorreactores requerido para que tenga lugar el proceso (Drews y Kraume, 2005).

Al igual que en el caso de la concentración de TSS, el rango de K_{La} en el biorreactor aireado y la consecuente limitación o disponibilidad de oxígeno para el crecimiento de la biomasa no muestra una influencia significativa sobre la biomasa activa, debido al concepto de almacenamiento incluido en el modelo ASM3 (Gujer *et al.*, 1999), que permite el almacenamiento del sustrato durante los periodos de ausencia de oxígeno para ser posteriormente consumidos durante los periodos en los que hay oxígeno disponible. Ésta es una de las principales ventajas de la

aireación intermitente, que además de suponer un considerable ahorro energético (Wang *et al.*, 2013b), favorece el almacenamiento y posterior utilización de sustrato, disminuyendo así los requerimientos de oxigenación del sistema (Okutman, 2010; Oliveira *et al.*, 2011; Insel *et al.*, 2012) y permitiendo la configuración de puntos de consigna de OD bajos que, siendo suficiente para que se produzcan los procesos de degradación de materia orgánica y nitrificación, reducen la concentración de OD residual en la corriente de recirculación (Dalmau *et al.*, 2013). Son numerosos los autores que han analizado las ventajas de aplicar aireación intermitente en sistemas MBR tanto para la limpieza de las membranas (Annaka *et al.*, 2006) como para optimizar el consumo energético o la producción de fango (Guglielmi y Andreottola, 2011; Amand *et al.*, 2013) o para favorecer la simultaneidad de los procesos de nitrificación y desnitrificación, favoreciendo así la eliminación de nitrógeno del sistema (Hocaoglu *et al.*, 2013b; Wang *et al.*, 2013b). Sin embargo, es destacable una cierta disminución de la concentración de biomasa, tanto autótrofa como heterótrofa, motivada por un aumento en la transferencia de oxígeno debido a que la mayor disponibilidad de OD en condiciones de baja carga apropiadas para la endogénesis, fomenta la destrucción de biomasa activa (Ekama y Wentzel, 2008).

En relación a la concentración de biomasa autótrofa, otro de los factores que más favorece su desarrollo es el aumento del SRT, lo que implica que se purga menos biomasa autótrofa a la vez que se incrementa el tiempo de permanencia en el biorreactor, fomentando el desarrollo de bacterias de crecimiento lento (Ahmed y Lan, 2012; Sabia *et al.*, 2013). Por otro lado, pese a que el incremento de temperatura aumenta de forma significativa la capacidad de nitrificación del sistema (Ma *et al.*, 2013; Amand *et al.*, 2013), el aumento de esta variable presenta un efecto negativo sobre la concentración de biomasa. Esto es debido a que, tal y como se comentó anteriormente, su efecto sobre la constante de decaimiento (Henze *et al.*, 1987) es más significativo que el relativo al crecimiento de la biomasa.

La principal salvedad con respecto a la biomasa heterótrofa es la influencia de la concentración de amonio en el influente, ya que se trata del sustrato necesario para su crecimiento. En relación a la carga orgánica, su efecto sobre X_A es similar al observado en el caso de X_H , ya que en los distintos escenarios analizados durante este estudio, el aumento de la carga orgánica volumétrica viene dado por un incremento del caudal de entrada y esto lleva consigo una mayor cantidad tanto de materia orgánica como de amonio que entra al sistema, de manera que se intensifican ambos procesos biológicos (Williams *et al.*, 2012).

El caudal de recirculación MBR-anóxico presentó un ligero efecto negativo respecto a las concentraciones de la biomasa tanto heterótrofa como autótrofa. En primer lugar, un aumento en la cantidad de fango activo recirculado lleva consigo la dilución de todas las concentraciones del MBR. Por otro lado, autores como Yoon *et al.* (1999), Kim *et al.* (2001) o Pendashteh *et al.* (2011) afirmaron que cuanto mayor sea la recirculación, el aumento en la fuerza mecánica aplicada por las bombas al fango activo producirá una mayor desestructuración de la suspensión biológica debido a una mayor rotura de flóculos y microorganismos, disminuyendo la concentración de biomasa activa y liberando material procedente del interior de la célula que incrementa la viscosidad del fango, el ensuciamiento de la membrana y disminuye la transferencia de oxígeno (Zuthi *et al.*, 2013b).

Dado que la concentración de biomasa activa, tanto autótrofa como heterótrofa, determina la capacidad de depuración del sistema, la selección de los valores más adecuados para los parámetros operacionales y de diseño que favorezcan su crecimiento supone la optimización del rendimiento del sistema. Sin embargo, es necesario tener en cuenta que, aspectos como los costes derivados de una excesiva producción de fango, así como el empeoramiento de la transferencia de oxígeno, son los factores limitantes que definen los valores máximos admisibles del crecimiento de la biomasa y de la concentración de TSS (van Nieuwenhuijzen *et al.*, 2008; Khursheed y Kazmi, 2011).

A continuación, las figuras 4.116 y 4.117 muestran las tendencias de las concentraciones de X_I y X_S en el MBR. En ambos casos, las influencias más claras fueron la carga orgánica volumétrica, y la respectiva concentración de X_I o X_S en el influente, que incrementan la concentración de estas fracciones en el sistema.

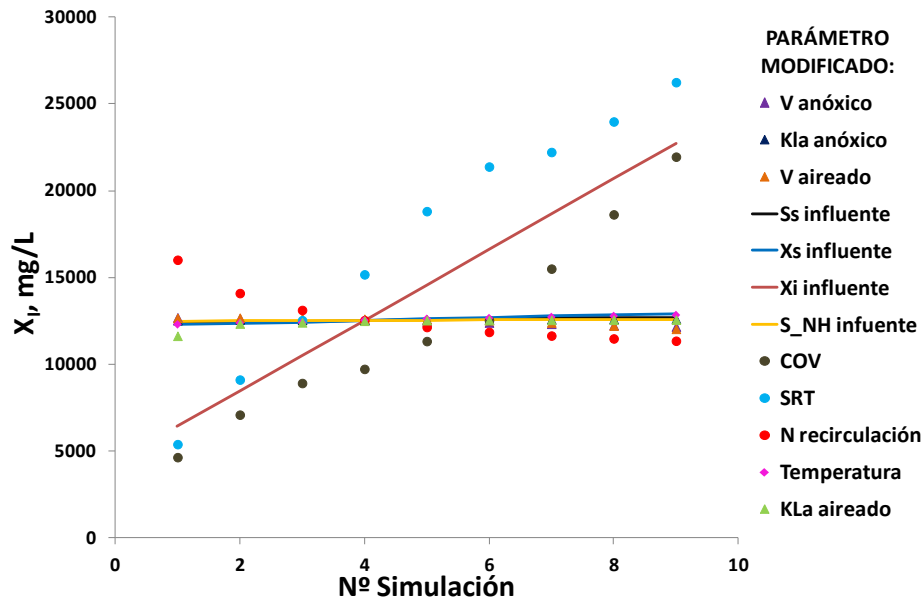


Figura 4.116. Concentración de X_I en el MBR bajo distintas condiciones de operación.

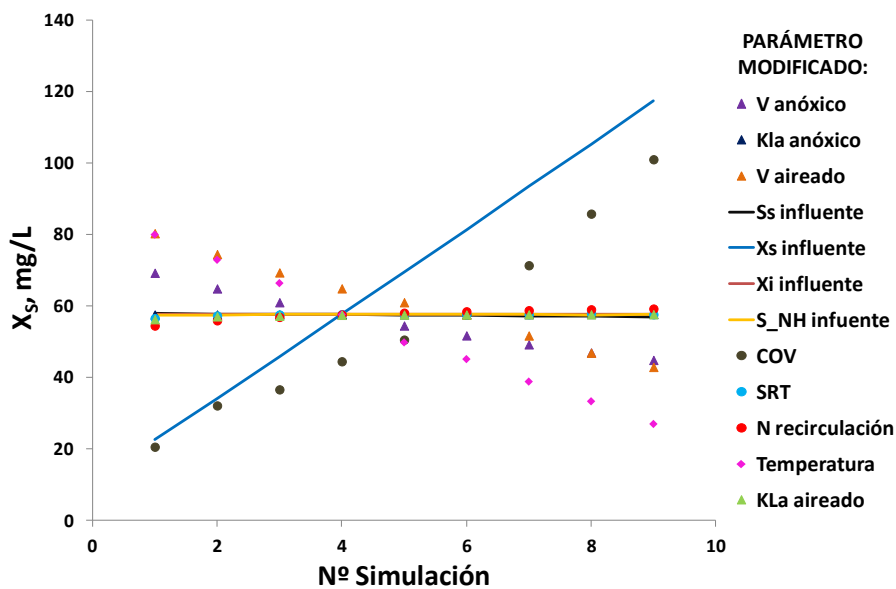


Figura 4.117. Concentración de X_S en el MBR bajo distintas condiciones de operación.

En relación a la influencia del SRT, éste parámetro fue determinante en el caso de X_i , pero no en el caso de X_s , ya que al ser inerte, la fracción X_i se acumula en el sistema si no sale a través de la purga de fango, siendo su efecto sobre la concentración de TSS en los biorreactores mucho mayor al aumentar el SRT (Verrecht *et al.*, 2010). Por el contrario, la fracción X_s no se acumula sino que se degrada lentamente en el sistema, especialmente si el SRT es lo suficientemente elevado como para incrementar el tiempo disponible para la eliminación de compuestos lentamente biodegradables y de otros compuestos difíciles de degradar (Ahmed y Lan, 2012; Fernández-Fontaina *et al.*, 2013). En el rango de SRTs seleccionados, manteniendo constantes los parámetros que describen el proceso de hidrólisis de X_s , ésta fracción no se ve influenciada por el valor de SRT y se degrada de manera similar en todos los casos.

Por otro lado, queda patente la influencia negativa de los volúmenes de los biorreactores y de la temperatura sobre X_s , ya que al aumentar los volúmenes se diluyen las concentraciones de todas las especies presentes en el fango activo. En relación a la influencia de la temperatura, su aumento favorece la actividad biológica y, por consiguiente, favorece la hidrólisis y posterior eliminación de X_s (Krzeminski *et al.*, 2012).

En el caso de sistemas MBR, elevadas concentraciones de material particulado pueden afectar negativamente al funcionamiento de la membrana y a su atascamiento, incrementando tanto los costes derivados de una mayor necesidad de limpiezas químicas o aireación para el mantenimiento de la membrana (Lubello *et al.*, 2007; Huyskens *et al.*, 2011) como el consumo energético requerido para airear, homogeneizar y bombear el fango activo (Bracklow *et al.*, 2007; Verrecht *et al.*, 2010; Fenu *et al.*, 2010b; Guglielmi y Andreottola, 2011). Por todo ello, es recomendable someter el influente a pre-tratamientos efectivos tales como la decantación primaria o la filtración con el fin de disminuir su contenido en material particulado y mejorar así el rendimiento del proceso.

En este estudio, se ha analizado también la influencia de los cambios operacionales y de las concentraciones del influente sobre el OUR del biorreactor aireado (Figura 4.118). El principal efecto sobre esta variable viene dado por la carga orgánica, ya que, como se mencionó anteriormente, un cambio en el valor de la carga orgánica viene producido por un cambio en el caudal de influente, de manera que cuanto mayor sea ésta, mayor es la cantidad tanto de materia orgánica como de nitrógeno que le llega al sistema y menor es el HRT, intensificando así ambos procesos en los que se consume oxígeno (Williams *et al.*, 2012; Barillon *et al.*, 2013).

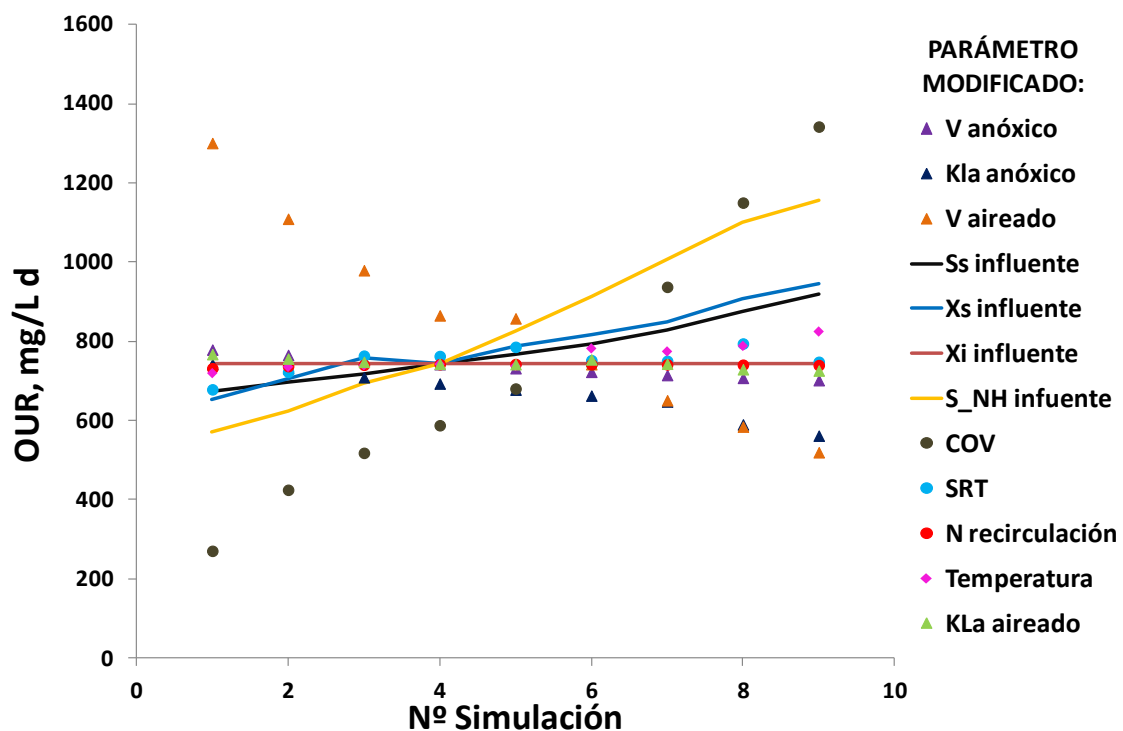


Figura 4.118. OUR en el biorreactor aireado bajo distintas condiciones de operación.

Destaca el hecho de que también tiene un efecto importante sobre el OUR la concentración de nitrógeno en el influente, más incluso que la concentración de materia orgánica biodegradable, ya sea soluble o particulada. Esto es debido a que estequiométricamente, para consumir 1 mg de amonio se consumen 4,57 mg de O₂, mientras que la constante estequiométrica de la reacción de degradación de

sustrato es la unidad (Henze *et al.*, 1987). Autores como Zhu *et al.* (2013), que desarrollaron un modelo de aireación, determinaron que los parámetros más influyentes sobre este modelo eran principalmente parámetros relacionados con el proceso de nitrificación tales como $\mu_{A,max}$ o $K_{O,A}$. Por todo ello, un incremento en la concentración de amonio disponible supone, siempre que haya suficiente oxígeno para que se produzca la reacción, un consumo de oxígeno mucho mayor que si el incremento se produce en la concentración de materia orgánica.

Negativamente, este parámetro se ve afectado por el aumento del volumen del biorreactor, ya que, el OUR se mide en mg de oxígeno consumidos por litro de fango y día, de manera que, al diluir el fango activo en un volumen mayor, se diluyen también las concentraciones de las especies involucradas en los procesos que consumen oxígeno y se empeora el contacto entre ellas, por lo que el consumo de oxígeno por litro de fango disminuye.

Es destacable que variables como el SRT o la temperatura no muestren un efecto significativo sobre el consumo de oxígeno. En el primer caso, autores como Malamis *et al.* (2011) o Zuthi *et al.* (2013b) comprobaron experimentalmente que un aumento en el valor del SRT lleva consigo una significativa reducción del OUR debido al incremento de la concentración de TSS inertes y la consecuente disminución tanto de la disponibilidad de sustrato como de la transferencia del OD necesario para que se den las reacciones biológicas (Fenu *et al.*, 2010b; Verrecht *et al.*, 2010; Barillon *et al.*, 2013). Otros autores como Lubello *et al.* (2007) determinaron que el valor óptimo de SRT para optimizar tanto la producción de fango como la demanda de oxígeno en un sistema MBR estaba en torno a los 50 días. Sin embargo, en las simulaciones teóricas llevadas a cabo para este estudio de escenarios, no se muestra la influencia del SRT sobre el consumo de oxígeno, ya que la transferencia de oxígeno permanece fija en función de los valores de $K_L a$ seleccionados para cada biorreactor, de manera que no se contempla el efecto de la concentración de TSS o de la viscosidad del fango activo sobre la transferencia de oxígeno. Es por ello que el OUR se ve más afectado por las concentraciones y caudal de influente que definen la disponibilidad de sustrato, que por parámetros

como el SRT o la temperatura, de manera que, siempre y cuando la concentración de OD no sea un factor limitante, estas reacciones se mantendrán mientras haya sustrato disponible.

En el caso de la temperatura, un incremento de la misma suele llevar consigo un aumento de la actividad biológica (Ma *et al.*, 2013), ya que afecta a las constantes que describen estos procesos según una ecuación de tipo Arrhenius (Henze *et al.*, 1987). Así mismo, un incremento de la temperatura disminuye la viscosidad del fango activo, mejorando la transferencia tanto de sustrato como de OD y facilitando el contacto entre las especies involucradas en los procesos biológicos, de manera que las reacciones biológicas se dan en mayor medida (Gil *et al.*, 2010; Racault *et al.*, 2011). Por todo ello, cuando el sistema opera a bajas temperaturas, suele ser necesario incrementar la intensidad de la aireación para equilibrar la pérdida en las tasas de las reacciones biológicas (Amand *et al.*, 2013).

Sin embargo, al igual que en el caso de la concentración de TSS, se observa un incremento del OUR poco significativo en función de la temperatura, debido a que, como se ha comentado anteriormente, en el caso de las simulaciones llevadas a cabo en WEST, el valor de K_{La} se selecciona previamente y permanece fijo a lo largo de la simulación, de manera que la transferencia de oxígeno no se ve alterada en función de la concentración de TSS o de la viscosidad del fango activo. Por otro lado, el incremento del consumo de oxígeno necesario para llevar a cabo los procesos biológicos se ve compensado por la pérdida de biomasa activa, que es mayor cuanto mayor sea la temperatura (Henze *et al.*, 1987).

La figura 4.119 muestra los valores de S_s en el efluente, cuya eliminación es prácticamente completa en todos los casos, con independencia de los cambios en las condiciones de trabajo, ya que el rango de valores oscila entre 0,03 y 0,05 mg/L en la mayoría de las simulaciones. Esto confirma la versatilidad de los sistemas MBR para controlar la contaminación de tipo orgánico, obteniendo efluentes de elevada calidad, independientemente de las condiciones operacionales. De este modo, es posible asegurar la eliminación de la práctica totalidad de la materia

orgánica biodegradable trabajando a bajos SRT, bajos HRT e incluso a muy bajas temperaturas. La única variable a destacar es la concentración de X_S del influente, cuyo aumento implica un aumento en el valor de S_S del efluente, debido a que X_S se hidroliza en el sistema transformándose en S_S (Henze *et al.*, 1987).

Los resultados obtenidos demuestran que la eliminación de S_S es completa en todos los casos evaluados en este análisis de escenarios, incluso en aquellos casos en los que se simulan condiciones pico de los caudales de entrada o las concentraciones de materia orgánica en el influente, de tal manera que se pueden tomar decisiones sobre los valores de determinados parámetros operacionales y de diseño como el SRT, los volúmenes de los biorreactores o la demanda de aireación en función de la optimización de costes (van Nieuwenhuijzen *et al.*, 2008) o de otros procesos como la nitrificación (Guglielmi y Andreottola, 2011; Zhu *et al.*, 2013).

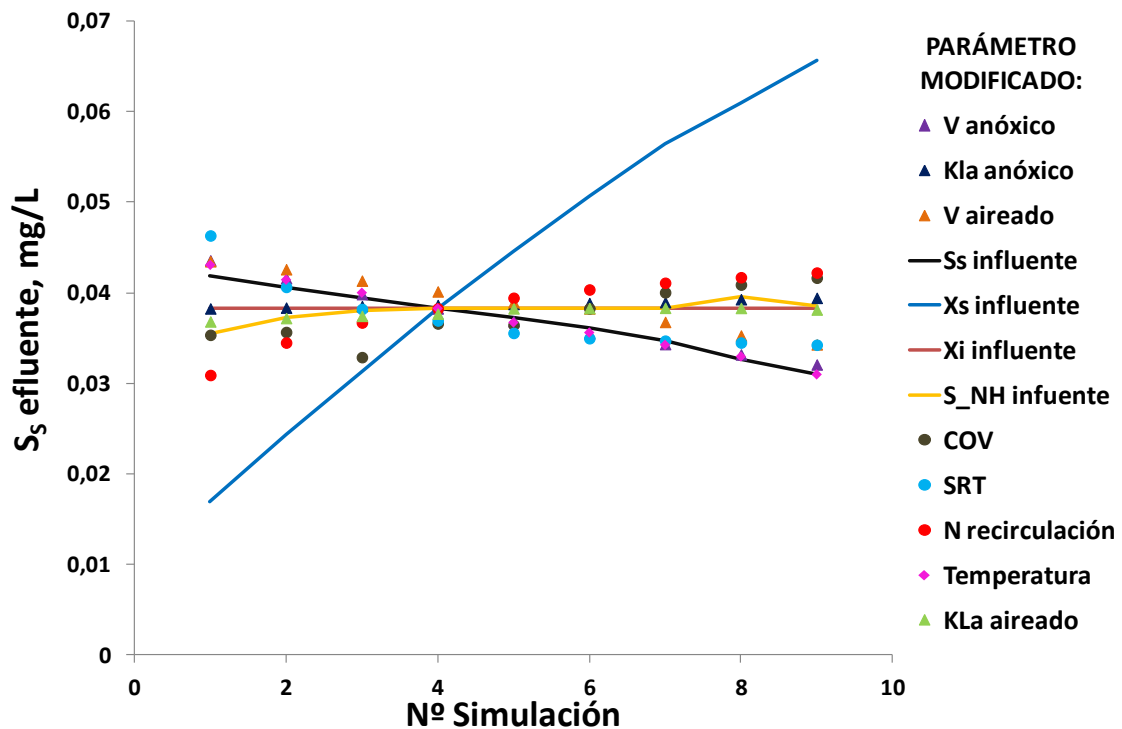


Figura 4.119. Concentración de S_S en el efluente bajo distintas condiciones de operación.

Los resultados de los compuestos nitrogenados del efluente (Figuras 4.120 y 4.121) ponen de manifiesto varios aspectos importantes relativos al diseño de la instalación.

En primer lugar, a la concentración de amonio en el efluente (Figura 4.120) le ocurre lo mismo que a la concentración de S_s , obteniéndose en todos los casos resultados muy bajos, entre 0,07 y 0,28 mg/L. Las connotaciones de estos resultados son principalmente económicas, ya que los rangos de K_La en el biorreactor evaluados en este estudio para simular aireación intermitente, corresponden a rangos de OD entre 0,0 y 0,1 mg/L para el caso de K_La iguales a 0 y 50 d⁻¹ y entre 3,0 y 5,0 mg/L para valores de K_La iguales a 0 y 200 d⁻¹. Según Kusiak y Wei (2013), los microorganismos requieren una concentración de OD mínima entre 0,1 y 0,3 mg/L para que tenga lugar la depuración biológica, ya que si la concentración de OD es demasiado baja, no será un ambiente estable para las bacterias y morirán debido a las condiciones anóxicas, mientras que si la concentración es demasiado elevada, además de un incremento en el coste del sistema, puede favorecerse el crecimiento de organismos indeseados que enmascaren el proceso biológico.

Por este motivo, seleccionar para el diseño del sistema valores que den lugar a concentraciones de OD elevadas implica un gasto energético excesivo e innecesario en vista de estos resultados, que indican que tanto la eliminación de materia orgánica como la nitrificación son prácticamente completas, incluso en aquellos casos en los que las concentraciones de OD son mínimas (Huyskens *et al.*, 2011).

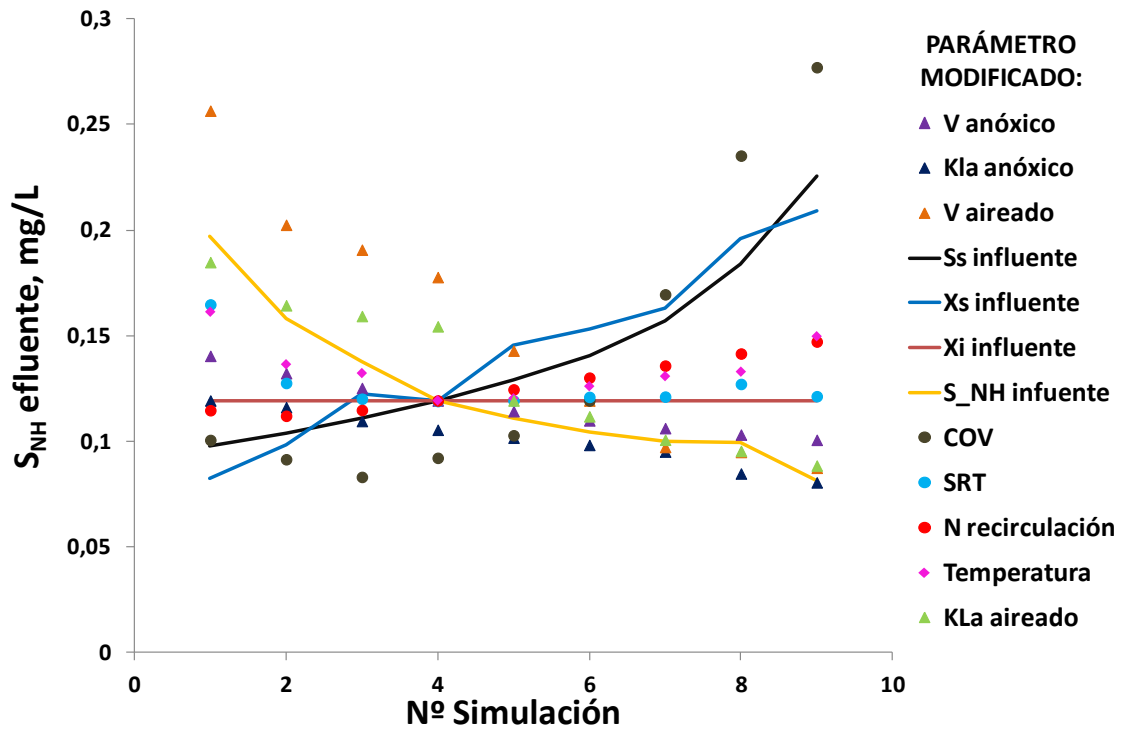


Figura 4.120. Concentración de S_{NH} en el efluente bajo distintas condiciones de operación.

La concentración de nitrato en el efluente indica que es el parámetro que mayor variabilidad ha mostrado durante el análisis de escenarios (Figura 4.121). Por un lado, la desnitrificación se ve favorecida por un aumento de la carga orgánica o de las fracciones biodegradables del influente, ya que en ausencia de oxígeno, este aumento supone un mayor consumo de nitrato mediante desnitrificación en el biorreactor anóxico. Del mismo modo, el aumento del K_{La} en el biorreactor anóxico inhibe este proceso, incrementando la presencia de nitrato no desnitrificado en el efluente.

Finalmente, tanto el incremento de la concentración de amonio en el influente como en el rango de K_{La} del biorreactor aireado incrementan la actividad nitrificante y, por lo tanto, la formación de nitrato en el sistema.

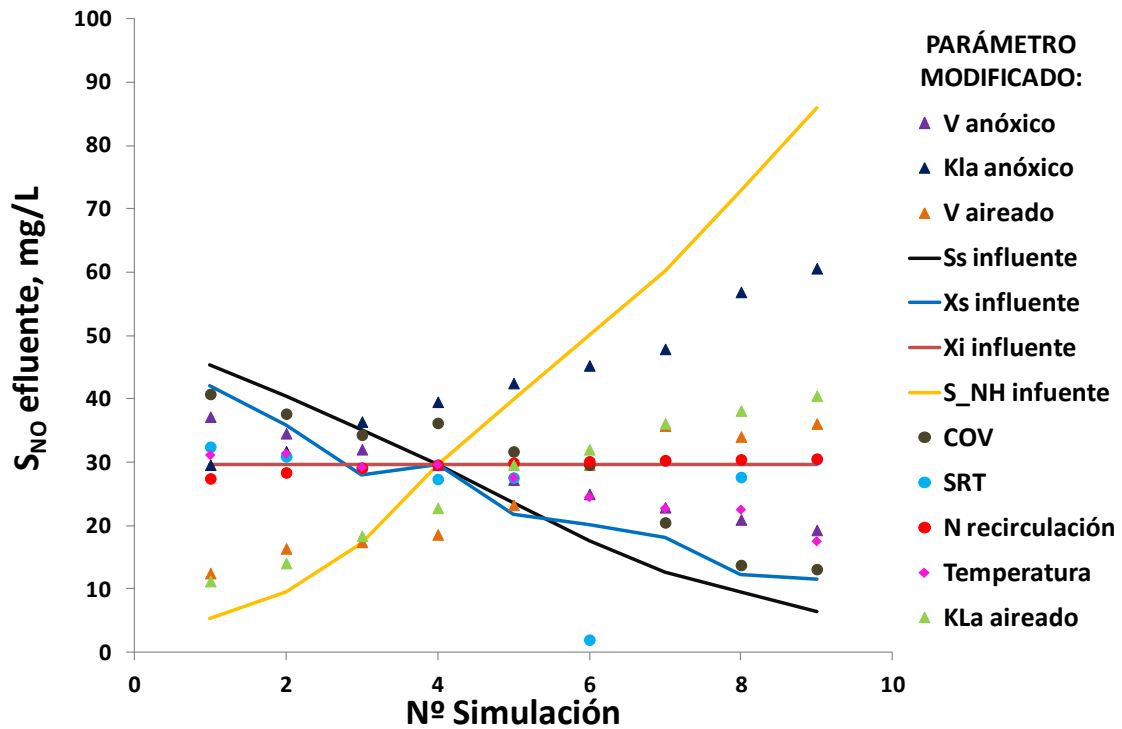


Figura 4.121. Concentración de S_{NO} en el efluente bajo distintas condiciones de operación.

En resumen, estos resultados demuestran cómo el análisis de una instalación experimental mediante simulaciones da lugar a conclusiones similares a aquellas obtenidas experimentalmente y permite analizar distintas alternativas de diseño o evaluar distintos escenarios sin tener que hacer frente al gasto que conlleva el estudio experimental del mismo en instalaciones a escala piloto o industrial ni alterar el funcionamiento normal del sistema.

Aunque un modelo no deja de ser una simplificación de la realidad y puede dar lugar a determinadas imprecisiones, este estudio demuestra que la ayuda que supone el modelado y simulación de sistemas experimentales a la hora de tomar decisiones o en el diseño y optimización de EDARs es innegable.

5. CONCLUSIONES

5. CONCLUSIONES

Tras el análisis sistemático de los resultados obtenidos y teniendo en cuenta los antecedentes bibliográficos que han sido consultados a lo largo del periodo de investigación, se han alcanzando las conclusiones que se detallan a continuación.

- La tecnología de membrana utilizada en un sistema MBR, membranas planas de MF o membranas de fibra hueca de UF, no afecta de manera significativa a la eficacia del proceso de depuración, ni al valor de los principales parámetros cinéticos y estequiométricos definidos en los modelos de fangos activos, de manera que pueden emplearse indistintamente en sistemas reales.
- Aunque las técnicas respirométricas inicialmente desarrolladas para sistemas convencionales de depuración de aguas residuales han sido utilizadas para sistemas MBR desde su origen, es necesario adaptarlas a sus características específicas, especialmente en relación al *t.t.e.*, muy inferior en el caso de fango procedente de sistemas MBR que trabajan a elevados SRTs.
- Los modelos de fangos activos se pueden implementar en herramientas numéricas como MATHEMATICA, que ha sido validada como una opción rápida y fácil de usar tanto para la simulación de los procesos biológicos que tienen lugar en sistemas MBR, como para la realización de análisis de sensibilidad locales.

- De los análisis de sensibilidad realizados para un sistema MBR se deduce que b_{H, O_2} , Y_H , $\mu_{H, max}$ y K_S se encuentran entre los parámetros con mayor influencia sobre las predicciones del modelo ASM3.
- Los parámetros más influyentes sobre las predicciones del modelo ASM3 no sólo se manifiestan por la sensibilidad a los parámetros propiamente dichos, sino también a los respectivos coeficientes de corrección por temperatura.
- Ni la duración de las simulaciones llevadas a cabo para el análisis de sensibilidad, ni las condiciones de temperatura o concentración de OD en el interior del biorreactor aireado muestran una influencia significativa sobre los resultados del análisis.
- La adecuada caracterización de las fracciones de DQO del influente mejora sustancialmente los resultados de las simulaciones y minimiza los esfuerzos necesarios para calibrar el modelo.
- Los métodos de caracterización del influente basados en técnicas respirométricas se ajustan mejor a la realidad, mientras que los métodos físico-químicos sobreestiman las fracciones biodegradables y subestiman las fracciones inertes.
- El mejor ajuste de los resultados de las simulaciones se obtiene cuando se lleva a cabo una caracterización horaria del influente durante la calibración, aunque las diferencias con respecto a los resultados obtenidos cuando se utilizan muestreos no intensivos, no es significativa.
- Para sistemas MBR, el SRT y la temperatura son las variables más influyentes sobre b_{H, O_2} e Y_H , cuyos valores aumentan cuando aumenta la temperatura y/o disminuye el SRT.

- La variabilidad de Y_H en función de las condiciones operacionales es mayor que en el caso de b_{H,O_2} .
- La calibración del modelo ASM3 para un sistema MBR precisa la adaptación de los valores por defecto de b_{H,O_2} , Y_H , $\mu_{H,max}$ y K_S , siendo adecuados los valores medios obtenidos mediante respirometría. Igualmente, precisa modificar K_O y $K_{A,O}$ para ajustar el OUR.
- El análisis de escenarios ha puesto de manifiesto que al aumentar la carga orgánica en sistemas MBR se incrementa el OUR, la concentración de TSS, biomasa autótrofa y heterótrofa, X_I y X_S . Además, se mejora la nitrificación y supone una reducción de la concentración de nitrato en el efluente.
- El incremento del SRT en sistemas MBR supone un incremento considerable de la concentración de TSS, biomasa autótrofa, heterótrofa y X_I , aunque no es relevante su efecto sobre X_S .
- En sistemas MBR, un aumento de la temperatura del fango activo supone un incremento tanto del crecimiento como del decaimiento de la biomasa, produciéndose un descenso neto de las concentraciones de biomasa, S_S y X_S en el fango activo.
- Un incremento del volumen del biorreactor aireado lleva consigo la disminución tanto del OUR como de las concentraciones de biomasa.
- Con independencia de las condiciones operacionales a las que trabaje un sistema MBR, tanto la materia orgánica como el amonio se eliminan prácticamente en su totalidad, incluso a bajas concentraciones de OD.

6. LÍNEAS DE TRABAJO FUTURAS

6. LÍNEAS DE TRABAJO FUTURAS

A continuación se proponen algunas líneas de trabajo que no han podido ser tratadas con suficiente profundidad durante la realización de esta tesis y en las que se puede seguir trabajando en el futuro para complementar los resultados de esta investigación.

- Evaluación experimental de parámetros del modelo relativos a la biomasa autótrofa bajo distintas condiciones de operación.
- Ampliación del modelo ASM3 implementado en MATHEMATICA para incluir procesos característicos de sistemas MBR como son la formación de SMP/EPS o un modelo de filtración.
- Utilización de MATHEMATICA para realizar análisis de sensibilidad de tipo global que permitan modificar varios parámetros de entrada a la vez en cada simulación (análisis tipo MonteCarlo).
- Ampliación del rango de condiciones operacionales evaluado en el análisis de escenarios con el fin de definir con precisión las condiciones óptimas de operación del sistema y analizar otras alternativas de diseño.
- Así mismo, para completar el estudio teórico de alternativas, es aconsejable realizar una evaluación de costes.

7. REFERENCIAS

7. REFERENCIAS

Ahmed, F. N. and Lan, C. Q. (2012). Treatment of landfill leachate using membrane bioreactors: A review. *Desalination* **287**, 41-54.

Al-Malack, M. H. (2006). Determination of biokinetic coefficients of an immersed membrane bioreactor. *Journal of Membrane Science* **271**, 47-58.

Amand, L., Olsson, G. and Carlsson, B. (2013). Aeration control – a review. *Water Science and Technology* **67(11)**, 2374-2398.

Anderson, E., Ginestet, P., Sperandio, M. and Paul, E. (2001). Influence of pre-treatments and recycled flows on the COD fractions of a wastewater: a case study. *Water Science and Technology* **43(11)**, 99-108.

Annaka, Y., Hamamoto, Y., Akatsu, M., Maruyama, K., Oota, S. and Murakami, T. (2006). Development of MBR with reduced operational and maintenance costs. *Water Science and Technology* **53(3)**, 53-60.

APHA, AWWA, and WEF (1998) Standard methods for the examination of water and wastewater. 18th ed. American Public Health Association. Washington, D.C.

Ardenn, E. and Lockett, W. T. (1914). Experiment on the oxidation of sewage without the aids of filters. *Journal Society Chemical Industry*, **33:523**.

Arévalo, J. (2011). Aplicación de biorreactores de membrana al agua residual urbana: consideraciones para la modificación de los parámetros de proceso. PHD Thesis. Universidad de Granada.

Arévalo, J., Garralón, G., Plaza, F., Moreno, B., Pérez, J. and Gómez, M.A. (2009). Wastewater reuse after treatment by tertiary ultrafiltration and membrane bioreactor (MBR): a comparative study. *Desalination* **243**, 32-41.

Arraj, A., Bohatier, J., Laveran, H., Traore, O. (2005). Comparison of bacteriophage and enteric virus removal in pilot scale activated sludge plants. *Journal of Applied Microbiology* **98**, 516–524.

Artan, N., Orhon, D. and Baykal, B. B. (1990). Implications of the task group model I. The effect of the initial substrate concentration. *Water Research* **24(10)**, 1259-1268.

Avcioglu, E., Orhon, D. and Sözen, S. (1998). A new method for the assesment of heterotrophic endogenous respiration rate under aerobic and anoxic conditions. *Water Science and Technology* **38 (8-9)**, 95-103.

AWWARF, LE, WRCSA. (1998). Tratamientos de agua por procesos de membrana. Principios, procesos y aplicaciones. Mc Graw-Hill. Madrid.

Baek, S.H., Jeon, S.K. and Pagilla, K. (2009). Mathematical modeling of aerobic membrane bioreactor (MBR) using activated sludge model No. 1 (ASM1). *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* **15**, 835-840.

Barillon, B., Martin Ruel, S., Langlais, C. and Lazarova, V. (2013). Energy efficiency in membrane bioreactors. *Water Science and Technology* **67(12)**, 2685-2691.

Barrena, R., D'Imporzano, G., Ponsá, S., Gea, T., Artola, A., Vázquez, F., Sánchez, A. and Adani, F. (2009). In search of a reliable technique for the determination of the biological stability of the organic matter in the mechanical-biological treated waste. *Journal of Hazardous Materials* **162**, 1065-1072.

Basaran, S.T., Aysel, M., Kurt, H., Ergal, I., Kumru, M., Akarsubas, A., Sözen, S. and Orhon, D. (2012). Removal of readily biodegradable substrate in superfast membrane bioreactor. *Journal of Membrane Science* **423-424**, 477-486.

Bekir-Ersu, C., Kee-Ong, S., Arslankaya, E. and Lee, Y. W. (2010). Impact of solids residence time on biological nutrient removal performance of membrane bioreactor. *Water Research* **44**, 3192-3202.

Belia, E., Amerlinck, Y., Benedetti, L., Johnson, B., Sin, G., Vanrolleghem, P. A., Gernaey, K. V., Gillot, S., Neumann, M. B., Rieger, L., Shaw, A. and Villez, K. (2009). Wastewater treatment modelling: dealing with uncertainties. *Water Science and Technology* **60(8)**, 1929-1941.

Boursier, H., Béline, F. and Paul, E. (2004). Activated Sludge Model No. 1 calibration for piggery wastewater treatment using respirometry. *Water Science and Technology* **49(5-6)**, 389-396.

Braak, E., Alliet, M., Schetrite, S. and Albasi, C. (2011). Aeration and hydrodynamics in submerged membrane bioreactors. *Journal of Membrane Science* **379**, 1- 18.

Bracklow, U., Manigas, L., Drews, A., Vocks, M., Barjenbruch, M. and Kraume, M. (2007). Impact of different recirculation schemes on nitrogen removal and overall performance of a laboratory scale MBR. *Water Science and Technology* **56(6)**, 115-124.

Brands, E., Liebeskind, M. and Dohmann, M. (1994). Parameters for dynamic simulation of wastewater treatment plants with high rate and low-rate activated sludge tanks. *Water Science and Technology* **30(4)**, 211-214.

Brouwer, H., Klapwijk, A. and Keesman, K. J. (1998). Identification of activated sludge and wastewater characteristics using respirometric batch experiments. *Water Research* **32(4)**, 1240-1254.

Brown, K., Ghoshdastidar, A. J., Hanmore, J., Frazee, J. and Tong, A. Z. (2013). Membrane bioreactor technology: A novel approach to the treatment of compost leachate. *Waste Management* **(in press)**.

Brun, R., Kuhni, M., Siegrist, H., Gujer, W. and Reichert, P. (2002). Practical identifiability of ASM2d parameters – systematic selection and tuning of parameter subsets. *Water Research* **36**, 4113-4127.

Cech, J.S., Chudoba, J. and Grau, P. (1984). Determination of kinetic constants of activated sludge microorganisms. *Water Science and Technology* **17**, 259-272.

Cervantes, F.J., Pavlostathis, S.G. and van Haandel, A.C. (2006). Advanced biological treatment processes for industrial wastewaters. Principles and Applications. *IWA Publishing*, London (UK).

Chaize, S. and Huyard, A. (1991). Membrane bioreactors on domestic wastewater treatment sludge production and modeling approach. *Water Science and Technology* **23**, 1591-1600.

Chen, Z.-B., Hu, D.-X., Ren, N.-Q., Tian, Y. and Zhang, Z.-P. (2009). Biological COD reduction and inorganic suspended solids accumulation in a pilot-scale membrane

bioreactor for traditional Chinese medicine wastewater treatment. *Chemical Engineering Journal* **155**, 115–122.

Chen, L., Tian, Y., Cao, C., Zhang, S. and Zhang, S. (2012). Sensitivity and uncertainty analyses of an extended ASM3-SMP model describing membrane bioreactor operation. *Journal of Membrane Science* **389**, 99–109.

Chiellini, C., Munz, G., Petroni, G., Lubello, C., Mori, G., Verni, F. and Vannini, C. (2013). Characterization and comparison of bacterial communities selected in conventional activated sludge and membrane bioreactor pilot plants: A focus on Nitrospira and Planctomycetes Bacterial Phyla. *Current Microbiology* **67**, 77-90.

Cho, J. W., Ahn, K. H., Lee, Y. H., Lim, B. R. and Kim, J. Y. (2004). Investigation of biological and fouling characteristics of submerged membrane bioreactor process for wastewater treatment by model sensitivity analysis. *Water Science and Technology* **49(2)**, 245–254.

Choi, H., Zhang, K., Dionysiou, D. D., Oerther, D. B. and Sorial, G. A. (2005). Influence of cross-flow velocity on membrane performance during filtration of biological suspension. *Journal of Membrane Science* **248**, 189-199.

Chu, C. P., Lee, D. J., Chang, B.-V. and Liao, C. S. (2001). Using ATP bioluminescence technique for monitoring microbial activity in sludge. *Biotechnology and Bioengineering* **75(4)**, 469-474.

Chudoba, J. (1985). Inhibitory effect of refractory organic compounds produced by activated sludge micro-organisms on microbial activity and flocculation. *Water Research* **19(2)**, 197-200.

Cierkens, K., Plano, S., Benedetti, L., Weijers, S., De Jonge, J. and Nopens, I. (2012). Impact of influent data frequency and model structure on the quality of WWTP model calibration and uncertainty. *Water Science and Technology* **65(2)**, 233-242.

Coen, F., Petersen, B., Vanrolleghem, P. A., Vanderhaegen, B. and Henze, M. (1998). Model-based characterization of hydraulic, kinetic and influent properties of an industrial WWTP. *Water Science and Technology* **37(12)**, 317-326.

Cokgor E. U., Insel, G., Aydin, E. and Orhon, D. (2009). Respirometric evaluation of a mixture of organic chemicals with different biodegradation kinetics. *Journal of Hazardous Materials* **161(1)**, 35-41.

Copp, J. B., Spanjers, H. and Vanrolleghem, P. A. (2002). Respirometry in control of the activated sludge process: Benchmarking control strategies. Scientific and Technical Report No. 11. International Association on Water Quality.

Corominas, L., Sin, G., Puig, S., Balaguer, M.D., Vanrolleghem, P.A., Colprim, J. (2011). Modified calibration protocol evaluated in a model-based testing of SBR flexibility. *Bioprocesses and Biosystems Engineering* **34**, 205-214.

Cronje, G. L., Beeharry, A. O., Wentzel, M. C. and Ekama, G. A. (2002). Active biomass in activated sludge mixed liquor. *Water Research* **36**, 439-444.

Dalmau, M., Rodriguez-Roda, I., Ayesa, E., Odriozola, J., Sancho, L. and Comas, J. (2013). Development of a decision tree for the integrated operation of nutrient removal MBRs based on simulation studies and expert knowledge. *Chemical Engineering Journal* **217**, 174-184.

De Luca, G., Sacchetti, R., Leoni, E. and Zanetti, F. (2013). Removal of indicator bacteriophages from municipal wastewater by a full-scale membrane bioreactor and a

conventional activated sludge process: Implications to water reuse. *Bioresource Technology* **129**, 526–531.

Delrue, F., Racault, Y., Choubert, J.M. and Sperandio, M. (2008). Modelling a full scale Membrane Bioreactor using Activated Sludge Model No. 1: challenges and solutions. *IWA Regional Conference: Membrane Technologies in Water and Wastewater Treatment*. 2-4 Junio 2008, Moscú, Rusia.

Delrue, F., Choubert, J. M., Stricker, A. E., Spérandio, M., Mietton-Peuchot, M. and Racault, Y. (2010). Modelling a full scale Membrane Bioreactor using Activated Sludge Model No.1: Challenges and solutions. *Water Science and Technology* **62(10)**, 2205-2217.

Di Bella, G., Mannina, G. and Viviani, G. (2008). An integrated model for physical-biological wastewater organic removal in a submerged membrane bioreactor: Model development and parameter estimation. *Journal of Membrane Science* **322**, 1–12.

Dircks, K., Pind, P. F., Mosbæk, H. and Henze, M. (1999). Yield determination by respirometry – the possible influence of storage under aerobic conditions in activated sludge. *Water SA* **25**, 69–74.

Di Trapani, D., Mannina, G., Torregrossa, M. and Viviani, G. (2010). Quantification of kinetic parameters for heterotrophic bacteria via respirometry in a hybrid reactor. *Water Science and Technology* **61(7)**, 1757-1766.

Dold, P. L., Ekama, G. A. and Marais, G. v. R. (1980). A general model for the activated sludge process. *Progress in Water Technology*, **12:47**.

Donoso-Bravo, A., Mailier, J., Ruiz-Filippi, G. and Wouwer, A. V. (2013). Identification in an anaerobic batch system: global sensitivity analysis, multi-start strategy and optimization criterion selection. *Bioprocess Biosystems Engineering* **36**, 35–43.

Drews, A. and Kraume, M. (2005). Process improvement by application of membrane bioreactors. *Chemical Engineering Research and Design* **83(A3)**, 276-284.

Eckenfelder, W. W. and Grau, P. (1992). Activated sludge process design and control: theory and practice. Technomic Publishing Company.

Eckenfelder, W. W. y Musterman, J. L. (1995). Activated Sludge Treatment of Industrial Wastewater. Technomic Publ. Co., Lancaster, USA.

Eckhoff, D. W. and Jenkins, D. (1967). Activated sludge systems. Kinetics of the steady and transient states. SERL Report **67-12**, University of California, Berkeley.

Ekama, G.A., Dold, P. and Marais, G.v.R. (1986). Procedures for determining COD fractions and the maximum specific growth rate of heterotrophs in activated sludge systems. *Water Science and Technology* **18(6)**, 91-114.

Ekama, G. A. and Marais, G. v. R. (1984). Carbonaceous material removal in *Theory, Design and Operation of Nutrient Removal Activated Sludge Process*. Chapter 4. Pretoria, South Africa: Water Research Commission.

Ekama, G. A., Wentzel, M. C. and Sotemann, S. W. (2006). Tracking influent inorganic suspended solids through wastewater treatment plants. *Water Science and Technology* **54(8)**, 101–109.

Ekama, G.A. and Wentzel, M.C. (2008). Biological Wastewater Treatment: Principles, Modelling and Design. IWA Publishing, London, UK, 53–86.

Eldyasti, A., Nakhla, G. and Zhu, J. (2012). Development of a calibration protocol and identification of the most sensitive parameters for the particulate biofilm models used in biological wastewater treatment. *Bioresource Technology* **111**, 111-121.

Esparza-Soto, M. and Westerhoff, P. (2003). Biosorption of humic and fulvic acids to live activated sludge biomass. *Water Research* **37**, 2301-2310.

Fan, J., Vanrolleghem, P.A., Lu, S. And Qiu, Z. (2012). Modification of the kinetics for modeling substrate storage and biomass growth mechanism in activated sludge system under aerobic condition. *Chemical Engineering Science* **78**, 75-81.

Fall, C., Loaiza-Navia, J. and Esparza-Soto, M. (2009). Full activated sludge model no. 1 calibration experience at a medium-size WWTP in Mexico. *Water Science and Technology* **60(12)**, 3069-3082.

Fall, C., Flores, N. A., Espinoza, M. A., Vazquez, G., Loaiza-Návia, J., van Loosdrecht, M. C. M. And Hooijmans, C. M. (2011). Divergence Between Respirometry and Physicochemical Methods in the Fractionation of the Chemical Oxygen Demand in Municipal Wastewater. *Water Environment Research* **83(2)**, 162-172.

Fenu, A., Guglielmi, G., Jimenez, J., Spèrandio, M., Saroj, D., Lesjean, B., Brepols, C., Thoeye, C. and Nopens, I. (2010). Activated sludge model (ASM) based modeling of membrane bioreactor (MBR) processes: A critical review with special regard to MBR specificities. *Water Research* **44**, 4272-4294.

Fenu, A., Roels, J., Wambecq, T., De Gussem, K., Thoeye, C., De Gueldre, G. and Van De Steene, B. (2010). Energy audit of a full scale MBR system. *Desalination* **262**, 121-128.

Fernández-Fontaina, E., Pinho, I., Carballa, M., Omil, F. and Lema, J. M. (2013). Biodegradation kinetic constants and sorption coefficients of micropollutants in membrane bioreactors. *Biodegradation* **24**, 165-177.

Ferraris, M., Innella, C. and Spagni, A. (2009). Start-up of a pilot-scale membrane bioreactor to treat municipal wastewater. *Desalination* **237**, 190-213.

Ferrer, J., Seco, A., Serralta, J., Ribes, J., Manga, J., Asensi, E., Morenilla, J.J. and Llavador, F. (2008). DESASS: A software tool for designing, simulating and optimising WWTPs. *Environmental Modelling and Software* **23**, 19-26.

Flores-Alsina, X., Rodriguez-Roda, I., Sin, G. and Gernaey, K. V. (2009). Uncertainty and sensitivity analysis of control strategies using the Benchmark Simulation Model No.1 (BSM1). *Water Science and Technology* **59(3)**, 491-499.

Flores-Alsina, X., Corominas, L., Neumann, M.B. and Vanrolleghem, P.A. (2012). Assessing the use of activated sludge process design guidelines in wastewater treatment plant projects: A methodology based on global sensitivity analysis. *Environmental Modelling and Software* **38**, 50-58.

Francy, D. S., Stelzer, E. A., Bushon, R. N., Brady, A. M., Williston, A. G., Riddell, K. R., Borchardt, M. A., Spencer, S. K., Gellner, T. M. (2012). Comparative effectiveness of membrane bioreactor, conventional secondary treatment, and chlorine and UV disinfection to remove microorganisms from municipal wastewater. *Water Research* **46**, 4164-4178.

Galinha, C.F., Guglielmi, G., Carvalho, G., Portugal, C.A.M., Crespo, J.G. and Reis, M.A.M. (2013). Development of a hybrid model strategy for monitoring membrane bioreactors. *Journal of Biotechnology* **164**, 386-395.

Gall, B. (1999). Review of activated sludge modelling. TAPPI International Environmental Conference and Exhibit 18-21 April 1999. Nashville, TN, USA

Galleguillos, M., Keffala, C. and Vassel, J. L. (2011). Simulation of a membrane bioreactor pilot treating old landfill leachates with activated sludge model No. 1 and No. 3, *Environmental Technology* **32:16**, 1955-1965.

García-Usach, F., Ribes, J., Ferrer, J. and Seco, A. (2010). Calibration of denitrifying activity of polyphosphate accumulating organisms in an extended ASM2d model. *Water Research* **44**, 5284-5297.

Garrett, M. T. Jr. and Sawyer, C. N. (1952). Kinetics of removal of soluble BOD by activated sludge. *Proceedings 7th Industrial Waste Conference*. Purdue University, 57-77.

Gatti, M. N., García-Usach, F., Seco, A. and Ferrer, J. (2010). Wastewater COD characterization: analysis of respirometric and physical-chemical methods for determining biodegradable organic matter fractions. *Journal of Chemical Technology and Biotechnology* **85**, 536-544.

Gernaey, K. V., van Loosdrecht, M. C. M., Henze, M., Lind, M. and Jørgensen, S. B. (2004). Activated sludge wastewater treatment plant modelling and simulation: state of the art. *Environmental Modelling and Software* **19**, 763-783.

Gil, J. A., Túa, L., Rueda, A., Montaña, B., Rodríguez, M. and Prats, D. (2010). Monitoring and analysis of the energy cost of an MBR. *Desalination* **250**, 997-1001.

Gillot, S. and Choubert, J. M. (2010). Biodegradable organic matter in domestic wastewaters: comparison of selected fractionation techniques. *Water Science and Technology* **62(3)**, 630-639.

Ginestet, P., Maisonnier, A. and Spérandio, M. (2002). Wastewater COD characterization: biodegradability of physic-chemical fractions. *Water Science and Technology* **45(6)**, 89-97.

Gómez-Silván, C., Arévalo, J., Pérez, J., González-López, J. and Rodelas, B. (2013). Linking hydrolytic activities to variables influencing a submerged membrane bioreactor (MBR) treating urban wastewater under real operating conditions. *Water Research* **47**, 66-78.

Gong, L., Jun, L., Yang, Q., Wang, S., Ma, B. and Peng, Y. (2012). Biomass characteristics and simultaneous nitrification–denitrification under long sludge retention time in an integrated reactor treating rural domestic sewage. *Bioresource Technology* **119**, 277–284.

Grau, P., Copp, J., Vanrolleghem, P. A., Takacs, I. and Ayesa, E. (2009). A comparative analysis of different approaches for integrated WWTP modelling. *Water Science and Technology* **59(1)**, 141-147.

Guglielmi, G., Andreottola, G., Foladori, P. and Zigliio, G. (2009). Membrane bioreactors for winery wastewater treatment: case-studies at full scale. *Water Science and Technology* **60(5)**, 1201-1207.

Guglielmi, G. and Andreottola, G. (2011). Alternate anoxic/aerobic operation for nitrogen removal in a membrane bioreactor for municipal wastewater treatment. *Water Science and Technology* **64(8)**, 1730-1735.

Guisasola, A., Sin, G., Baeza, J. A., Carrera, J. and Vanrolleghem, P. A. (2005). Limitations of ASM1 and ASM3: a comparison based on batch oxygen uptake rate profiles from different full-scale wastewater treatment plants. *Water Science and Technology* **52(10)**, 69-77.

Gujer, W., Henze, M., Mino, T. and Van Loosdrecht, M. (1999). Activated Sludge Model No. 3. *Water Science Technology* **39(1)**, 183-193.

Haaker, M. P. R. and Verheijen, P. J. T. (2004). Local and global sensitivity analysis for a reactor design with parameter uncertainty. *Chemical Engineering Research and Design* **82(A5)**, 591-598.

Hao, X. D., Wang, Q. L., Zhu, J. Y. and Van Loosdrecht, M. C. M. (2010). Microbiological Endogenous Processes in Biological Wastewater Treatment Systems. *Critical Reviews in Environmental Science and Technology* **40(3)**, 239-265.

Hardt, F.W., Clesceri, L.S., Nemerov, N.L. and Washington, D.R. (1970). Solid separation by ultrafiltration for concentrated activate sludge. *J. Water pollution Conf. Fed.* **42**, 2135-2148.

Hauduc, H., Héduit, A., Gillot, S., Rieger, L., Vanrolleghem, P.A. and Takács, I. (2010). A sistematic approach for model verification: application on seven published activated sludge models. *Water Science and Technology* **61(4)**, 825-839.

Hauduc, H., Rieger, L., Ohtsuki, T., Shaw, A., Takacs, I., Winkler, S., Heduit, A., Vanrolleghem, P. A. and Gillot, S. (2011). Activated sludge modelling: development and potential use of a practical applications database. *Water Science and Technology* **63(10)**, 2164-2182.

Hauduc, H., Rieger, L., Oehmen, A., van Loosdrecht, M.C.M., Comeau, Y., Heduit, A., Vanrolleghem, P. A. and Gillot, S. (2013). Critical review of activated sludge modeling: State of Process Knowledge, modeling concepts and limitations. *Biotechnology and Bioengineering* **110(1)**, 24-46.

Hedegard, M. and Wik, T. (2011). An online method for estimation of degradable substrate and biomass in an aerated activated sludge process. *Water Research* **45**, 6308-6320.

Henze, M. (1992). Characterization of wastewater for modeling of activated sludge processes. *Water Science and Technology* **25(6)**, 1-15.

Henze, M., Grady, C.P.L. Jr., Gujer, W., Marais, G.v.R. and Matsuo, T. (1987). Activated Sludge Model No. 1. *Scientific and technical report No. 1*. IAWPRC.

Henze, M., Gujer, W., Mino, T., Matsuo, T., Wentzel, M.C. and Marais, G.v.R. (1995). Activated Sludge Model No. 2. *Scientific and technical report No. 3*. IAWQ.

Henze, M., Gujer, W., Mino, T., Matsuo, T., Wentzel, M.C., Marais, G.v.R. and Van Loosdrecht, M. C. M. (1995). Activated Sludge Model No. 2d, ASM2d. *Water Science and Technology* **39(1)**, 165-182.

Henze, M., Gujer, W., Mino, T. and Van Loosdrecht, M. C. M. (2000). Activated Sludge Models ASM1, ASM2, ASM2d and ASM3. *IWA Scientific and Technical Reprt No. 9*. London (UK).

Hocaoglu, S.M., Insel, G., Ubay Cokgor, E. And Orhon, D. (2011). Effect of low dissolved oxygen on simultaneous nitrification and denitrification in a membrane bioreactor treating black water. *Bioresource Technology* **102**, 4333-4340.

Hocaoglu, S. M., Atasoy, E., Baban, A. and Orhon, D. (2013). Modeling biodegradation characteristics of grey water in membrane bioreactor. *Journal of Membrane Science* **429**, 139-146.

Hocaoglu, S. M., Atasoy, E., Baban, A., Insel, G. and Orhon, D. (2013). Nitrogen removal performance of intermittently aerated membrane bioreactor treating black water. *Environmental Technology* **34(19)**, 2717-2725.

Hofer, E. (1999). Sensitivity analysis in the context of uncertainty analysis for computationally intensive models. *Computer Physics Communications* **117**, 21-34.

Hong, S. P., Bae, T. H., Tak, T. M., Hong, S. and Randall, A. (2002). Fouling control in activated sludge submerged hollow fiber membrane bioreactors. *Desalination* **143**, 219-228.

Hoque, M.A., Aravinthan, V. and Pradhan, N.M. (2009). Assessment on activated sludge models for acetate biodegradation under aerobic conditions. *Water Science and Technology* **60**, 983-994.

Huang, X., Gui, P. and Qian, Y. (2001). Effect of sludge retention time on microbial behaviour in a submerged membrane bioreactor. *Process Biochemistry* **36(10)**, 1001-1006.

Huyskens, C., Brauns, E., Van Hoof, E., Diels, L. and De Wever, H. (2011). Validation of a supervisory control system for energy savings in membrane bioreactors. *Water Research* **45**, 1443-1453.

Hulsbeek, J. J. W., Kruit, J., Roeleveld, P. J. and van Loosdrecht, M. C. M. (2002). A practical protocol for dynamic modelling of activated sludge systems. *Water Science and Technology* **45(6)**, 127-136.

Icon (2008). The 2009-2014 world outlook for membrane bioreactor (MBR) systems for wastewater treatment. Icon Group Publications.

Insel, G., Yavasbay, A., Ozcan, O. and Cokgor, E. U. (2012). Modeling of simultaneous growth and storage kinetics variation under unsteady feast conditions for aerobic heterotrophic biomass. *Bioprocess and Biosystems Engineering* **35**, 1445-1454.

Ismail, A., Wentzel, M. C. and Bux, F. (2007). Using respirometric techniques and fluorescent in situ hybridization to evaluate the heterotrophic active biomass in activated sludge. *Biotechnology and Bioengineering* **98(3)**, 561-568.

Jeppsson, U. (1996). Modelling aspects of wastewater treatment processes. Lund University, Lund, Sweden.

Jiang, T., Liu, X., Kennedy, M.D., Schippers, J.C. and Vanrolleghem, P.A. (2005). Calibrating a side-stream membrane bioreactor using Activated Sludge Model No.1. *Water Science and Technology* **52(10-11)**, 359-367.

Jiang, T., Sin, G., Spanjers, H., Nopens, I., Kennedy, M.D., van der Meer, W., Futselaar, H., Amy, G. and Vanrolleghem, P.A. (2009). Comparison of the modeling approach between membrane bioreactor and conventional activated sludge processes. *Water Environment Research* **81(4)**, 432-440.

Jiménez, J., Grelier, P., Meinhold, J. and Tazi-Pain, A. (2008). Biological modelling of MBR and impact of primary sedimentation. MIDW-EDS conference, Toulouse, 20-22 October 2008.

Judd, S. (2006). The MBR book. Principles and Applications of Membrana Bioreactors in Water and Wastewater Treatment. *Ed. Elsevier*.

Judd, S. (2011). The MBR book. Principles and applications of membrane bioreactors in water and wastewater treatment. Elsevier Ltd. Oxford. 2nd Edition.

Kappeler, J. and Gujer, W. (1992). Estimation of kinetic parameters of heterotrophic biomass under aerobic conditions and characterization of wastewater for activated sludge modelling. *Water Science and Technology* **25(6)**, 125-139.

Karahan-Gül, Ö., van Loosdrecht, M.C.M. and Orhon, D. (2003). Modification of Activated Sludge Model No.3 considering direct growth on primary substrate. *Water Science and Technology* **47(11)**, 219-225.

Kent, F.C., Citulski, J. and Farahbakhsh, K. (2011). Water reclamation using membranes: Permeate water quality comparison of MBR and tertiary membrane filtration. *Desalination* **274**, 237-245.

Kevin, A., McLean, P. and McAuley, K.B. (2012). Mathematical modelling of chemical processes – obtaining the best model predictions and parameter estimates using identifiability and estimability procedures. *The Canadian Journal of Chemical Engineering* **90**, 351-366.

Keesman, K.J., Spanjers, H. and van Straten, G. (1998). Analysis of endogenous process behaviour. *Water Science and Technology* **37(12)**, 227-235.

Khan, S. J., Parveen, F., Ahmad, A., Hashmi, I. and Hankins, N. (2013). Performance evaluation and bacterial characterization of membrane bioreactors. *Bioresource Technology* **141**, 2-7.

Khursheed, A. and Kazmi, A. A. (2011). Retrospective of ecological approaches to excess sludge reduction. *Water Research* **45**, 4287-4310.

Kim, J. S., Lee, C. H. and Chang, I. S. (2001). Effect of pump shear on the performance of a crossflow membrane bioreactor. *Water Research* **35(9)**, 2137-2144.

Kim, Y. S., Kim, M. H. and Yoo, C. K. (2010). A new statistical framework for parameter subset selection and optimal parameter estimation in the activated sludge model. *Journal of Hazardous Materials* **183(1-3)**, 441-447.

Kimura, S. (1991). Japan's aqua Renaissance'90 project. *Water Science and Technology* **23**, 1573-1582.

Knerr, H., Rechenburg, A., Kistemann, T. and Schmitt, T. G. (2011). Performance of a MBR for the treatment of backwater. *Water Science and Technology* **63(6)**, 1247-1254.

Koch, G., Kühni, M., Gujer, W. and Siegrist, H. (2000). Calibration and Validation of Activated Sludge Model No. 3 for swiss municipal wastewater. *Water Research* **34(14)**, 3580-3590.

Koo, C. H., Mohammad, A. W., Sujá, F. And Talib, M. Z. M. (2012). Review of the effect of selected physicochemical factors on membrane fouling propensity based on fouling indices. *Desalination* **287**, 167-177.

Krzeminski, P., van der Graaf, J. H. J. M. and van Lier, J. B. (2012). Specific energy consumption of membrane bioreactor (MBR) for sewage treatment. *Water Science and Technology* **65(2)**, 380-392.

Kurian, R., Nakhla, G. and Bassi, A. (2006). Biodegradation kinetics of high strength oily pet food wastewater in a membrane-coupled bioreactor (MBR). *Chemosphere* **65**, 1204-1211.

Kusiak, A. and Wei, X. (2013). Optimization of the Activated Sludge Process. *Journal of Energy Engineering* **139(1)**, 12-17.

Laera, G., Pollice, A., Saturno, D., Giordano, C. and Sandulli, R. (2009). Influence of sludge retention time on biomass characteristics and cleaning requirements in a membrane bioreactor for municipal wastewater treatment. *Journal of Membrane Science* **317**, 65–70.

Langergraber, G., Rieger, L., Winkler, S., Alex, J., Wiese, J., Owerdieck, C., Ahnert, M., Simon, J. And Maurer, M. (2004). A guideline for simulation studies of wastewater treatment plants. *Water Science and Technology* **50(7)**, 131-138.

LaPara, T. M., Klatt, C. G. And Chen, R. (2006). Adaptations in bacterial catabolic enzyme activity and community structure in membrane-coupled bioreactors fed simple synthetic wastewater. *Journal of Biotechnology* **121**, 368-380.

Lawrence, A. W. and McCarty, P. L. (1970). Unified basis for biological treatment design and operation. *Journal Sanitary Engineering Division, ASCE* **96**, 757-778.

Lazarova, V., Ruel, S. M., Barillon, B. and Dauthille, P. (2012). The role of MBR technology for the improvement of environmental footprint of wastewater treatment. *Water Science and Technology* **66(10)**, 2056-2064.

Le-Clech, P., Chen V. and Fane T. A. G. (2006). Fouling in membrane bioreactors used in wastewater treatment. *Journal of Membrane Science* **284**, 17-53.

Le-Clech, P. (2010). Membrane biorreactors and their uses in wastewater treatments. *Applied Microbiology and Biotechnology* **88**, 1253-1260.

Lee, W. Y., Kim, M. H. and Yoo, C. K. (2008). The model calibration protocol for parameter estimation of Activated Sludge Model. *International Conference on Control, Automation and Systems*. Seoul (Korea).

Lesjean, B. and Huisjes, E.H. (2008). Survey of the European MBR market: trends and perspectives. *Desalination* **231**, 71–81.

Lesouef, A., Payraudeau, M., Rogalla, F. and Kleiber, B. (1992). Optimizing nitrogen removal reactor configurations by on-site calibration of the IAWPRC activated sludge model. *Water Science and Technology* **25(6)**, 105-123.

Levine, A. D., Tchobanoglous, G. and Asano, T. (1985). Characterization of the size distribution of contaminants in wastewater: treatment and reuse implications. *Journal WPCF* **57(7)**, 805-816.

Li, Z., Tian, Y., Ding, Y. and Lu, Y. (2013). Systematic analysis of biomass characteristics associated membrane fouling during start-up of a hybrid membrane bioreactor using worm reactor for sludge reduction. *Bioresource Technology* **136**, 155–162.

Liu, X., Xiu, Y. and Chen, Y. (2012). A study on a submerged membrane bioreactor for municipal wastewater treatment. *Advanced Materials Research* **531**, 415-418.

Liwarska-Bizukojc, E. and Biernacki, R. (2010). Identification of the most sensitive parameters in the activated sludge model implemented in BioWin software. *Bioresource Technology* **101**, 7278-7285.

Liwarska-Bizukojc, E., Olejnik, D., Biernacki, R. and Ledakowicz, S. (2011). Calibration of a complex activated sludge model for the full-scale wastewater treatment plant. *Bioprocess Biosystems Engineering* **34**, 659–670.

Low, E. W. and Chase, H. A. (1998). The effect of maintenance energy requirements on biomass production during wastewater treatment. *Water Research* **33(3)**, 847-853.

Lu, S.G., Imai, T., Ukita, M., Sekine, M., Higuchi, T. and Fukagawa, M. (2001). A model for membrane bioreactor process based on the concept of formation and degradation of soluble microbial products. *Water Research* **35(8)**, 2038–2048.

Lu, S.G., Imai, T., Ukita, M., Sekine, M. and Higuchi, T. (2002). Modeling prediction of membrane bioreactor process with the concept of soluble microbial product. *Water Science and Technology* **46(11-12)**, 63-70.

Lu, P., Zhang, X. and Zhang, D. (2010). An integrated system for wastewater COD characterization and a case study. *Water Science and Technology* **62(4)**, 866-874.

Lubello, C., Caffaz, S., Mangini, L., Santianni, D. and Caretti, C. (2007). MBR pilot plant for textile wastewater treatment and reuse. *Water Science and Technology* **55(10)**, 115-124.

Ma, Z., Wen, X., Zhao, F., Xia, Y., Huang, X., Waite, D. and Guan, J. (2013). Effect of temperature variation on membrane fouling and microbial community structure in membrane bioreactor. *Bioresource Technology* **133**, 462–468.

Machado, V. C., Tapia, G., Gabriel, D., Lafuente, J. and Baeza, J. A. (2009). Systematic identifiability study based on the Fisher Information Matrix for reducing the number of parameters calibration of an activated sludge model. *Environmental Modelling and Software* **24**, 1274–1284.

Majewsky, M., Gallé, T., Yargeau, V. and Fischer, K. (2011). Active heterotrophic biomass and sludge retention time (SRT) as determining factors for biodegradation kinetics of pharmaceuticals in activated sludge. *Bioresource Technology* **102**, 7415–7421.

Malamis, S., Andreadakis, A., Mamais, D. and Noutsopoulos, C. (2011). Investigation of long-term operation and biomass activity in a membrane bioreactor system. *Water Science and Technology* **63(9)**, 1906-1912.

Mannina, G., Di Bella, G. and Viviani, G. (2011). An integrated model for biological and physical process simulation in membrane bioreactors (MBRs). *Journal of Membrane Science* **376**, 56-69.

Marais, G. v. R. (1974). Faecal bacterial kinetics in stabilization ponds. *Journal American Society Civil Engineers (ASCE)*, Env. Engng. Div. 100(EE1): 119-139.

Marti, E., Monclus, H., Jofre, J., Rodriguez-Roda, I., Comas, J., and Balcazar, J. L. (2011). Removal of microbial indicators from municipal wastewater by a membrane bioreactor (MBR). *Bioresource Technology* **102**, 5004-5009.

Martin, C. and Ayesa, E. (2010). An integrated MonteCarlo methodology for the calibration of water quality models. *Ecological Modelling* **221**, 2656-2667.

Masse, A., Sperandio, M. and Cabassud, C. (2006). Comparison of sludge characteristics and performance of a submerged membrane bioreactor and an activated sludge process at high solids retention time. *Water Research* **40**, 2405-2415.

McCabe, J. (1963). Mathematical formulation of the biological oxidation process. *Advances in Biological Waste Treatment*. New York, Pergamon Press, 265-276.

McKinney, R. E. (1962). The Activated Sludge Process Today. *Water and Waste Treatment*, p. 135.

McRae, G.J., Rlden, J.W. and Seinfeld, J.H. (1982). Global sensitivity analysis. A computational implementation of the Fourier Amplitude Sensitivity Test (FAST). *Computers and Chemical Engineering* **6(1)**, 15-25.

Melcer, H., Dold, P.L., Jones, R.M., Bye, C.M., Takacs, I., Stensel, H.D., Wilson, A.W., Sun, P. and Bury, S. (2003). Methods for wastewater characterization in activated sludge modeling. *Water Environment Research Foundation (WERF)*. Alexandria, VA, USA.

Meng, F., Chae, S.-R., Drews, A., Kraume, M., Shin, H.-S. and Yang, F. (2009). Recent advances in membrane bioreactors (MBRs): Membrane fouling and membrane material. *Water Research* 43, 1489 – 1512.

Metcalf, E. (2003). *Wastewater Engineering: Treatment and Reuse*, 4th ed. Mc Graw Hill.

Metropolis, N. (1987). The beginning of the Monte Carlo method. *Los Alamos Science* **15**, 125-130.

Mohammed, T.A., Birima, A.H., Noor, M.J.M.M., Muyibi, S.A., Idris, A. (2008). Evaluation of using membrane bioreactor for treating municipal wastewater at different operating conditions. *Desalination* **221**, 502-510.

Monod, J. (1942). *Recherche sur la Croissance des Cultures Bacteriennes*. Herman et Cie, Paris, France.

Moussa, M. S., Hooijmans, C. M., Lubberding, H. J., Gijzen, H. J. and van Loosdrecht, M. C. M. (2005). Modelling nitrification, heterotrophic growth and predation in activated sludge. *Water Research* **39**, 5080–5098.

Munz, G., Gori, R., Cammilli, L., Lubello, C. (2008). Characterization of tannery wastewater and biomass in a membrane bioreactor using respirometric analysis. *Bioresource Technology* **99**, 8612-8618.

Mutamin, N. S. A., Noor, Z. Z., Abu Hassan, M. A., Yuniarto, A. and Olsson, G. (2013). Review: Membrane biorreactor: Applications and limitations in treating high strength industrial wastewater. *Chemical Engineering Journal* **225**, 109-119.

Naessens, W., Maere, T. and Nopens, I. (2012). Critical review of membrane bioreactor models – Part 1: Biokinetic and filtration models. *Bioresource Technology* **122**, 95–106.

Ng, H. Y. and Hermanowicz, S. W. (2005). Membrane bioreactor operation at short solids retention times: Performance and biomass characteristics, *Water Research* **39(6)**, 981-992.

Ng, A. N. L. and Kim, A. S. (2007). A mini-review of modeling studies on membrane bioreactor (MBR) treatment for municipal wastewaters. *Desalination* **212**, 261–281.

Ni, B. J. and Yu, H. Q. (2008). Growth and storage processes in aerobic granules grown on soybean wastewater. *Biotechnology and Bioengineering* **100**, 664-672.

Novák, L.; Larrea, L. and Wanner, J. (1995). Estimation of maximum specific growth rate of heterotrophic and autotrophic biomass: a combined technique of mathematical modelling and batch cultivations. *Water Science and Technology* **30**, 171-180.

Nowak, O., Svardal, K., Franz, A. and Kuhn, V. (1999). Degradation of particulate organic matter – A comparison of different model concepts. *Water Science and Technology* **39(1)**, 119-127.

Nuhoglu, A., Keskinler, B. and Yildiz, E. (2005). Mathematical modelling of the activated sludge process—the Erzincan case. *Process Biochemistry* **40**, 2467–2473.

Ochoa, J. C., Colprim, J., Palacios, B., Paul, E. and Chatellier, P. (2002). Active heterotrophic and autotrophic biomass distribution between fixed and suspended systems in a hybrid biological reactor. *Water Science and Technology* **46(1-2)**, 397–404.

Okutman, D. (2010). Respirometric assessment of aerobic sludge stabilization. *Bioresource Technology* **101**, 2592–2599.

Oliveira, C. S., Ordaz, A., Ferreira, E. C., Alves, M. and Thalasso, F. (2011). In situ pulse respirometric methods for the estimation of kinetic and stoichiometric parameters in aerobic microbial communities. *Biochemical Engineering Journal* **58-59**, 12-19.

Oliveira-Esquerre, K.P., Narita, H., Yamato, N., Funamizu, N. and Watanabe, Y. (2006). Incorporation of the concept of microbial products formation into ASM3 and the modelling of a membrane bioreactor for a wastewater treatment. *Brazilian Journal of Chemical Engineering* **23(4)**, 461-471.

Orhon, D. and Artan, N. (1994). Modelling of activated sludge systems. Technomic Publishing Company.

Orhon, D. and Okutman, D. (2003). Respirometric assessment of residual organic matter for domestic sewage. *Enzyme and Microbial Technology* **32(5)**, 560-566.

Orhon, D., Insel, G. and Karahan, O. (2007). Respirometric assessment of biodegradation characteristics of the scientific pitfalls of wastewaters. *Water Science and Technology* **55(10)**, 1-9.

Ortigara, A.R.C., Foladori, P. and Andreottola, G. (2011). Kinetics of heterotrophic biomass and storage mechanism in wetland cores measured by respirometry. *Water Science and Technology* **64(2)**, 409-415.

Ostace, G. S., Baeza, J. A., Guerrero, J., Guisasola, A., Cristea, V. M., Agachi, P. S. and Lafuente, J. (2013). Development and economic assessment of different WWTP control strategies for optimal simultaneous removal of carbon, nitrogen and phosphorus. *Computers and Chemical Engineering* **53**, 164–177.

Ottoson, J., Hansen, A., Bjorlenius, B., Norder, H., Stenstrom, T.A. (2006). Removal viruses, parasitic protozoa and microbial indicators in conventional and membrane processes in a wastewater pilot plant. *Water Research* **40**, 1449–1457.

Pai, T. Y., Wan, T. J., Tsai, Y. P., Tzeng, C. J., Chu, H. H., Tsai, Y. S. and Lin, C. Y. (2010). Effect of sludge retention time on nitrifiers biomass and kinetics in an anaerobic/oxic process. *Clean* **38(2)**, 167-172.

Patsios, S. I. and Karabelas, A. J. (2010). A review of modeling bioprocesses in membrane bioreactors (MBR) with emphasis on membrane fouling predictions, *Desalination and Water Treatment* **21(1-3)**, 189-201.

Pearce, G. (2007). Introduction to membranes: Membrane selection. *Filtration and Separation* **44**, 35-37.

Pearce, G. (2008). Introduction to membranes MBRs Manufacturers comparison: part 2. Supplier review. *Filtration and Separation*, 30-33.

Pendashteh, A. R., Razi, A. F., Madaeni, S. S., Abdullah, L. C., Abidin, Z. Z. and Biak, D. R. A. (2011). Membrane foulants characterization in a membrane bioreactor (MBR) treating hypersaline oily wastewater. *Chemical Engineering Journal* **168**, 140-150.

Petersen, E. E. (1965). *Chemical Reaction Analysis*. Prentice-Hall, Englewood Cliffs, NJ, USA.

Petersen, B. (2000). Calibration, identifiability and optimal experimental design of activated sludge models. *PHD Thesis*, University of Ghent.

Petersen, B., Gernaey, K., Henze, M. and Vanrolleghem, P.A. (2003). Calibration of Activated Sludge Models: A critical review of experimental designs. *Biotechnology for the Environment: Wastewater Treatment and Modeling, Waste Gas Handling Focus on Biotechnology* 3C, 101-186.

Plazl, I., Pipus, G., Drolka, M. and Koloini, T. (1999). Parametric sensitivity and evaluation of a dynamic model for single-stage wastewater treatment plant. *Acta Chim. Slov.* **46(2)**, 289-300.

Pollice, A., Laera, G., Saturno, D. and Giordano, C. (2008). Effects of sludge retention time on the performance of a membrane bioreactor treating municipal sewage. *Journal of Membrane Science* **317**, 65–70.

Poschet, F.; Bernaerts, K.; Geeraerd, A.H.; Scheerlinck, N.; Nicolai, B.M.; Van Impe, J.F. (2003). Sensitivity analysis of microbial growth parameter distributions with respect to data quality and quantity by using MonteCarlo analysis. *Mathematics and Computers in Simulation* **65(3)**, 231-243.

Printemps, C., Baudin, A., Dormoy, T., Zug, M. and Vanrolleghem, P.A. (2004). Optimization of a large WWTP thanks to mathematical modelling. *Water Science and Technology* **50(7)**, 113-122.

Racault, Y., Stricker, A.-E., Husson, A. and Gillot, S. (2011). Monitoring the variations of the oxygen transfer rate in a full scale membrane bioreactor using daily mass balances. *Water Science and Technology* **63(11)**, 2651-2657.

Ramdani, A., Dold, P., Gadbois, A., Déléris, S., Houweling, D. and Comeau, Y. (2012). Characterization of the heterotrophic biomass and the endogenous residue of activated sludge. *Water Research* **46**, 653-668.

Ren, N.Q., Chen, Z. B., Wang, X. J., Hu, D. X. and Wang, A. J. (2005). Optimized operational parameters of a pilot scale membrane bioreactor for high-strength organic wastewater treatment. *International Biodeterioration and Biodegradation* **56**, 216-223.

Ren, N.Q., Chen, Z. B., Wang, A. J. and Hu, D. X. (2005). Removal of organic pollutants and analysis of MLSS-COD removal relationship at different HRTs in a submerged membrane bioreactor. *International Biodeterioration and Biodegradation* **55**, 279-284.

Rodriguez, J., Premier, C., Dinsdale, R. and Guwy, A. J. (2009). An implementation framework for wastewater treatment models requiring a minimum programming expertise. *Water Science and Technology* **59(2)**, 367-380.

Roeleveld, P.J. and van Loosdrecht, M. C. M. (2002). Experience with guidelines for wastewater characterization in The Netherlands. *Water Science and Technology* **45(6)**, 77-87.

Ronzano, E., Dapena, J. L. (1995). Tratamiento Biológico de las Aguas Residuales. Diaz de Santos, Madrid.

Ruano, M.V., Ribes, J., De Pauw, D.J.W. and Sin, G. (2007). Parameter subset selection for the dynamic calibration of activated sludge models (ASMs): experience versus system analysis. *Water Science and Technology* **56(8)**, 107-115.

Ruano, M.V., Ribes, J., Seco, A. and Ferrer, J. (2012). An improved sampling strategy based on trajectory design for application of the Morris method to systems with many input factors. *Environmental Modelling and Software* **37**, 103-109.

Ruiz, L. M., Arévalo, J., Parada, J., González, D., Moreno, B., Pérez, J. and Gómez, M. A. (2011). Respirometric assays of two different MBR (microfiltration and ultrafiltration) to obtain kinetic and stoichiometric parameters. *Water Science Technology* **63(11)**, 2478-2485.

Sabia, G., Ferraris, M. and Spagni, A. (2013). Effect of solid retention time on sludge filterability and biomass activity: Long-term experiment on a pilot-scale membrane bioreactor treating municipal wastewater. *Chemical Engineering Journal* **221**, 176–184.

Saltelli, A., Ratto, M., Tarantola, S. and Campolongo, F. (2006). Sensitivity analysis practices: Strategies for model-based inference. Review. *Reliability Engineering and System Safety* **91**, 1109–1125.

Saltelli, A., Annoni, P., Azzini, I., Campolongo, F., Ratto, M. and Tarantola, S. (2010). Variance based sensitivity analysis of model output. Design and estimator for the total sensitivity index. *Computer Physics Communications* **181**, 259-270.

Sarioglu, M., Insel, G., Artan, N. and Orhon, D. (2008). Modelling of long-term simultaneous nitrification and denitrification (SNDN) performance of a pilot scale membrane bioreactor. *Water Science and Technology* **57(11)**, 1825-1833.

Saroj, D.P., Guglielmi, G., Chiarani, D. and Andreottola, G. (2008). Modeling and simulation of membrane bioreactors by incorporating simultaneous storage and growth concept: An special attention to fouling while modeling. *Desalination* **221**, 475-482.

Sears, K. J., Alleman, J. E. and Gong, W. L. (2005). Feasibility of using ultrasonic irradiation to recover active biomass from waste activated sludge. *Journal of Biotechnology* **119**, 389-399.

Shariati, F.P., Mehrnia, M.R., Sarrafzadeh, M.H., Rezaee, S., Grasmick, A. and Heran, M. (2013). Fouling in a novel airlift oxidation ditch membrane bioreactor (AOXMBR) at different high organic loading rate. *Separation and Purification Technology* **105**, 69-78.
Sharman, R. Water and Wastewater Technology, LBCC.

Siegrist, H. and Tschui, M. (1992). Interpretation of experimental data with regard to the activated sludge model No.1 and calibration of the model for municipal wastewater treatment plants. *Water Science and Technology* **25(6)**, 167-183.

Sin, G., Guisasola, A., De Pauw, D. J. W., Baeza, J. A., Carrera, J. and Vanrolleghem, P.A. (2005). A new approach for modelling simultaneous storage and growth processes for activated sludge systems under aerobic conditions. *Biotechnology and Bioengineering* **92(5)**.

Sin, G., Van Hulle, S. W. H., De Pauw, D. J. W., Van Griensven, A., Vanrolleghem, P. A. (2005). A critical comparison of systematic calibration protocols for activated sludge models: a SWOT analysis. *Water Research* **39**, 2459-2474.

Sin, G., De Pauw, D. J. W., Weijers, S. and Vanrolleghem, P. A. (2007). An efficient approach to automate the manual trial and error calibration of activated sludge models. *Biotechnology and Bioengineering* **100(3)**, 516-527.

Sin, G., Gernaey, K.V., Neumann, M.B., van Loosdrecht, M.C.M. and Gujer, W. (2011). Global sensitivity analysis in wastewater treatment plant model applications: Prioritizing sources of uncertainty. *Water Research* **45**, 639-651.

Smith, C.V., Gregorio, D.O. and Talcott, R.M. (1969). The use of ultrafiltration membranes for activated sludge separation. *Proceeding of the 24th industrial waste Conference*, Purdue University, Ann Arbor Science, Ann Arbor, USA, 1300-1310.

Sollfrank, U. and Gujer, W. (1991). Characterization of domestic wastewater for mathematical modeling of the activated sludge process. *Water Science and Technology* **23**, 1057-1066.

Sollfrank, U., Kappeler, J. and Gujer, W. (1992). Temperature effects on wastewater characterization and the release of soluble inert organic material. *Water Science and Technology* **25(6)**, 33-41.

Spanjers, H. and Vanrolleghem, P. A. (1995). Respirometry as a tool for rapid characterization of wastewater and activated sludge. *Water Science and Technology* **31(2)**, 105-114.

Spanjers, H., Vanrolleghem, P. A., Nguyen, K., Vanhooren, H. and Patry, G. G. (1998). Towards a simulation-benchmark for evaluating respirometry-based control strategies. *Water Science and Technology* **37(12)**, 219-226.

Spanjers, H., Vanrolleghem, P. A., Olsson, G. and Dold, P. L. (1998). Respirometry in control of the activated sludge process: Principles. Scientific and Technical Report No. 7. International Association on Water Quality.

Sperandio, M. and Paul, E. (2000). Estimation of wastewater biodegradable COD fractions by combining respirometric experiments in various S₀/X₀ ratios. *Water Research* **34**(4), 1233-1246.

Sperandio, M., Urbain, V., Ginestet, P., Audic, M.J. and Paul, E. (2001). Application of COD fractionation by a new combined technique: comparison of various wastewaters and sources of variability. *Water Science and Technology* **43**(1), 181-190.

Sperandio, M. and Espinosa, M.C. (2008). Modelling an aerobic submerged membrana bioreactor with ASM models on a large range of sludge retention time. *Desalination* **231**, 82-90.

Spérandio, M., Labelle, M. A., Ramdani, A., Gadbois, A., Paul, E., Comeau, Y. and Dold, P. L. (2013). Modelling the degradation of endogenous residue and 'unbiodegradable' influent organic suspended solids to predict sludge production. *Water Science and Technology* **67**(4), 789-796.

Stephenson, T., Judd, S., Jefferson, B. and Brindle, K. (2000). Membrane biorreactor for wastewater treatment. IWA Publishing, London, UK.

Strotmann, U.J., Geldern, A., Kuhn, A., Gendig, C. and Klein, S. (1999). Evaluation of a respirometric test method to determine the heterotrophic yield coefficient of activated sludge bacteria. *Chemosphere* **38**, 3555-3570.

Taimur Khan, M. Md., Takizawa, S., Lewandowski, Z., Rahman, M. H., Komatsu, K., Nelson, S. E., Kurisu, F., Camper, A. K., Katayama, H. And Ohgaki, S. (2013). Combined effects of EPS and HRT enhanced biofouling on a submerged and hybrid PAC-MF membrane bioreactor. *Water Research* **47**, 747-757.

Tan, T. W. and Ng, H. Y. (2008). Influence of mixed liquor recycle ratio and dissolved oxygen on performance of pre-denitrification submerged membrane bioreactors. *Water Research* **42**, 1122-1132.

Tardieu, E., Grasmick, A., Geaugey, V. and Manem, J. (1999). Influence of hydrodynamics on fouling velocity in a recirculated MBR for wastewater treatment. *J. Membrane Sci.* **156**, 131-140.

Teck, H. C., Loong, K. S., Sun, D. D. and Leckie, J. O. (2009). Influence of a prolonged solid retention time environment on nitrification/denitrification and sludge production in a submerged membrane bioreactor. *Desalination* **245**, 28-43.

Tian, Y. and Su, X. (2012). Relation between the stability of activated sludge flocs and membrane fouling in MBR under different SRTs. *Bioresource Technology* **118**, 477-482.

Troiani, C., Eusebi, A. L. and Battistoni, P. (2011). Excess sludge reduction by biological way: From experimental experience to a real full scale application *Bioresource Technology* **102**, 10352-10358.

UNE-EN ISO 7887:1995. Water quality, examination and determination of colour. AEN/CTN 77.

Upadhyaya, A. J. and Eckenfelder, W. W. Jr. (1975). Biodegradable fraction as an activity parameter of activated sludge. *Water Research* **9(8)**, 691-694.

Van der Roest, H.F., Lawrence, D.P. and Van Bentem, A.G.N. (2002). Membrane bioreactor for municipal wastewater treatment. IWA Publishing, London, UK.

Vanhooren, H., Meirlaen, J., Amerlinck, Y., Claeys, F., Vangheluwe, H. and Vanrolleghem, P. A. (2003). WEST: Modelling biological wastewater treatment. *Journal of Hydroinformatics* **5(1)**, 27-49.

Van Loosdrecht, M. C. M. and Henze, M. (1999). Maintenance, endogeneous respiration, lysis, decay and predation. *Water Science and Technology* **39(1)**, 107-117.

Van Nieuwenhuijzen, A. F., Evenblij, H., Uijterlinde, C. A. and Schulting, F. L. (2008). Review on the state of science on membrane bioreactors for municipal wastewater treatment. *Water Science and Technology* **57.7**, 979-986.

Van Waveren, R. H., Groot, S., Scholten, H., van Geer, F. C., Wösten, J. H. M., Koeze, R. D. and Noort, J. J. (1999). GMP Handbook. STOWA report 99-05. Dutch Dept. of Public Works, Institute for Inland Water Management and Waste Water Treatment.

Vanrolleghem, P.A., Spanjers, H., Petersen, B., Ginestet, P. and Takacs, I. (1999). Estimating (combinations of) Activated Sludge Model No.1 parameters and components by respirometry. *Water Science and Technology* **39(1)**, 195-214.

Vanrolleghem, P.A., Insel, G., Petersen, B., Sin, G., De Pauw, D., Nopens, I., Dovermann, H., Weijers, S. and Gernaey, K. (2003). A comprehensive model calibration procedure for activated sludge models. *Water Environment Federation*.

Verrecht, B., Maere, T., Benedetti, L., Nopens, I. and Judd, S. (2010). Model-based energy optimization of a small-scale decentralised membrane bioreactor for urban reuse. *Water Research* **44**, 4047-4056.

Vogelsang, C., Schramm, A., Picioreanu, C., van Loosdrecht, M. C. M. and Østgaard, K. (2002). Microbial community analysis by FISH for mathematical modelling of selective

enrichment of gel-entrapped nitrifiers obtained from domestic wastewater. *Hydrobiologia* **469**, 165–178.

Vuković, M., Briški, F., Matošić, M. and Mijatović, I. (2006). Analysis of the activated sludge process in an MBR under starvation conditions. *Chemical Engineering and Technology* **29**, 357-363.

Wang, Y. K., Sheng, G. P., Ni, B. J., Li, W. W., Zeng, R. J., Wang, Y. Q., Shi, B. J. and Yu, H. Q. (2013). Simultaneous carbon and nitrogen removals in membrane bioreactor with mesh filter: An experimental and modeling approach. *Chemical Engineering Science* **95**, 78-84.

Wang, Z., Yu, H., Ma, J., Zheng, X. and Wu, Z. (2013). Recent advances in membrane biotechnologies for sludge reduction and treatment. *Biotechnology Advances* **31**, 1187-1199.

Wanner, O., Panagiotidis, V., Clavadetscher, P. and Siegrist, H. (2005). Effect of heat recovery from raw wastewater on nitrification and nitrogen removal in activated sludge plants. *Water Research* **39**, 4725-4724.

Weijers, S. R. (1999). On BOD tests for the determination of biodegradable COD calibrating activated sludge model N^o 1. *Water Science and Technology* **39(4)**, 177-184.

Wen, X., Wing, C. and Qian, Y. (1999). A kinetic model for the prediction of sludge formation in a membrane bioreactor. *Process Biochemistry* **35**, 249-254.

Williams, M.D., Ravindran, V. And Pirbazari, M. (2012). Modeling and process evaluation of membrane bioreactor for removing biodegradable organic matter from water. *Chemical Engineering Science* **84**, 494-511.

Wintgens, T. Rosen, J. Melin, T. Brepols, C. Drensla, K. and Engelhardt, N. (2003). Modelling of a membrane bioreactor system for municipal wastewater treatment. *Journal of Membrane Science* **216**, 55-65.

Wisniewski, C. and Grasmick, A. (1998). Floc size distribution in a membrane bioreactor and consequences for membrane fouling. *Colloid Surface A: Physicochem. Eng. Aspect.* **138**, 403-411.

Wisniewski, C., Leon Cruz, A. and Grasmick, A. (1999). Kinetics of organic carbon removal by a mixed culture in a membrane bioreactor. *Biochemical Engineering Journal* **3**, 61-69.

Xu, S. and Hultman, B. (1996). Experiences in wastewater characterization and model calibration for the activated sludge process. *Water Science and Technology* **33(12)**, 89-98.

Xue, T., Yu, K. C., Guan, J., Huang, X., Wen, X. H., Miao, X. N. and Cui, Z. G. (2011). Determination of kinetic parameters of activated sludge in an MBR wastewater treatment plant. *Environmental Science* **32(4)**, 1027-1033.

Yang, W., Cicek, N. and Ilg, J. (2006). State-of-the-art of membrane bioreactors: Worldwide research and commercial applications in North America. *Journal of Membrane Science* **270**, 201-211.

Yoon, S.-H., Kang, I.-J. and Lee, C.-H. (1999). Fouling of inorganic membrane and flux enhancement in membrane-coupled anaerobic bioreactor. *Separation Science and Technology* **34(5)**, 709-724.

Yoon, S.-H. (2003). Important operational parameters of membrane bioreactor-sludge disintegration (MBR-SD) system for zero excess sludge production. *Water Research* **37**, 1921-1931.

Zarragoitia-González, A., Schetrite, S, Alliet, M., Jáuregui-Haza, U. and Albasi, C. (2008). Modelling of submerged membrane bioreactor: conceptual study about link between activated sludge biokinetics, aeration and fouling process. *Journal of Membrane Science* **325**, 612–624.

Zheng, X. and Liu, J. (2006). Dyeing and printing wastewater treatment using a membrane bioreactor with a gravity drain. *Desalination* **190**, 277–286.

Zhou, Y., Xu, Z.-L., Munib, S., Chen, G. and Lu, Q. (2009). Sustainable membrane operation design for the treatment of the synthetic coke wastewater in SMBR. *Water Science and Technology* **60(8)**, 2115-2124.

Zhou, Z., Wu, Z.C., Wang, Z.W., Tang, S.J. and Gu, G.W. (2010). Activated sludge model based COD fractionation in wastewater characterization. *Environmental Science* **31(6)**, 1478-1482.

Zhu, Z., Wang, R. and Li, Y. (2013). Aeration model coupled with ASM1: Case study for wastewater treatment plant. *Huanjing Kexue Xuebao/Acta Scientiae Circumstantiae* **33(6)**, 1629-1636.


Zuthi, M.F.R., Ngo, H.H., Guo, W.S., Zhang, J. and Liang, S. (2013). A review towards finding a simplified approach for modeling the kinetics of the soluble microbial products (SMP) in an integrated mathematical model of membrane bioreactor (MBR). *International Biodeterioration and Biodegradation* (in press).

Zuthi, M. F. R., Ngo, H. H., Guo, Li, J. X., Xia, S. Q. and Zhang, Z. Q. (2013). New proposed conceptual mathematical models for biomass viability and membrane fouling of membrane bioreactor. *Bioresource Technology* **142**, 737-740.

ANEXO I: VERSIÓN INGLESA

PHD THESIS

LUZ MARINA RUIZ HERNÁNDEZ



**MODELING AND SIMULATION OF
BIOLOGICAL URBAN
WASTEWATER TREATMENT
PLANTS USING MEMBRANE
BIOREACTORS (MBR)**

UNIVERSIDAD DE GRANADA

2014

INDEX

	Page
1. INTRODUCTION	1
1.1. CONVENTIONAL ACTIVATED SLUDGE SYSTEMS EVOLUTION AND MBR SYSTEMS DEVELOPMENT	3
1.2. MAIN CONCEPTS REGARDING BIOLOGICAL WASTEWATER TREATMENT	10
1.3. MODELING AND SIMULATION OF WWTPs	14
1.4. SELECTION OF THE MOST APPROPRIATE MODEL FOR A PARTICULAR PURPOSE	17
1.5. INFLUENT CHARACTERIZATION	23
1.6. UNCERTAINTY AND SENSITIVITY ANALYSIS	28
1.7. MODEL CALIBRATION AND VALIDATION	31
1.8. RESPIROMETRY APPLIED TO ASMs CALIBRATION	38
2. OBJECTIVES	41
3. MATERIALS AND METHODS	47
3.1. PLANTS DESCRIPTION	49
3.1.1. Start-up of the plants and operation history	49
3.1.2. Microfiltration (MF) experimental plant	50
3.1.3. Ultrafiltration (UF) experimental plant	55
3.1.4. Instrumentation, control and automation (ICA)	59
3.2. EXPERIMENTAL PHASES	61
3.3. ANALYTICAL TECHNIQUES	63
3.3.1. Samples collection	63
3.3.2. Respirometers	63
3.3.2.1. <i>BM-T (SURCIS S.L.)</i>	64
3.3.2.2. <i>BioCalibra</i>	70
3.3.3. Physical-chemical analyses	73
3.3.3.1. <i>Chemical oxygen demand (COD)</i>	73
3.3.3.2. <i>5 days biological oxygen demand (BOD₅)</i>	73
3.3.3.3. <i>Total and volatile suspended solids (TSS and VSS)</i>	73

3.3.3.4. <i>pH</i>	74
3.3.3.5. <i>Conductivity</i>	74
3.3.3.6. <i>Nitrogen compounds (NH_4^+, NO_3^- and NO_2^-)</i>	74
3.4. SIMULATION SOFTWARES	75
3.4.1. WEST	75
3.4.2. MATHEMATICA	79
3.5. DATA TREATMENT AND STATISTICAL ANALYSES	81
4. RESULTS AND DISCUSSION	83
4.1. PRELIMINARY WORKS	85
4.1.1. Comparative analysis between two experimental plants using different membranes	85
4.1.2. Influent quality	96
4.1.2.1. <i>Temporary evolution of influent characteristics</i>	97
4.1.2.2. <i>Respirometric influent characterization</i>	103
4.1.2.3. <i>Influent daily dynamic characterization</i>	105
4.1.2.4. <i>Monthly influent characterization</i>	110
4.1.2.5. <i>Influent flowrate profile</i>	113
4.1.3. Experimental phases of the research period	116
4.1.3.1. <i>Temperature evolution</i>	116
4.1.3.2. <i>HRT evolution</i>	118
4.1.3.3. <i>SRT evolution</i>	120
4.1.3.4. <i>Aerobic bioreactor height</i>	122
4.1.3.5. <i>Organic loading evolution</i>	122
4.1.3.6. <i>Summary of experimental phases</i>	124
4.1.4. Optimization of respirometric assays	126
4.1.4.1. <i>Time to endogenous (t.t.e.)</i>	126
4.1.4.2. <i>Optimal DO concentration during the respirometric assays</i>	129
4.1.4.3. <i>Other factors to take into account for respirometric assays</i>	131
4.2. SENSITIVITY ANALYSIS	132
4.2.1. Validation of MATHEMATICA as a tool to simulate activated sludge processes and to carry out sensitivity analyses	133
4.2.2. Local sensitivity analyses using WEST	158
4.3. ASM3 CALIBRATION	166

4.3.1. Influent COD fractionation	167
4.3.1.1. Comparison of influent COD fractionation methodologies	167
4.3.1.2. Duration and sampling frequency of the intensive influent characterization for dynamic model calibration	184
4.3.2. Calibration of kinetic and stoichiometric parameters using respirometric techniques	195
4.3.2.1. Heterotrophic biomass decay coefficient (b_{H, O_2})	196
4.3.2.2. Heterotrophic biomass yield (Y_H)	206
4.3.2.3. Heterotrophic biomass maximum growth rate ($\mu_{H, max}$) and substrate half saturation constant (K_S)	215
4.3.3. ASM3 calibration in WEST	219
4.4. SCENARIO ANALYSIS: SIMULATIONS USING CALIBRATED ASM3 APPLIED TO THE EXPERIMENTAL MBR PLANT	225
5. CONCLUSIONS	245
6. FUTURE WORK	251
7. REFERENCES	255

FIGURES

	Page
Figure 1.1. Scientific annual publications about MBRs.	7
Figure 1.2. Scientific annual publications about modeling, simulation and respirometry applied to MBRs.	8
Figure 1.3. Scientific annual publications about modeling, simulation and respirometry applied to CAS systems.	9
Figure 1.4. Death-regeneration concept according to ASM1 (left) and endogenous decay concept according to ASM3 (right).	12
Figure 3.1. Initial filling up of the experimental plants.	49
Figure 3.2. Anoxic bioreactor (left), aerobic bioreactor (center) and MBR (right) in the MF plant.	51
Figure 3.3. Air diffuser used in the MF aerobic bioreactor.	52
Figure 3.4. MF membranes module.	53
Figure 3.5. MF experimental plant flow chart.	54
Figure 3.6. General view of the UF experimental plant.	55
Figure 3.7. Spraying system used in the UF experimental plant.	56
Figure 3.8. Interior view of the MBR in the UF plant.	56
Figure 3.9. UF experimental plant flow chart.	58
Figure 3.10. SURCIS respirometer scheme.	64
Figure 3.11. SURCIS respirometer.	65
Figure 3.12. OUR respirogram.	66
Figure 3.13. Cyclic OUR respirogram.	67
Figure 3.14. R_s respirogram.	68
Figure 3.15. BioCalibra respirometer.	71
Figure 3.16. Main screen of the BioCalibra software.	72
Figure 3.17. MF plant flow chart configured in WEST.	76
Figure 3.18. Graphical simulation results in WEST.	77
Figure 3.19. Sensitivity analysis results in WEST.	78
Figure 4.1. LF during the comparative study.	88
Figure 4.2. Nitrate uptake rate (NUR) during the comparative study.	89
Figure 4.3. COD effluent concentration during the comparative study.	90

Figure 4.4. COD removal efficiency during the comparative study.	90
Figure 4.5. Activated sludge TSS concentration during the comparative study.	91
Figure 4.6. Maximum respiration rate ($R_{s,max}$) during the comparative study.	92
Figure 4.7. Respirometric assays duration during the comparative study.	93
Figure 4.8. Y_H and b_{H,O_2} values during the comparative study.	94
Figure 4.9. Temperature influence over Y_H during the comparative study.	95
Figure 4.10. Temperature influence over b_{H,O_2} during the comparative study.	96
Figure 4.11. Influent total and soluble COD evolution.	98
Figure 4.12. Influent soluble and particulate COD fractions.	98
Figure 4.13. Influent total and soluble BOD ₅ evolution.	99
Figure 4.14. Influent biodegradability factor (BF) evolution.	100
Figure 4.15. Influent suspended solids evolution.	101
Figure 4.16. Influent pH evolution.	102
Figure 4.17. Influent conductivity evolution.	102
Figure 4.18. Influent fractionation results for the UF plant.	104
Figure 4.19. Influent fractionation results for the MF plant.	104
Figure 4.20. Daily influent COD profiles.	106
Figure 4.21. Daily influent soluble COD profiles.	107
Figure 4.22. Daily influent TSS profiles.	108
Figure 4.23. Daily influent VSS profiles.	108
Figure 4.24. Daily influent pH profiles.	109
Figure 4.25. Daily influent conductivity profiles.	109
Figure 4.26. Daily influent N-NH ₄ concentration profiles.	110
Figure 4.27. Influent total and soluble COD dynamic evolution during 30 days.	111
Figure 4.28. Influent TSS and VSS dynamic evolution during 30 days.	111
Figure 4.29. Influent N-NH ₄ dynamic evolution during 30 days.	112
Figure 4.30. Influent pH dynamic evolution during 30 days.	112
Figure 4.31. Influent conductivity dynamic evolution during 30 days.	113
Figure 4.32. WWTP influent flowrate dynamic profile during 30 days.	114
Figure 4.33. WWTP average hourly influent flowrates.	114
Figure 4.34. Temperature evolution in UF and MF plants.	117
Figure 4.35. HRT evolution for the UF plant.	119
Figure 4.36. HRT evolution for the MF plant.	120
Figure 4.37. SRT evolution for the UF plant.	121

Figure 4.38. SRT evolution for the MF plant.	121
Figure 4.39. Organic loading evolution for the UF plant.	123
Figure 4.40. Organic loading evolution for the MF plant.	123
Figure 4.41. Time to endogenous for the UF and MF plants.	128
Figure 4.42. Influence of air flowrate over the respirometric assay duration.	129
Figure 4.43. Influence of air flowrate over the maximum respiration rate.	130
Figure 4.44. Influence of air flowrate over the oxygen consumed during the respirometric assay.	130
Figure 4.45. Influence of air flowrate over the <i>t.t.e.</i>	130
Figure 4.46. Influence of air flowrate over the Y_H estimation.	131
Figure 4.47. Effluent S_S results simulated in WEST and MATHEMATICA.	141
Figure 4.48. X_S results simulated in WEST and MATHEMATICA.	142
Figure 4.49. X_H results simulated in WEST and MATHEMATICA.	143
Figure 4.50. X_I results simulated in WEST and MATHEMATICA.	144
Figure 4.51. TSS results simulated in WEST and MATHEMATICA.	144
Figure 4.52. Effluent S_{NO} results simulated in WEST and MATHEMATICA.	146
Figure 4.53. OUR results simulated in WEST and MATHEMATICA.	147
Figure 4.54. Effluent S_{NH} results simulated in WEST and MATHEMATICA.	148
Figure 4.55. X_A results simulated in WEST and MATHEMATICA.	149
Figure 4.56. RSFs for TSS concentration inside the aerobic bioreactor using WEST and MATHEMATICA.	151
Figure 4.57. RSFs for OUR inside the aerobic bioreactor using WEST and MATHEMATICA.	152
Figure 4.58. RSFs for effluent S_S concentration using WEST and MATHEMATICA.	154
Figure 4.59. RSFs for effluent S_{NH} concentration using WEST and MATHEMATICA.	155
Figure 4.60. RSFs for effluent S_{NO} concentration using WEST and MATHEMATICA.	157
Figure 4.61. Experimental and simulated effluent COD concentrations.	176
Figure 4.62. Statistical comparison of experimental and simulated effluent COD concentrations.	176
Figure 4.63. Experimental and simulated effluent ammonium concentrations.	178
Figure 4.64. Statistical comparison of experimental and simulated effluent ammonium concentrations.	178
Figure 4.65. Experimental and simulated effluent nitrate concentrations.	180
Figure 4.66. Statistical comparison of experimental and simulated effluent nitrate concentrations.	180

Figure 4.67. Experimental and simulated TSS concentrations inside the anoxic bioreactor (A), the aerobic bioreactor (B) and the MBR (C).	182
Figure 4.68. Statistical comparison of experimental and simulated TSS concentrations inside the anoxic bioreactor (A), the aerobic bioreactor (B) and the MBR (C).	183
Figure 4.69. Hourly intensive influent characterization during 15 days.	186
Figure 4.70. Daily non-intensive influent characterization during 15 days.	186
Figure 4.71. Intensive influent characterization every 5 hours during 30 days.	187
Figure 4.72. Daily non-intensive influent characterization during 30 days.	188
Figure 4.73. TSS concentrations inside the anoxic bioreactor (A), the aerobic bioreactor (B) and the MBR (C) during 15 days.	189
Figure 4.74. TSS concentrations inside the anoxic bioreactor (A), the aerobic bioreactor (B) and the MBR (C) during 30 days.	191
Figure 4.75. Effluent COD concentration during 15 days.	192
Figure 4.76. Effluent COD concentration during 30 days.	193
Figure 4.77. Effluent ammonium concentration during 15 days.	193
Figure 4.78. Effluent ammonium concentration during 30 days.	194
Figure 4.79. Temporary evolution of $b_{H,02}$.	196
Figure 4.80. Box and whiskers diagram for $b_{H,02}$.	199
Figure 4.81. Theoretical and experimental temperature influence over $b_{H,02}$.	202
Figure 4.82. SRT influence over $b_{H,02}$ according to the MANOVA test.	203
Figure 4.83. Temperature influence over $b_{H,02}$ according to the MANOVA test.	204
Figure 4.84. Temporary evolution of Y_H .	207
Figure 4.85. Box and whiskers diagram for Y_H .	209
Figure 4.86. SRT influence over Y_H according to the MANOVA test.	212
Figure 4.87. Temperature influence over Y_H according to the MANOVA test.	212
Figure 4.88. Organic loading influence over Y_H according to the MANOVA test.	212
Figure 4.89. $\mu_{H,max}$ results for the MF plant.	216
Figure 4.90. K_S results for the MF plant.	218
Figure 4.91. Calibration of effluent COD.	221
Figure 4.92. Calibration of TSS concentration inside the aerobic bioreactor.	222
Figure 4.93. Calibration of TSS concentration inside the MBR.	222
Figure 4.94. Calibration of OUR inside the aerobic bioreactor.	223
Figure 4.95. Effluent ammonium and nitrate concentrations during the calibration period.	224

Figure 4.96. TSS concentration inside the aerobic bioreactor simulated at different operational conditions.	227
Figure 4.97. TSS concentration inside the MBR simulated at different operational conditions.	227
Figure 4.98. X_H concentration inside the MBR simulated at different operational conditions.	234
Figure 4.99. X_A concentration inside the MBR simulated at different operational conditions.	235
Figure 4.100. X_I concentration inside the MBR simulated at different operational conditions.	237
Figure 4.101. X_S concentration inside the MBR simulated at different operational conditions.	238
Figure 4.102. OUR inside the aerobic bioreactor simulated at different operational conditions.	240
Figure 4.103. Effluent S_S concentration simulated at different operational conditions.	241
Figure 4.104. Effluent S_{NH} concentration simulated at different operational conditions.	243
Figure 4.105. Effluent S_{NO} concentration simulated at different operational conditions.	243

TABLES

	Page
Table 1.1. ASM1 and ASM3 characteristics.	22
Table 1.2. Methodologies used for influent COD fractions characterization.	28
Table 1.3. Calibration protocols.	37
Table 3.1. MF FS50 (KUBOTA) membranes module characteristics.	53
Table 3.2. UF ZeeWeed (ZENON-GE) membranes characteristics.	57
Table 3.3. Sensors installed in MF and UF experimental plants.	60
Table 3.4. Experimental phases for the UF plant.	62
Table 3.5. Experimental phases for the MF plant.	62
Table 3.6. MF plant operational conditions for sensitivity analyses.	77
Table 4.1. Operational conditions in UF and MF plants during the comparative analysis.	86
Table 4.2. Influent characterization during the comparative analysis.	86
Table 4.3. WWTP diagnosis according to the LF.	87
Table 4.4. Hourly influent flowrate coefficients.	115
Table 4.5. Weekly influent flowrate coefficients.	115
Table 4.6. Experimental phases according to the temperature evolution for the UF plant.	117
Table 4.7. Experimental phases according to the temperature evolution for the MF plant.	118
Table 4.8. Experimental phases according to the HRT evolution for the MF plant.	119
Table 4.9. Experimental phases for the UF plant.	125
Table 4.10. Experimental phases for the MF plant.	125
Table 4.11. Simulations carried out to validate MATHEMATICA.	140
Table 4.12. Inputs analyzed in the sensitivity analysis.	150
Table 4.13. Sensitivity ranking.	162
Table 4.14. Insensitivity ranking.	162
Table 4.15. Summary of sensitivity analyses for TSS.	163
Table 4.16. Summary of sensitivity analyses for effluent COD concentration.	164
Table 4.17. Summary of sensitivity analyses for effluent S_{NH} concentration.	165
Table 4.18. Summary of sensitivity analyses for effluent S_{NO} concentration.	165
Table 4.19. Summary of sensitivity analyses for the general performance of the system.	166
Table 4.20. Operational conditions for the comparison of influent fractionation methodologies.	168
Table 4.21. Fractionation methods to be compared.	170

Table 4.22. Average COD fractionation results (%).	171
Table 4.23. Initial steady state conditions for the comparison of simulation results using different fractionation methods.	174
Table 4.24. RMSE values to evaluate the fittings of the simulation results based on different fractionation methods.	177
Table 4.25. RMSE values to evaluate influent characterization sampling frequency.	190
Table 4.26. $b_{H,02}$ values found in literature.	198
Table 4.27. Statistical analysis for $b_{H,02}$.	200
Table 4.28. p-values of the MANOVA test for $b_{H,02}$.	202
Table 4.29. Correlation coefficients among independent variables for $b_{H,02}$.	204
Table 4.30. Correlation coefficients regarding the dependent variable $b_{H,02}$.	205
Table 4.31. Standardized coefficients of the independent variables regarding $b_{H,02}$.	205
Table 4.32. Y_H values found in literature.	208
Table 4.33. Statistical analysis for Y_H .	210
Table 4.34. p-values of the MANOVA test for Y_H .	211
Table 4.35. Correlation coefficients among independent variables for Y_H .	213
Table 4.36. Correlation coefficients regarding the dependent variable Y_H .	213
Table 4.37. Standardized coefficients of the independent variables regarding Y_H .	213
Table 4.38. $\mu_{H,max}$ values found in literature.	217
Table 4.39. K_S values found in literature.	219
Table 4.40. ASM3 parameters modified for model calibration.	225
Table 4.41. Modified values for the scenario analysis.	226

1. INTRODUCTION

1. INTRODUCTION

1.1. CONVENTIONAL ACTIVATED SLUDGE SYSTEMS EVOLUTION AND MBR SYSTEMS DEVELOPMENT

The first experimental study related to biological wastewater treatment was carried out in XIX century, when in 1882 Angus Smith realized how organic matter and ammonium were oxidized and eliminated under aeration. However, until 1914 conventional activated sludge (CAS) system was not described as it is known nowadays (Ardenn and Lockett, 1914). Since it was developed, just before the First World War, this biological process has gone through different stages. In the first one, systems were designed based just on organic loadings and bioreactor volumes, without taking into account the biological processes taking place inside the bioreactor; the second one was characterized by the application of kinetic equations to describe the main biological processes and finally, the last stage was focused on computers capacity to simulate the mathematical models which describe these systems (Eckenfelder and Grau, 1992).

Although the European Water Pollution Control Association (EWPCA) was constituted in 1981, most of the European countries have developed and followed their own regulations whose limits about some specific contaminants are usually different and even more stringent than the European ones. The huge number of modifications of the CAS process is mainly promoted by the specific wastewater characteristics, by these stringent regulations and by the effluent reuse, which require systems more and more efficient. The most important developments in the last decades are those focused on industrial wastewater treatment, nutrients removal (nitrogen and phosphorous) and control of activated sludge floatability and foam generation (Ekama and Wentzel, 2008).

As one of the main problems of the CAS systems is that a proper sludge sedimentability is required to get an adequate separation and a high efficiency of the whole process, the MBR systems arose in order to replace the sedimentation step by a physical separation and to ensure that the separation between wastewater and activated sludge is carried out in a faster way (Van der Roest *et al.*, 2002). The first MBR pilot scale experiments were carried out at the end 60s (Smith *et al.*, 1969; Hardt *et al.*, 1970). Since then, this new technology has been widely used thanks to the following advantages (Yang *et al.*, 2006):

- High effluent quality and better reuse possibilities.
- Lower space requirements.
- Lower sludge production.
- Lower sensitivity to organic loading changes.
- Lower start-up times.
- Lower maintenance requirements.

In the last years, several studies have been carried out in order to compare the efficiency of MBR systems versus the conventional process both at pilot scale (Arraj *et al.*, 2005; Ottoson *et al.*, 2006) and full scale (Marti *et al.*, 2011; Francy *et al.*, 2012). In some cases, these comparisons have been focused on microbiology (LaPara *et al.*, 2006; Chiellini *et al.*, 2013). On the contrary, other studies have been focused on the effluent quality and system performance (Ahmed and Lan, 2012) or on the energy requirements (Lazarova *et al.*, 2012; De Luca *et al.*, 2013), but the general conclusion obtained in these studies is that although the energy consumption is higher in MBR systems (Wang *et al.*, 2013), conventional systems require additional physical or chemical post-treatments to get the same effluent quality, so increasing the costs (De Luca *et al.*, 2013).

Nowadays there exist wastewater treatment plants (WWTPs) using this technology in more than 200 countries all around the world (Icon, 2008), most of them belong to one of the three main brands in the market: Zenon-GE, Kubota and

Mitsubishi Rayon, although in the last decades the number of MBR manufacturers has considerably increased and today there are 24 flat membranes manufacturers and 25 hollow fiber membranes manufacturers in the market (Judd, 2011).

Kubota is the brand with a higher number of plants installed all around the world (39% of the plants) and the one which dominates the small plants market and Zenon-GE is the first one regarding the amount of treated wastewater (46% of the total treatment capacity installed) and the one which dominates the big plants market (Judd, 2011). Both brands represent 94% of the total membrane surface installed in Europe (Lesjean and Huisjes, 2008).

According to Stephenson *et al.* (2000), the main characteristics required in a membrane are:

- High membrane surface per volume unit.
- High turbulence to favour mass transfer.
- Low energetic consumption per volume of treated wastewater.
- Low cost.
- Design which helps cleansing and maintenance of the membranes.

There are mainly three membrane configurations designed to reach these requirements: flat sheet, hollow fiber and multitube membranes (Judd, 2011). The last ones are usually externally installed and the two others configurations are usually immersed in the bioreactor so they are more energetically viable because activated sludge does not need to be pumped outside the bioreactor (Wisniewski and Grasmick, 1998; Tardieu *et al.*, 1999).

Flat sheet configuration mainly consists on rectangular sheets grouped in modules through which the activated sludge flows and the wastewater passes through the membranes thanks to the suction generated by a pump located in the effluent pipeline meanwhile the solids are retained in the membrane surface. On the other

hand, hollow fiber configuration consists on many long thin fibers joined to a frame immersed in the activated sludge, the wastewater also passes through the membrane due to the suction generated by a pump and the solids are retained outside the membrane. The turbulence generated in the membrane modules depends on the membrane configuration as well as on the aeration, and the main difference of hollow fiber membranes is that in this case backpulses can be carried out in order to remove solids attached on the membranes surface. Finally, multitube membranes consist on cylindrical modules with many tubes inside. The sludge is pumped from the biological reactor and flows under pressure across these tubes in such a way that the wastewater is collected outside the tubes (Judd, 2011).

Related to the materials of the membranes, they must be inert and non-biodegradable materials, easy to clean, neutral or negatively charged, chemically resistant, porous and with uniformly distributed pores. Most of the commercial membranes are made of organic (polymers such as cellulose, polyamide (PA), polyacrylonitrile (PAN), polyethersulfone (PES), polyethylene (PE), polyfluorure vinylidene (PVDF) or polypropilene (PP)) or inorganic (metals, ceramics or glass) materials (AWWARF, LE, WRCSA, 1998). The last ones are mostly employed for industrial wastewaters because of their higher chemical, mechanical and thermal stability but they are more fragile and expensive (Mutamin *et al.*, 2013). Membranes must be also hydrophilic in order to get a better water separation (Judd, 2006). For that reason, as some of the above mentioned materials are hydrophilic, they are chemically covered using hydrophobic compounds when they are manufactured (Koo *et al.*, 2012).

The development of the MBR process may be also checked when comparing the evolution of the number of scientific publications related to this topic in the last years (Figure 1.1).

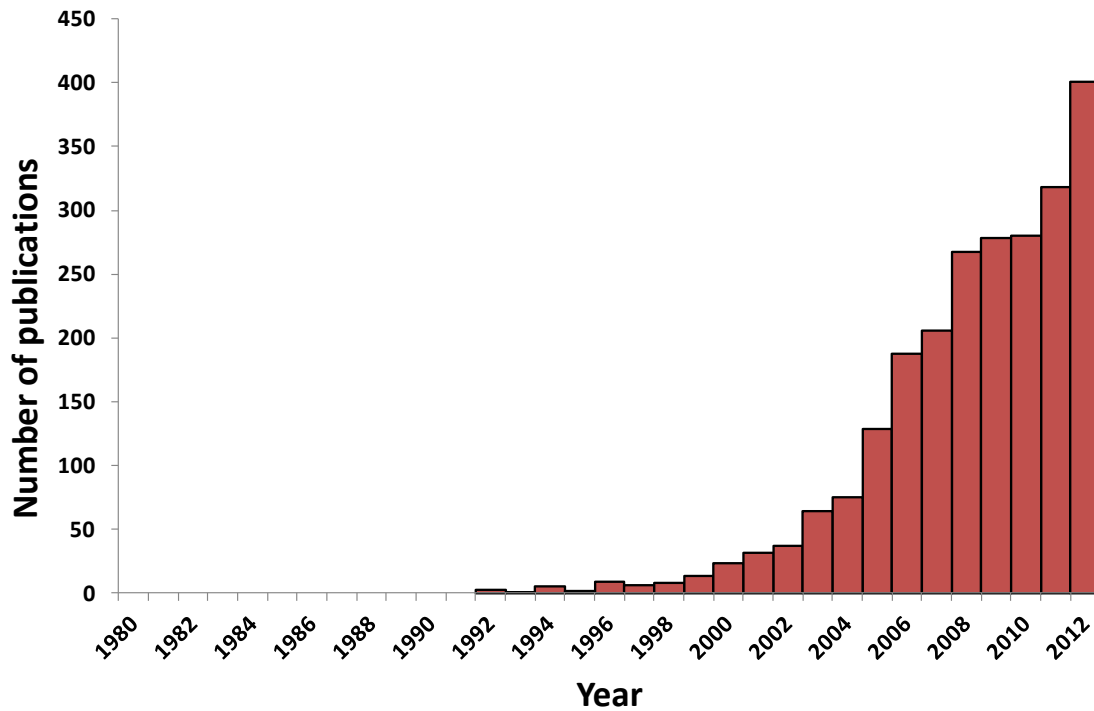


Figure 1.1. Scientific annual publications about MBRs. *Source: SCOPUS.*

Till mid-90s, the number of publications about MBRs was always lower than 5. Since then, this number has increased and in 2010, more than 320 papers were published. When including a second word in the search (Figure 1.2), it can be seen that publications related to modeling, simulation or respirometry applied to MBR systems did not appeared until the last 90s and they have never been higher than 25 annual publications. Respirometry applied to MBRs did not show a significant increase because the same respirometric techniques developed for conventional systems were later applied to MBR systems, but modeling and simulation of MBR processes did show a more significant increase during the last decade.

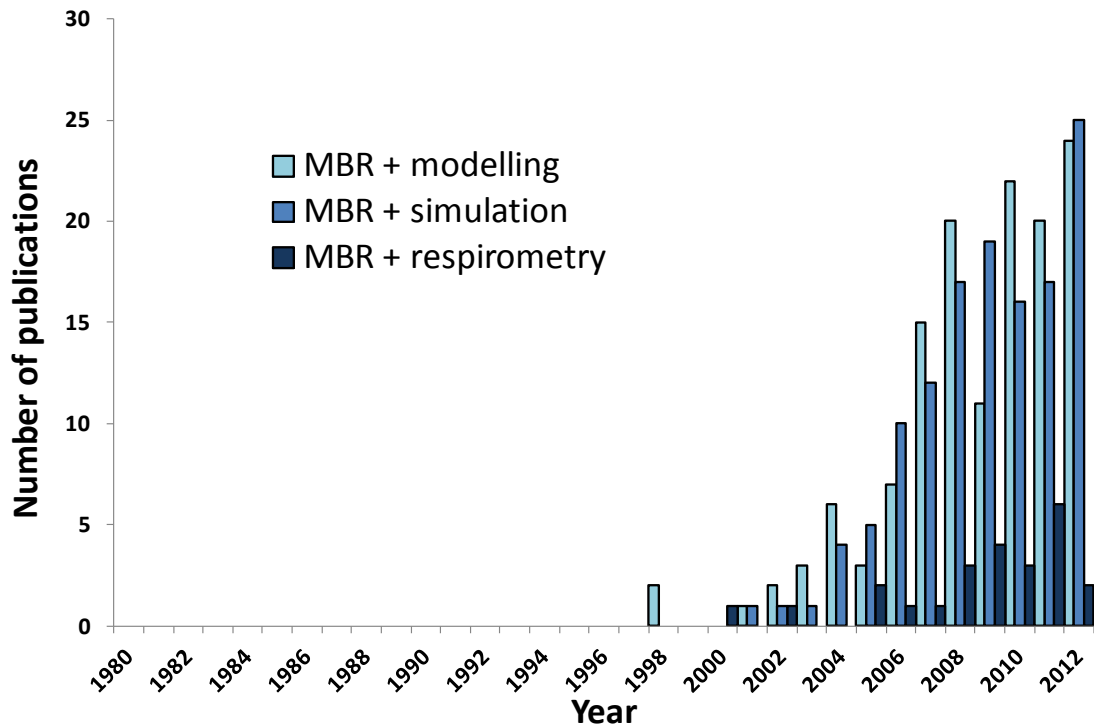


Figure 1.2. Scientific annual publications about modeling, simulation and respirometry applied to MBRs. *Source: SCOPUS.*

When these results are compared with those related to CAS systems (Figure 1.3), it can be observed that the number of publications about MBRs is lower than 5% of those about CAS systems. Regarding respirometry, the number of publications has reached a stable value in the last years, but topics such as modeling and simulation have continuously increased, showing that these are nowadays two of the most interesting issues related to wastewater treatment. From these data, it can be deduced that higher efforts are required for the development and implementation of a new technology which is a very promising alternative to replace conventional activated sludge process for wastewater treatment and these efforts should be also observed in the scientific literature.

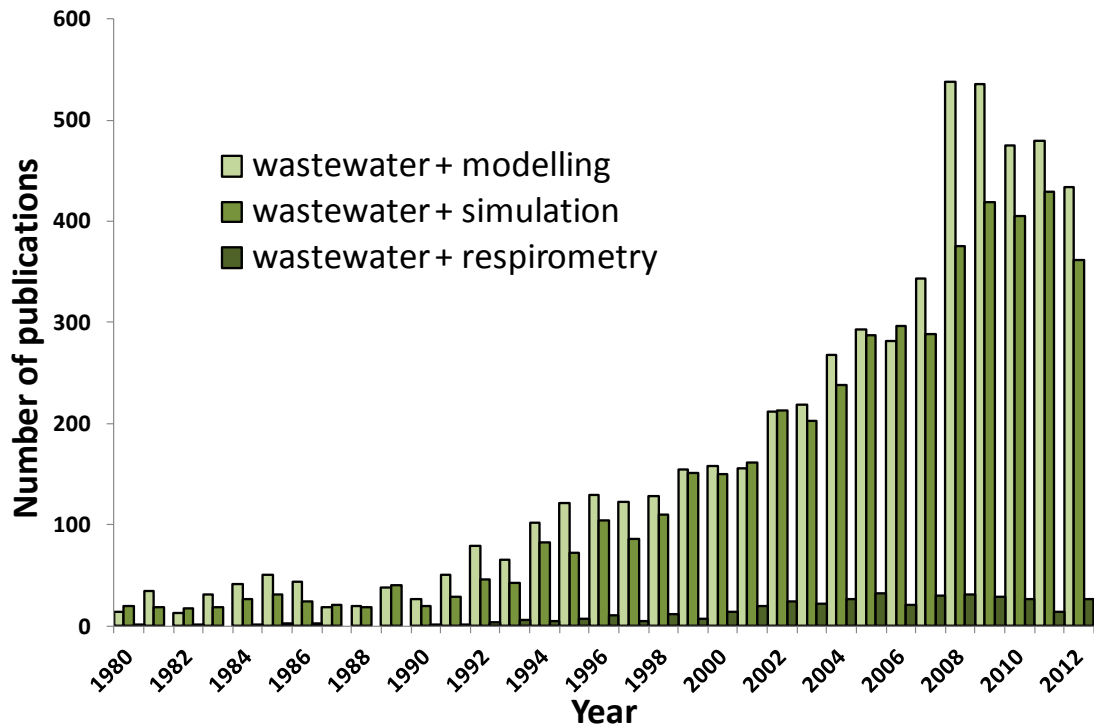


Figure 1.3. Scientific annual publications about modeling, simulation and respirometry applied to CAS systems. *Source: SCOPUS.*

It is remarkable that most of the studies related to MBRs are carried out at pilot or lab scale (Sperandio and Espinosa, 2008) and/or using synthetic wastewater (Novak *et al.*, 1995; Bekir Ersu *et al.*, 2010; Liu *et al.*, 2012, Khan *et al.*, 2013, among others), so, it becomes difficult to extrapolate these results to real experimental systems operating under different operational and/or hydraulic conditions (Judd, 2006; Ahmed and Lan, 2012). On the other hand, publications related to MBRs are mainly focused on membrane fouling, oxygen transfer, sludge stability or effluent reuse (van Nieuwenhuijzen *et al.*, 2008; Meng *et al.*, 2009; Braak *et al.*, 2011), but the knowledge about modeling, simulation or calibration of the parameters included in the models used to describe MBR systems using techniques such as respirometry need to be improved as they constitute a very useful tool for design, optimization and control of WWTPs, increasing the process knowledge while minimizing experimental costs and time requirements.

1.2. MAIN CONCEPTS REGARDING BIOLOGICAL WASTEWATER TREATMENT

For a long time, biological processes have demonstrated their ability to remove a wide range of contaminants, both organics and inorganics, when pH, temperature and redox potential conditions are in a suitable range for microorganisms growth and development. These processes have substituted other physical-chemical processes for wastewater treatment (Cervantes *et al.*, 2006) and as MBR systems combine the conventional biological process and a physical separation stage using membrane filtration, basic knowledge regarding the biological processes is required in this study. This knowledge should include basic concepts related to the microorganisms which constitute activated sludge or basic mathematical equations which describe microbial metabolism.

Metabolism is defined as the set of chemical and biological activities carried out by living cells. It is divided into two phases: catabolism and anabolism, the first one includes a set of biochemical reactions which transform organic matter and release energy and the second one constitutes a set of metabolic phases which need energy and substrate to synthesize cellular organic compounds required for growth. Besides the energy required for biosynthesis, other cellular functions not related to microorganisms growth such as movement, osmotic pressure control or nutrients transport also require energy, which is known as maintenance energy. Both the energy used for anabolism and that required for maintenance is provided by the catabolic reactions (Cervantes *et al.*, 2006).

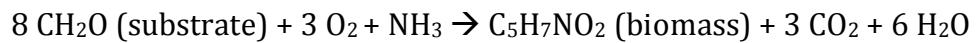
Microbial metabolism in biological wastewater treatment includes several stages (Orhon and Artan, 1994):

1. Soluble biodegradable organic matter composed of simple molecules easily passes through the cellular membrane and it is readily degraded.

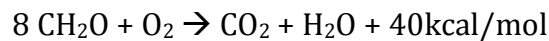
2. Suspended and colloidal organic matter need to be hydrolyzed before being degraded.
3. The fraction of the organic matter which is not used to create new biomass is used to produce energy.
4. Simultaneously, active biomass is lost due to the endogenous decay process.

All these metabolic processes are oxygen consumer and they may be chemically expressed as follows:

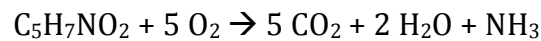
- Heterotrophic biomass synthesis:



- Energy production:



- Biomass degradation:



Substrate concentration decreases with time because it is consumed for biomass growth, whereas the biomass concentration profile is the result of two processes. On the one hand, it increases due to the biosynthesis process and on the other hand, it decreases due to the endogenous metabolism. During the first stage, the relative effect of endogenous metabolism is almost negligible, but it increases mainly due to the limited energy and substrate availability for growth and to the increase in biomass concentration in such a way that required maintenance energy increases and more biomass must be consumed to satisfy the energy demand (Cervantes *et al.*, 2006). Microbial decay is defined as the second stage of a sequential process in which the exogenous substrate is first completely consumed for biosynthesis and later, part of this synthesized matter is degraded once the exogenous substrate is exhausted. In this second stage, microorganisms die and

they release internal substrate and nutrients which become available for growth of other live microorganisms and particulate inert matter, which is accumulated in the activated sludge unless it is purged from the system. Active biomass decay is proportional to the amount of viable heterotrophic biomass concentration and it can be mathematically expressed as a first order equation (Equation 1.1) where b_{H,O_2} is the decay coefficient (Orhon and Artan, 1994):

$$\frac{dX_H}{dt} = -b_{H,O_2} \cdot X_H \quad [\text{Eq. 1.1}]$$

Traditional endogenous concept only considers that death biomass is converted into inert particulate matter during decay, but in an attempt to find a better way to explain decay process, an alternative concept was proposed in the ASM1 (Henze *et al.*, 1987). This is the death-regeneration concept, which considers that active heterotrophic biomass, X_H , is partially transformed into inert particulate matter, X_P , and slowly biodegradable matter, X_S , during decay. According to this approach, it is supposed that biomass death occurs without electron acceptors consumption, neither oxygen nor nitrate, but the oxygen is consumed to degrade the slowly biodegradable matter generated during the decay process. Later, ASM3 (Gujer *et al.*, 1999) recovered the traditional concept. Figure 1.4 shows the scheme of these two concepts.

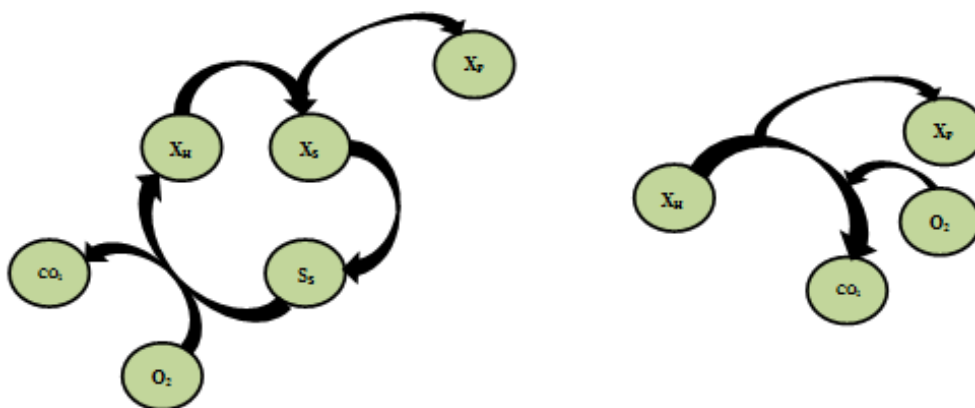


Figure 1.4. Death-regeneration concept according to ASM1 (left) and endogenous decay concept according to ASM3 (right).

Regarding the microbial growth rate, the most commonly mathematical expression to describe this process is the first-order Monod equation (Equation 1.2), (Monod, 1942):

$$\frac{dX_H}{dt} = \mu_H = \mu_{H,max} \cdot \left(\frac{S_S}{K_S+S_S}\right) \quad [\text{Eq. 1.2}]$$

Garrett and Sawyer (1952) experimentally demonstrated that the kinetic of the soluble biodegradable organic matter removal may be represented according to this equation although it was initially developed by Monod for monoculture systems. This is because wastewater COD concentration may be considered as a single substrate although it is composed by a great variety of organic compounds whose degradation rates are different.

Every biochemical process is greatly influenced by ambient temperature, pH and DO concentration inside the bioreactor. Biomass growth and decay in a WWTP are also influenced by these operational conditions and temperature influence over the biological activities is described using Arrhenius equation (Equation 1.3):

$$r = A \cdot \exp(-U/RT) \quad [\text{Eq. 1.3}]$$

Which can be simplified as equation 1.4:

$$r_T = r_{20} \cdot \theta^{(T-20)} \quad [\text{Eq. 1.4}]$$

Where θ is the Arrhenius coefficient or temperature correction factor and usually varies from 1.00 to 1.10 (Ekama and Marais, 1984), r_T is the reaction rate at the experimental temperature T and r_{20} is the reaction rate at the standard temperature (20 °C).

1.3. MODELING AND SIMULATION OF WWTPs

Since the activated sludge processes appeared for the first time, it has been necessary to predict the performance of the WWTPs and many authors have proposed models to mathematically describe the biological mechanisms for organic matter, nitrogen and phosphorus removal. As technical and human resources are limited, it is not possible to check every design alternative for a particular WWTP in a pilot or lab scale, so mathematical models are used to theoretically evaluate these alternatives and to get useful information from the simulations in order to take decisions about the selection of the best option to be implemented. These models are usually empirical and they are a powerful tool to improve process knowledge and efficiency and to predict the dynamic response of the system to face different influent fluctuations and/or modifications of operational conditions (Ferrer *et al.*, 2008). However, it must be kept in mind that a model is just an approximation of the reality and certain degree of uncertainty is inherent to the modeling results (Jeppsson, 1996; Belia *et al.*, 2009; Ruano *et al.*, 2012).

In the first dynamic models, there were just two state variables considered to describe the substrate degradation and biomass growth as a first order equation (McKinney, 1962). Later, saturation and inhibition Monod-type equations were included (Lawrence and McCarty, 1970) and finally, recent models include a huge number of state variables and a higher number of processes as they include mass and energy balances, hydraulic equations and physical-chemical processes.

To develop a model, first of all, the main processes which take place inside the bioreactor must be identified and later, the most suitable kinetic and stoichiometric expressions which better describe these processes must be selected. According to Poschet *et al.* (2003), most of the mathematical models which are used in microbiology are white-box or deterministic models based on mass balances and resulting in a set of differential equations whose result is a

single value for each output. Other more advanced stochastic predictive models give as a result a probability function (Martin and Ayesa, 2010). On the other hand, the *Good Modelling Practice group* (van Waveren *et al.*, 1999) stated that activated sludge models can be static or dynamic, the first ones are used just for designing purposes and the second ones are used for many other purposes (scenarios analysis, design alternatives comparison, control, etc.).

When in 1987 the *International Water Agency* (IWA) published the first activated sludge mathematical model known as *Activated sludge model N° 1 or ASM1* (Henze *et al.*, 1987), it became an important milestone related to the modeling of conventional activated sludge processes and nowadays this and other ASMs are widely used not only by the scientific community but also by engineers, designers and operators of WWTPs. Although ASMs were initially developed to describe conventional systems, since 90s they have also been applied to MBR systems with some modifications (Fenu *et al.*, 2010; Galinha *et al.*, 2013). The first attempts to apply ASMs to MBR systems used default values of the ASM1 parameters and neither calibration nor influent characterization were carried out (Chaize and Huyard, 1991), but recent efforts have been focused mainly on model calibration, influent characterization and sensitivity analyses (Fenu *et al.*, 2010). Although it can be supposed that ASMs can be applied to MBR systems if the operation conditions are similar to those used in CAS systems, i. e., SRT from 3 to 15 days, HRT from 3 to 5 hours and activated sludge TSS concentration from 1.5 to 4.0 g/L (Metcalf, 2003) and authors such as Delrue *et al.* (2010) have checked that ASMs are able to model MBR systems if influent characterization and calibration are carried out, recent studies about MBRs (Ng and Kim, 2007) stated that some specificities of these systems make necessary to check if ASMs can be directly used to describe a particular MBR system or if they require model modifications. Some of these specificities are: higher SRT, higher activated sludge viscosity and suspended solids concentrations, microbial products accumulation, high aeration rates, etc. Several works have been published in the last years summarizing the state of the art of MBR systems modeling (Ng and Kim, 2007; Meng *et al.*, 2009;

Fenu *et al.*, 2010; Naessens *et al.*, 2012). However, there are some important discrepancies as some of these studies use modified ASMs (Oliveira-Esquerre *et al.*, 2006; Jimenez *et al.*, 2008; Saroj *et al.*, 2008; Jiang *et al.*, 2009; Mannina *et al.*, 2011) which add new processes and/or parameters related to the biokinetic processes that involve SMP/EPS components, main causes for membrane fouling (Meng *et al.*, 2009). Other studies use non-modified models whose parameters have just been calibrated to improve model predictions and which are faster and easier to use (Wintgens *et al.*, 2003; Jiang *et al.*, 2005; Sperandio and Espinosa, 2008; di Bella *et al.*, 2008, Baek *et al.*, 2009; Guglielmi *et al.*, 2009; Chen *et al.*, 2012).

Activated sludge models are usually expressed as mass balances which take into account the kinetic of the biological reactions included in the process (Naessens *et al.*, 2012). They lead to a set of differential and algebraic equations which, depending on their complexity, require the use of powerful computational tools to be solved (Gall *et al.*, 1999). For that reason, softwares such as MATLAB (Jeppsson, 1996; Cho *et al.*, 2004; Machado *et al.*, 2009; García-Usach *et al.*, 2010; Chen *et al.*, 2012; Ostace *et al.*, 2013; Donoso-Bravo *et al.*, 2013) or simulators such as AQUASIM (Hocaoglu *et al.*, 2013), BIOWIN (Liwarska-Bizukojc and Biernacki, 2010) or WEST (Galleguillos *et al.*, 2011) have been widely used for WWTPs simulation. Vanhooren *et al.* (2003) described four different types of available softwares for modeling and simulation of these systems:

1. Codes may be manually implemented in a computational language such as Fortran or C++.
2. General purpose simulators such as Matlab/Simulink or ACSL.
3. Closed simulators such as Biowin, EFOR or STOAT.
4. Open simulators such as GPS-X, Simba or WEST.

General purpose simulators such as MATLAB/Simulink are highly flexible but they require a significant previous knowledge. On the other hand, specific simulators

usually include a large library with existing models which allow the user to configure a particular process. Rodríguez *et al.* (2009) proposed a new method based on Excel and Matlab-Simulink to implement mathematical models in a simple and flexible way which allows to create or to modify models.

The most common purposes when modeling an activated sludge system using a simulator are:

1. Optimization and/or extension of an existing WWTP.
2. Selecting the most suitable operational conditions to obtain a good effluent quality.
3. Reducing operational costs.
4. Effluent reuse.
5. Control strategies development.
6. WWTPs' design.

1.4. SELECTION OF THE MOST APPROPRIATE MODEL FOR A PARTICULAR PURPOSE

When a WWTP is modeled and simulated, there are some problems which need to be faced such as the process complexity and subsequent lack of knowledge about it, the fact that these processes are non-linear and non-steady processes, the influent and model parameters variability due to the adaptative behaviour of microorganisms and the lack of suitable techniques to measure important model parameters (Jeppsson, 1996). For all these reasons, models are extremely complicated but in practice, they need to be reduced to a level at which model parameters are easily identified using the available measurement techniques whereas predictive capacity is good enough to provide useful information to take decisions related to design, optimization and control of these systems. However, a model is just a mathematical description of biological processes and it is not

exempt from uncertainties (Belia *et al.*, 2009) and the fact that the model properly fits the experimental data and it is able to predict system behaviour, does not mean that the model is microbiologically correct (Van Loosdrecht *et al.*, 1999).

Below, the main characteristics of the models published by the IWA are summarized. All these models are represented in a matrix form known as Petersen matrix (Petersen *et al.*, 1965), which allows the identification of the model components and biological processes which transform these components.

- ***Activated Sludge Model N° 1 (Henze et al., 1987):***

This model includes organic matter removal, nitrification and denitrification processes and it can be used to predict oxygen requirements and sludge production. The main concepts incorporated in this model are the influent COD fractionation and the death-regeneration concept. On the one hand, total COD is divided into biodegradable COD, inert COD and active biomass. At the same time, biodegradable COD is divided into a readily biodegradable fraction which can be directly used by the biomass and a slowly biodegradable fraction which needs to be previously hydrolyzed. On the other hand, the death-regeneration concept is characterized by assuming that part of the organic matter generated by the biomass decay may be used again for biomass growth and the rest is considered as inert matter (see figure 1.4).

ASM1 is based on mass balances describing the accumulation of each component. Reaction rates are showed in a matrix form, so the different processes affecting each model component may be easily and readily identified. Some of the assumptions taken to simplify this model are:

- The system is working at a constant temperature, although temperature sensitivity of the model parameters may be included in the model using Arrhenius equations.

- pH is also constant and close to neutrality.
- The effect of low nutrient concentrations in the influent is not taken into account in the biomass growth process so, it is supposed that substrate availability is always enough and the amount of nutrients is not a limiting factor.
- Values of kinetic and stoichiometric parameters are fixed.

- **Activated Sludge Model N° 2 (Henze *et al.*, 1995):**

This model extends ASM1 (Henze *et al.*, 1987) including phosphorous biological removal and a new group of microorganisms (phosphate accumulation organisms, PAOs) in the biomass, apart from autotrophic and heterotrophic bacteria. This new group is able to grow just in aerobic conditions. Moreover, two new respiration rates related to phosphate precipitation and re-solution are also included in ASM2.

Other assumptions of this model are:

- Organic matter, nitrogen and phosphates hydrolysis is supposed to occur simultaneously.
- PAOs denitrification reactions are not included in the model although some of these bacteria are able to denitrify.
- Growth limitations due to low nutrient concentrations (phosphate, ammonium, potassium and magnesium) are not considered.
- Although nitrate and nitrogen monoxide may inhibit biological phosphorous removal, the model does not include these effects.

A new version of this model (ASM2d, Henze *et al.* 1999) incorporates the fact that PAOs are able to use organic products stored inside the cells to denitrify so, they are able to grow in anoxic conditions.

- **Activated Sludge Model N° 3 (Gujer *et al.*, 1999):**

In 1999, the ASM1 (Henze *et al.*, 1987) was checked by the IWA task group and a more precise and actual model was elaborated: ASM3 (Gujer *et al.*, 1999). One of the main changes in this model is that the storage of compounds inside the heterotrophic cells is included. Readily biodegradable substrate is degraded by the heterotrophic biomass and stored inside the cells before being used for growth so, biomass growth does not depend just on the external substrate in famine phases. Some authors have modified this model to consider that growth and storage may be simultaneous processes instead of considering that S_s is first completely stored and later used for biomass growth (Karahan-Gül *et al.*, 2003; Ortigara *et al.*, 2011; Galinha *et al.*, 2013; Hauduc *et al.*, 2013).

Another important difference when comparing ASM1 and ASM3 is that the death-regeneration concept is substituted by the endogenous respiration concept. In ASM1 (Henze *et al.*, 1987), part of the mass generated during biomass decay is used again for heterotrophic growth. On the contrary, in ASM3 (Gujer *et al.*, 1999), endogenous respiration includes different processes such as predation, decay, lysis, etc. and it is not related to growth (see figure 1.4).

ASM1 components which are not included in ASM3 are particulate matter coming from biomass decay and organic biodegradable nitrogen. Other components included in ASM3 that were not included in ASM1 are nitrogen (N_2), stored products and suspended solids.

The selection of the most suitable model for a particular study is based on factors such as the purpose of the modeling study or the desired accuracy of the simulated predictions. Hauduc *et al.* (2010) analyzed the main inconsistencies and mistakes found in seven common activated sludge models: ASM1, ASM2d, ASM3, ASM3+Bio-

P, ASM2d+TUD, New general and UCTPHO+, stating that model verification is a required step before using it. Moreover, Fenu *et al.* (2010) and Naessens *et al.* (2012) published large reviews about the state of the art of MBR models. According to Fenu *et al.* (2010), model selection mainly depends on the purpose of the study and the biological processes taking place in the WWTP to be modeled, in such a way that if there is not biological phosphorus removal in the experimental system, it is not recommended to use the ASM2d which includes this process.

Other authors such as Gernaey *et al.* (2004) compared the characteristics of different models and checked in which situations they are more appropriate. Table 1.1 shows the main characteristics of ASM1 and ASM3, which are the best candidates to be used in this thesis. According to these authors, ASM3 fits better in those situations where substrate storage is significant (industrial wastewaters) or for those treatment plants with large anoxic zones (Hulsbeek *et al.*, 2002). Another study focused on comparing these two models is Guisasola *et al.* (2005), where data obtained in respirometric experiments are evaluated using ASM1 and ASM3. In this case, the first one shows inconsistencies because it considers that biomass growth is just due to external substrate and the oxygen consumed when there is no external substrate is just due to biomass decay, so, they concluded that ASM3 better predicted their respirometric results. Moreover, in MBR systems where organic loading is low, storage may play an important role, as described by Sperandio and Espinosa (2008), which used both models to predict biological processes in MBR systems and concluded that ASM1 better predicts sludge production at SRTs lower than 50 days but at 110 days, VSS concentration is overestimated. On the contrary, ASM3 subestimates VSS concentration at SRTs of 10 and 30 days, but it better predicts VSS concentration at SRT equal to 110 days. According to these authors, differences between experimental data and the results obtained when ASM1 is used are due to the high amount of particulate inert organic matter released according to the death-regeneration concept included in the ASM1. Galleguillos *et al.* (2011) also obtained similar conclusions when they compared ASM1 and ASM3 in WEST.

Table 1.1. ASM1 and ASM3 characteristics. **Source:** Germaey *et al.* (2004).

	ASM1	ASM3
Reactions	8	12
State variables	13	13
Hydrolysis	Depends on the electron acceptor	Does not depend on the electron acceptor
Biomass decay	Death-regeneration concept	Endogenous respiration model
Influent fractionation	Based on solubility and biodegradability	
Heterotrophic biomass growth	Direct biomass growth on external substrate	Substrate storage before biomass growth
Biodegradation kinetics	Does not consider limitations due to low nutrient concentrations	Includes nitrogen and alkalinity limitations
Parameters identifiability	Every state variable is directly influenced by a change in the value of a parameter	Lower influence, better parameters identifiability

In summary, storage phenomena included in the ASM3 may play an important role in MBR systems where organic loading is low and feast/famine phases are alternated, especially in those systems with significant fractions of industrial wastewater and/or anoxic zones (Germaey *et al.*, 2004). However, in those systems in which operational conditions do not favor storage phenomena, ASM1 might be used and the results might be good enough. If the purpose of the modeling study is just the effluent characterization, oxygen demand or sludge production estimations, ASMs are suitable for being applied in MBR systems. Usually, the selected model is ASM1 because there are a lot of publications related to this model and it is well known, but there are some reasons to change this selection:

- ASM3 is applied if there are large anoxic and anaerobic zones in the plant.
- A Bio-P-ASM is applied if biological phosphorous removal is being modeled.
- A modified ASM including an EPS/SMP model is applied just in case these components are being evaluated.

1.5. INFLUENT CHARACTERIZATION

Once the most suitable model has been selected, correctness of the modeling results highly depends on the information collected and included in this model. The successful application of ASMs highly depends on the correctness of wastewater fractionation (Henze *et al.*, 2000; Anderson *et al.*, 2001; Hulsbeek *et al.* 2002; Zhou *et al.*, 2010; Basaran *et al.*, 2012) and good parameters estimation (Boursier *et al.*, 2004).

For that reason, in every WWTP, influent and effluent samples are usually taken daily and parameters such as COD, BOD₅, TSS, nitrogen, pH or conductivity are measured to control system performance. However, if the system wants to be modeled, these data are not enough and influent must be intensively characterized according to the COD fractions described in the model and an intensive sampling pattern is usually required to get a proper influent characterization which provides useful information and a detailed dynamic profile. According to Melcer *et al.* (2003), besides daily 24 hours composed samples, this program should include 24-48 hours taking samples hourly or every 2 hours in order to get information about the daily influent variations and the dynamic response of the system and to determine aeration requirements at peak conditions.

Since the first activated sludge model was published, COD concentration was selected as the model component to characterize the substrate, because it allows establishing electron equivalence among substrate, biomass and oxygen consumption (Dold *et al.*, 1980). ASMs usually divide total wastewater COD concentration according to the biodegradability of the components into an inert organic fraction and a biodegradable organic fraction. While the latter is transformed during the biological process, the inert fraction is unaffected by the treatment. On the other hand, the biodegradable fraction contains a wide spectrum of organic compounds with biodegradation rates that may vary substantially and it is therefore necessary to subdivide it into readily (S_S) and slowly (X_S)

biodegradable fractions (Dold *et al.* 1980). Due to the fact that the fractions of soluble/particulate and biodegradable/unbiodegradable COD greatly influence the kinetic and stoichiometric parameters describing the biological processes inside the bioreactors, special care must be taken when these fractions are determined and their values are used as input for a simulator or to design or optimize a WWTP. Moreover, having reliable estimates of biodegradable substrate is necessary in order to avoid excess aeration and to optimize the estimation of the TSS concentration and subsequently the recirculation and purge requirements (Hedegard and Wik, 2011).

Several procedures to determine influent COD fractions can be found in literature, but no one has become the standard procedure and many discrepancies among researchers are found as both the techniques used to estimate influent COD fractions and the obtained values greatly differs depending on the selected procedure and subsequently, the whole process performance and the simulation results significantly differs so different studies can not be easily compared (Lu *et al.*, 2010).

Most of these fractionation methods are physical-chemical (Roeleveld and Van Loosdrecht, 2002; Delrue *et al.*, 2010), biological (Ekama *et al.*, 1986; Ginestet *et al.*, 2002; Zhou *et al.*, 2010) or a combination of both methods (Jiang *et al.*, 2005; Sperandio and Espinosa, 2008; Lu *et al.*, 2010). The traditional way of analyzing wastewater composition is based on relatively simple physical-chemical methods such as filtration which are not process-related and are therefore unable to fractionate the readily and slowly biodegradable fractions because they do not differentiate with respect to biodegradability and biodegradation rate (Brouwer *et al.*, 1998; Petersen *et al.*, 2003). This makes wastewater characterization by physical-chemical methods less suitable for model simulation or control purposes. On the other hand, biological methods based on respirometric assays highly depend on the experimental conditions (Orhon *et al.*, 2007) and they may subestimate biodegradable fractions (Ginestet *et al.*, 2002, Choi *et al.*, 2005). Thus,

the final selection usually depends on the researchers' criteria and/or on the available human and technical resources.

Moreover, soluble COD obtained via physical-chemical analyses highly depends on the filter size (Petersen et al., 2003) and it is possible that part of the retained particulate substrate is also readily biodegradable (Spanjers and Vanrolleghem, 1995) or that part of the soluble COD which passes through the filter is in fact slowly biodegradable (Sollfrank and Gujer, 1991). Traditionally, soluble/particulate separation has been carried out using 0.45 μm filtration (Lu et al., 2010, Hocaoglu et al., 2013) and few works have been done to evaluate other alternatives although according to Levine et al. (1985), colloidal matter size is in a range from 0.1 to 50 μm , so a fraction of this matter may pass through the traditional filters of 0.45 μm pore size. These and other authors proposed the use of filters of 0.1 μm to separate the real soluble fraction (Gatti et al., 2010). Results related to this topic have been highly contradictory and authors such as Lu et al. (2010) obtained similar COD concentrations regardless of the selected pore size (0.45 or 0.1 μm) or the presence of previous influent flocculation, whereas other authors such as Melcer et al. (2003) related differences of up to 16% when comparing 0.1 μm filtered COD and previously flocculated wastewater COD. Also, authors such as Lu et al. (2010) or Delrue et al. (2010), who also compared different fractionation methods, concluded that the best combinations were respectively flocculation followed by 0.45 μm filtration and respirometry for the first one and 0.45 μm filtration followed by ultimate BOD tests and a "trial and error" method to fit VSS for the second one.

Jiang et al. (2005) also compared two influent characterization methods for ASM1 calibration applied to an MBR system. The first method was a combination of physical separation using a filter of 0.45 μm pore size to separate soluble and particulate fractions and respirometry to determine biodegradable fractions (X_S and S_S), assuming that S_I is equal to 90 % of the effluent COD and determining X_I as the difference among total COD and the other fractions (S_S , X_S and S_I). The second

method was a physical-chemical method described in the STOWA protocol (Van Waveren *et al.*, 1999), which combines physical separation using a 0.45 μm pore size filter and BOD analyses to determine total biodegradable COD. S_I is also considered equal to 90 % of the effluent COD and S_S is the difference between soluble COD and S_I . Finally, X_S is calculated as the difference between biodegradable COD and S_S and X_I is determined as the difference among total COD and the previously determined fractions (S_S , X_S and S_I). The most significant difference between these two methods is the value of X_I , which is higher when the second method (physical-chemical) is used so, TSS concentration is overestimated with this methodology.

It is also remarkable that the SRT may also influence the most suitable characterization methodology to determine X_I and X_S fractions, as high SRTs lead to the slow inert fraction hydrolysis, which implies that part of the organic matter considered as inert is in fact biodegradable (Ahmed and Lan, 2012). For modeling purposes, this may overestimate sludge production and it is especially important for MBR systems operating under significant organic loading fluctuations (Williams *et al.*, 2012). In these cases, a “trial and error” method to adjust X_S and X_I seems to be the best choice. On the other hand, when the system operates at more usual SRTs (<30-40 days), characterization based on respirometric assays leads to satisfactory results (Sperandio and Paul, 2000).

Some of the main assumptions for influent characterization are:

1. DO concentration in the aerobic bioreactor is higher than 2.00 g/m^3 and simultaneous denitrification is negligible.
2. Substrate is completely consumed.
3. Effluent soluble COD is supposed to be S_I (if SRT is higher than 3 days).

4. S_s is completely used in the predenitrification stage. In case this fraction is too high (industrial wastewaters), this assumption is not valid.
5. Autotrophic biomass concentration in the influent is negligible; it is always lower than 2-3 % of the total COD.
6. Heterotrophic biomass concentration may also be considered negligible but it can also be measured using respirometric assays without biomass in which just wastewater is used (Sperandio and Paul, 2000).

Table 1.2 shows the most important methodologies found in literature for influent COD fractions characterization. Regarding the most important fraction, S_s , various methods have been proposed to determine this value. Ekama and Marais (1970) introduced an experimental procedure with daily cyclic square wave feed to distinguish between readily and slowly biodegradable organic matter in domestic wastewaters. Other authors proposed filtrations with different pore sizes (Roeleveld *et al.* 2002; Jiang *et al.*, 2005; Lu *et al.*, 2010) or a previous flocculation step (Mamais *et al.* 1993; Lu *et al.*, 2010) combined with biological tests, because the application of physical-chemical methods alone is not sufficient for the characterization of the wastewater into model COD components (Petersen *et al.*, 2003). In general, respirometric analyses yielded lower values for the S_s component than physical-chemical methods (Lu *et al.*, 2010). Moreover, regardless of the fractionation method employed, this fraction is very unstable as it can be rapidly produced or consumed in the sewer or during the sampling and storage procedure depending on the DO concentration. These great variations lead to the necessity of the specific characterization of each wastewater (Sollfrank *et al.* 1992; Sperandio *et al.*, 2001).

For X_s determination, Ginestet *et al.* (2002) or Gatti *et al.* (2010) stated that respirometric analyses cannot be used to measure the total content of slowly biodegradable organic matter as they are only capable of determining the readily

hydrolyzed biodegradable substrate. For this reason, some authors have preferred to focus on determining the inert particulate fraction (X_I), which can be estimated from the comparison of measured and predicted sludge production (Lu *et al.*, 2010) or by calibrating the TSS concentration (Henze *et al.* 1992). Once X_I is determined, X_S can be obtained by subtracting all the other fractions from the total COD concentration.

Finally, S_I may be obtained using a long-term soluble BOD test in which the remaining COD after 20 days is considered to be equal to S_I (Ekama *et al.* 1986). On the other hand, this fraction is considered in ASMs as a conservative component and it is not generated neither consumed during the biological process (Petersen, 2000), so it may also be considered equal or almost equal to the soluble effluent COD for low-loaded systems where the SRT is more than 3 days (Van Waveren *et al.*, 1999; Jiang *et al.* 2005; Sperandio and Espinosa, 2008).

Table 1.2. Methodologies used for influent COD fractions characterization.

FRACTION	METHODOLOGY	SOURCE
S_S	Filtration + Respirometry	Levine <i>et al.</i> (1985); Spanjers and Vanrolleghem (1995); Roeleveld <i>et al.</i> (2002); Jiang <i>et al.</i> (2005); Lu <i>et al.</i> (2010)
S_S	Flocculation + Filtration + Respirometry	Mamais <i>et al.</i> (1993); Lu <i>et al.</i> (2010)
S_S	Difference between soluble COD and S_I	Van Waveren <i>et al.</i> (1999)
S_S	Respirometry based on cyclic intermittent substrate addition 12 hours per day	Ekama and Marais (1970); Ekama <i>et al.</i> (1986)
S_I	Equal to effluent COD	Ekama <i>et al.</i> (1986); Sperandio and Espinosa (2008)
S_I	90% of the effluent COD	Siegrist and Tschui (1992); Van Waveren <i>et al.</i> (1999); Jiang <i>et al.</i> (2005)
S_I	Equal to the inert effluent COD minus the biodegradable effluent COD	Henze (1992)
S_I	Long BOD analysis	Ekama <i>et al.</i> (1986); Lesouef <i>et al.</i> (1992)
X_S	Respirometry	Kappeler and Gujer (1992); Spanjers and Vanrolleghem (1995); Van Waveren <i>et al.</i> (1999)
X_S	Difference among total COD and the other fractions to close mass balance	Ekama <i>et al.</i> (1986)
X_I	Ratio BOD/COD adjustment	Melcer <i>et al.</i> (2003)
X_I	Sludge production or TSS concentration adjustment	Henze <i>et al.</i> (1992); Lu <i>et al.</i> (2010)
X_I	Long BOD analysis	Ekama <i>et al.</i> (1986); Lesouef <i>et al.</i> (1992)
X_I	Difference between particulate COD and X_S	Van Waveren <i>et al.</i> (1999)

1.6. UNCERTAINTY AND SENSITIVITY ANALYSIS

Certain margin of uncertainty due to many assumptions and simplifications of the model is always present in model predictions, specially is wastewater treatment systems that are inherently uncertain due to influent concentrations and flowrate fluctuations (Jeppsson, 1996; Belia *et al.*, 2009; Ruano *et al.*, 2012). Moreover, in case uncertainty is related to the wide range of the values of model parameters, it is difficult to develop a mathematical model able to give accurate results as inputs uncertainty is transferred to the outputs during the modeling, leading to erroneous predictions (Brun *et al.*, 2002). According to Flores-Alsina *et al.* (2009) or Brun *et al.* (2012), inputs may be divided into three groups depending on their uncertainty. Low uncertainty inputs such as most of the stoichiometric parameters, medium uncertainty inputs such as growth rates and half saturation constants and high uncertainty inputs such as influent fractions.

Both uncertainty and sensitivity analyses are usually carried out before model calibration to determine how predictions variability may be adjudicated just to a few inputs which are identified as responsible for a high percentage of outputs variability (Hauduc *et al.*, 2011; Chen *et al.*, 2012) and, as the experimental determination of every model parameter is expensive and time consuming, this analysis gives information about which inputs should be selected to be calibrated in lab experiments and which inputs are not too influential, so, default values may be used without affecting the results (Fall *et al.*, 2009). This leads to the minimization of technical and human resources required for calibration (Gall, 1999; Liwarska-Bizukojc and Biernacki, 2010).

Inputs usually included in sensitivity analyses are model kinetic and stoichiometric parameters, influent fractions and sometimes, operational parameters such as volumes, temperature, flowrates, SRT, selected DO concentration, etc. At different operational conditions, sensitivities may change so, it is important to carry out a new sensitivity analysis every time a model is calibrated (Liwarska-Bizukojc and

Biernacki, 2010; Dalmau *et al.*, 2013). Some published analyses are: Ruano *et al.* (2007), Sin *et al.* (2007), Lee *et al.* (2008), Kim *et al.* (2010) or Donoso-Bravo *et al.* (2013). As biological processes are exactly the same in CAS and MBR systems, it is supposed that sensitivity analysis results are being similar. However, MBR systems performance differs from CAS systems and sensitivity analyses for these systems must be done (Cho *et al.*, 2004).

If the output space is linear or similar to a hyperplane, sensitivity analyses may be carried out applying differential analysis around a fixed steady point (Haaker and Verheijen, 2004; Galleguillos *et al.*, 2011), it means, simple partial derivatives of the output with respect to a particular input and keeping constants values for the other inputs. These analyses are known as local sensitivity analyses or OAT (once at a time) analyses. On the other hand, if output space is non-linear, assumptions to apply differential analysis are not valid and results may be correct just in a small range of the output space. In these cases, global sensitivity analyses need to be carried out. These analyses evaluate the effect of a particular input whereas all the other inputs simultaneously vary, so interactions among parameters are taken into account (Saltelli *et al.*, 2006). However, authors such as Haaker and Verheijen (2004) or Cierkens *et al.* (2012) compared results obtained from a local and a global sensitivity analysis applied to the same experimental system and they obtained similar results, so they concluded that easier and faster local methods can be used without affecting the results of the analysis.

One of the most widely used local methods is that used by authors such as Jiang *et al.* (2005) or Galleguillos *et al.* (2011), among others, where relative sensitivity functions (RSFs, equation 1.5) are calculated for one or more outputs (Y) related to every model input (k). This function measures the relative variation in the output value depending on a certain variation in the input value and allows an easy comparison between parameters whose magnitudes are different.

$$RSF = \frac{k \Delta Y}{Y \Delta k} \quad [\text{Eq. 1.5}]$$

Regarding global methods, MonteCarlo is the most widely used (Martin and Ayesa, 2010; Mannina *et al.*, 2011; Sin *et al.*, 2011; Flores-Alsina *et al.*, 2012; Donoso-Bravo *et al.*, 2013) and its name is due to the fact that this method was initially developed to analyze games of chance (Metropolis, 1987). The first step to carry out this method is an uncertainty analysis to identify and characterize inputs uncertainty selecting a suitable variability range and a statistical probability function (normal, log-normal, uniform, etc.). Later, sensitivity analysis consists on running a selected number of model simulations in which input values randomly vary inside the space of the selected probability functions. Finally, the results of each simulation are compared with the experimental ones and the value of an objective function which is usually a cost function (COI), an effluent quality function (EQI), the root mean square (RMS) or the mean absolute error (MAE), is determined. The minimum objective function value indicates the set of input values which better describes the experimental data and this is one of the main advantages of this method, as it allows also estimating the values of the model parameters which better describe the process, i. e., calibration is also carried out together with the sensitivity analysis. Besides MonteCarlo analyses, other global sensitivity analyses found in literature are those based on the variance such as Fourier, FAST, Morris, Sobol, etc. (McRae *et al.*, 1982; Haaker and Verheijen, 2004; Saltelli *et al.*, 2010; Ruano *et al.*, 2012).

1.7. MODEL CALIBRATION AND VALIDATION

Mathematical models are really useful and provide suitable predictions just in case they are properly calibrated and validated (Keesman *et al.*, 1998). Calibration consists on estimating those values for model parameters which better describe a particular system and fit a particular set of experimental data (Gerbaey *et al.*, 2004). On the other hand, it also determines the validity range of the model, as it might not be suitable in case the system operates at operational conditions far from those for which it has been calibrated (Nowak *et al.*, 1999).

One of the most important problems which must be faced when a particular WWTP is being simulated is that models applicability is usually limited because of the lack of information related to the data included in the model. To get this information, long and expensive laboratory analyses are usually required (Xu and Hultman, 1996; Hauduc *et al.*, 2013). If possible, it is preferable that model parameters are estimated using laboratory analyses such as respirometry, as according to Gernaey *et al.* (2004), a mathematical calibration may lead to significant contradictions due to the complexity and lack of identifiability caused by the non-linearity of the model. However, in case it is not possible to calibrate these parameters using respirometric methods due to economical, technical or time limitations, they can also be estimated using mathematical algorithms (Plazl *et al.*, 1999; McLean and McAuley, 2012), fitting historical data or selecting values found in literature for these parameters, but a wide knowledge of the process and the meaning of these parameters is always required as they should not be modified without reasoning.

Compared to well defined systems such as electrical or mechanical, modeling poorly defined systems such as WWTPs is a difficult and time consuming task, specially the calibration step (Vanrolleghem *et al.*, 2003). Moreover, activated sludge models complexity has considerably increased in the last years because new biological processes have been discovered and because plants need to be continuously modified to reach more and more stringent discharge limits.

On the other hand, although calibration is required to get a suitable model, it must be taken into account that models are simplified descriptions of reality and when a model is developed, many assumptions need to be considered (Jeppsson, 1996; Henze *et al.*, 2000), so, even if all the model inputs are correctly calibrated, predictions are just approximations (Gall, 1999; Ruano *et al.*, 2012). For that reason, the purpose of calibrating a model is not getting a perfect fitting of every output, but predicting trends and profiles in a correct way and minimizing the error between experimental data and model predictions (Liwarska-Bizukojc,

2011). According to Melcer *et al.* (2003), it is more important to acceptably predict changes of all the outputs instead of perfectly predict one or two outputs.

Many different criteria are used for model calibration but, in general, they all agree that parameters estimation ends when the objective functions which indicate the differences between simulation predictions and experimental data reach a minimum value previously established (Corominas *et al.*, 2011). Some authors such as Kim *et al.* (2010) or Dalmau *et al.* (2013) define objective functions namely effluent quality indexes (EQI) or cost optimization indexes (COI), which include one or more outputs. Others authors use statistical variables such as standard deviation or error measurements (MAE, RMSE or MSE) to determine the correctness of the model calibration (Eldyasti *et al.*, 2012; Kusiak and Wei, 2013).

The most common outputs selected to calibrate a model for MBR systems are usually the same outputs which have been selected for the previous sensitivity analysis. Di Bella *et al.* (2008) based their calibration study on TSS concentration inside the bioreactor and effluent COD, ammonium and nitrate concentrations. Other authors such as Sperandio and Espinosa (2008) or Printemps *et al.* (2004) are focused on TSS concentration, sludge production and nitrification.

WERF protocol (Melcer *et al.*, 2003) described four different calibration levels based on the desired calibration accuracy. Depending on the calibration level, influent characterization is also different.

- Level 1: default values and model assumptions are used and it is usually employed when designing new WWTPs and there is no experimental available data.
- Level 2: calibration is based on historical data.
- Level 3: includes dynamic sampling campaigns.
- Level 4: includes direct parameters measurements and detailed influent characterization and it is used in case the previous

calibration levels are not giving enough information or the model is too complex.

The IWA described the key principles in which model calibration is based (Henze *et al.*, 1995):

1. Most of the model parameters do not significantly vary and they should not be changed without any reason.
2. Parameters should not be adjusted if model predictions are not sensitive to their changes.
3. In each simulation just one parameter must be changed. It is not recommended to change more than one parameter at the same time.
4. A good model calibration requires a detailed understanding of the model because if the model is not well understood, parameters adjustment may lead to non-realistic results.
5. A reasonable fitting of most of the outputs is always preferable to a perfect fitting of a certain output.

In general, just a few parameters need to be changed to fit simulated results to the experimental ones (Galleguillos *et al.*, 2011) and usually these parameters do not drastically vary for different WWTPs (Melcer *et al.*, 2003). For that reason, in case a calibrated input greatly differs from the default value, it usually indicates that errors in the hydraulic model (SRT, flowrates, etc.) may exist. For steady state calibrations, these differences should be in a range from 5 to 20 % of the default value and for dynamic calibrations, the usual range is from 10 to 40 % (Melcer *et al.*, 2003), although higher differences may be found without deteriorating model ability to predict system performance.

Usually, a steady state calibration is first carried out in which average values are used for influent characterization and other inputs and those parameters which define the long-term system behaviour are estimated: Y_H , f_p , $b_{H,02}$ and influent X_I

concentration (Nowak *et al.*, 1999). Later, a dynamic calibration is carried out to predict short-term situations and dynamic profiles. In this case, more information for influent and system characterization is required and the main purpose is to estimate growth rates: $\mu_{H,max}$ and $\mu_{A,max}$ (Petersen, 2000; Liwarska-Bizukojc and Biernacki, 2010).

Many papers related to ASMs calibrations have been published (Koch *et al.*, 2000; Ruano *et al.*, 2007; Sin *et al.*, 2007; Lee *et al.*, 2008; Sperandio and Espinosa, 2008), but papers in which these models are calibrated for MBR systems are still scarce (Delrue *et al.*, 2010), because it may be supposed that as the biological processes are the same in both systems, model parameters should reach similar values. However, MBR systems characteristics such as high SRTs or low organic loadings lead to differences in the calibrated values of model parameters. Kim *et al.* (2010) proposed a new method to calibrate ASM1 minimizing the number of calibrated parameters and reducing required computational efforts. However, although bibliography related to WWTPs calibration is huge, one of the main problems is that each study uses a different calibration protocol, different wastewater characterization methodologies, different influent dynamic sampling campaigns and/or different parameters selection guidelines because there is no systematic standard protocols for model calibration and comparing different ASMs calibration studies is really difficult. Some attempts to face this problem have been carried out by Langergraber *et al.* (2004), who tried to define a guide to get understandable and comparable results and recommended the use of mass balances to check the quality of the experimental data or Sin *et al.* (2005), who extensively compared the most common calibration protocols developed by BIOMATH (Ghent, 2003), HSG (Germany, Austria and Switzerland, 2004), STOWA (Delft, 2002) and WERF (USA and Canada, 2003) and also analyzed the chance to automate some calibration steps using mathematical algorithms.

The main characteristics of these protocols are collected in table 1.3. Common characteristics of all of them are that the first step is always the definition of the calibration purpose and the fact that they remark the importance of experimental data quality. Moreover, they all agree about the necessity of validate the model after calibration. However, although they constitute the starting point for a standard unified protocol, several problems must be still faced:

1. Deficiencies have been observed when these protocols have been applied to WWTPs using industrial wastewaters. These deficiencies are mainly related to the proposed influent characterization methodologies.
2. There are no available sensors and instruments able to obtain high quality data as required for model calibration.
3. Experimental analyses to determine kinetic and stoichiometric model parameters are also required every time a calibration study is carried out, but these analyses are usually based on expensive respirometric techniques, which require real activated sludge and influent samples taken from the experimental system. Moreover, data extrapolation from laboratory analyses to full scale systems is limited.

Table 1.3. Calibration protocols.

	BIOMATH	STOWA	HSG	WERF
YEAR	2003	2002	2004	2003
COUNTRY	Ghent (Belgium)	Delft (Holland)	Germany, Austria and Switzerland	USA and Canada
STEPS	<ol style="list-style-type: none"> 1. Define the purpose of the study and take decisions about the required information 2. Plant characterization, verification and model selection 3. Steady state calibration (sludge production and oxygen consumption adjustment) 4. Dynamic calibration based on an intensive sampling campaign and validation using experimental data at a different operational conditions 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Define the purpose of the study 2. Description of the most relevant processes 3. Data collection and verification using mass balances 4. Define the model structure including hydraulic parameters, aeration, flowrates, etc. 5. Influent characterization based on physico-chemical and biological (BOD) experiments 6. Manual parameters calibration one at a time 7. Validation 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Define the purpose of the study 2. Data collection and model selection 3. Experimental data quality verification using mass balances 4. Define the model structure and experiments design after sensitivity analysis 5. Dynamic data collection (minimum 10 days) 6. Dynamic iterative calibration and validation 7. Simulate different scenarios using the calibrated model 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Plant configuration in the simulator with physical and operational parameters 2. Additional data collection 3. Calibration 4. Validation
FOCUSED ON	Biological model identification: influent characterization and parameters estimation using respirometry	Biological and sedimentability characterization without hydraulic characterization	It is the only one which proposes submitting reports of the calibration results	Detailed experimental methodologies for influent characterization and active biomass fractionation without hydraulic and sedimentability characterization
COMMENTS	It is the most sophisticated protocol and it is not easy for new modelers	Easy and appropriate for inexperienced modelers	Internal verifications are missing	Easy and appropriate for inexperienced modellers

1.8. RESPIROMETRY APPLIED TO ASMs CALIBRATION

As above mentioned, ASMs calibration is usually based on respirometric experiments (Henze *et al.*, 1987; Kappeler and Gujer, 1992; Vanrolleghem *et al.*, 1999). Respirometry is defined as an experimental technique based on measuring and explaining the oxygen consumption rate in biological processes where microorganisms degrade organic matter or remove nitrogen under specific conditions (Spanjers *et al.*, 1998). This consumption is proportional to the biomass growth and the substrate degradation so, information about these processes may be obtained using respirometry.

One of the first authors using respirometry are Upadhyaya *et al.* (1975), which used COD fractionation to characterize the activated sludge and estimate active biomass concentration. Later, in 1993, the IWA created a task group whose purpose was the evaluation of the available information about respirometry. The work of this group was published in two reports, the first one in 1998 (Spanjers *et al.*, 1998) and the second one in 2002 (Copp *et al.*, 2002). Nowadays, respirometry is considered as one of the most important tools for WWTPs control and for the estimation of influent fractions (Cokgor *et al.*, 2009) and model parameters (Novák *et al.*, 1995; Avcioglu *et al.*, 1998; Vanrolleghem *et al.*, 1999; Strotmann *et al.*, 1999; Sperandio and Paul, 2000; Al-Malack, 2006; Munz *et al.*, 2008, among others), although the main disadvantages of this technique is that it requires data interpretation, qualified personnel and specific softwares.

Model parameters may be estimated using respirometric techniques in two different ways. On the one hand, direct methods in which the value of the parameter is calculated based on the measured respiration rate (Ekama *et al.*, 1986) and, on the other hand, optimization methods in which a model fits respirometric data and the values of the parameters are mathematically determined as those values which minimize differences between measured respiration rates and predicted values (Kappeler and Gujer, 1992; Brouwer *et al.*, 1998). For ASMs calibration, many experimental methodologies based on

respirometry have been developed (Henze *et al.*, 1987; Kappeler and Gujer, 1992; Vanrolleghem *et al.*, 1999) and they have been applied both to CAS and MBR systems, but MBR studies are still scarce (Sin *et al.*, 2005; Al-Malack *et al.*, 2006; Sperandio *et al.*, 2008; Baek *et al.*, 2009).

2. OBJECTIVES

2. OBJECTIVES

WWTPs based on the physical separation sludge/effluent using membranes were initially used just in places where effluent discharged limits are more stringent or in those places where the effluent must be reused. However, in the last decades, this technology has readily evolved thanks to the high effluent quality and the lower time and space requirements.

The international market of MBR systems is mainly controlled by two companies: GE-Zenon, which manufactures UF hollow fiber membranes and Kubota, which manufactures flat sheet MF membranes. For that reason, the knowledge related to this technology require the evaluation of both technologies in order to determine if using membranes with different pore sizes and configurations may cause differences in effluent quality, sludge properties or system performance. For this study, two experimental plants using each technology were installed and operated simultaneously in parallel fed with the same real urban wastewater. Using real membrane modules like those used in industrial plants and high volumes allows that the obtained conclusions may be easily transferred and used by scientifics, designers, engineers and plant operators in full scale plants.

Design, optimization and analysis of conventional WWTPs require using activated sludge models (mainly those developed by the IWA) but information about their applicability to MBR systems is still scarce. One of the main purposes of this PHD thesis is to simulate experimental MBR systems and to evaluate different alternatives and operational conditions in order to reproduce system behaviour and get useful information to take decisions regarding design, optimization and control of these WWTPs.

Keeping this in mind, the objectives of this PHD thesis can be summarized as follows:

1. Check the influence of the selected MBR technology (hollow fiber UF or flat sheets MF membranes) over the effluent quality and the sludge characteristics by means of the analysis of model kinetic and stoichiometric parameters describing biomass activity.
2. Optimize the respirometric methods developed for CAS systems and adapt these techniques to the specific characteristics of MBR systems.
3. Select an appropriate activated sludge model to describe the biological processes taking place in the experimental MBR system, modify and/or calibrate the selected model to get realistic results which fit experimental data and allow the simulation of the system resulting in proper predictions.
4. Determine with sensitivity analyses the most influencing parameters of the model which highly affect model outputs.
5. Evaluate the influence of different operational conditions (SRT, HRT, temperature, organic loading or aerobic bioreactor height) over the most significant kinetic and stoichiometric model parameters.
6. Evaluate alternative computational tools such as MATHEMATICA to solve these mathematical models in an easier way so they can be used by technicians with different training groundings.
7. Simulate an experimental MBR system using the selected model previously calibrated and theoretically evaluate system performance in a wide range of operational conditions in such a way that it helps to take decisions related to the best design alternatives.

These objectives could not be reached without experimental industrial scale MBR systems highly automated and fed with real urban wastewater in such a way that real operating situations can be tested and useful data for model validation and application are obtained.

3. MATERIALS AND METHODS

3. MATERIALS AND METHODS

3.1. PLANTS DESCRIPTION

Two experimental WWTPs running in parallel have been used in this thesis. The first one was manufactured by “General Electrics Water & Process Technologies (ZENON Membrane Solutions)” and the second one was manufactured by “Hera Amasa (KUBOTA)”. Both plants were fed with the same urban wastewater pre-treated in a full scale WWTP (Granada-Sur) to remove rubbish, sand and oils and follow the same configuration but the membranes and the bioreactors dimensions are different. Before entering the plants, wastewater passes through a 1 mm pore size brush sieve to remove particles that can clog up the membranes.

3.1.1. Start-up of the plants and operation history

The first filling up of the bioreactors was carried out using floating activated sludge coming from the WWTP Granada-Sur (Figure 3.1).



Figure 3.1. Initial filling up of the experimental plants.

On the one hand, UF experimental plant came into operation for the first time on March 12, 2009 and after a few days checking some operational aspects, it started to collect data on April 7, 2009. Since that moment, it correctly operated until February 3, 2010 when maintenance requirements forced to stop the plant. On February 23, 2010 it started to work again until it stopped for repairs on February 11, 2011. It was not possible to run the plant again until July 3, 2011.

On the other hand, MF experimental plant came into operation on August 3, 2009 and data were collected for the first time on August 12, 2009. This plant has been continuously operating until the end of the experimental period. Each plant has been working under different operational conditions according to the research purposes.

To get a proper performance of these plants, some extra elements were required:

1. 1 mm pore size sieve with four rotating brushes to remove particles in the wastewater that can clog up the membranes. Wastewater is then collected in a 1 m³ tank and from this tank it is pumped to feed anoxic bioreactors of both MF and UF plants.
2. Hut to keep electrical panel and computer under protection.
3. Storehouse for spare parts and chemicals.
4. Channeling to collect liquid spillages.

3.1.2. Microfiltration (MF) experimental plant

KUBOTA is manufacturing MF membranes since 80s (Kimura, 1991). In this case, membranes are submerged flat sheet membranes made in chlorine polyethylene (PE) and with an average nominal pore size around 0.4 μm . As PE is highly hydrophobic (high sludge components affinity), membranes are treated to get hydrophilic properties to avoid clogging (Pearce, 2007; Judd, 2011). These membranes have an *outside-inside* configuration where permeate passes through

the membrane due to the suction caused by a pump located in the effluent pipeline and solids are retained over the membrane surface. In these systems there is no backpulses because the cake generated over the membrane surface improves filtration efficiency getting an effective pore size in the UF range (Le-Clech *et al.*, 2006; Pearce, 2008). Filtration resistance and membrane fouling are evaluated as a function of the trans-membrane pressure (TMP) and relax mode together with aeration are required for cleaning and removing excess sludge attached to the membrane surface in case TMP reaches too high values and the selected flux can not be recovered. Chemical cleanings are also required for membranes maintenance in case TMP is higher than -0.3 bar to keep the selected permeate flowrate (Le-Clech *et al.*, 2006; Judd, 2011). Moreover, in case PTM reaches values above -0.4 bar, the experimental plant will be automatically stopped.

This experimental plant is constituted by an anoxic bioreactor where denitrification takes place (Figure 3.2 left), an aerobic bioreactor where organic matter degradation and nitrification take place (Figure 3.2 center) and a MBR where permeate and activated sludge are separated (Figure 3.2 right).



Figure 3.2. Anoxic bioreactor (left), aerobic bioreactor (center) and MBR (right) in the MF plant.

Anoxic bioreactor is made in GFRP, it is semi-buried and it is perfectly mixed by a submerged pump to get a homogeneous mixture of influent and activated sludge and to avoid sludge sedimentation. Influent flowrate is controlled by the signal of the level sensor. The sludge is pumped from this bioreactor to the aerobic one which is also made in GFRP. In this case, height may be selected (2.5, 3.75 or 5.0 m) to check its influence over the biological activity and over the oxygen transfer. Frequency controllers are used to govern two blowers in order to ensure that DO concentration is always in the selected range and air is distributed inside the bioreactor by a grill of diffusers located at the bottom of the bioreactor (Figure 3.3).

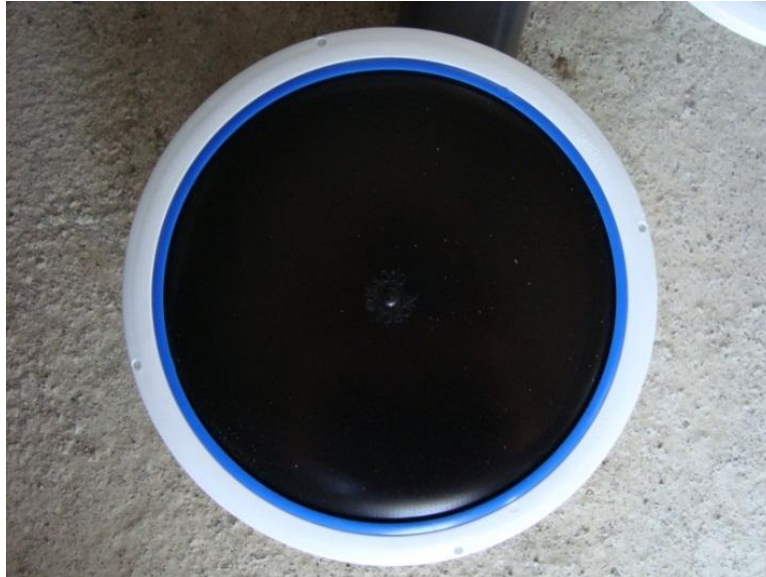


Figure 3.3. Air diffuser used in the MF aerobic bioreactor.

Finally, MBR is also made in GFRP and contains a solely MF membranes module (FS50 model, Figure 3.4) with 50 two-faced flat membranes (Table 3.1). Concentrated sludge is recirculated to the anoxic bioreactor in order to prevent excessive solids accumulation inside the MBR. According to the manufacturer recommendations, recirculated flowrate must be at least 4 times the influent flowrate.

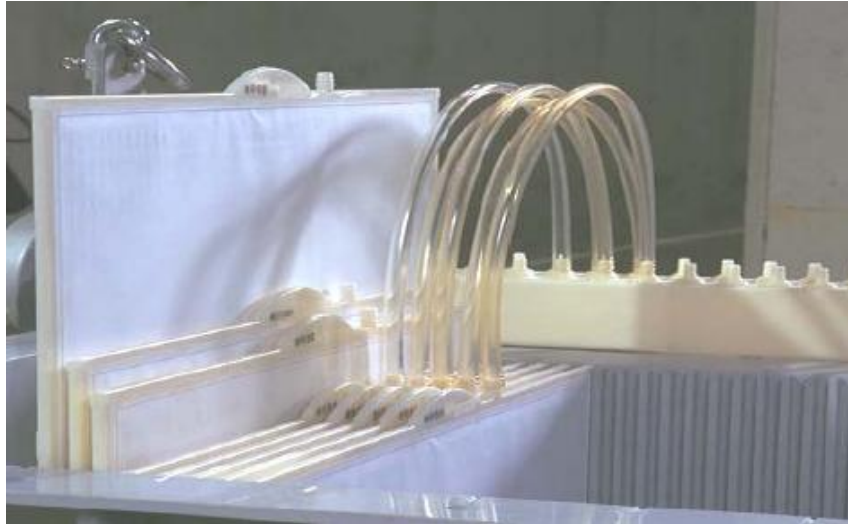


Figure 3.4. MF membranes module.

Table 3.1. MF FS50 (KUBOTA) membranes module characteristics.

Module dimensions	880 x 3100 x 3580 mm
Average flux	0.6 m ³ /m ² d (20°C)
	0.48 m ³ /m ² d (14°C)
Theoretical maximum flux	1.2 m ³ / m ² d (20°C)
	0.95 m ³ /m ² d (14°C)
Average daily permeate flowrate	24 m ³ /d
Maximum daily permeate flowrate	48 m ³ /d
Membrane material	PE
Number of cartridges in the module	50
Configuration	Flat
Filtration surface per cartridge	0.8 m ²
Total surface per module	40 m ²
Nominal pore size	0.4 μm
Operation suction pressure	20 kPa
Maximum temperature	40°C
pH range	3-11

Figure 3.5 show the flow chart of the experimental MF plant.

3.1.3. Ultrafiltration (UF) experimental plant

This experimental plant (Figure 3.6) has been modified depending on the research objectives. Filtration module is constituted by hollow fiber membranes with an average nominal pore size around $0.034\ \mu\text{m}$. These membranes are also hydrophobic and they are coated with a PVDF film which increases membrane resistance and their ability to operate at high suspended solids concentrations.



Figure 3.6. General view of the UF experimental plant.

Influent flowrate enters the anoxic bioreactor and from this reactor activated sludge goes into the aerobic one. In case foaming is generated, aerobic bioreactor may be fed using spraying systems (Figure 3.7).



Figure 3.7. Spraying system used in the UF experimental plant.

In this plant, anoxic bioreactor is totally buried, aerobic bioreactor height may also be selected (2.5, 3.75 or 5.0 m) and they are both made in GFRP. Frequency controllers are also used to control blowers performance ensuring that DO concentration inside the aerobic bioreactor is kept in the selected range. On the other hand, MBR is made in polypropylene (PP), membranes module consists of three hollow fiber membranes vertically installed (Figure 3.8) and connected to a common permeate collector. In this case, permeate suction pump is reversible and it is able to pump permeate from the permeate tank to the MBR. This operation mode is known as backpulse. Concentrated sludge is also recirculated to the anoxic bioreactor.



Figure 3.8. Interior view of the MBR in the UF plant.

ZeeWeed membranes (Table 3.2) also require intermittent aeration to prevent fouling. Fibers are vertically installed and they are fixed to the supporting framework with polyurethane (PUR). In this case, filtration is also *outside-inside*. Operation cycle in this plant consists of relatively short filtration periods (5-10 minutes) followed by brief relax (1.5 minutes) and backpulse (30 seconds) periods. If solids cannot be removed from the membrane surface and TMP cannot be recovered, chemical cleanings are then required. As membrane material is GFRP, whose chemical resistance is high (Pearce, 2007), common reactives for chemical cleaning are hypochlorite or citric acid.

Table 3.2. UF ZeeWeed (Zenon-GE) membranes characteristics.

Number of modules	3
Module dimensions	2091 x 844 x 56 mm
Nominal flux	20 L/m ² h
Maximum weight/Wet weight	19 kg /26 kg
Membrane material	PVDF
Membrane characteristics	Non- ionic and hydrophilic
Configuration	Hollow fiber <i>outside-inside</i>
Filtration surface per module	31.58 m ²
Total filtration surface	94.74 m ²
Average nominal pore size	0.034 μm
Operation TMP	0.07-0.7 bar
Maximum TMP	0.83 bar
Maximum temperature	40°C
pH range	5.0-9.5

Figure 3.9 show the flow chart of the UF experimental plant.

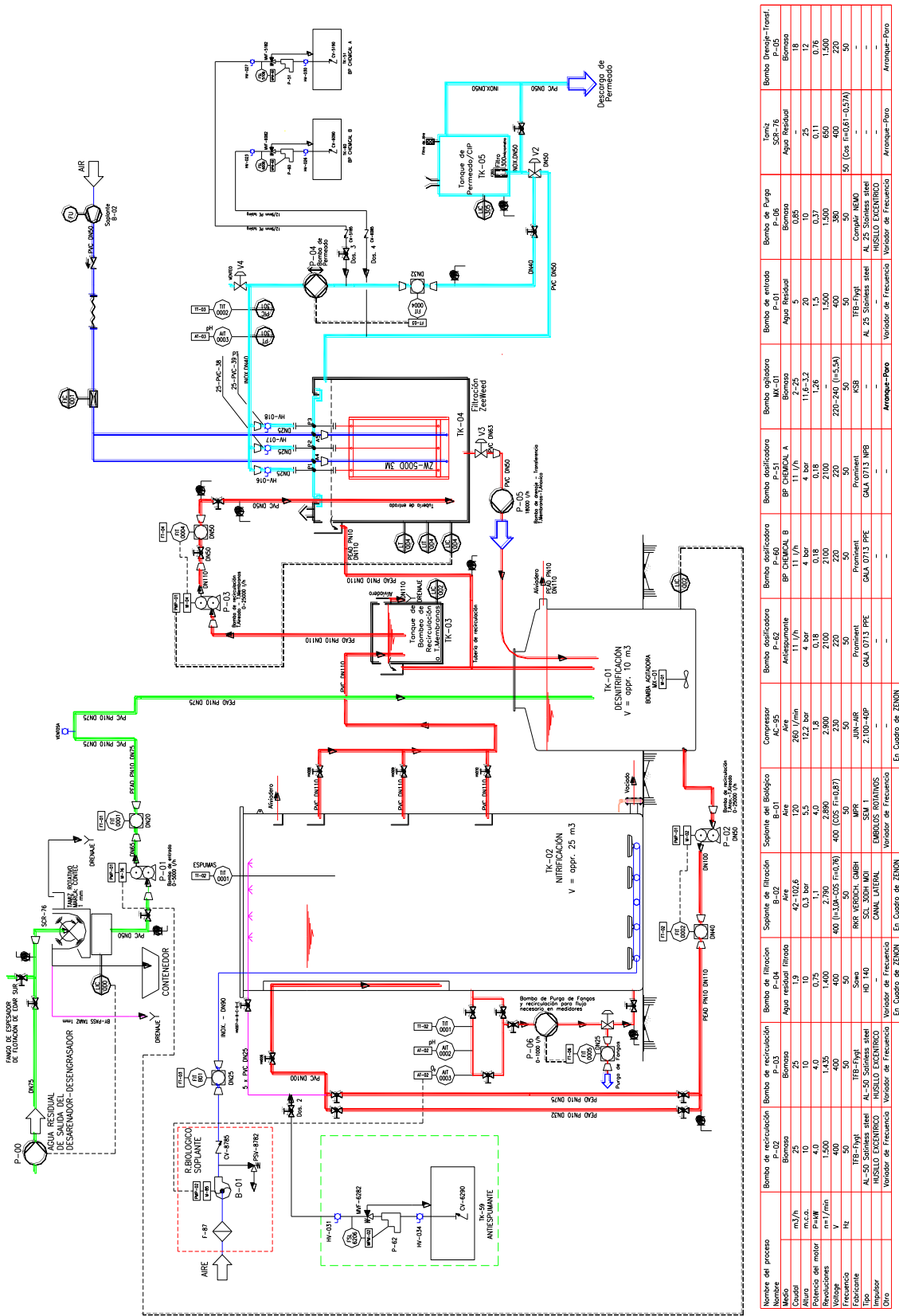


Figure 3.9. UF experimental plant flow chart.

Nombre del proceso	Bomba de recirculación P-03	Bomba de filtración P-04	Soportes de filtración B-02	Soportes de Biológico B-01	Compresor AC-05	Bomba agitadora P-60	Bomba agitadora P-51	Bomba de estado P-01	Bomba de Purgo P-06	Tanque S2C-76	Bomba Descrip-Transf. P-05
Medio	Biomasa	Agua residual filtrada	Aire	Aire	Aire	Agua Residual	Agua Residual	Agua Residual	Biomasa	Agua Residual	Biomasa
Caudal m ³ /h	25	1.9	42-102.6	120	260 /min	11 l/h	11 l/h	5	0.85	-	18
Presión bar	4.0	0.3	0.3	4.5	12.0	1.0	1.0	0	0.85	0.5	18
Alto de motor n / min	1,435	1,400	2,790	2,890	2,900	2,100	2,100	1,500	1,500	650	1,500
Volumen l/h	400	400	400 (I=3.0AC-005 F=0.76)	400 (COS F=0.87)	2,300	220	220	400	380	400	220
Frecuencia Hz	50	50	50	50	50	50	50	50	50	50	50
Indicaciones	AL-50 S2C-76	AL-50 S2C-76	RUS 0550-01	EMBOLOS ROTATIVOS	EMBOLOS ROTATIVOS	EMBOLOS ROTATIVOS	EMBOLOS ROTATIVOS	AL 25 S2C-76	EMBOLOS ROTATIVOS	AL 25 S2C-76	EMBOLOS ROTATIVOS
Impulsor	MUSILO EXCENTRICO	MUSILO EXCENTRICO	CANAL LATERAL	EMBOLOS ROTATIVOS	EMBOLOS ROTATIVOS	EMBOLOS ROTATIVOS	EMBOLOS ROTATIVOS	EMBOLOS ROTATIVOS	MUSILO EXCENTRICO	MUSILO EXCENTRICO	MUSILO EXCENTRICO
Dirigido	Variable de Frecuencia	Variable de Frecuencia	En Cuadro de ZENON	Variable de Frecuencia	Variable de Frecuencia	Variable de Frecuencia	Variable de Frecuencia	Variable de Frecuencia	Variable de Frecuencia	Variable de Frecuencia	Variable de Frecuencia

3.1.4. Instrumentation, control and automation (ICA)

Sensors were installed in the experimental plants to control the process (Table 3.3). These sensors measure bioreactor levels, pH, DO concentration, temperature, TMP and flowrates.

Both plants are fully automated and controlled with two SIEMENS PLCs connected to the supervisory control and data acquisition (SCADA) *Intouch 10 (Wonderware)*, which generates human machine interfaces (HMI) for industrial automation, processes control and supervision. This SCADA system also includes useful tools such as *Insql* and *Active Factory 9.2* for data collection and management.

Parameters such as set-points, filtration, relax and backpulse periods or MBR aeration period are defined in the SCADA system depending on the research purposes. In the aerobic bioreactors aeration is regulated by control loops so they are intermittently aerated according to the DO concentration set-points. If the DO concentration is lower than the minimum set-point, blowers start to provide air until the maximum set-point is reached. At this moment, blowers stop and biomass use the oxygen until the minimum value is reached again. Blowers, pumps, valves and other equipment may also work manually.

Moreover, in case a problem in the system performance is detected, it automatically changes to *stand-by* mode. In this operation mode, filtration is stopped but aeration and sludge recirculation keep working continuously to protect biomass and membranes.

Table 3.3. Sensors installed in MF and UF experimental plants.

SENSOR	PURPOSE	MF	UF
Anoxic bioreactor level	Input to control frequency controller which governs influent pump	Submerged and piezoresistive Endress & Hauser, mod. Waterpilot FMX167	Submerged and piezoresistive FLYGT mod. LTU 501
MBR level	Input to control the effluent pump	Endress & Hauser	Endress & Hauser
Permeate tank level	Input to control backpulse	There is no permeate tank	Submerged Endress & Hauser
Maximum and minimum level buoys in the tank where influent is stored after passing 1 mm brush sieve	They control submerged pump feeding both experimental plants		
pH sensor		Endress & Hauser	Platinum electrode Rosemount mod. TUph 396P-02-10-55
Temperature sensor		Endress & Hauser	Platinum electrode Rosemount mod. 248HANAU2NSQ4
DO sensor	Input to control blowers	Endress & Hauser	Amperometric Rosemount mod. 0499ADO-54.
pH sensor in the MBR		Not installed	Endress & Hauser, mod. Dipsys CPA111
TMP sensor	To protect membranes	Piezoelectric Endress & Hauser mod. Cerabar M	Piezoelectric Endress & Hauser mod. Cerabar T
Foaming sensor		Level capacitive sensor Endress & Hauser mod. Liquicap M FTI	Level capacitive sensor Endress & Hauser mod. Liquicap M FTI
Aerobic bioreactor air flowmeter		Vortex Endress & Hauser mod. Proline Prowirl 72	Vortex Rosemount mod. 8800D
MBR air flowmeter		Rotameter Stübbe (0-60 Nm ³ /h)	Rotameter Stübbe (0-50 Nm ³ /h)
Air temperature sensor		Endress & Hauser mod. Omnigrad M TR10	Not installed
Influent flowmeter		Electromagnetic Endress & Hauser mod. Promag 50P	Electromagnetic Rosemount mod. 8732/8705
Sludge flowmeter (from anoxic to aerobic bioreactor)	Input to control the corresponding pump to get the desired flowrate	Electromagnetic Endress & Hauser mod. Promag 50W	Electromagnetic Rosemount mod. 8732/8705
Purged sludge flowmeter		Electromagnetic Endress & Hauser mod. Promag 50W	Electromagnetic Rosemount mod. 8732/8705
Sludge flowmeter to the MBR		Not installed	Electromagnetic Endress & Hauser mod. Promag 50W
Permeate flowmeter		Electromagnetic Endress & Hauser mod. Promag 50P	Electromagnetic Endress & Hauser mod. Promag 30A
Three-way valve	Programmed to purge activated sludge	Electric	Pneumatic

3.2. EXPERIMENTAL PHASES

One of the main purposes of this study was to determine the influence of operational conditions over the biological process efficiency, over the effluent quality and over the whole system performance. For that reason, after the initial period in which both plants were compared in order to evaluate the influence of the membrane technology (MF or UF), they operated simultaneously in parallel under different operational conditions.

During the research period, modifiable variables such as SRT, HRT and aerobic bioreactor height and uncontrollable variables such as temperature and organic loading have been evaluated. First of all, related to the aerobic bioreactor height, UF plant worked at 3.75 m until it changed to 2.5 m for the last 10 months and MF plant worked at 3.75 m and at the end of the second year it changed to 5.0 m. HRT was constant for the MF plant, taking values around 35 h. However, UF plant worked at values from 23 to 40 h and four phases can be distinguished. SRT values ranged from 15 to 40 d for the MF plant and from 20 to 40 d for the UF plant. Temperature showed seasonal variations and four different ranges have been selected for comparison. Finally, organic loading was kept without significant variations during the first year but at the beginning of the second year, it sharply increased and decreased again due to changes in wastewater characteristics. Values are different for each plant because although they use the same wastewater, plant volumes are not the same.

Depending on the values of these five operational conditions, the whole period has been divided in 39 experimental phases (Tables 3.4 and 3.5).

Table 3.4. Experimental phases for the UF plant.

Phase	From Date (Sampling)	To Date (Sampling)	h, m	SRT, d	HRT, h	T, °C	Organic loading, kg COD/d m ³
1	7/4/09 (27)	13/5/09 (63)	3.75	20	40	15-20	0.4
2	14/5/09 (64)	11/6/09 (92)	3.75	20	40	20-25	0.4
3	12/6/09 (93)	13/9/09 (186)	3.75	20	40	> 25	0.4
4	14/9/09 (187)	7/11/09 (241)	3.75	20	40	20-25	0.5
5	8/11/09 (242)	22/11/09 (256)	3.75	20	35	20-25	0.5
6	23/11/09 (257)	6/1/10 (301)	3.75	20	35	15-20	0.5
7	7/1/10 (302)	3/2/10 (329)	3.75	20	35	< 15	0.5
8	8/4/10 (393)	30/5/10 (445)	3.75	35	35	20-25	1.1
9	31/5/10 (446)	29/6/10 (475)	3.75	35	35	> 25	1.1
10	30/6/10 (476)	11/7/10 (487)	3.75	35	32	> 25	1.1
11	12/7/10 (488)	25/9/10 (563)	3.75	35	32	> 25	0.9
12	26/9/10 (564)	7/11/10 (606)	3.75	35	32	20-25	0.9
13	25/11/10 (624)	22/1/11 (682)	3.75	16	32	15-20	0.9
14	23/1/11 (683)	11/2/11 (702)	3.75	16	32	< 15	0.9
15	3/7/11 (843)	19/9/11 (922)	2.50	40	35	> 25	0.4
16	20/9/11 (923)	17/10/11 (959)	2.50	40	35	20-25	0.4
17	16/12/11 (1010)	28/1/12 (1053)	2.50	35	35	15-20	0.75
18	29/1/12 (1054)	18/2/12 (1074)	2.50	16	23	< 15	0.75
19	19/2/12 (1055)	31/3/12 (1116)	2.50	16	23	15-20	0.75

Table 3.5. Experimental phases for the MF plant.

Phase	From Date (Sampling)	To Date (Sampling)	h, m	SRT, d	HRT, h	T, °C	Organic loading, kg COD/d m ³
20	14/9/09 (187)	3/11/09 (237)	3.75	20	35	20-25	0.5
21	4/11/09 (238)	30/12/09 (294)	3.75	20	35	15-20	0.5
22	31/12/09 (295)	20/2/10 (346)	3.75	20	35	<15	0.5
23	21/2/10 (347)	18/3/10 (372)	3.75	25	35	15-20	0.5
24	19/3/10 (373)	16/5/10 (431)	3.75	25	35	15-20	1.1
25	17/5/10 (432)	23/6/10 (469)	3.75	30	35	20- 25	1.1
26	24/6/10 (470)	11/7/10 (487)	3.75	30	35	> 25	1.1
27	12/7/10 (488)	23/8/10 (530)	3.75	30	35	> 25	0.75
28	24/8/10 (531)	16/9/10 (554)	5.0	35	35	> 25	0.75
29	17/9/10 (555)	9/10/10 (577)	5.0	35	35	20-25	0.75
30	10/10/10 (578)	20/1/10 (681)	5.0	35	35	15-20	0.75
31	21/1/10 (682)	6/2/11 (697)	5.0	35	35	<15	0.75
32	7/2/11 (698)	7/4/11 (757)	5.0	35	35	15-20	0.75
33	8/4/11 (758)	23/4/11 (773)	5.0	40	35	20-25	0.75
34	8/4/11 (758)	11/6/11 (823)	5.0	40	35	20-25	0.40
35	12/6/11 (824)	24/9/11 (927)	5.0	40	35	> 25	0.40
36	25/9/11 (928)	3/11/11 (967)	5.0	40	35	20-25	0.40
37	4/11/11 (968)	28/12/11 (1022)	5.0	40	35	15-20	0.75
38	29/12/11 (1023)	18/2/12 (1074)	5.0	40	35	<15	0.40
39	19/2/12 (1075)	31/3/12 (1116)	5.0	40	35	15-20	0.40

3.3. ANALYTICAL TECHNIQUES

3.3.1. Samples collection

To get an adequate control of the WWTPs, samples collection, storage and transport to the laboratory for analytical measurements are required. In these plants, influent and effluent 24 hours composite samples for COD, BOD₅, suspended solids, pH, conductivity, nitrogen compounds and biodegradability have been collected and kept refrigerated at 4°C to avoid biological evolution. On the contrary, activated sludge from bioreactors were collected punctually for respirometric assays and TSS/VSS analyses.

For dynamic intensive sampling periods, an automated sampler (ISCO) has been used. This equipment allows selecting the sampling frequency and keeping the samples in different containers.

All the samples are readily analysed in the laboratory to avoid microorganisms evolution and interferences in the analytical results. Activated sludge for respirometry assays are exceptionally kept under aeration in the laboratory to ensure that the endogenous state is reached.

3.3.2. Respirometers

Two different respirometers have been used in this thesis. The first one has been designed and manufactured by the company SURCIS S.L. and the second one has been developed by the research group CALAGUA from the University of Valencia.

For all the respirometric analyses whose purpose is determining heterotrophic biomass parameters such as b_{H,O_2} and Y_H or influent biodegradability, allylthiourea (ATU) was added in order to inhibit nitrification.

3.3.2.1. BM-T (SURCIS S.L.)

Figure 3.10 shows the diagram of the first of these respirometers. The main elements are the respirometer, a water cooler and a computer in which the specific software must be installed to carry out the experiments.

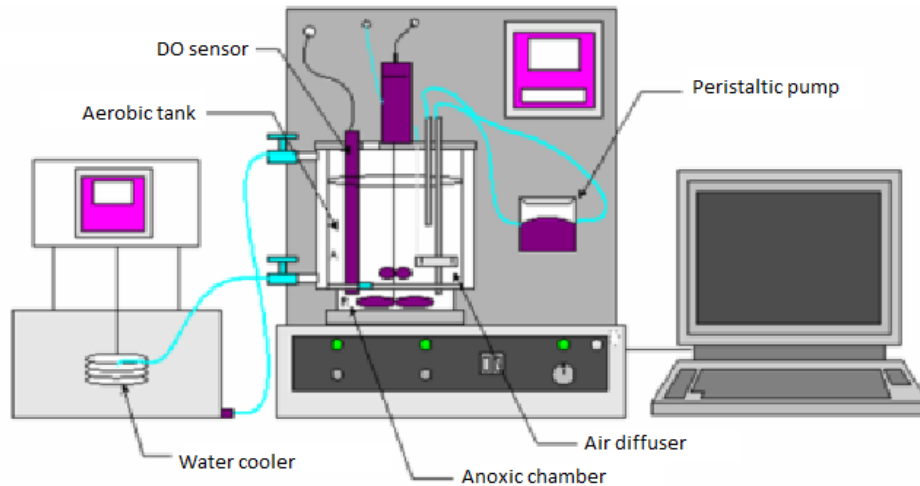


Figure 3.10. SURCIS respirometer scheme.

Respirometric assays should be carried out under the same conditions than the experimental plant in order to ensure that the results are representative of the real system. That is why the respirometer includes a water cooler to keep the desired temperature during the experiment as water flows through the jacket around the respirometer.

This equipment (Figure 3.11) is based on a batch bioreactor in which DO concentration and temperature were continuously measured and recorded every 2 seconds. One of the main advantages of this system is that the bioreactor includes two different chambers connected by a check valve. Aerobic chamber is where the air diffuser is immersed and anoxic chamber is where the DO concentration is measured so, measurements are not influenced by external conditions and

environmental oxygen. Air flowrate can be selected in a range from 0.17 to 1.79 NL/min.

In this study, this respirometer has been used to estimate heterotrophic biomass decay coefficient ($b_{H_{O_2}}$) using cyclic OUR assays, heterotrophic biomass yield (Y_H) and influent biodegradability using R_s assays. Moreover, cyclic OUR assays have been used to determine the time that the sludge requires to reach the endogenous state.



Figure 3.11. SURCIS respirometer.

Respirometric methods are based on the variation of DO concentration with time, which is known as the oxygen uptake rate (OUR). Depending on the substrate availability for growth, OUR can be endogenous if there is no external substrate and oxygen consumption is due to biomass degradation or exogenous if there is an external substrate to be degraded. Moreover, this respirometer is able to work in steady (OUR) or dynamic (R_s) modes.

- Steady mode: OUR assays:

This operational mode represents the traditional batch respirometry. Activated endogenous sludge is introduced into the bioreactor, mixed and aerated until a high DO concentration is reached. Then, aeration is switched off and mixing is kept on working. DO values are automatically recorded and represented as a function of time (Figure 3.12) and the slope of this chart is the value of OUR given in milligrams of oxygen consumed per liter of biomass in a known period of time.

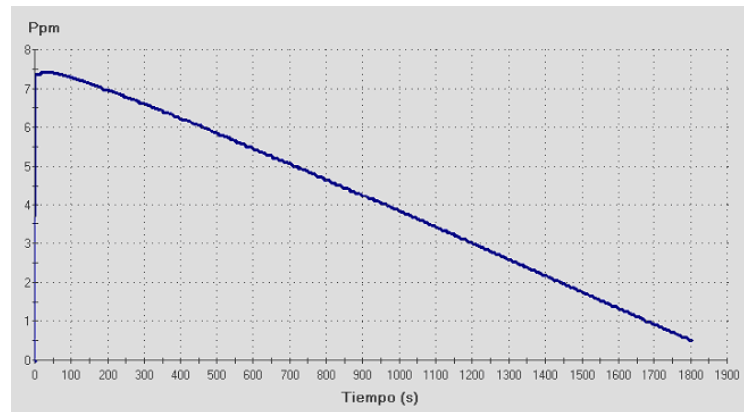


Figure 3.12. OUR respirogram.

The most common parameters obtained in these experiments are: endogenous and exogenous OUR, ammonium uptake rate (AUR), nitrate uptake rate (NUR), autotrophic (b_{A,O_2}) and heterotrophic (b_{H,O_2}) decay coefficients.

b_{H,O_2}' is obtained from the OUR value using a conversion factor to transform the concentration based on VSS to a concentration based on COD (equation 3.1). This factor is 1.42 g COD/g VSS and it is based on assuming that 85% of the biomass is organic matter (Ismail *et al.*, 2007).

$$b'_{H_{O_2}} = \frac{OUR_{end}}{VSS \cdot 1.42} \quad [\text{Eq. 3.1}]$$

$b_{H_{O_2}}$ may be obtained from $b'_{H_{O_2}}$ using the following equation (Equation 3.2), where f_p is the residual endogenous non-biodegradable fraction and it is considered as 0.08 because it is supposed that 20 % of the biomass is inert matter but in ASM1, according to the death-regeneration concept, decay matter is used again for growth so this inert fraction must be lower than 20 % and this value has been estimated as 8 % (Henze *et al.*, 1987).

$$b_{H_{O_2}} = \frac{b'_{H_{O_2}}}{1 - Y_H(1 - f_p)} \quad [\text{Eq. 3.2}]$$

Cyclic OUR experiments may also be carried out. In these experiments, OUR values between a maximum and a minimum DO set points are sequentially obtained. Aeration is switched on until the maximum set-point is reached, at this moment, blower stops and DO is consumed until the minimum set point is reached and the blower starts again. Each time blower stops and DO is consumed, a new slope is calculated (Figure 3.13). These experiments have been used in this thesis to determine the time required to get the endogenous state.



Figure 3.13. Cyclic OUR respirogram.

- Dynamic mode: R_s assays:

In these assays, endogenous activated sludge (1 liter) is introduced into the bioreactor, mixed and aerated until the DO concentration reaches a constant value. At this moment, respiration rate is just due to the endogenous respiration (zero-value) and then substrate is added and respiration rate is represented as a function of time (Figure 3.14), it increases due to substrate degradation and decreases as the substrate is consumed. When respiration rate reaches again the initial value, it means that the substrate is completely degraded and the experiment ends. The area under the curve represents the oxygen consumed by active biomass to degrade the added substrate.

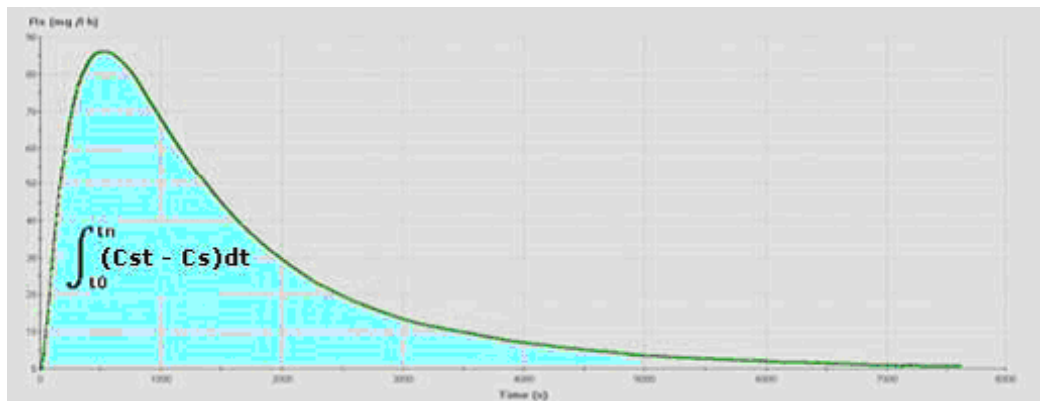


Figure 3.14. R_s respirogram.

These experiments are usually applied to determine influent biodegradability, toxicity, oxygen requirements, plant biodegradation capacity or kinetic and stoichiometric parameters such as heterotrophic yield Y_H (mg COD/mg COD).

Y_H is calculated from dynamic assays in which activated endogenous sludge is introduced inside the respirometer and a known substrate quantity whose COD concentration is also known is added. Respiration rate is

recorded and consumed oxygen to degrade the substrate is obtained from the graphical representation of the respiration rate versus time. Finally, equation 3.3 is applied to determine Y_H :

$$Y_H = 1 - \frac{OC}{bDQO} \quad [\text{Eq. 3.3}]$$

Although filtered wastewater may be used to determine Y_H (Dircks *et al.*, 1999), commonly, an easily biodegradable substrate such as sodium acetate whose COD concentration is known is used (Brands *et al.*, 1994; Di Trapani *et al.*, 2010). In this work, experiments have been carried out with both substrates but when filtered influent was used, Y_H values were higher than those obtained with sodium acetate. These differences are due to the fact that filtered influent COD is all considered as readily biodegradable COD but in fact, an inert soluble fraction exists, so the consumed oxygen is lower than expected. This problem may be solved considering effluent COD equals to the influent inert soluble fraction and subtracting this value from the biodegradable COD concentration to get a more realistic value. In this way, results are more similar to those obtained with sodium acetate. Finally, in this work sodium acetate was selected as substrate to determine Y_H for both plants working under different conditions. A fixed sodium acetate quantity (50 ml of a solution whose concentration was 213 mg/L and COD concentration was around 141.33 mg/L) was used in every experiment.

On the other hand, influent biodegradable COD fractions are determined in the same way but using influent or soluble influent as substrate instead of sodium acetate. Two assays using influent and soluble influent respectively are carried out to obtain total biodegradable COD concentration in the first assay and soluble biodegradable COD concentration in the second one. Later, particulate biodegradable COD concentration is calculated as the difference between these two concentrations and inert fractions are also

calculated as differences in case analytical total and soluble COD concentrations are known.

3.3.2.2. BioCalibra

WWTP modeling is mainly based on assuming Monod type kinetics for the processes taking place inside the bioreactors. If available DO concentration is enough, Monod equation describing biomass growth is simplified as equation 3.4:

$$\mu_H = \mu_{H,max} \cdot \frac{S_S}{S_S + K_S} \quad [\text{Eq. 3.4}]$$

Parameters involved in Monod equation may be determined using different respirometric methods:

- a) Heterotrophic biomass growth rate ($\mu_{H,max}$) and half saturation constant for substrate S_S (K_S) may be calculated from two respirometric assays using wastewater from the evaluated WWTP and a solution of this wastewater, respectively. Applying Monod equation to these experiments, as S_S is known and μ_H may be calculated in each case, two equations with two unknown parameters ($\mu_{H,max}$ and K_S).
- b) However, the most commonly used method to obtain these parameters consists on carrying out several experiments using different wastewater S_S concentrations and representing μ_H as a function of S_S . This chart shows a maximum constant value ($\mu_{H,max}$) and allows determining K_S as the S_S concentration at which $\mu_H = \mu_{H,max}/2$. In these experiments, DO concentration must be high enough to ensure that the term $S_O/(S_O+K_O)$ in Monod equation is almost 1, so the assumption that μ_H only depends on the substrate availability is correct. μ_H in each experiment is calculated according to equation 3.5.

$$\mu_H = \frac{Y_H}{1-Y_H} \frac{R_S}{X_H} \quad [\text{Eq. 3.5}]$$

As known values of Y_H and X_H are required but the last one is difficult to obtain, a commonly used approximation is using R_S/VSS instead of R_S/X_H . However, VSS does not distinguish between active and inert biomass so, in this work, X_H has been estimated as the heterotrophic biomass concentration obtained after simulating the experimental system in WEST.

This method involves from 5 to 8 experiments at different S_S concentrations to get a representative chart. As this is a tedious task, a new respirometer (Figure 3.15) was acquired at the end of the experimental period because it is able to carry out these experiments faster than the previously described.

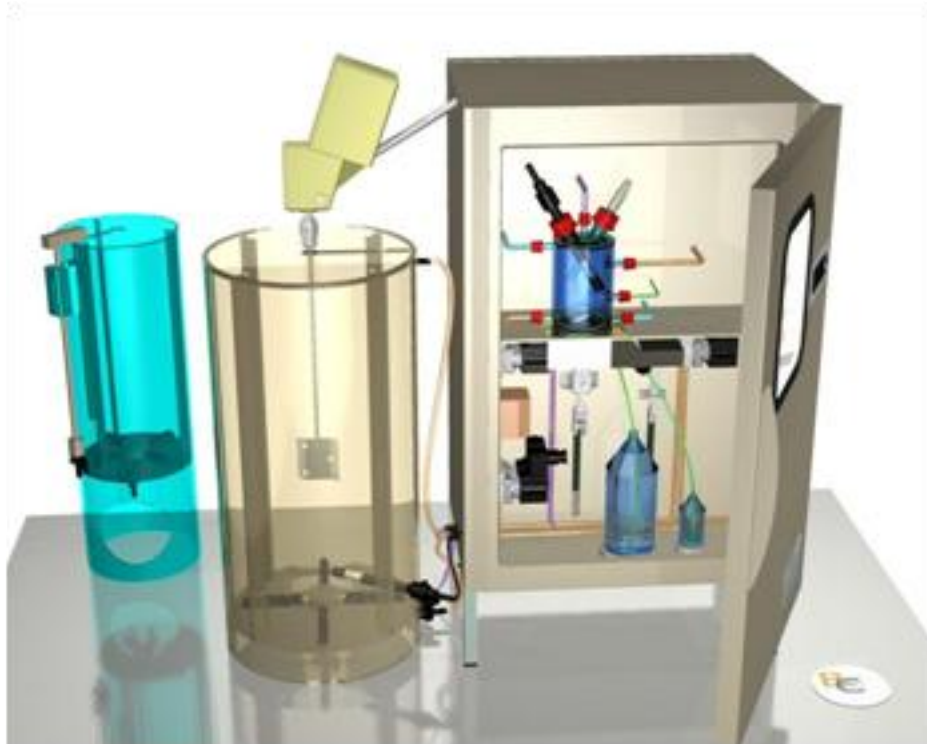


Figure 3.15. BioCalibra respirometer.

This respirometer also includes a specific software to adjust the experimental results and to determine model parameters. Figure 3.16 shows the main screen of this software, which allows the experiments configuration and automation.

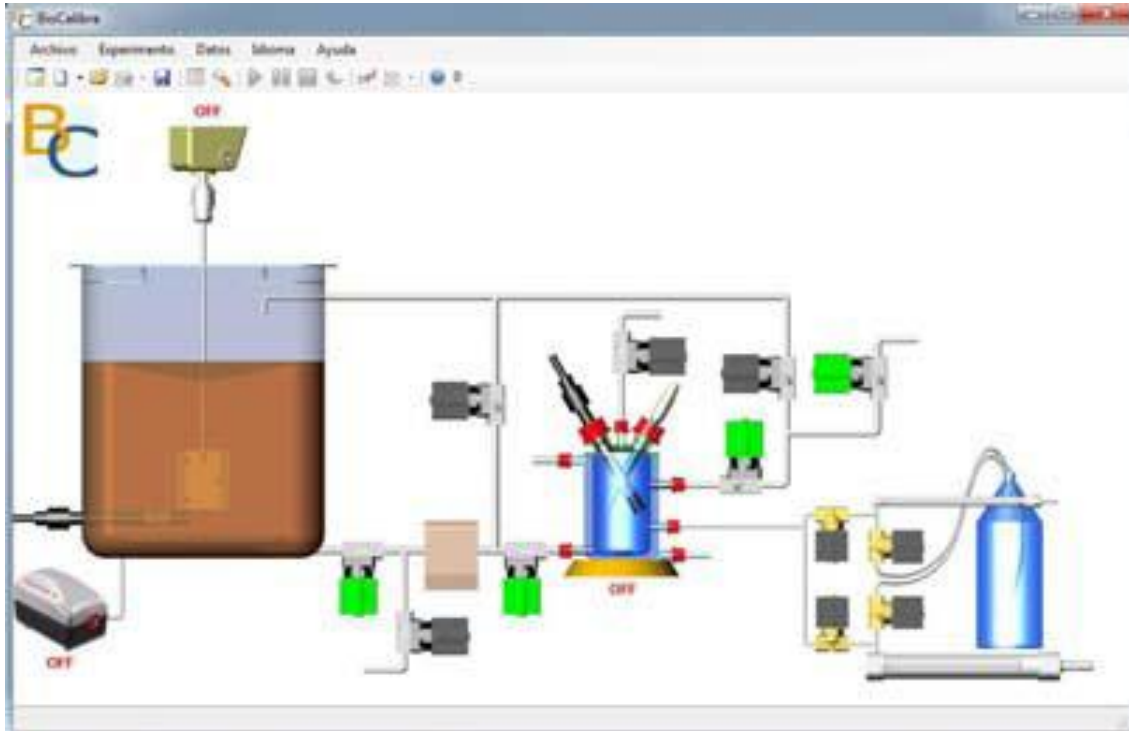


Figure 3.16. Main screen of the BioCalibra software.

This respirometer is based on the same respirometry principles than the previous one and it allows carrying out two different assays: single respirometric measurements to check the activated sludge response to a substrate addition and continuous respirometric measurements to obtain OUR evolution as a function of time. One of their main advantages is that it is able to replan the experiments at the same time than it is getting results, so optimizing time and reactants required for these assays.

3.3.3. Physical-chemical analyses

3.3.3.1. Chemical oxygen demand (COD)

COD concentration was determined using the acid oxidation method (APHA, 1998) with potassium dichromate ($\text{Cr}_2\text{O}_7\text{K}_2$) and closed reflux. Results were obtained after comparing spectrophotometric measurements at 600 nm (obtained in a spectrophotometer Helios) with a standard solution of potassium acid phthalate ($\text{HOOC}_6\text{H}_4\text{COOK}$).

3.3.3.2. 5 days biological oxygen demand (BOD_5)

BOD_5 concentration was determined using the manometric method (APHA, 1998). This method indirectly determines biological oxygen consumption in the sample by measuring the pressure drop in a hermetically sealed bottle maintained mixed at 20°C during the whole analysis (5 days). NaOH is added inside the bottle in order to capture generated CO_2 and allylthiourea (ATU) is also added to inhibit nitrification which might influence oxygen consumption.

3.3.3.3. Total and volatile suspended solids (TSS and VSS)

Suspended solids concentrations were determined using the standard method (APHA, 1998) consisted in filtration, drying and weighting of the samples. In this method, solids are separated from the liquid by 0.45 μm pore size filtration and residual water retained in the filter is evaporated at 105°C for 1 hour. Weighting the filter after water removal and knowing its initial weight and the sample volume, TSS may be calculated according to equation 3.6.

$$TSS \left(\frac{mg}{L} \right) = \frac{(weight_{after\ 105^{\circ}C\ drying} - weight_{filter})}{Filtered\ sample\ volume} \quad [Eq. 3.6]$$

Once TSS concentration is determined, the filter is heated again at 550°C for 15 minutes and weighted. As organic compounds are volatilized at this temperature, inorganic fixed suspended solids (ISS) are calculated according to equation 3.7 and VSS are obtained as the difference between TSS and ISS (equation 3.8).

$$ISS \left(\frac{mg}{L} \right) = \frac{(weight_{after\ 550^{\circ}C\ drying} - weight_{filter})}{Filtered\ sample\ volume} \quad [Eq. 3.7]$$

$$VSS \left(\frac{mg}{L} \right) = TSS - ISS \quad [Eq. 3.8]$$

3.3.3.4. pH

pH was measured using a CRISON pH-meter model pH25 which was weekly calibrated.

3.3.3.5. Conductivity

Conductivity indicates water ability to conduct electric current, which depends on the ions type and concentration in the sample. During the experimental period, it was measured using a CRISON conductivimeter model CM35 with automatic temperature correction which was also weekly calibrated.

3.3.3.6. Nitrogen compounds (NH_4^+ , NO_3^- and NO_2^-)

During dynamic sampling periods, nitrogen compounds concentrations in influent and effluent were analysed. In these measurements, selective sensors were used.

Ammonia concentration was determined using the selective ion method 4500-NH₃-F (APHA, 1998) thanks to a sensor ORION model 9512BNWP which does not require an external reference sensor. In this case, measuring principle is based on ammonium conversion from NH₄OH to NH₃ so that NaOH is added to increase pH up to 11. Generated NH₃ passes through the selective membrane so it can be measured. The second sensor is ORION model 9307BNWP and it is used to determine nitrate concentration according to the selective ion method 4500-NO₃-D (APHA, 1998). In this case, a reference sensor model 402-75 de LABPROCESS is required. Finally, nitrite measurements are carried out in a similar way but with a CRISSON model 96-64 sensor and another LABPROCESS 402-75 reference sensor.

3.4. SIMULATION SOFTWARES

For model application to describe a particular WWTP, it must be implemented in a simulator or software able to run model simulations (Gall, 1999). For that reason, in this study two computational tools have been used for modeling and simulation purposes. On the one hand, a commercial simulator namely WEST has been used and, on the other hand, a numerical software such as MATHEMATICA usually employed for solving sets of algebraic equations has also been evaluated.

3.4.1. WEST

WEST (*Wastewater Treatment Plant Engine for Simulation and Training*) is one of the main WWTPs simulation softwares in the market and it is also one of the most widely used by the scientific community and engineers all around the world. This simulator uses mathematical models representing experimental real systems in a reliable way, getting suitable predictions related to the main system outputs. It is a platform able to use existing models or to implement new ones and it can be used for any process which can be described as a set of differential algebraical equations (DAEs).

After defining the graphical configuration, hydraulic and operational characteristics describing the experimental plant (volumes, flowrates, etc.) and other data such as simulation time must be indicated. Outputs values which want to be obtained in a chart or in Excel files must be also selected before running the simulation. Figure 3.18 shows the charts generated after running the simulation.

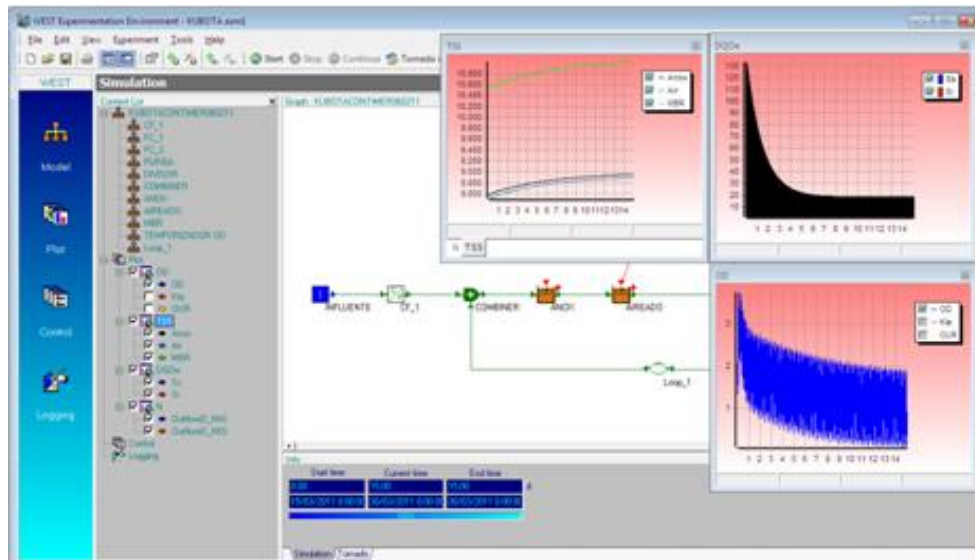


Figure 3.18. Graphical simulation results in WEST.

Besides simulating WWTPs in steady or dynamic state, WEST is able to run local sensitivity analyses. During this research work, sensitivity analyses under different conditions have been carried out for the MF experimental plant working at the operational conditions showed in table 3.6.

Table 3.6. MF plant operational conditions for sensitivity analyses.

OPERATIONAL CONDITION	VALUE
Q_{in} , m ³ /d	10.80
Q_{ef} , m ³ /d	10.33
Q_{p} , m ³ /d	0.46
Aerobic bioreactor height, m	5.00
V_{an} , m ³	3.61
V_{ab} , m ³	8.83
V_{MBR} , m ³	3.89
SRT, d	35
HRT, h	35
Temperature range, °C	15-20
DO, mg/L	0.50 - 1.50
Organic loading, kgCOD/m ³ d	0.77

Before running a sensitivity analysis in WEST, input-output pairs and perturbation (f) and control (c) factors must be selected. The simulator will run three simulations for each input-output pair in which the input values are:

1. *Reference simulation*: the input value is the default value.
2. *Perturbation simulation*: it uses an input value equal to the default value multiplied by $(1+f)$.
3. *Control simulation*: this simulation is run to check that the sensitivity in the previous simulation is similar to the sensitivity obtained in this simulation, so the assumption of linearity is correct. The input value in this case is equal to the default value multiplied by $(1+f \cdot c)$.

The results of these simulations are three charts (Figure 3.19), the first one shows the output values in the reference and in the perturbation simulations. The second one shows the relative sensitivities calculated according to equation 1.5, both for perturbation and control simulations in order to check that these values are similar and the third one shows the absolute sensitivities.

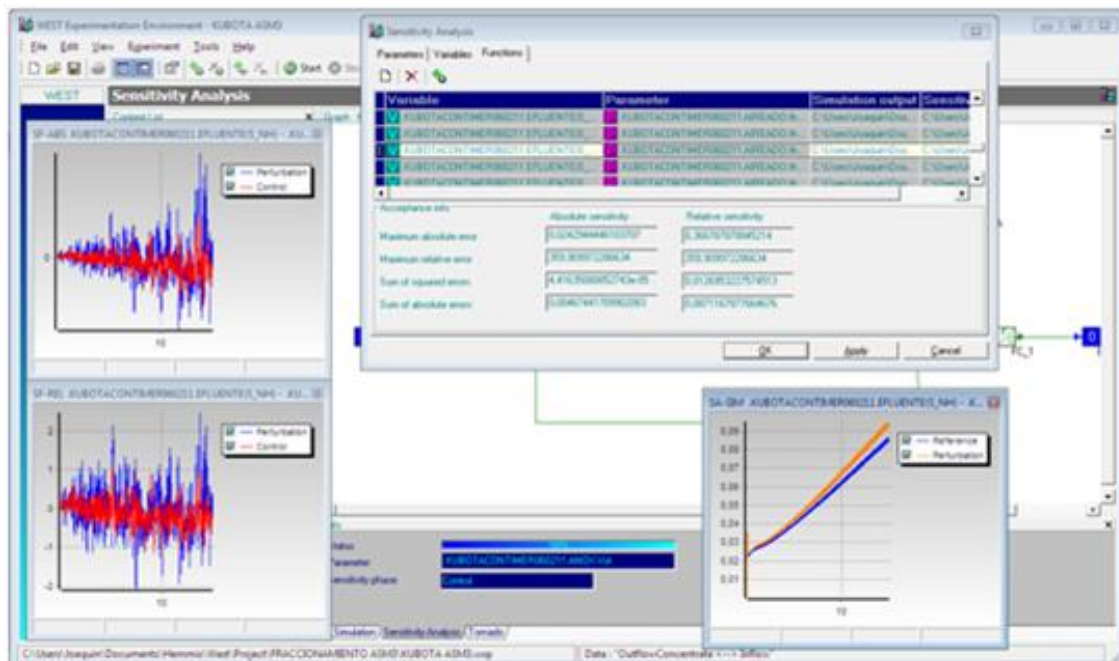


Figure 3.19. Sensitivity analysis results in WEST.

Finally, WEST has also been used in this study for ASM3 (Gujer *et al.*, 1999) calibration according to the WERF protocol (Melcer *et al.*, 2003), which recommended the following steps to avoid iterative loops:

1. Configure the treatment plant using typical influent concentrations and default values for model parameters.
2. Specify temperature, flowrates, influent characteristics, etc.
3. Calculate S_I from effluent COD concentration and estimate X_I from the COD/BOD₅ ratio.
4. In CAS systems, effluent suspended solids concentration can be fitted modifying solids removal efficiency or parameters related to sludge sedimentability.
5. Modify purge flowrate to fit inert suspended solids concentration.
6. Check BOD removal parameters.
7. Change μ_A to fit ammonium effluent concentration.
8. Change X_I to fit TSS and OUR. At higher X_I concentrations more sludge is generated and less oxygen is required.
9. Check nitrate concentrations and change influent S_S concentration and anoxic heterotrophic yield if needed.
10. If a good fitting is not achieved, experimental data quality must be checked.
11. Once the simulator has been correctly calibrated and verified, it can be used.

3.4.2. MATHEMATICA

It is usually considered as a computational algebraical software, but it is also a powerful general purpose programming language such as MATLAB which can be used for many applications. Since it was developed in the late 80s, its use was readily extended mainly for purposes related to physics, maths and engineering. However, nowadays, it is used in many other non-technical disciplines.

The *kernel* is an interface which allows the communication with the user, performs calculations and shows the results. MATHEMATICA is based on a symbolic computation programming language implemented in a variation of C++, but most of the large library code is written using a specific language which may be also used to extend the algebraical system as new codes may be added.

Some of the main similarities with respect to other mathematical softwares such as MATLAB are:

- Libraries of elementary and special mathematical functions.
- Tools for data display in 2D and 3D and image processing.
- Ability to solve ordinary, partial or differential equations systems and other algebraical relationships.
- Numeric and symbolic tools for continuous or discrete calculations.
- Multivariable statistical.
- Easy files interchangeability (import and export).
- It includes a huge collection of databases related to maths, sciences, astronomy, financial information, chemistry, etc.
- Interface which allows reuse previous inputs and outputs.

The most important characteristics of MATHEMATICA are summarized below:

1. High degree of automation.
2. High flexibility.
3. Integration in a single platform, it does not require additional applications.
4. Numeric-symbolic hybrid methodology.

3.5. DATA TREATMENT AND STATISTICAL ANALYSES

Automation and control of each experimental plant is based on a PLC and a supervisory SCADA system intercommunicated. The employed SCADA system also includes two database tools: *Insql*, (industrial adapted structured query language) and *Active Factory 9.2* for data management and analyses.

For statistical analyses several softwares were used: Microsoft Excel, STATGRAPHICS 3.0 (STSC, Rockville, MD, USA) and SPSS 15.0 (IBM SPSS Statistics) licensed of the University of Granada.

Experimental phases comparison was based on the variance analysis (ANOVA) to check variance homogeneity at a level of significance of 95 % (p-value lower than 0.05). In these analyses, dependent variable is the studied parameter, independent variable is the experimental phase and significant statistical differences among the parameter values of the different groups are evaluated. Moreover, multiple range tests (MRT) were carried out to compare means and to determine the variability sources.

Multifactorial variance analyses (MANOVA) were also carried out at a level of significance of 95% to determine the most influential operational parameters (factors) over growth and decay heterotrophic biomass constants. This test decomposes parameter variability into different contributions due to several factors, measuring the contribution of each factor after removing the influence of the other factors. This analysis is really adequate to determine simultaneously the influence of several factors.

Finally, multivariable linear regression analyses were used to evaluate the relationship between a quantitative dependent variable and two or more quantitative independent variables and to develop a linear equation to predict the values of the dependent variable.

4. RESULTS AND DISCUSSION

4. RESULTS AND DISCUSSION

4.1. PRELIMINARY WORKS

4.1.1. Comparative analysis between two experimental plants using different membranes.

During the first phase of this research period, a comparative analysis between both experimental plants (microfiltration and ultrafiltration) was carried out in order to check differences in their performance when they worked in parallel under the same operational conditions (Table 4.1) and fed with the same wastewater. Although MF plant started to work few months later than the UF plant, once they reached the steady state, their performance was stable in both cases. Differences in the bioreactors dimensions forced to select the most suitable flowrates to get the same conditions (organic loading, HRT and SRT), being the temperature inside the bioreactor the only one which was different and reached higher values for the UF plant (Table 4.1) due to the above mentioned differences in bioreactors dimensions.

Raw urban wastewater coming from the WWTP Granada-Sur after pretreatment stages was used as influent, whose main characteristics during this period are summarized in table 4.2.

Table 4.1. Operational conditions in UF and MF plants during the comparative analysis.

VARIABLE	UF	MF
Maximum treatment capacity, m ³ /d	108	24
Q _{in} , m ³ /d	18.48 ± 0.75	8.81 ± 0.10
Q _{ef} , m ³ /d	17.96 ± 0.37	9.22 ± 0.04
Q _p , m ³ /d	1.32 ± 0.59	0.60 ± 0.46
HRT, h	33.01 ± 0.82	33.36 ± 0.25
SRT, d	19.73 ± 0.24	20.40 ± 1.54
Average temperature, °C	20.27 ± 0.71	19.00 ± 0.74
F/M ratio, mg COD/mg TSS d	0.105 ± 0.01	0.129 ± 0.02
Anoxic fraction, %	24.1	25.03
V _T , m ³	28.16	13.21
Aerobic bioreactor height, m	3.75	3.75
DO concentration, mg/L	0.50-2.00	0.50-2.00
Membrane type	Hollow fiber	Flat sheet
Configuration	Vertical immersion	Vertical immersion
Average pore size, µm	0.034	0.4
Membrane material	PVDF	PE
Filtration area, m ²	94.68	40
Average flux, L/h m ²	10.56	12
Recirculation ratio, N	7Q	4Q
Membrane cleaning mechanisms	Backwashing and relax	Relax
Cleaning frequency sec/sec	300/30	480/120

Table 4.2. Influent characterization during the comparative analysis.

CHARACTERISTIC	AVERAGE VALUE
TSS, mg/L	554.35 ± 31.80
VSS, mg/L	306.62 ± 35.03
Total COD, mg/L	714.79 ± 61.61
Soluble COD, mg/L	284.24 ± 14.19
Total BOD ₅ , mg/L	554.35 ± 31.80
Soluble BOD ₅ , mg/L	270.02 ± 15.52
Total nitrogen, mg/L	80.50 ± 6.20
Total phosphorus, mg/L	16.90 ± 1.60
pH	7.58 ± 0.06
Conductivity, µS/cm	990.00 ± 30.00

As operational conditions were almost the same for both plants, the main difference during this period was the membrane pore size which determines the

permeability. This is lower for UF membranes, especially regarding bacteria and viruses. According to Hong *et al.* (2002), membrane permeability decreases faster for higher membrane pore sizes because a higher amount of pores are blocked and membrane retention capacity increases due to the retained cake which has been formed in the membranes surface, so MF membranes are able to behave as if their pore size is similar to the pore size of UF membranes (Lu *et al.*, 2001; Choi *et al.*, 2005; Hocaoglu *et al.*, 2013). Moreover, membrane selection determines the chemical cleansings frequency and backpulses requirements and for these reasons, the aim of this study is determining if membrane selection will affect process performance, effluent quality and/or system requirements.

First of all, the loading factor (LF) defined by Sharman (2009) has been weekly measured for both plants in order to get a global process evaluation. This factor is the ratio between the OUR obtained when using activated sludge coming from the beginning of the process (FED OUR) and the OUR obtained when using activated sludge taken at the end of the biological process (UNFED OUR). Based on the LF value and according to table 4.3, the global process can be checked.

Table 4.3. WWTP diagnosis according to the LF (Sharman, 2009).

LOADING FACTOR	DIAGNOSIS
$FC < 1$	Inhibitory and/or toxic loading
$1 < FC < 2$	Low yield and/or low loading
$2 < FC < 5$	Acceptable loading
$FC > 5$	Overloaded system

LF results for both installations are shown in figure 4.1. It can be observed that most of the values are in the acceptable loading range, with average values of 2.61 ± 0.57 for the UF plant and 2.91 ± 0.89 for the MF one, with no statistical significant differences (p-value 0.0783). Few values lower than 2.00 were obtained just for the initial period, indicating low yield of the biological process.

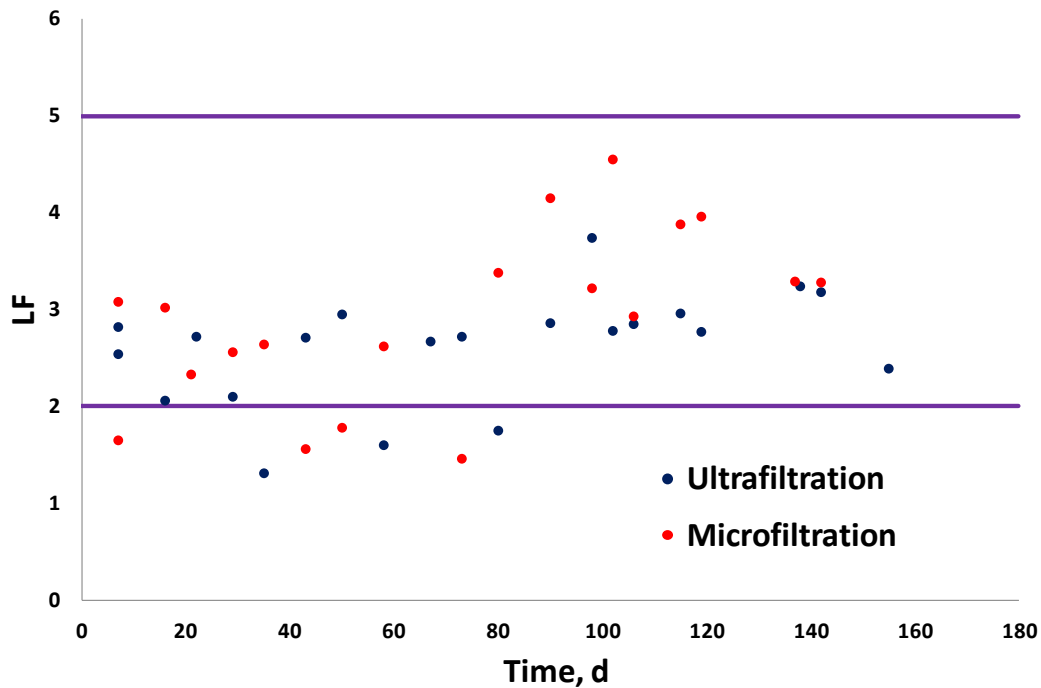


Figure 4.1. LF during the comparative study.

OUR respirometric assays using activated sludge from the beginning of the biological process, i.e., from the anoxic bioreactor, also allow estimating the nitrate uptake rate (NUR). To calculate values in anoxic conditions, a correction factor is usually applied to the heterotrophic yield obtained in aerobic conditions. In this case, the value given by Eckenfelder and Musterman (1995) was used to estimate NUR dividing the specific OUR (SOUR) value by 2.8. Figure 4.2 shows that NUR decreases with time and that during the first period, MF values were clearly higher than those obtained for the UF plant but at the end of the comparative study, both plants tend to become stable reaching similar values. During this period, ambient temperature decreased and, consequently, temperature inside the bioreactors also decreased, resulting in lower biomass activities. Average values were 3.10 ± 1.28 g N-NO₃/g VSS d for the UF plant and 4.96 ± 2.22 g N-NO₃/g VSS d for the MF plant, with statistical significant differences between both plants (p-value 0.022).

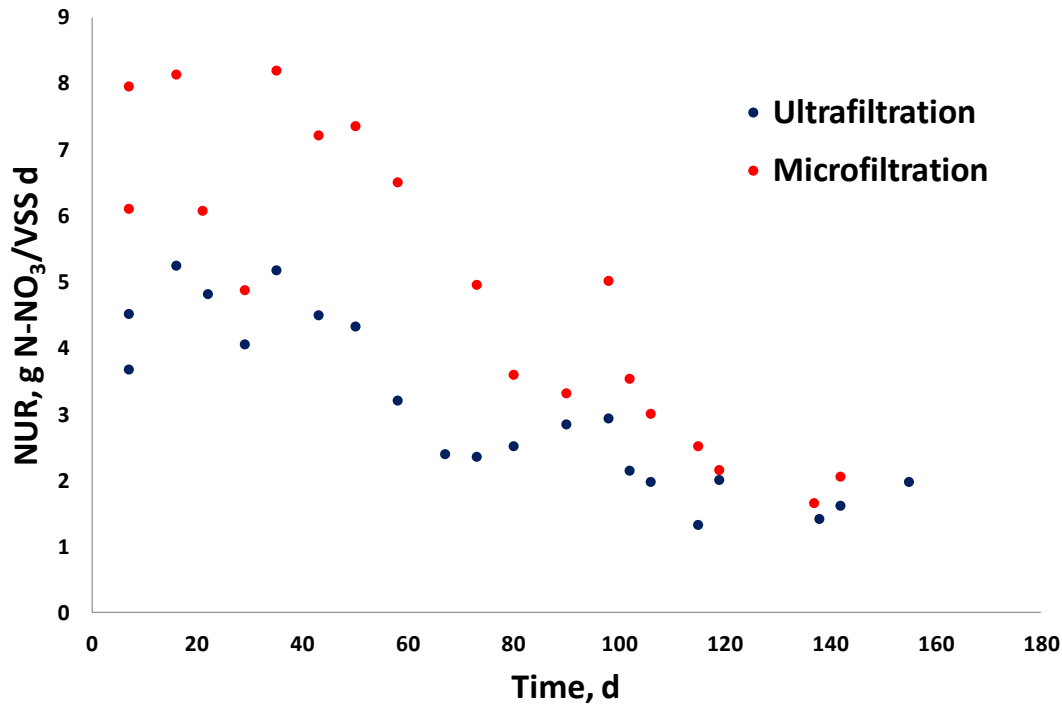


Figure 4.2. Nitrate uptake rate (NUR) during the comparative study.

Figures 4.3 and 4.4 show the effluent COD concentration and COD removal efficiency, respectively. These results reveal that during this period, average effluent COD concentrations were 22.00 ± 10.01 mg/L for the UF plant and 24.95 ± 12.11 mg/L for the MF plant, with no statistical significant differences (p-value 0.4513) and process efficiency was high for both plants regardless of the influent COD concentration, which varied from 200 to 900 mg/L, or activated sludge TSS concentration.

Taking into account that the maximum COD concentrations obtained in each plant were 55.00 and 62.00 mg/L, it is possible to state that according to the spanish legislation (R. D. 509/96), effluent COD concentrations were below the discharge limits during the whole period in both plants. Moreover, average COD removal efficiencies were 96.85 ± 0.73 % for the UF plant and 96.61 ± 0.39 % for the MF plant, with no statistical significant differences (p-value 0.4653). These results confirm that membrane technology (UF or MF) does not influence system performance regarding organic matter removal and that the obtained effluent

quality was high and stable in spite of significant loading fluctuations. Other authors such as Mohammed *et al.* (2008), Arévalo *et al.* (2009) or Kent *et al.* (2011) also stated the high COD removal efficiency in MBR systems.

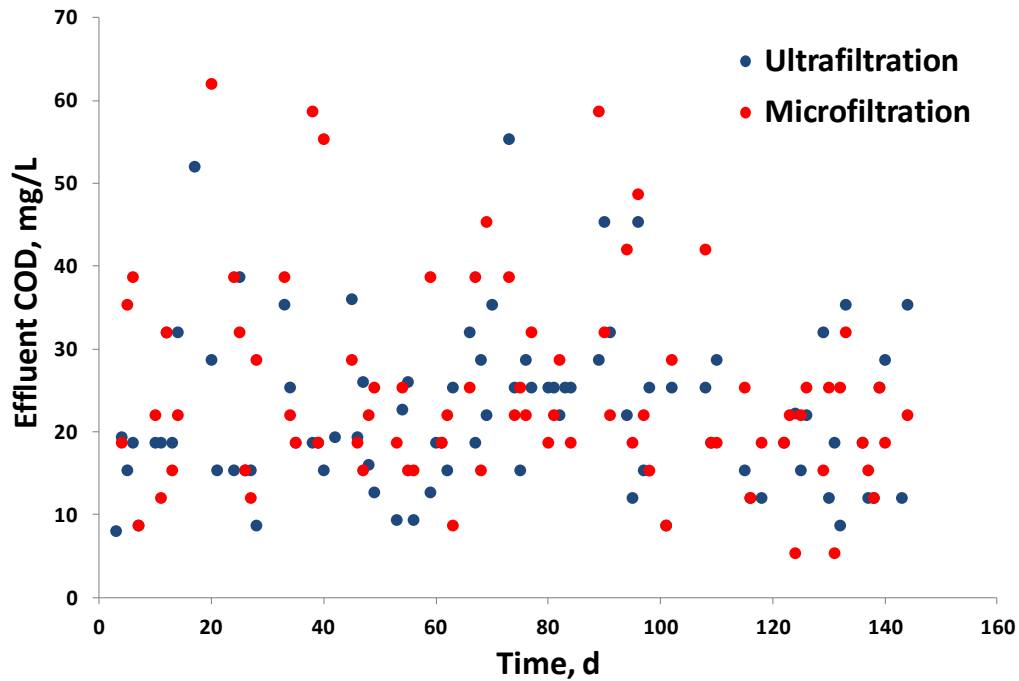


Figure 4.3. COD effluent concentration during the comparative study.

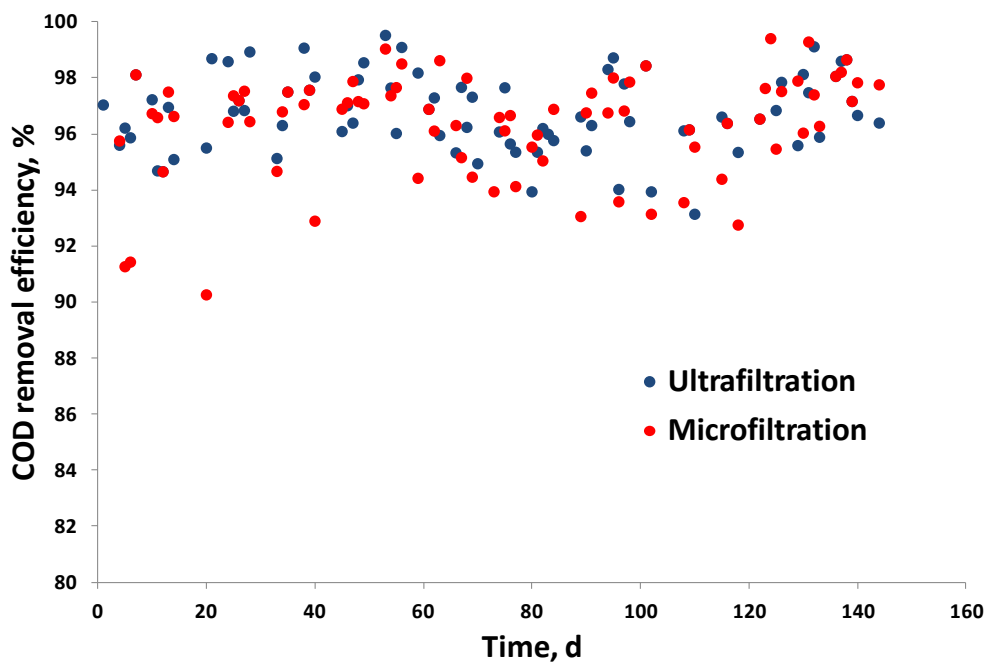


Figure 4.4. COD removal efficiency during the comparative study.

Moreover, effluents characterization in this period was completed using respirometric assays in which effluents from both plants were used as substrate in order to determine the remained biodegradable COD concentration. These results showed that during this study, soluble biodegradable organic matter was almost completely removed in both plants and effluent COD was mostly inert as average effluent biodegradable COD concentrations were 5.36 ± 1.74 mg/L for the UF plant and 8.57 ± 2.72 mg/L for the MF plant, with no statistical significant differences (p-value 0.7361). Moreover, in 68% and 42% of the respirometric assays using effluent from each plant, biodegradable COD concentrations were equal to zero, indicating that there was no remained biodegradable COD in the effluent.

Regarding the activated sludge TSS concentration (Figure 4.5), it was observed that at the beginning of this comparative study, TSS concentrations increased in both plants in a different way, resulting in different F/M ratios. However, at the end of this period, TSS concentrations reached similar values, confirming that although system configuration is different, under the same operational conditions they tend to reach a similar steady state.

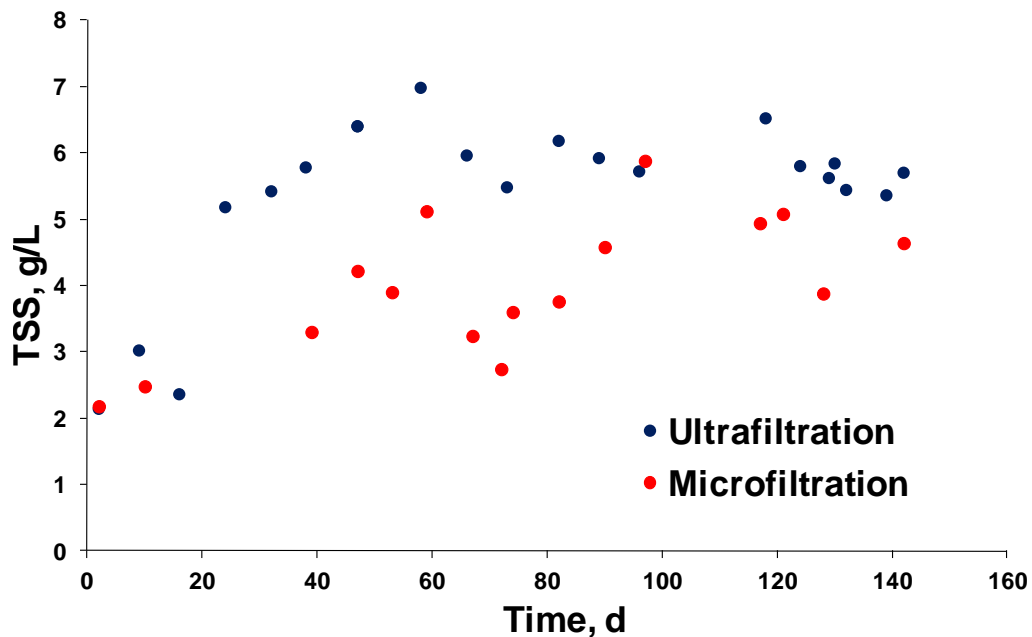


Figure 4.5. Activated sludge TSS concentration during the comparative study.

Moreover, biomass activity was evaluated during this period based on the maximum respiration rate reached during respirometric assays using sodium acetate as substrate (Figure 4.6). Average values were 3.70 ± 0.49 mg/g h for the UF plant and 3.69 ± 0.59 mg/g h for the MF plant, with no statistical significant differences (p-value 0.964).

Chudoba (1985) concluded that high waste microbial products concentrations might affect microorganisms kinetics activity thus reducing the respiration rates. These results showed a relatively high biomass activity probably due to the fact that, according to the high VSS/TSS ratio results, inert matter was not yet accumulated in the system. Average values for these ratios were 72.09 ± 1.62 % and 74.15 ± 1.24 %, respectively, with no statistical significant differences (p-value 0.0599).

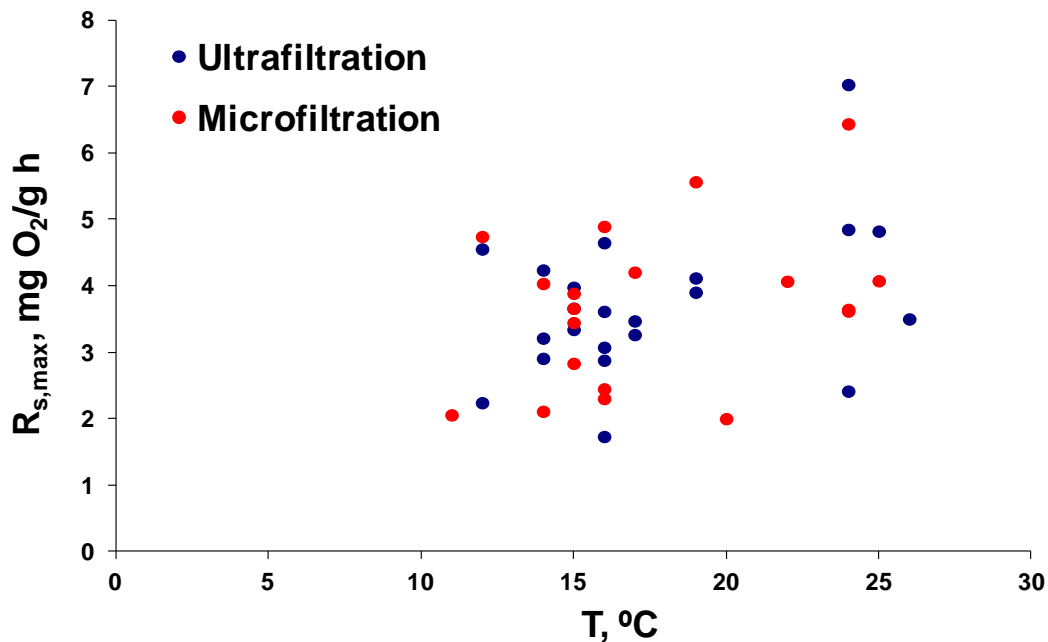


Figure 4.6. Maximum respiration rate ($R_{s,max}$) during the comparative study.

On the other hand, assay duration, i.e., the time required by the activated sludge to consume a given amount of substrate also gives information about biomass activity

(Figure 4.7). Average values were 1333 ± 137 and 1355 ± 218 seconds, respectively, with no statistical significant differences (p-value 0.9630). In both cases, assay duration tend to decrease as temperature increases, showing an increase in the biological activity at higher temperatures.

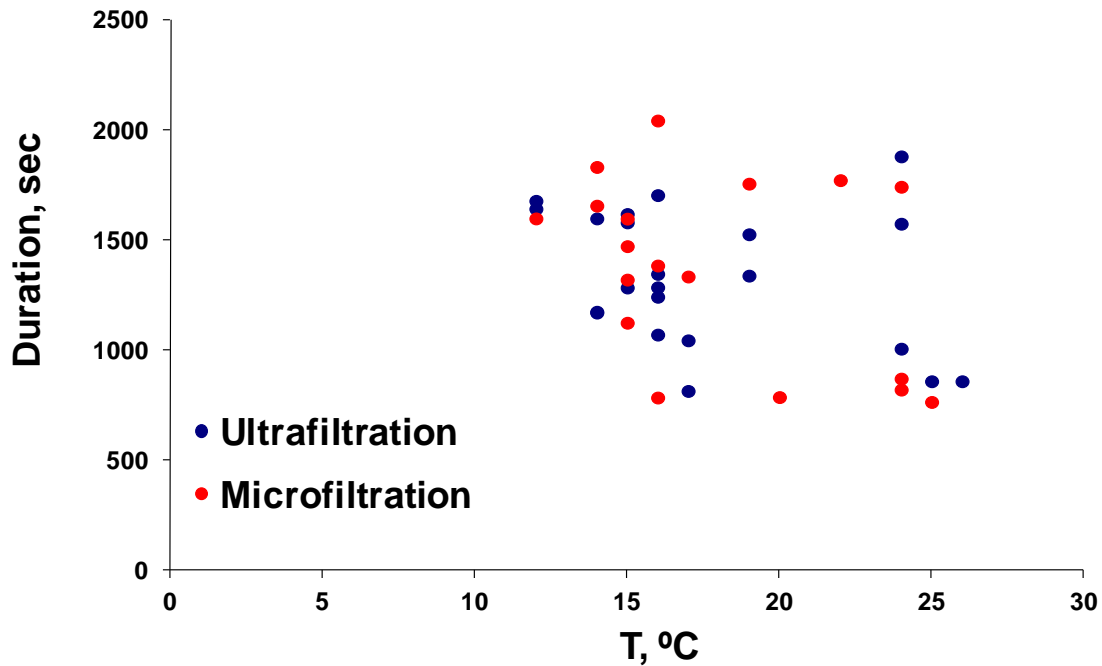


Figure 4.7. Respirometric assays duration during the comparative study.

Finally, this comparative study was completed with the analysis of two of the most significant model parameters, heterotrophic biomass yield (Y_H) and heterotrophic decay coefficient ($b_{H,02}$). Usually, lower values are expected for MBR systems compared to those obtained for conventional activated sludge systems (Judd, 2006). However, values obtained during the comparative study for both parameters were higher than those expected for MBR systems, although they tended to decrease till values lower than typical conventional ones (Figure 4.8). Y_H values were higher than 0.8 mg COD/mg COD for the initial unstable period but it reached values even lower than 0.4 mg COD/mg COD for a second more stable period and finally, it reached values lower than those obtained by Sperandio and Paul (2000) for conventional systems (0.54 mg DQO/mg DQO). On the other hand,

b_{H,O_2} reached values lower than 0.05 d^{-1} , similar to those obtained by other authors such as Teck *et al.* (2008), who determined a decay coefficient equal to 0.05 d^{-1} for a MBR system working at a SRT of 300 days.

Al-Malack (2005) published higher values for Y_H and b_{H,O_2} obtained for a MBR system working at higher F/M ratios. According to Low *et al.* (1998), these differences may be attributed to the fact that microorganisms first satisfy their maintenance energy requirements instead of generating new biomass and when substrate availability for biosynthesis decreases (lower F/M ratios), Y_H value also decreases. Moreover, according to Lavallée *et al.* (2002), biomass decay decreases proportionally to biomass growth, showing both parameters the same trend.

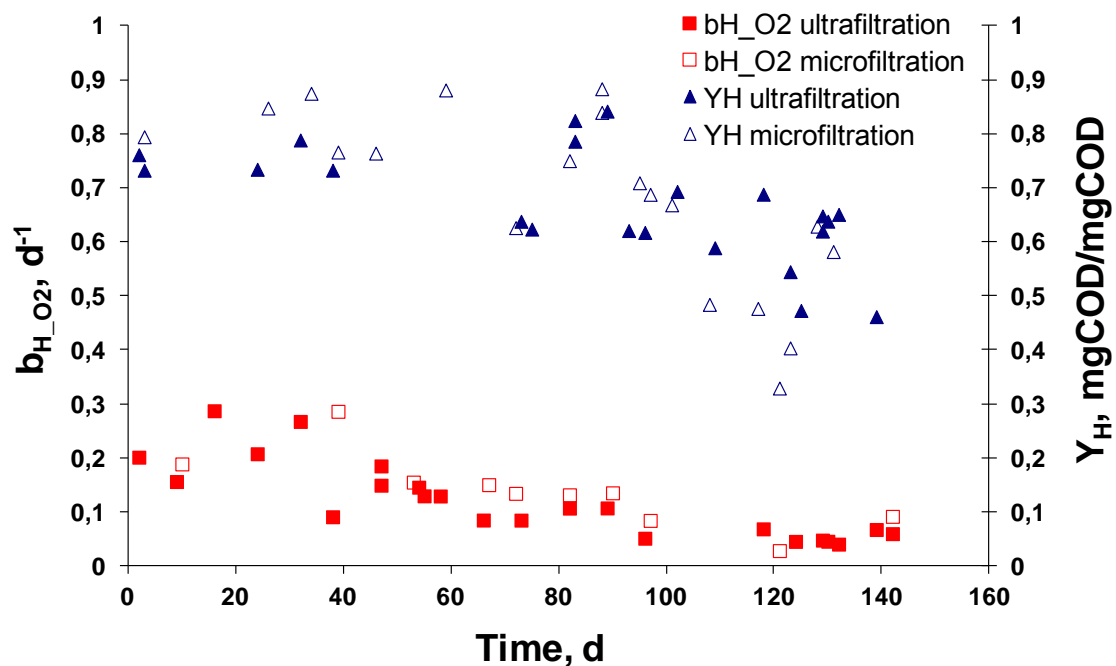


Figure 4.8. Y_H and b_{H,O_2} values during the comparative study.

Figures 4.9 and 4.10 show the temperature influence over these kinetic and stoichiometric constants during this period. It can be observed that both parameters increase as the temperature increases, although b_{H,O_2} shows a linear relationship and Y_H seems to reach a maximum value close to 0.85 mg COD/mg

COD at temperatures higher than 20 °C. In both cases, MF and UF plants show the same trends and similar values, with no statistical significant differences (p-values 0.716 and 0.353, respectively for Y_H and $b_{H_{O2}}$).

Y_H results obtained for the UF plant can be adjusted to a linear regression with a regression coefficient (R^2) equals to 0.3413, slope equals to 0.0139 and ordinate at the origin equals to 0.4246. On the other hand, Y_H results obtained for the MF plant fits slightly better a linear regression as the value for R^2 is 0.5035, the value of the corresponding slope is 0.0272 and the value for the ordinate at the origin is 0.2058.

Results obtained for $b_{H_{O2}}$ shows a better linearity in both cases, with R^2 values of 0.6826 and 0.8605, respectively for the UF and MF plants. In this case, the profiles of both plants are more similar than for Y_H , as the values of the slopes are 0.0144 and 0.0158, respectively and the values for the ordinates at the origin are -0.1544 and -0.1445, respectively.

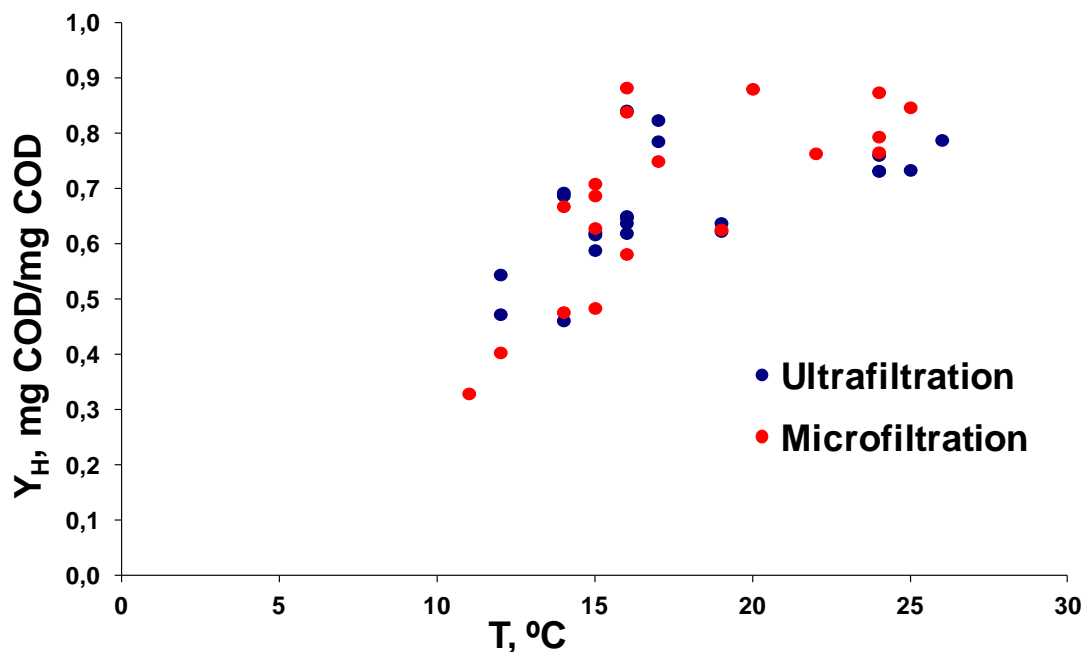


Figure 4.9. Temperature influence over Y_H during the comparative study.

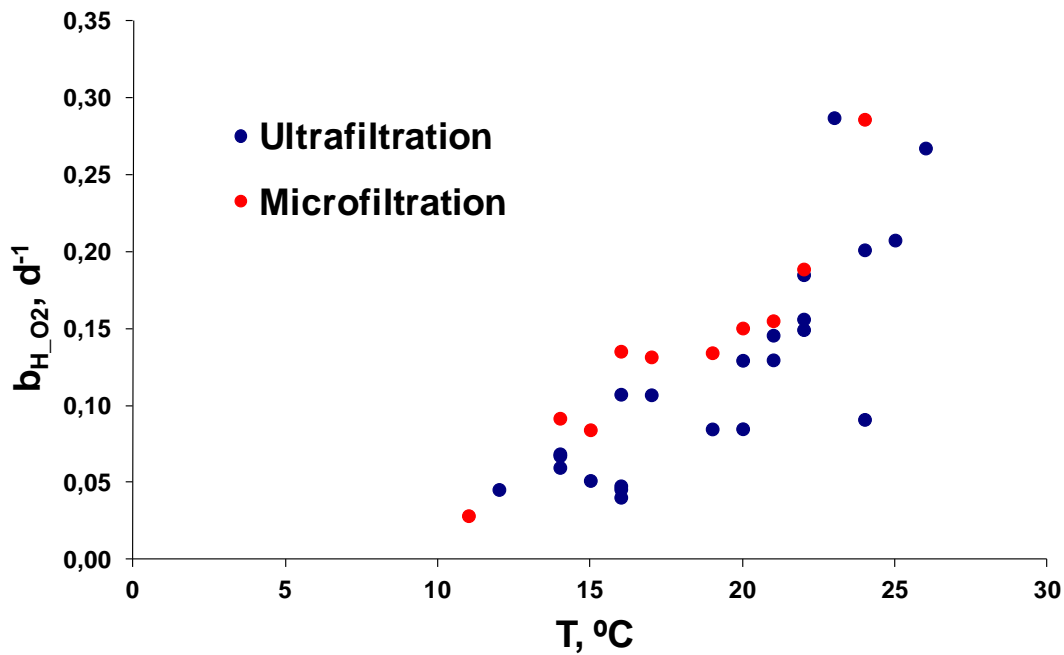


Figure 4.10. Temperature influence over $b_{H_{2}O_{2}}$ during the comparative study.

This set of results demonstrates that in real MBR systems, the selection of MF or UF membranes does not have a significant effect over the organic matter removal capacity of the system and that microorganisms behave in a similar way independently of the selected MBR technology (Ruiz *et al.*, 2011). For that reason, the selection of the membrane type will depend on the effluent reuse, as it may involve the control of several microbiological parameters, or on the operational and maintenance costs.

4.1.2. Influent quality

During the whole research period, not only a continuous analysis of the influent quality has been carried out, but also a set of intensive analyses in order to get information about dynamic evolution and changes related to the main influent characteristics. This information will be used as input for model calibration and dynamic process simulations.

4.1.2.1. Temporary evolution of influent characteristics

In order to get an appropriate influent characterization and enough knowledge about seasonal changes of these characteristics, parameters such as COD, BOD₅, suspended solids concentration, pH and conductivity have been measured daily for 24 hours composed influent samples.

Regarding the COD evolution (Figure 4.11), a great variability was observed during the whole period under study, with an average value of 931.75 ± 448.57 mg O₂/L, a minimum value of 162.22 mg O₂/L and a maximum value of 2806.00 mg O₂/L. These results not only pointed out the high variability of the organic loading, but they also show the fact that these values are in general higher than the standard values for urban wastewater (Henze *et al.*, 1987; Baek *et al.*, 2009; among others). This is due to several overflows coming from different unit processes of the WWTP Granada-Sur and external punctual discharges which come into the system increasing the organic loading of the influent used for this research. In this figure, it can be also noticed that soluble COD remains constant around 275.65 ± 91.61 mg O₂/L during the whole period independently of the total COD value, which showed drastic variations so, it can be confirmed that influent COD variations are mostly due to the particulate fraction.

Moreover, these results show that at the beginning of the evaluated period, COD values were around 500-600 mg O₂/L, quite similar to those typically obtained for urban wastewaters (Ronzano and Dapena, 1995). However, towards sample 350, a significant increase took place and peak values around 2800 mg O₂/L were reached (samples from 450 to 480). After sample 760, these values sharply decreased, increasing again around sample 1000 till a new peak value close to 2000 mg O₂/L is reached. Finally, COD concentrations became stable at values similar to the initial ones. These COD variations have defined the research phases according to the variable organic loading.

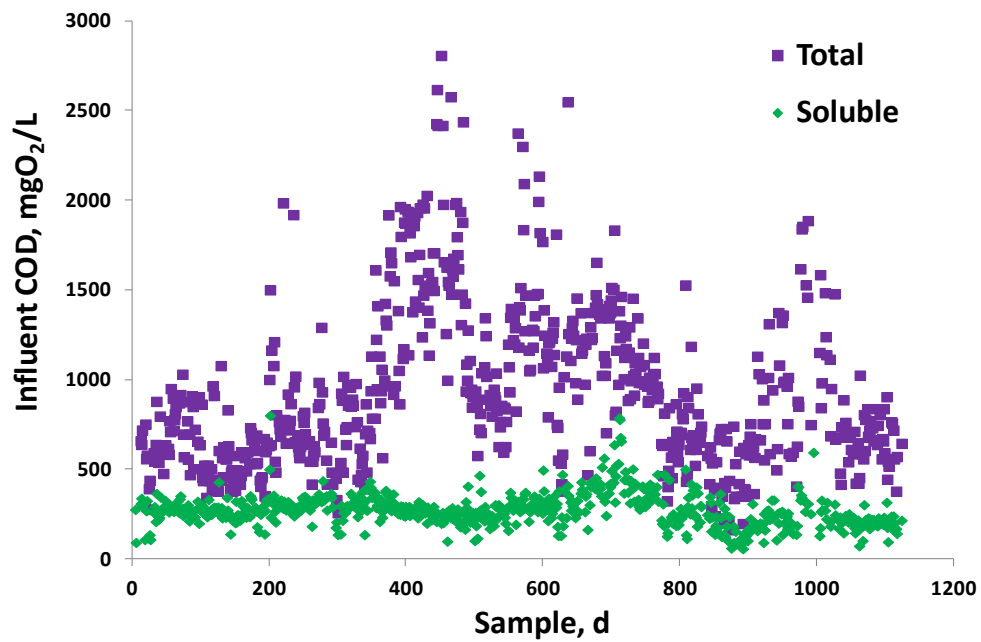


Figure 4.11. Influent total and soluble COD evolution.

Figure 4.12 shows soluble and particulate influent COD fractions during this period. Average values were 34.19 ± 13.84 % for the soluble fraction and 65.80 ± 13.84 % for the particulate one.

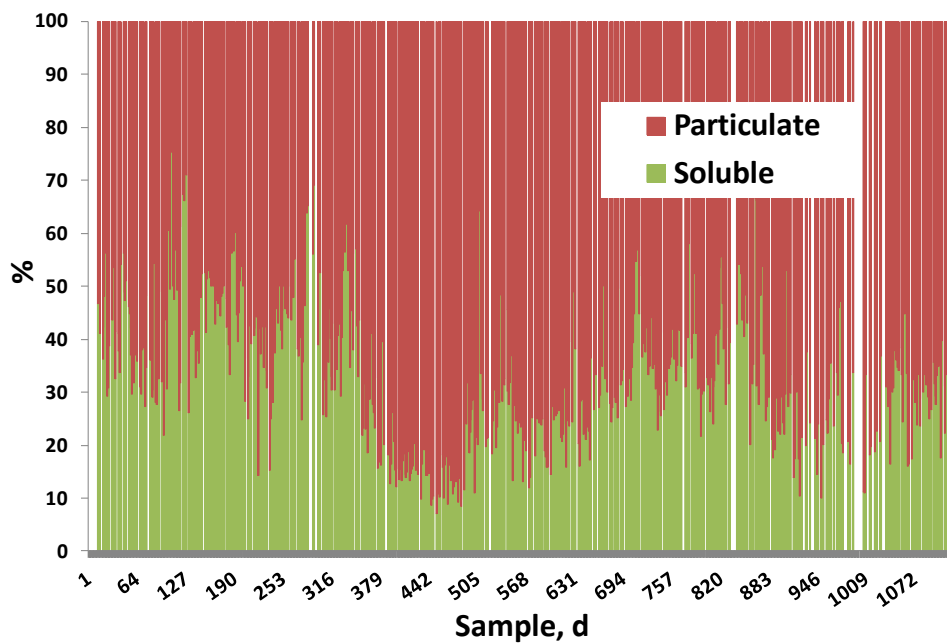


Figure 4.12. Influent soluble and particulate COD fractions.

Related to the BOD₅ concentration (Figure 4.13), a great variability was also observed during the whole period, with a marked peak towards sample 480, which was also observed in the COD results. Average value was 568.09 ± 217.48 mg O₂/L, with a minimum value of 120.00 mg O₂/L and a maximum value of 1800.00 mg O₂/L. In this case, soluble fraction was also practically constant for the whole period, whereas particulate fraction showed a higher variability. Average values for soluble and particulate BOD₅ fractions were 39.81 ± 15.01 % and 60.18 ± 15.01 %, respectively.

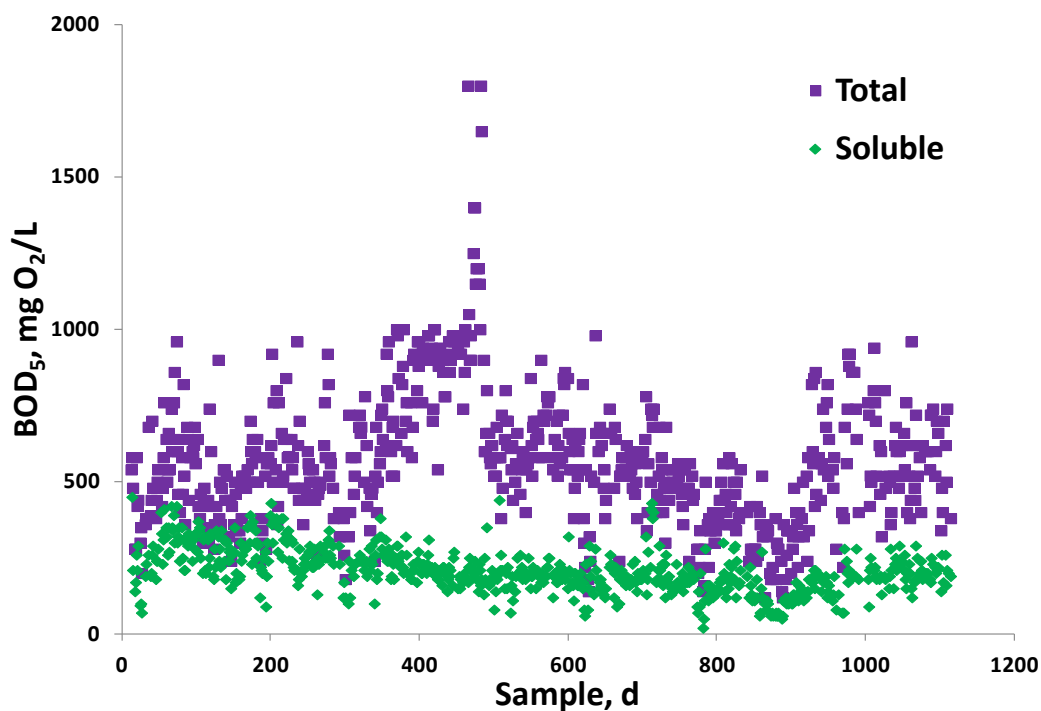


Figure 4.13. Influent total and soluble BOD₅ evolution.

Although respirometric methods have been employed along the research period for influent COD fractionation, biodegradable/inert fractions may also be estimated using BOD₅ results. However, as explained below, BOD₅ requires a theoretical coefficient to convert BOD₅ values to COD and as this coefficient has been calculated for standard wastewaters (Ronzano and Dapena, 1995), it might not be suitable for specific wastewaters with different characteristics, resulting in inaccurate results. Nevertheless, BOD₅ and COD data allow calculating the

biodegradability factor (BF) or BOD₅/COD ratio, which characterizes a particular wastewater and provides information about how easily the wastewater is being biodegraded during the process. These results (Figure 4.14) show initial stable values around 0.8, a following decrease towards values close to 0.5 and a higher variability during the last period of this research. In general, it can be concluded that this wastewater was mostly biodegradable, with values ranging from 0.21 to 0.98 and an average value of 0.64 ± 0.17 , similar to those values typically obtained for urban wastewaters (Ronzano and Dapena, 1995).

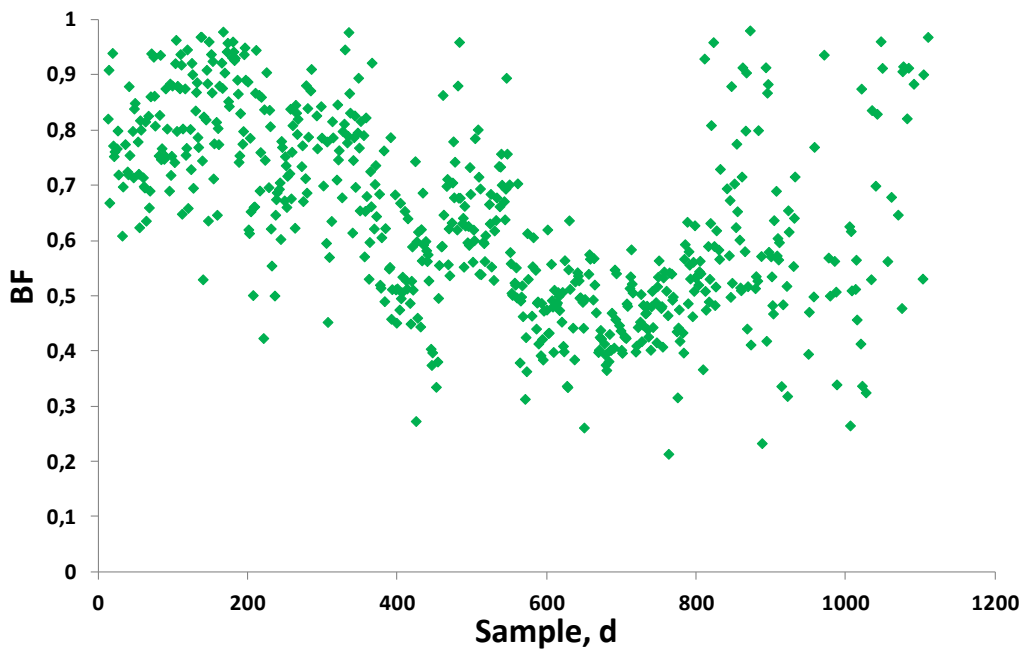


Figure 4.14. Influent biodegradability factor (BF) evolution.

Another important influent characteristic which may highly affect the biological process and the system performance is the total suspended solids concentration. In this case (Figure 4.15), the same profile as that observed in the previous figures is obtained, showing a significant increase from sample 350 on and reaching a maximum value of 3400 mg/L at sample 417. Average value was 579.22 ± 479.73 mg/L, which indicates a significant variability in the influent suspended solids concentration and values far from those expected for standard urban wastewaters

(Ronzano and Dapena, 1995). Average volatile suspended solids fraction was $79.825 \pm 7.508 \%$.

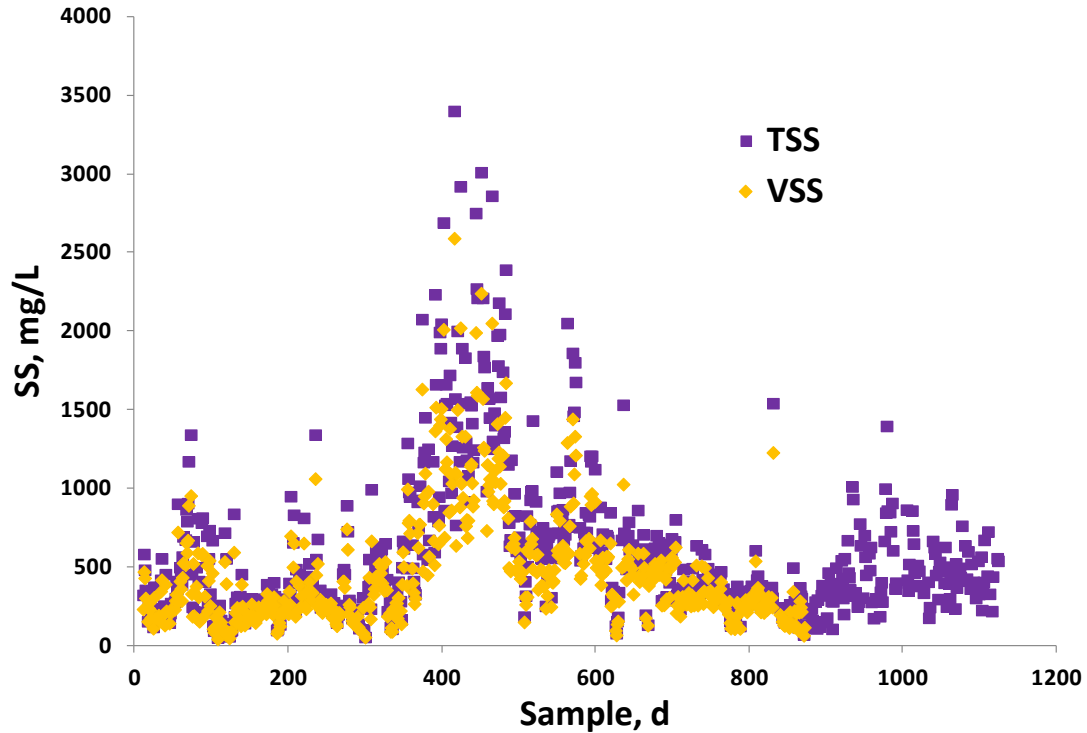


Figure 4.15. Influent suspended solids evolution.

Activated sludge TSS and VSS profiles depends on the influent TSS and COD profiles (Arévalo, 2011), in such a way that the activated sludge VSS/TSS ratio will not be stable unless influent COD concentration is stable and in order to reach lower value for the VSS/TSS ratio, the influent organic loading should be reduced (Huang *et al.*, 2001; Knerr *et al.*, 2011). On the other hand, activated sludge TSS concentration also varies according to the influent particulate fraction (Munz *et al.*, 2008). Due to this influence of the influent characteristics over the biological system, the usage of synthetic wastewaters for experimental studies is not recommended as it does not represent reality (van Nieuwenhuijzen *et al.*, 2008).

Other influent characteristics evaluated in this research are pH and conductivity. The first one was highly stable for the whole period, taking values from 6.76 to

8.80, with an average value of 7.40 ± 0.29 (Figure 4.16). These values close to neutrality are expected for urban wastewaters (Henze, 1992). On the other hand, influent conductivity, which indicates salts and/or ions presence in the wastewater (Fall *et al.*, 2012), showed higher differences, with values in a range from 354 to $1528 \mu\text{S}/\text{cm}$ and an average value of $990.44 \pm 158.87 \mu\text{S}/\text{cm}$ (Figure 4.17).

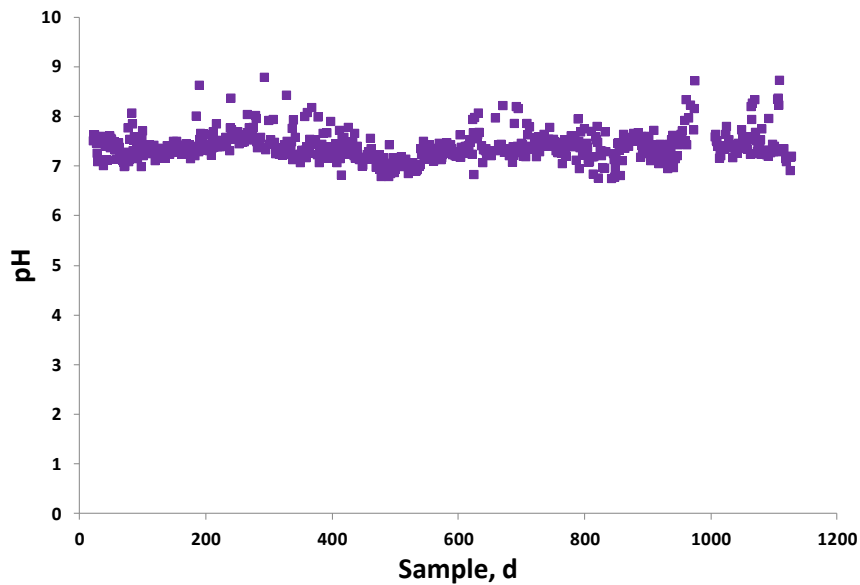


Figure 4.16. Influent pH evolution.

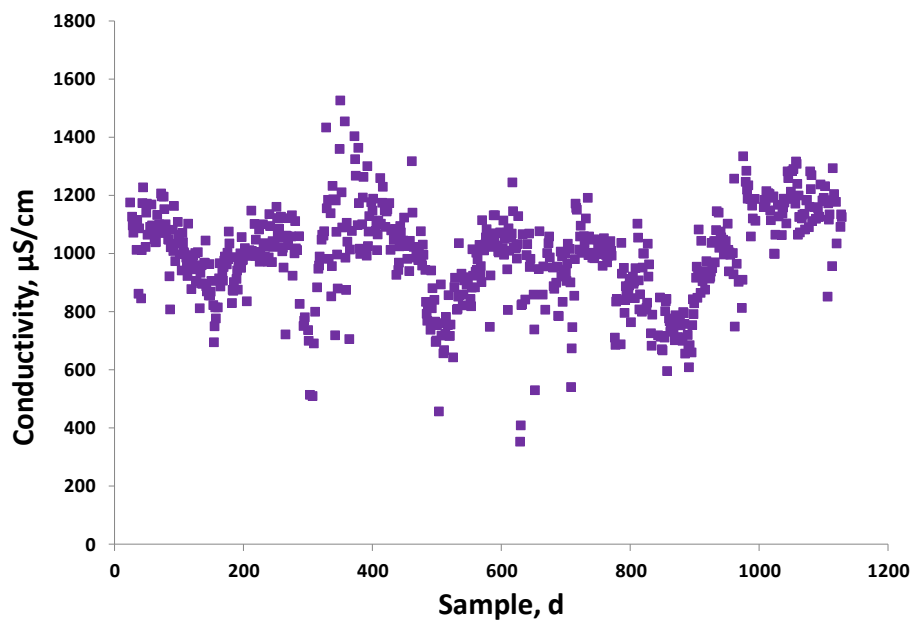


Figure 4.17. Influent conductivity evolution.

4.1.2.2. Respirometric influent characterization

According to Boursier *et al.* (2004), simulation, design and optimization of a particular process using ASMs basically require influent characterization, operational conditions description and kinetic and stoichiometric parameters calibration.

Influent characterization based on physical-chemical analyses is not enough to determine influent COD fractions described in the models (Petersen, 2000). For this reason, biological methods based on respirometry are usually employed to complement physical-chemical influent characterization and to separate soluble/particulate and biodegradable/inert COD fractions (Mamais *et al.* 1993; Roeleveld *et al.* 2002; Jiang *et al.*, 2005; Lu *et al.*, 2010, among others). Figures 4.18 and 4.19 show respirometric influent characterization results in which activated sludges taken respectively from UF and MF plants have been used. Two assays using influent and filtered influent through 0.45 μm pore size as substrates have been carried out to separate the biodegradable soluble fraction and the biodegradable particulate fraction, and inert fraction is determined by subtraction.

A higher amount of assays have been carried out during this period, but due to operational and maintenance problems, only those in which both plants have been simultaneously analyzed and which are able to be compared are represented in these figures. First of all, it has to be explained that although the influent is the same for both plants and consequently organic matter concentration is also the same, these influent characterization results are different because biodegradability not only depends on the influent but also on the biomass ability to degrade it. In both plants, an initial phase showing higher variability and higher biodegradable fractions is observed. Later, towards assay number 21, certain degree of stability is reached. These results agree with an initial period in which both plants were instable due to operational problems and several stops of the system, followed by a more stable period.

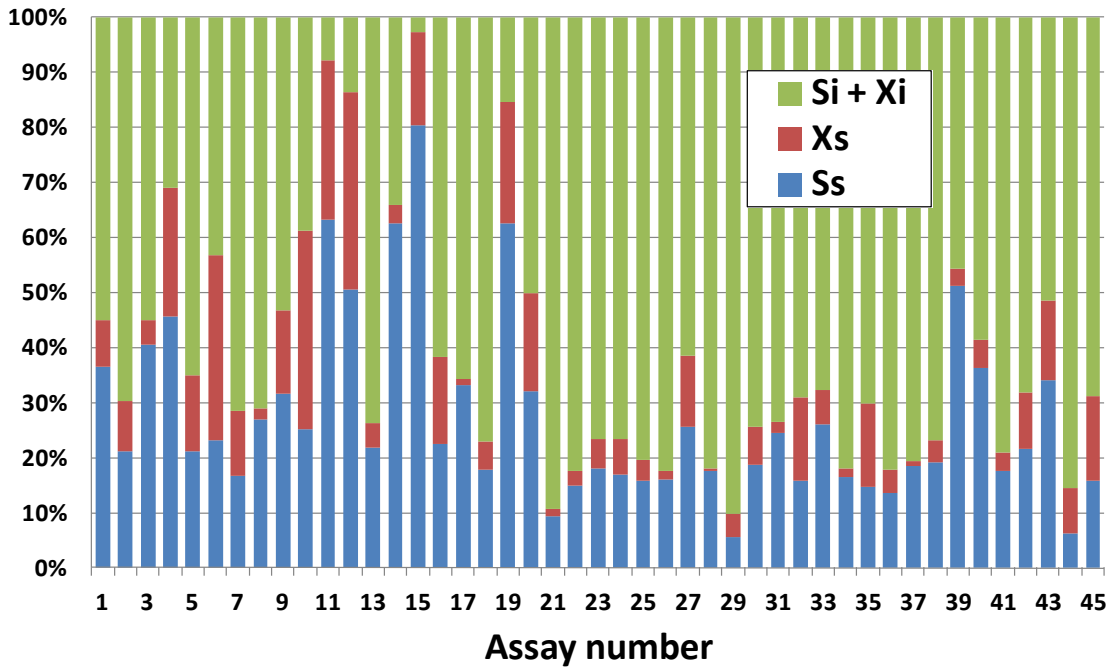


Figure 4.18. Influent fractionation results for the UF plant.

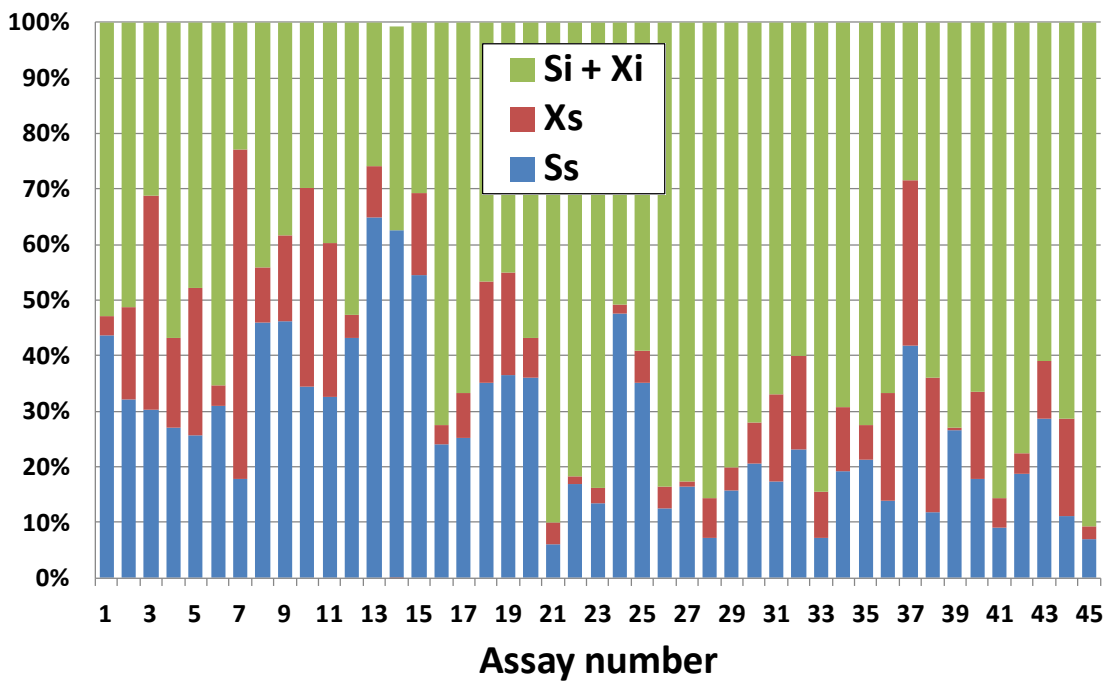


Figure 4.19. Influent fractionation results for the MF plant.

According to these results, activated sludge from the UF plant is able to degrade an average 33.09 ± 17.67 % of the total influent COD concentration and activated sludge from the MF plant is able to degrade an average 36.61 ± 18.30 % of the total influent COD concentration, with no statistical significant differences (p-value 0.7455). On the other hand, 75.26 ± 16.44 % of the biodegradable COD for the UF plant and 68.73 ± 18.09 % for the MF plant are soluble, with no statistical significant differences between the results of both plants (p-value 0.8379). Results obtained for both plants were similar, so demonstrating again that membrane technology has no significant effect over the activated sludge properties or over the biological activity (Ruiz *et al.*, 2011).

If these results are compared with those obtained for influent biodegradability estimates from the ratio BOD_5/COD (Figure 4.14), trends are similar, with higher values at the beginning of the study and stable lower values at the end, but influent biodegradability based on respirometry is in general lower than that calculated with physical-chemical methods (Lu *et al.*, 2010). It may be due to the fact that short-term respirometric assays underestimate biodegradable fractions as they might be too slowly degradable and respirometric assays duration might be lower than the time required to degrade them (Ginestet *et al.*, 2002; Gatti *et al.*, 2010). This issue will be further discussed in following chapters.

4.1.2.3. Influent daily dynamic characterization

In addition to the 24 hours composed influent samples analyzed, daily dynamic profiles have also been characterized carrying out several 24 hours intensive samplings in which influent samples have been taken and analyzed every hour. COD profiles show significant differences depending on the sampling day (Figure 4.20), but the general trend shows a light drop during the night followed by an increase during the hours in which human activity is higher. However, these variations are not too significant and COD concentrations show in general a high stability during 24 hours.

Soluble COD profiles (Figure 4.21) show more abrupt variations, with significant drops from 00:00 to 1:00 a.m., when human activity is minimum and important increases early in the morning until maximum values are reached from 18:00 to 22:00 p.m. This behaviour is usual for urban wastewaters, with hourly variations depending on the human activity. However, particulate fraction, which constitutes most of the organic matter concentration, moderates these fluctuations. According to these results, it can be concluded that soluble COD fraction is mainly of urban origin and it is related to the human activity, whereas discharges coming from different unitary processes of the WWTP and not influenced by human activity, constitute particulate COD fraction.

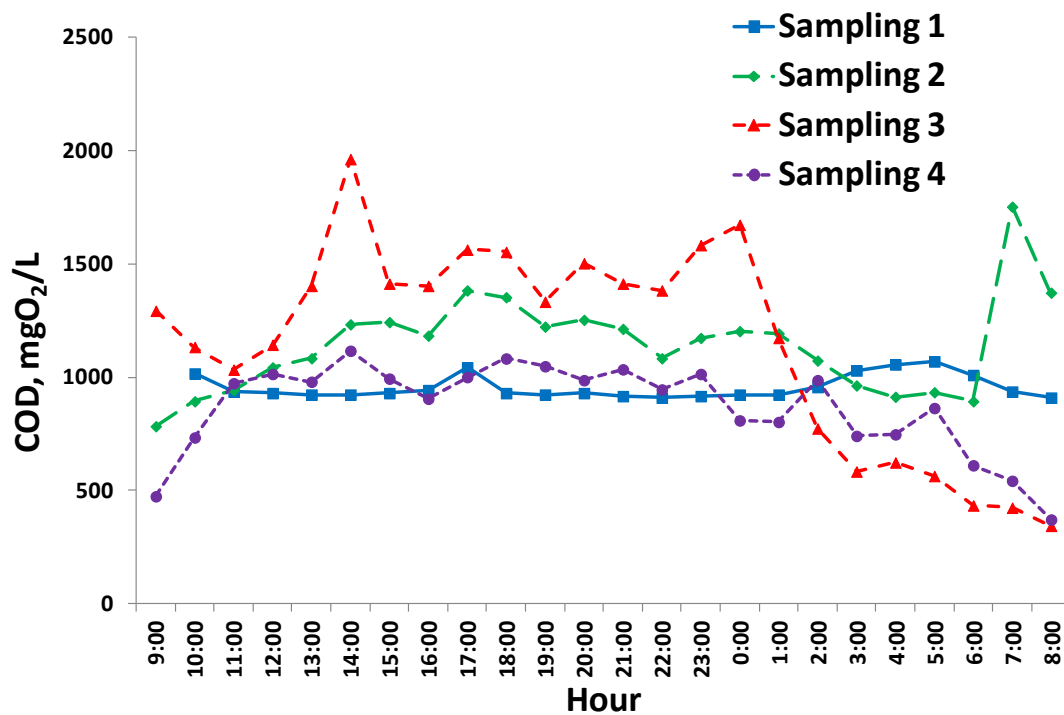


Figure 4.20. Daily influent COD profiles.

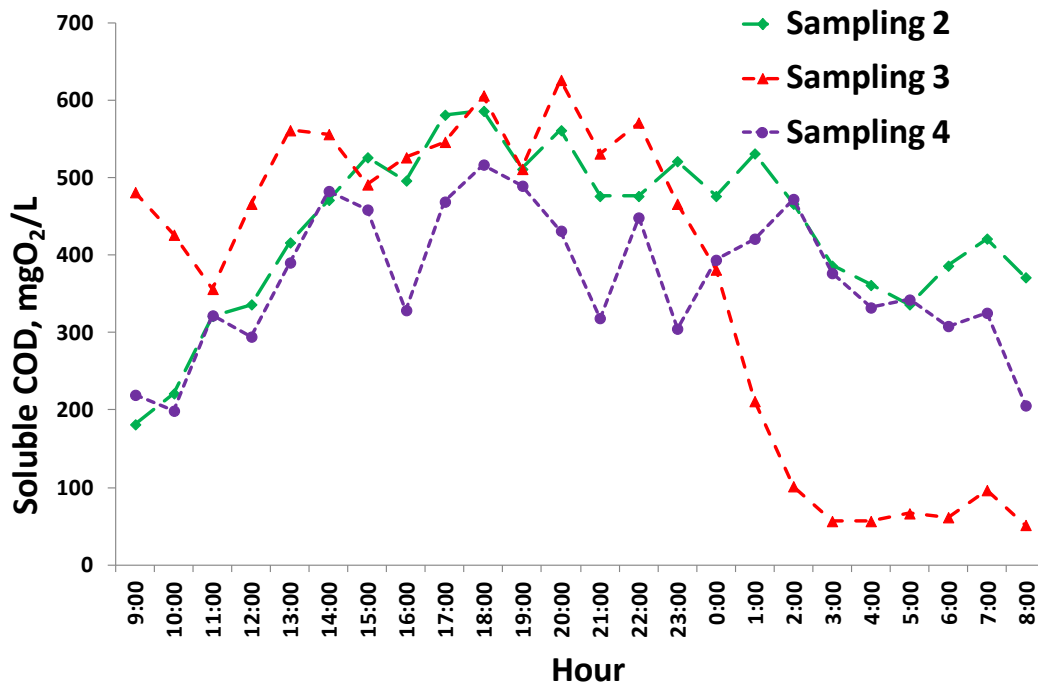


Figure 4.21. Daily influent soluble COD profiles.

Regarding suspended solids concentration (Figure 4.22), a high stability was also observed for 24 hours characterization profiles, with no hourly fluctuations except for a few peaks, especially in sampling 1, which may be due to punctual discharges. TSS and VSS profiles (Figure 4.23) show the same trends and the comparison between TSS and VSS results indicates relatively high VSS/TSS ratios, with average VSS percentages of $74.37 \pm 3.76 \%$, $83.11 \pm 5.14 \%$, $88.09 \pm 5.03 \%$ and $85.36 \pm 3.73 \%$ for each sampling.

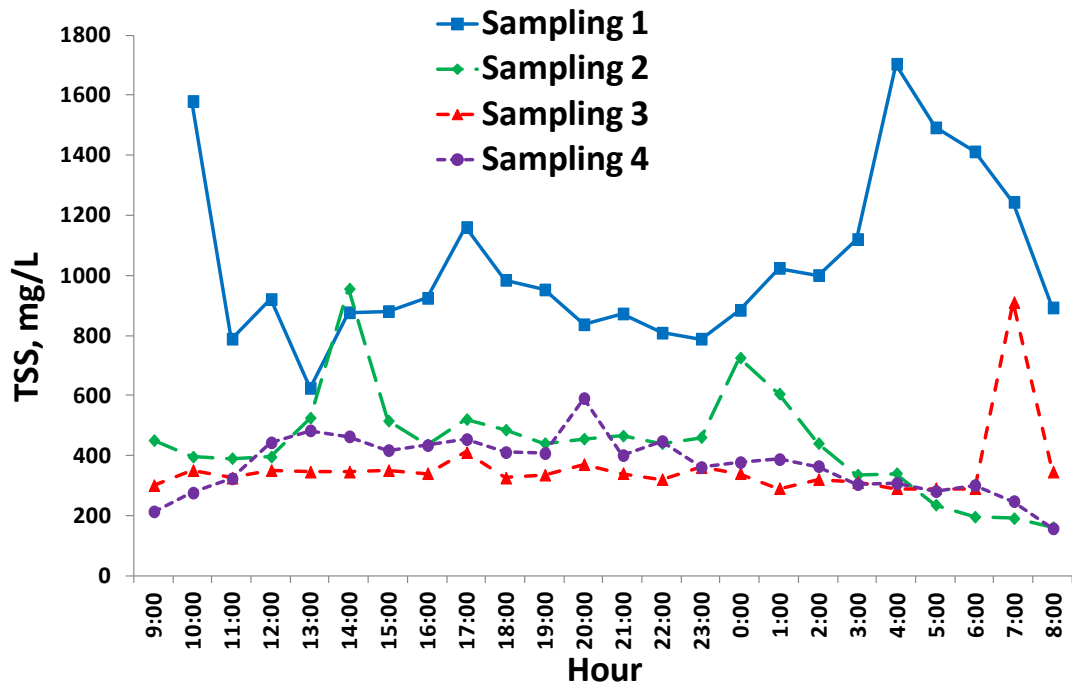


Figure 4.22. Daily influent TSS profiles.

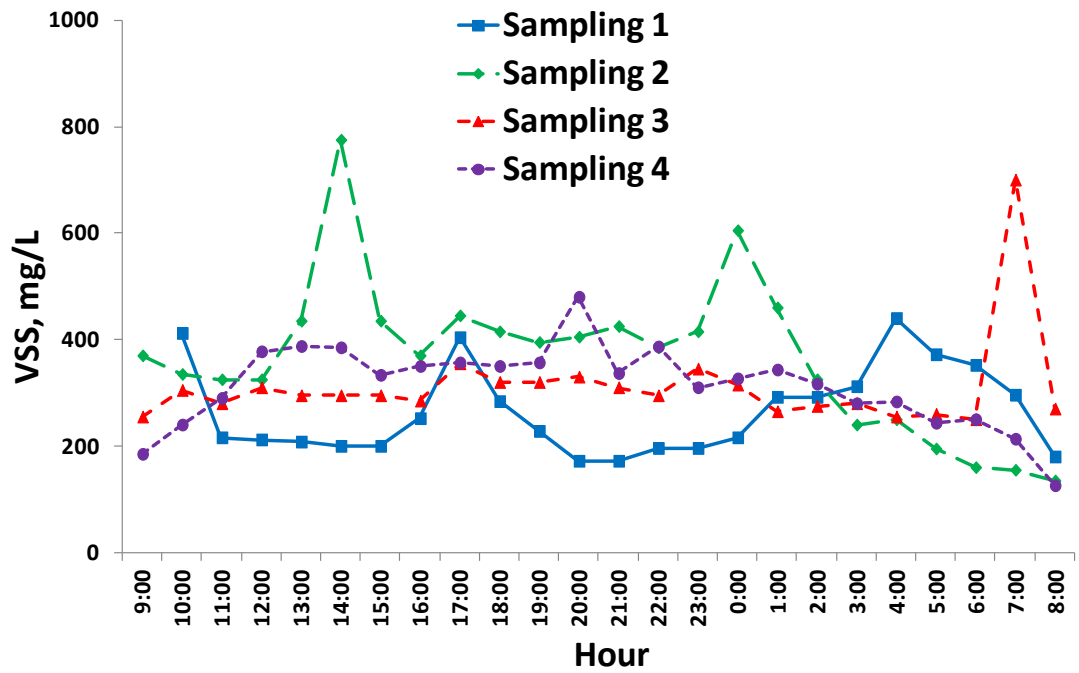


Figure 4.23. Daily influent VSS profiles.

pH (Figure 4.24) and conductivity (Figure 4.25) reached stable values during 24 hours profiles. pH was close to neutrality in the same way than during the whole research period and it just showed a light drop during the afternoon and a light increase during the night. On the other hand, conductivity values were around 1000 $\mu\text{S}/\text{cm}$, except for the third sampling which sharply decreased during the early morning.

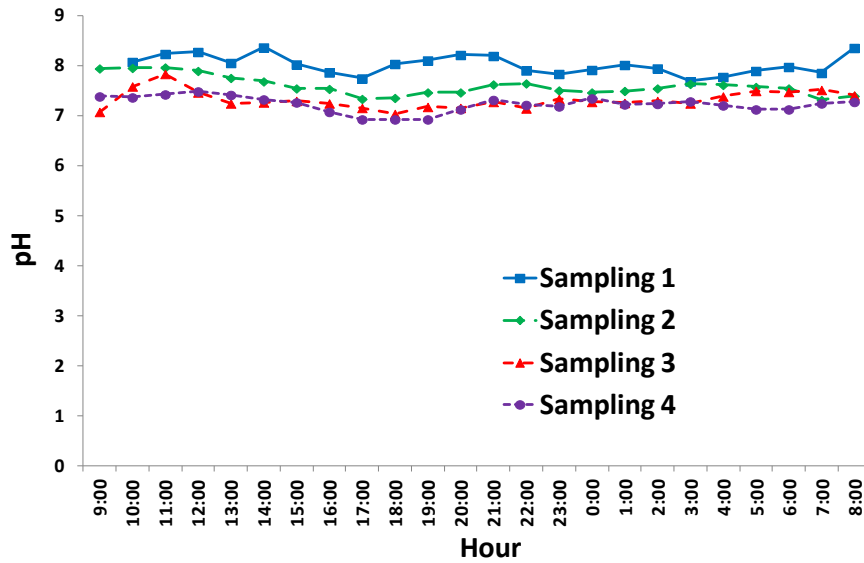


Figure 4.24. Daily influent pH profiles.

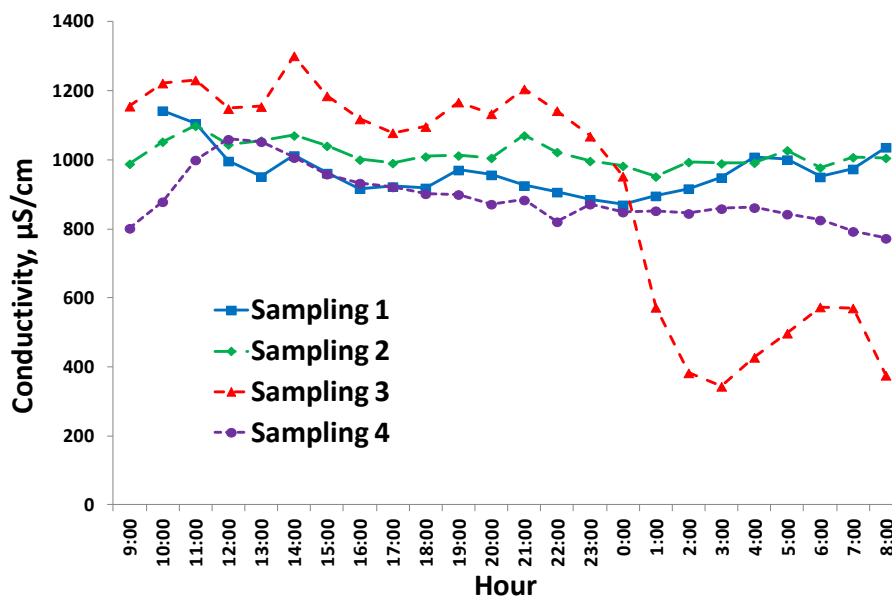


Figure 4.25. Daily influent conductivity profiles.

N-NH₄ concentration daily profiles were also characterized for samplings 2, 3 and 4 (Figure 4.26). Obtained values are in general stable during the day and higher during the night (specially for sampling 4). Samplings 2 and 3 show similar values because these analyses were carried out with a time difference of one week.

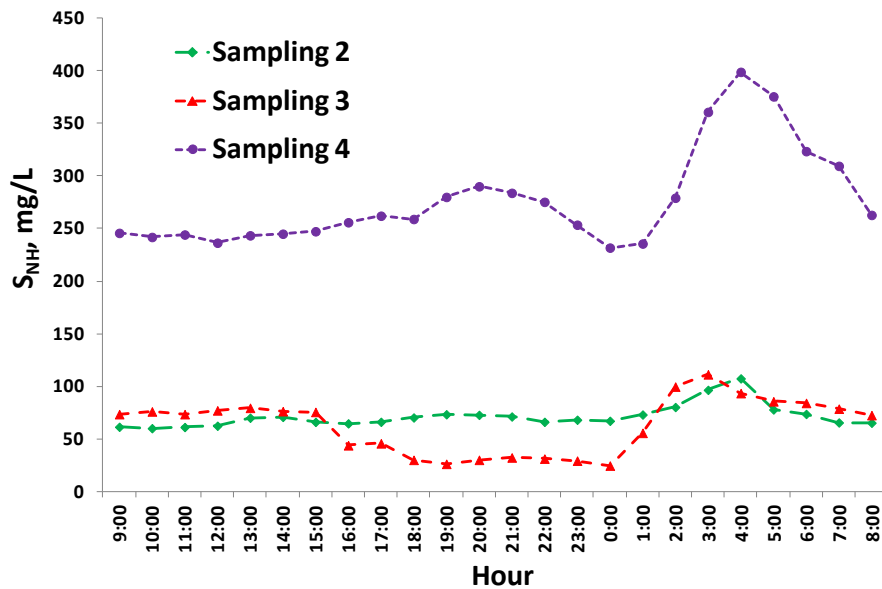


Figure 4.26. Daily influent N-NH₄ concentration profiles.

4.1.2.4. Monthly influent characterization

In order to complete the evaluation of the influent dynamic behavior, it was characterized during 30 days taking samples every 5 hours and analyzing pH, conductivity, COD, suspended solids and nitrogen concentrations. Figure 4.27 shows the evolution of total and soluble COD concentrations and figure 4.28 shows the evolution of TSS and VSS concentrations. In both figures, a high stability is observed and profiles are similar considering that if the organic matter in the influent increases, it implies that both, COD and TSS concentrations increase and vice versa.

Average percentage of soluble COD with respect to the total COD is $38.92 \pm 8.79\%$, with a minimum value of 19.00% and a maximum value of 68.65%. Regarding the

statistical analysis of suspended solids concentrations, average percentage of VSS with respect to TSS is 81.33 ± 5.38 %, with a minimum value of 65.94 % and a maximum value of 97.87 %. In both cases, these results obtained with samples taken every 5 hours are in agreement with previous results obtained with 24 hours composed samples (Figures 4.12 and 4.15).

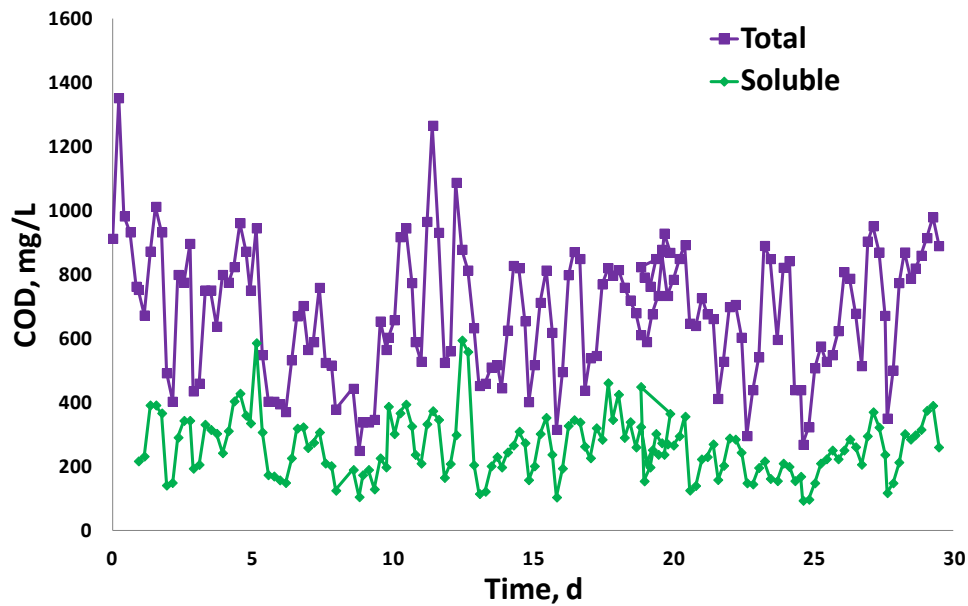


Figure 4.27. Influent total and soluble COD dynamic evolution during 30 days.

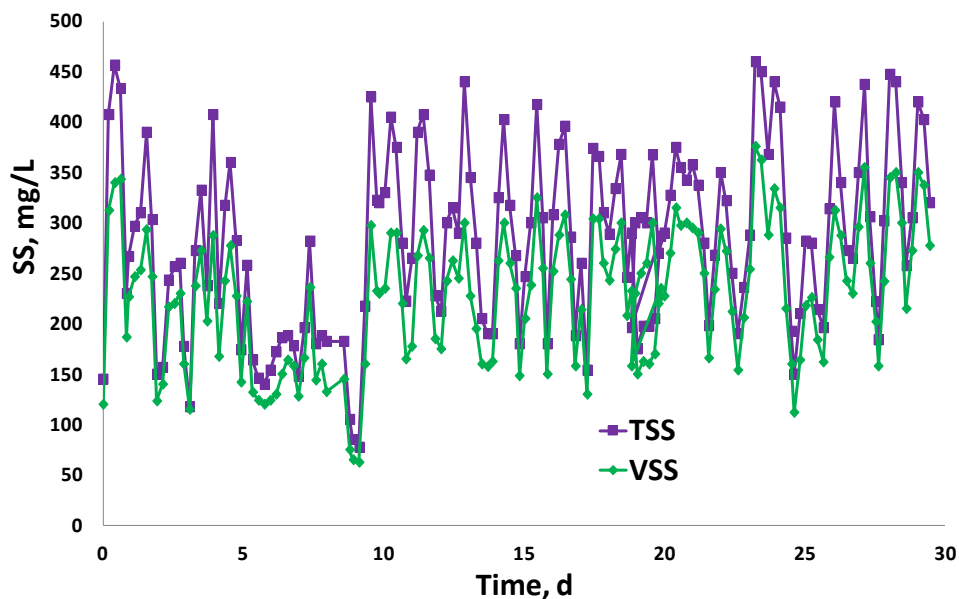


Figure 4.28. Influent TSS and VSS dynamic evolution during 30 days.

Influent N-NH₄ concentration was also measured during this study. Values ranged from 7.48 to 64.35 mg N-NH₄/L, with an average value of 33.69 ± 10.74 mg N-NH₄/L, and they showed a general trend to increase during the evaluated period (Figure 4.29).

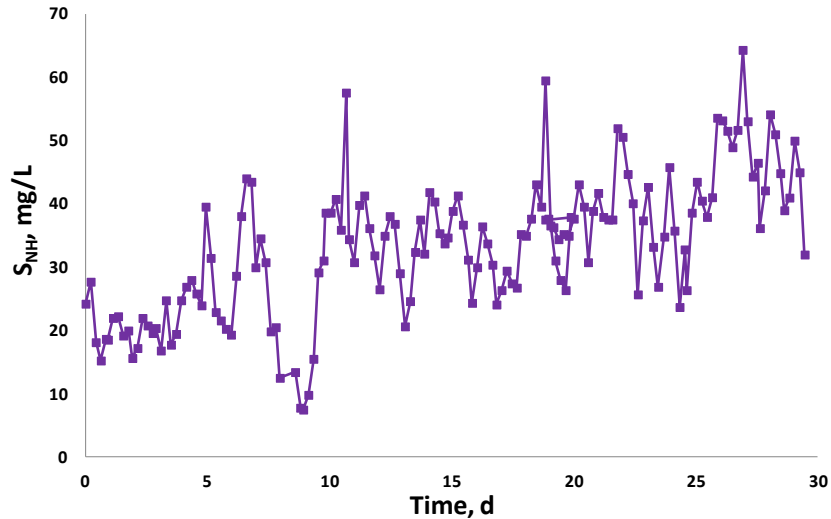


Figure 4.29. Influent N-NH₄ dynamic evolution during 30 days.

Regarding the influent pH and conductivity evolution (Figures 4.30 ad 4.31, respectively), in both cases a great stability is observed, regardless of the day of the week or the hour at which samples are taken.

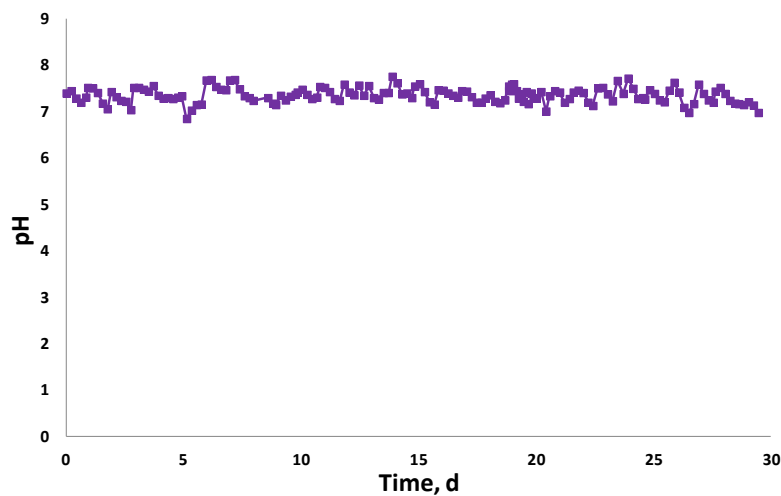


Figure 4.30. Influent pH dynamic evolution during 30 days.

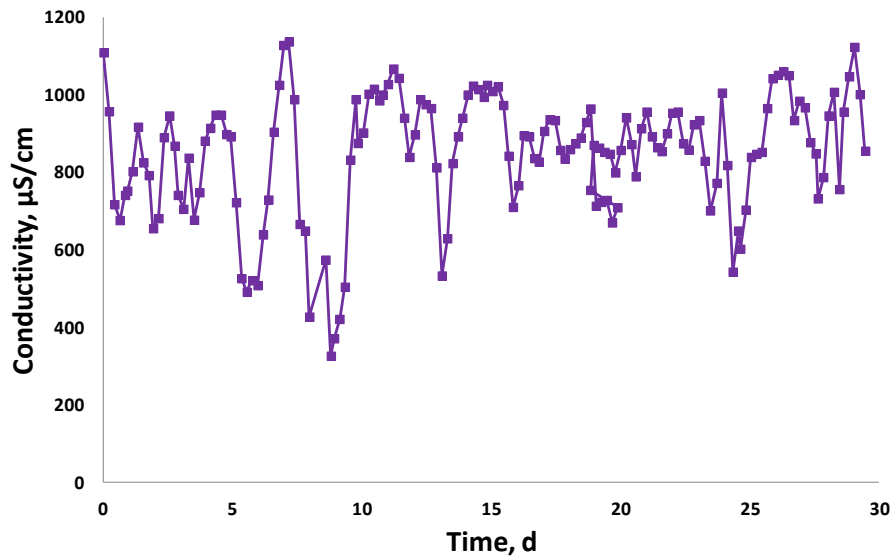


Figure 4.31. Influent conductivity dynamic evolution during 30 days.

All these figures show certain instability during the first 5-10 days, but influent dynamic profiles have been quite stable in general and the results obtained with samples taken every 5 hours during this 30 days period are really similar to those obtained when 24 hours composed samples are used for influent characterization.

4.1.2.5. Influent flowrate profile

Influent characterization has been finally completed with the analysis of the flowrate fluctuations (Figure 4.32). These data were obtained every 2 hours during 30 days in a real WWTP and they were used to determine daily and weekly peak coefficients that will be used later to describe the influent profile required as an input for dynamic process simulations. In this case, influent flowrate varied from 632.83 to 3308.00 m³/h, with an average value of 1951.21 ± 632.83 m³/h.

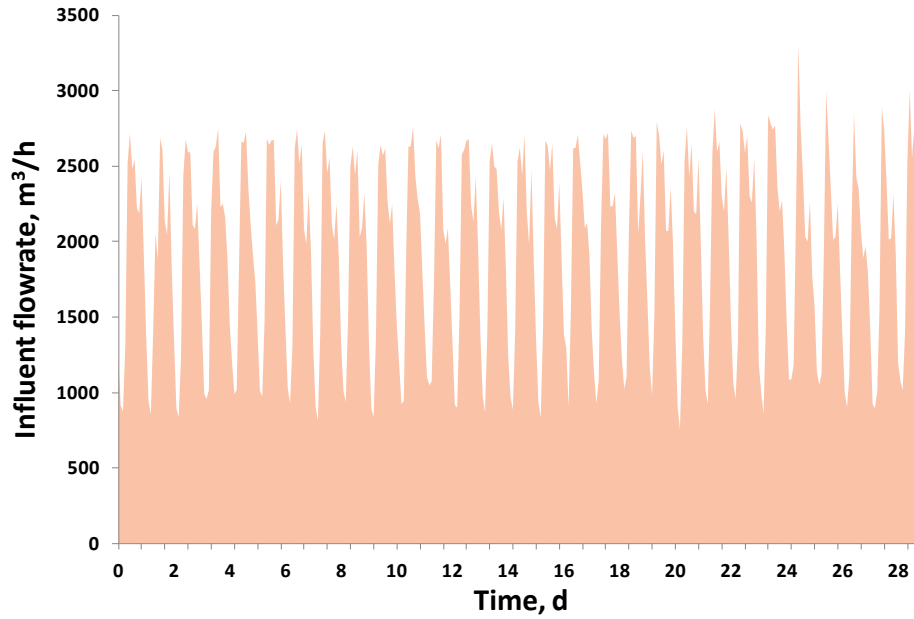


Figure 4.32. WWTP influent flowrate dynamic profile during 30 days.

Average values were calculated for every two hours of a day and the results are shown in figure 4.33, where it can be observed that influent flowrate increases in the morning until reaching the maximum value at midday. Later, it decreases again until reaching the minimum value in the early morning. Table 4.4 shows the hourly coefficients obtained from these results.

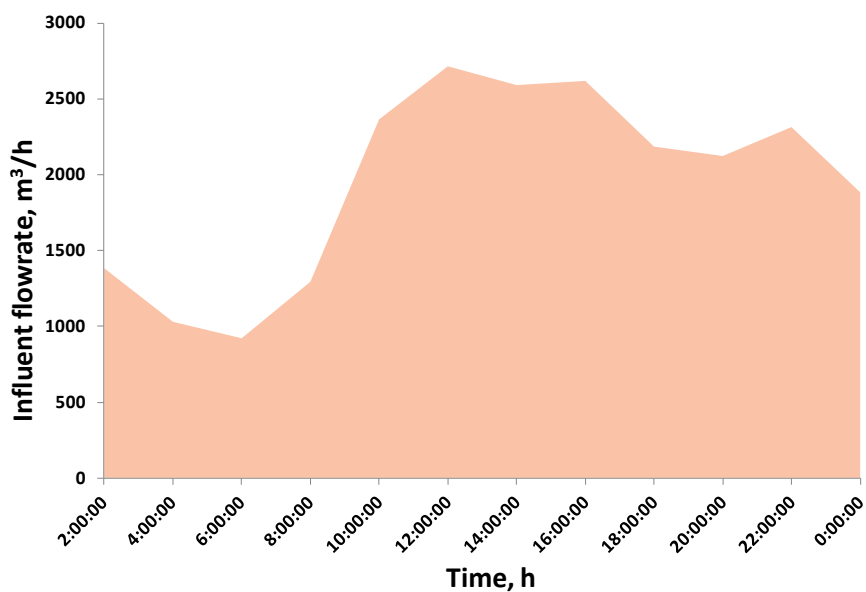


Figure 4.33. WWTP average hourly influent flowrates.

Table 4.4. Hourly influent flowrate coefficients.

HOURLY PROFILE	
HOUR	COEFFICIENT
2:00	0.794
4:00	0.591
6:00	0.529
8:00	0.743
10:00	1.362
12:00	1.56
14:00	1.56
16:00	1.505
18:00	1.25
20:00	1.212
22:00	1.329
0:00	1.082

In the same way, the average results obtained for every day of the week have been used to determine weekly coefficients showed in table 4.5.

Table 4.5. Weekly influent flowrate coefficients.

WEEKLY PROFILE	
DAY	COEFFICIENT
Monday	1.006
Tuesday	0.987
Wednesday	1.010
Thursday	1.002
Friday	1.009
Saturday	0.993
Sunday	0.981

4.1.3. Experimental phases of the research period

As above explained, after checking that both MBR systems work in a similar way independently of the selected membrane technology (chapter 4.1.1), they have operated simultaneously under different operational conditions during the research period in order to determine the influence of these conditions over the performance of MBR systems, over the biological process efficiency and over the effluent quality. Changes in these conditions result in different experimental phases. The most important operational variables which have been considered in this study are modified variables such as SRT, HRT and aerobic bioreactor height and uncontrollable variables such as organic loading and temperature. Depending on the values of these variables, research period is divided on 39 experimental phases.

4.1.3.1. Temperature evolution

In order to simplify the analysis of the temperature influence, four ranges have been considered:

1. $T < 15\text{ }^{\circ}\text{C}$: Cold temperature
2. $15\text{ }^{\circ}\text{C} < T < 20\text{ }^{\circ}\text{C}$: Medium temperature
3. $20\text{ }^{\circ}\text{C} < T < 25\text{ }^{\circ}\text{C}$: Mild temperature
4. $T > 25\text{ }^{\circ}\text{C}$: Hot temperature

Temperature data inside the aerobic bioreactor are collected in both plants and in figure 4.34 it can be observed that average values in UF plant are slightly lower during the high temperature seasons and slightly higher during the low temperature seasons than those obtained in MF plant. These differences are due to the volume of the bioreactor, which is lower for the MF plant. Tables 4.6 and 4.7 show the experimental phases obtained according to the temperature evolution for the UF and MF plants, respectively. 17 phases are obtained for each plant.

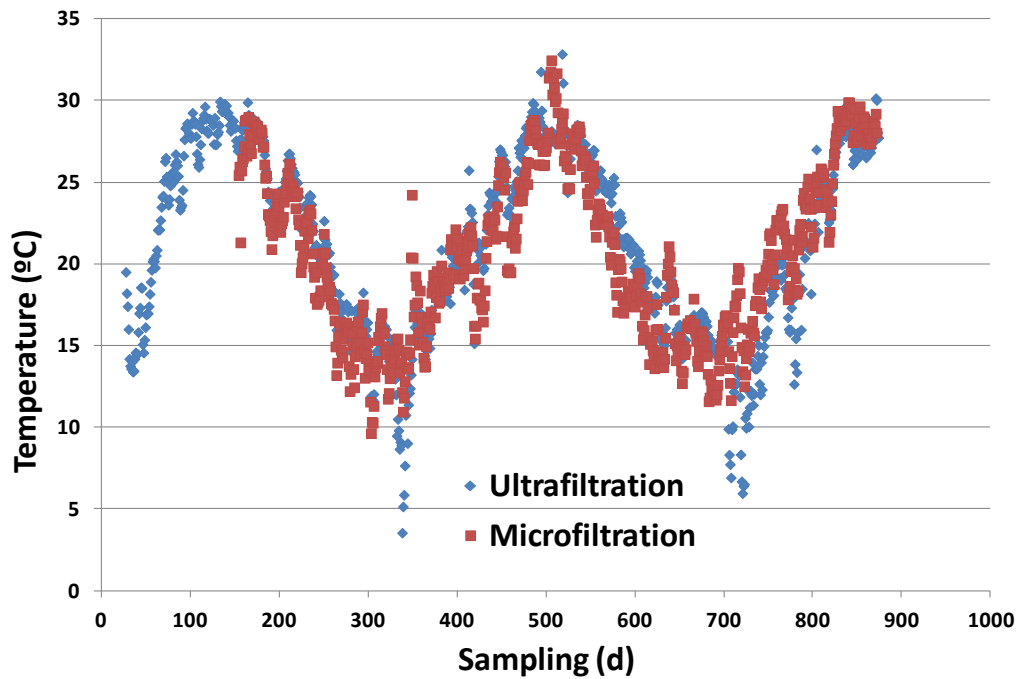


Figure 4.34. Temperature evolution in UF and MF plants.

Table 4.6. Experimental phases according to the temperature evolution for the UF plant.

Period		
From	To	Temperature range °C
Date (Sampling)	Date (Sampling)	
7/4/2009 (27)	13/5/2009 (63)	15- 20
14/5/2009 (64)	11/6/2009 (92)	20 - 25
12/6/2009 (93)	13/9/2009 (186)	> 25
14/9/2009 (187)	22/11/2009 (256)	20 - 25
23/11/2009 (257)	6/1/2010 (301)	15 - 20
7/1/2010 (302)	3/2/2010 (329)	< 15
23/2/2010 (349)	7/4/2010 (392)	15 - 20
8/4/2010 (393)	30/5/2010 (445)	20 - 25
31/5/2010 (446)	25/9/2010 (563)	>25
26/9/2010 (564)	7/11/2010 (606)	20 - 25
8/11/2010 (607)	22/1/2011 (682)	15 - 20
23/1/2011 (683)	11/2/2011 (702)	< 15
3/7/2011 (843)	19/9/2011 (922)	> 25
20/9/2011 (923)	17/10/2011 (959)	20-25
16/12/2011 (1010)	28/1/2012 (1053)	15-20
29/1/2012 (1054)	18/2/2012 (1074)	< 15
19/2/2012 (1075)	31/3/2012 (1116)	15-20

Table 4.7. Experimental phases according to the temperature evolution for the MF plant.

Period		
From	To	Temperature range, °C
Date (Sampling)	Date (Sampling)	
12/8/2009 (154)	13/9/2009 (186)	> 25
14/9/2009 (187)	3/11/2009 (237)	20 – 25
4/11/2009 (238)	30/12/2009 (294)	15 – 20
31/12/2009 (295)	20/2/2010 (346)	< 15
21/2/2010 (347)	16/5/2010 (431)	15 – 20
17/5/2010 (432)	23/6/2010 (469)	20 – 25
24/6/2010 (470)	16/9/2010 (554)	>25
17/9/2010 (555)	9/10/2010 (577)	20 – 25
10/10/2010 (578)	20/1/2011 (681)	15 – 20
21/1/2011 (682)	6/2/2011 (697)	< 15
7/2/2011 (698)	7/4/2011 (757)	15 – 20
8/4/2011 (758)	11/6/2011 (823)	20-25
12/6/2011 (824)	24/9/2011 (927)	> 25
25/9/2011 (928)	3/11/2011 (967)	20 – 25
4/11/2011 (968)	28/12/2011 (1022)	15 – 20
29/12/2011 (1023)	18/2/2012 (1074)	< 15
19/2/2012 (1075)	31/3/2012 (1116)	15-20

4.1.3.2. HRT evolution

HRT is one of the most influential variables over the treatment capacity of MBR systems. Although this variable can be modified selecting the total volume of the plant or the influent flowrate, undesired fluctuations may occur due to uncontrolled discharges and/or changes in the influent flowrate. Figure 4.35 shows the HRT evolution for the UF plant. At the beginning of the research period, HRT values fluctuated due to punctual uncontrolled discharges. In this figure, it can be distinguished an initial period in which average HRT was 40.7 ± 4.15 hours until September 11, 2009 (sampling 241), when influent flowrate was modified and the new average HRT value was 35.20 ± 3.22 hours. It was again modified on June 29, 2010 (sampling 475), reaching an average HRT value of 32.70 ± 0.26 hours which was maintained until the plant was stopped on February 12, 2011 (sampling 703). When it started to operate again (sampling 800), HRT was fixed around 35 hours.

Finally, after sampling 1052, influent flowrate was modified again and HRT decreased towards 23 hours. In total, four phases are distinguished in the UF plant regarding HRT (Table 4.8), because phases between samplings 242 and 275 and between samplings 800 and 1052 showed no differences between the HRT values.

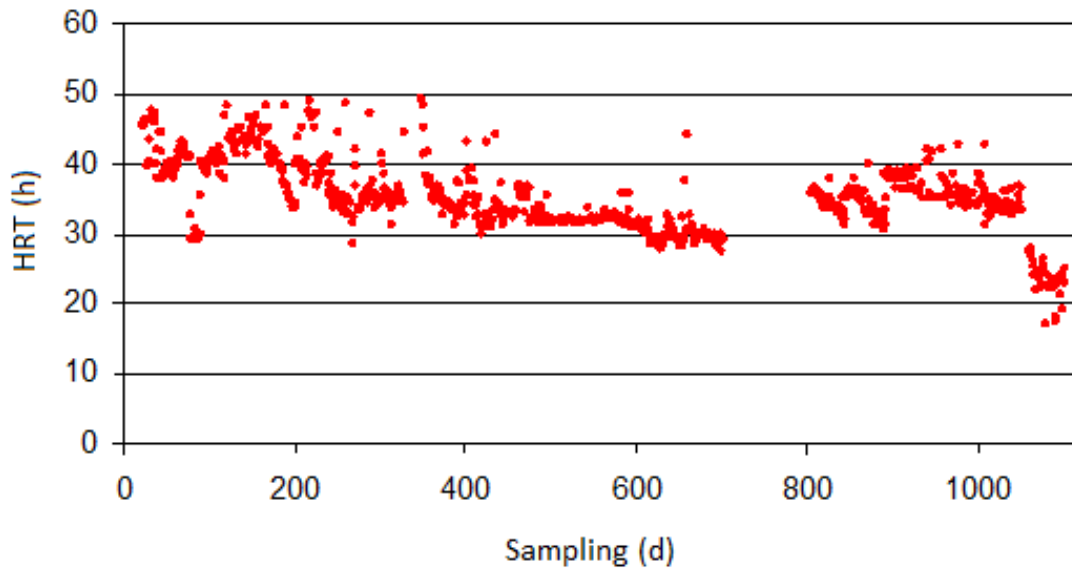


Figure 4.35. HRT evolution for the UF plant.

Table 4.8. Experimental phases according to the HRT evolution for the MF plant.

Period		
From	To	HRT (h)
Date (Sampling)	Date (Sampling)	
3/4/2009 (23)	7/11/2009 (241)	40.7 ± 4.14
8/11/2009 (242)	29/6/2010 (475)	35.2 ± 3.22
30/6/2010 (476)	12/2/2011 (703)	32.7 ± 0.26
20/5/2011 (800)	27/1/2012 (1052)	35.5 ± 2.90
3/2/2012 (1059)	31/3/2012 (1116)	23.2 ± 2.42

Related to the MF plant, HRT was fixed around 35 hours, with small fluctuations. Average value in this case is 36.19 ± 2.14 hours (Figure 4.36).

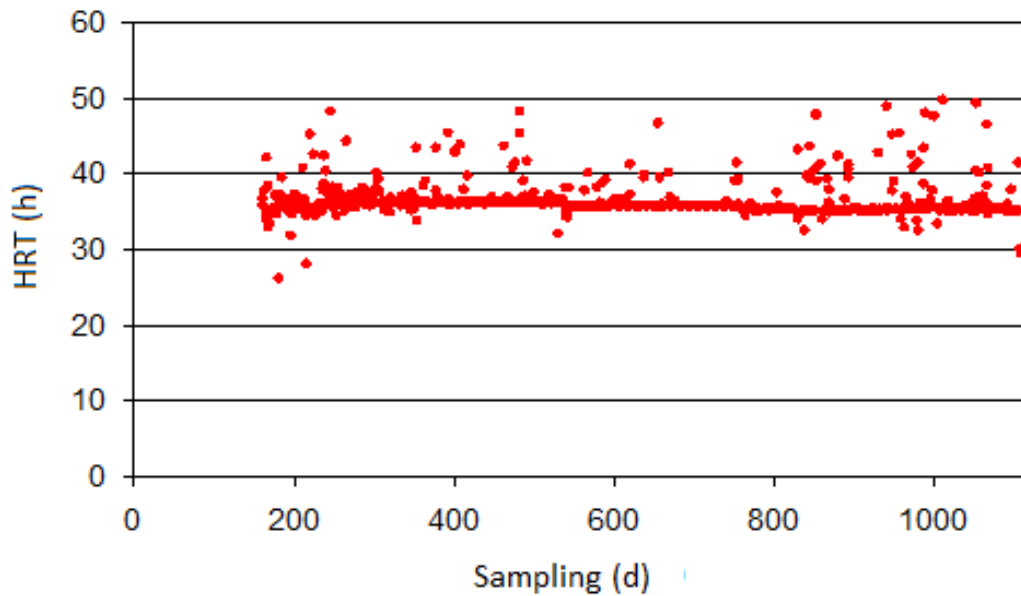


Figure 4.36. HRT evolution for the MF plant.

4.1.3.3. SRT evolution

SRT is another one of the most influential variables over the activated sludge process. It depends mainly on the activated sludge purged from the system and due to unwanted biomass leaks during the experimental period, it reached values that were not the selected ones, specially during the first experimental phases characterized by a higher operational instability. During the research period, SRT values have been classified in six different categories: 20, 25, 30, 35, 40 and 43 days.

Figure 4.37 shows the SRT evolution for the UF plant. Different well-defined phases can be distinguished. The first one corresponds to an average SRT value around 20 days, followed by a second phase with an average SRT value around 35 days and a third one with a selected value of 16 days which finished when the UF plant stopped to replace the aerobic bioreactor. Once it started to operate again, the selected SRT was 40 days, which decreased until 36 days and took values around 15 days during the last phase of this period.

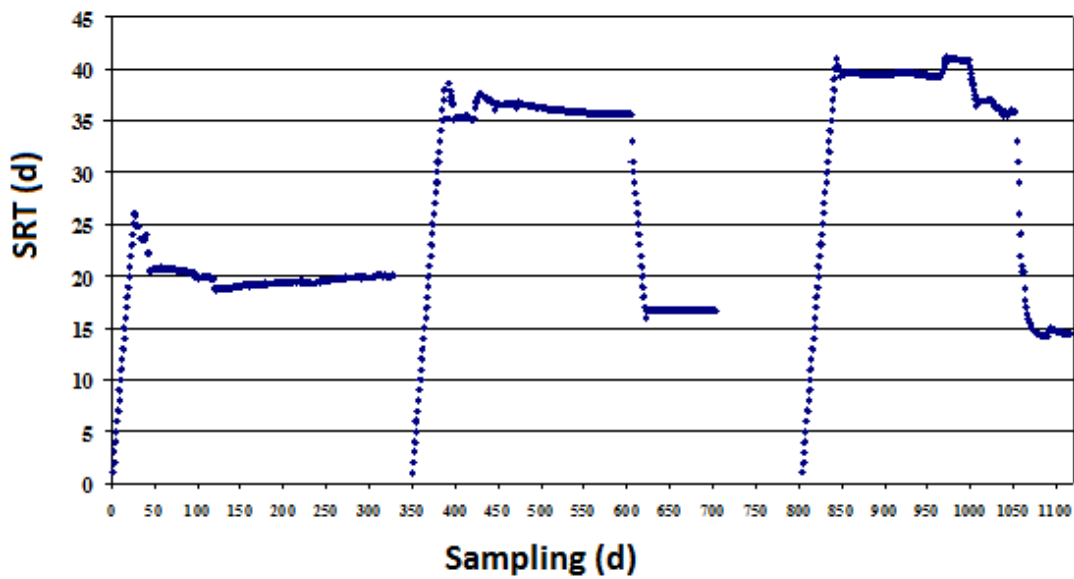


Figure 4.37. SRT evolution for the UF plant.

SRT variability was higher for the MF plant (Figure 4.38), with a first period where average SRT value was 20 days as in the UF plant and a second period where the SRT continuously increased towards a SRT around 40 days. This value was stable until the end of the research period.

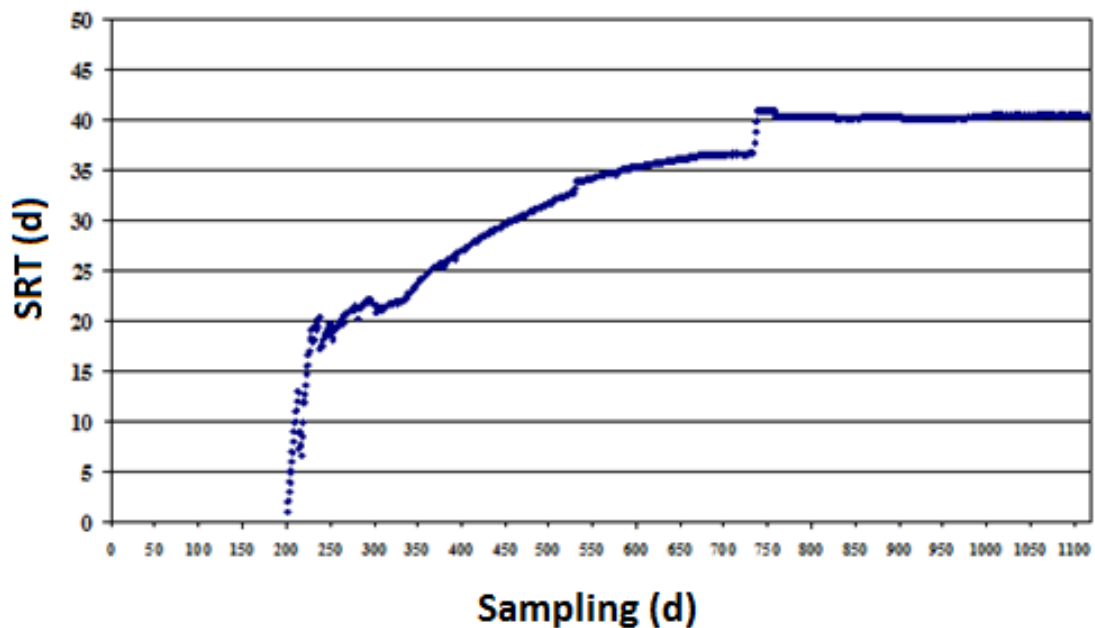


Figure 4.38. SRT evolution for the MF plant.

4.1.3.4. Aerobic bioreactor height

This variable is especially important for the oxygen transfer inside the bioreactor. During the first year, both plants operated with a fixed aerobic bioreactor height of 3.75 m. However, during the second year, UF plant maintained this value until it was forced to stop for maintenance purposes and it started to operate again with 2.5 m. On the other hand, MF plant increased the bioreactor height to 5.0 m on August 24, 2010.

4.1.3.5. Organic loading evolution

Urban wastewaters are characterized by a high variability related to the organic matter concentration and to the volume generated, with significant hourly, daily and seasonal differences. For that reason, during this research period, organic loading varied mainly due to the influent concentration fluctuations, because both influent flowrate and bioreactors volumes were fixed for UF and MF plants. Volumes of the plants are different so, organic loading has been analyzed in terms of volumetric organic loading (kg COD/d m^3) in order to easily compare the results of both plants.

Figures 4.39 and 4.40 show organic loading variations for the UF and MF plants, respectively. Although these values were similar for both plants, with no significant statistical differences (p-value 0.8754), fluctuations in this variable were significant in both cases.

UF plant started to operate with an average organic loading of 0.36 kg/d m^3 until sampling 186 approximately. Since then, it operated with an average organic loading around 0.5 kg/d m^3 until sampling 372, the average organic loading increased towards 1.08 kg/d m^3 until sampling 487, it decreased towards 0.92 kg/d m^3 until sampling 773, reached values around 0.41 kg/d m^3 until sampling

972 and increased again towards an average value around 0.7 kg/d m^3 during the last phase of the research period.

On the other hand, MF plant started to operate with an average organic loading of 0.5 kg/d m^3 until sampling 372. Since then, it increased towards 1.15 kg/d m^3 until sampling 487, decreased towards 0.77 kg/d m^3 until sampling 773, took values around 0.42 kg/d m^3 until sampling 972, increased again towards an average value of 0.81 kg/d m^3 and decreased towards 0.45 kg/d m^3 until the end of the research period.

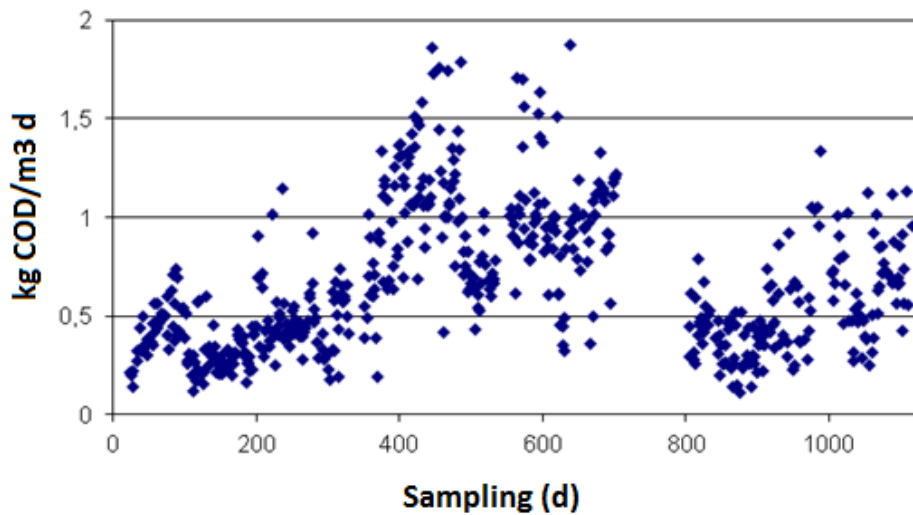


Figure 4.39. Organic loading evolution for the UF plant.

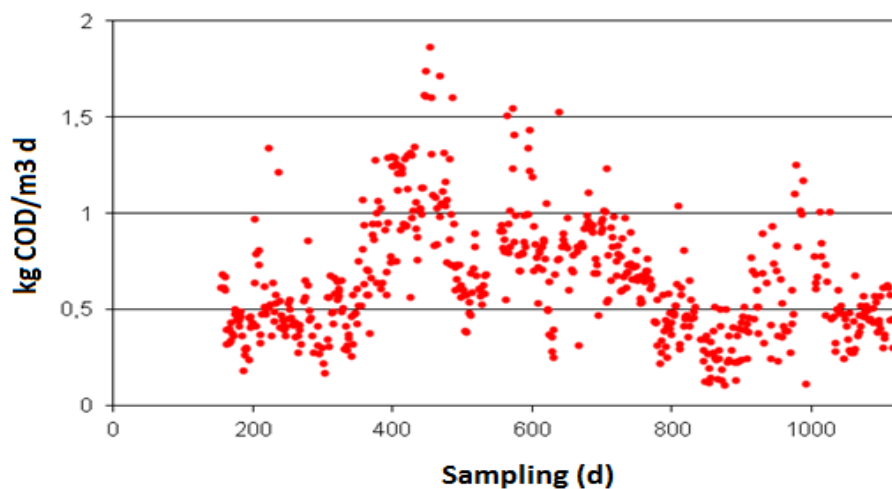


Figure 4.40. Organic loading evolution for the MF plant.

Organic loading fluctuations were similar in both plants because they were fed with the same wastewater and because influent flowrates were calculated depending on the volume of the system. In order to determine the experimental phases based on the organic loading, these values were divided into five groups. On the one hand, low organic loadings have been classified into two groups, phases with average organic loading values of 0.36, 0.41, 0.42 and 0.45 kg/d m³ were grouped together with an average value of 0.4 kg/d m³ and the average value for the second group is 0.5 kg/d m³. On the other hand, high organic loadings have been classified into three groups, phases with values of 0.7, 0.77 and 0.81 kg/d m³ are grouped together with an average value of 0.75 kg/d m³, the average organic loading for the second group is 0.9 kg/d m³ and organic loadings of 1.08 and 1.15 kg/d m³ are also grouped together with an average value of 1.1 kg/d m³. With this classification, five phases were considered for the UF plant and four phases were considered for the MF plant.

4.1.3.6. Summary of experimental phases

As above mentioned, after the initial period in which both plants were compared, they operated simultaneously under different conditions in order to get enough information about the effect of variables such as HRT, SRT, aerobic bioreactor height, temperature or organic loading over the process performance. In total, 39 phases have been analyzed according to the values of these five operational variables (Tables 4.9 and 4.10 for the UF and MF plants, respectively).

Table 4.9. Experimental phases for the UF plant.

Phase	From Date (Sampling)	To Date (Sampling)	h, m	SRT, d	HRT, h	T, °C	Organic loading, kg COD/d m ³
1	7/4/09 (27)	13/5/09 (63)	3.75	20	40	15-20	0.40
2	14/5/09 (64)	11/6/09 (92)	3.75	20	40	20-25	0.40
3	12/6/09 (93)	13/9/09 (186)	3.75	20	40	> 25	0.40
4	14/9/09 (187)	7/11/09 (241)	3.75	20	40	20-25	0.50
5	8/11/09 (242)	22/11/09 (256)	3.75	20	35	20-25	0.50
6	23/11/09 (257)	6/1/10 (301)	3.75	20	35	15-20	0.50
7	7/1/10 (302)	3/2/10 (329)	3.75	20	35	< 15	0.50
8	8/4/10 (393)	30/5/10 (445)	3.75	35	35	20-25	1.10
9	31/5/10 (446)	29/6/10 (475)	3.75	35	35	> 25	1.10
10	30/6/10 (476)	11/7/10 (487)	3.75	35	32	> 25	1.10
11	12/7/10 (488)	25/9/10 (563)	3.75	35	32	> 25	0.90
12	26/9/10 (564)	7/11/10 (606)	3.75	35	32	20-25	0.90
13	25/11/10 (624)	22/1/11 (682)	3.75	16	32	15-20	0.90
14	23/1/11 (683)	11/2/11 (702)	3.75	16	32	< 15	0.90
15	3/7/11 (843)	19/9/11 (922)	2.50	40	35	> 25	0.40
16	20/9/11 (923)	17/10/11 (959)	2.50	40	35	20-25	0.40
17	16/12/11 (1010)	28/1/12 (1053)	2.50	35	35	15-20	0.75
18	29/1/12 (1054)	18/2/12 (1074)	2.50	16	23	< 15	0.75
19	19/2/12 (1055)	31/3/12 (1116)	2.50	16	23	15-20	0.75

Table 4.10. Experimental phases for the MF plant.

Phase	From Date (Sampling)	To Date (Sampling)	h, m	SRT, d	HRT, h	T, °C	Organic loading, kg COD/d m ³
20	14/9/09 (187)	3/11/09 (237)	3.75	20	35	20-25	0.50
21	4/11/09 (238)	30/12/09 (294)	3.75	20	35	15-20	0.50
22	31/12/09 (295)	20/2/10 (346)	3.75	20	35	<15	0.50
23	21/2/10 (347)	18/3/10 (372)	3.75	25	35	15-20	0.50
24	19/3/10 (373)	16/5/10 (431)	3.75	25	35	15-20	1.10
25	17/5/10 (432)	23/6/10 (469)	3.75	30	35	20- 25	1.10
26	24/6/10 (470)	11/7/10 (487)	3.75	30	35	> 25	1.10
27	12/7/10 (488)	23/8/10 (530)	3.75	30	35	> 25	0.75
28	24/8/10 (531)	16/9/10 (554)	5.00	35	35	> 25	0.75
29	17/9/10 (555)	9/10/10 (577)	5.00	35	35	20-25	0.75
30	10/10/10 (578)	20/1/10 (681)	5.00	35	35	15-20	0.75
31	21/1/10 (682)	6/2/11 (697)	5.00	35	35	<15	0.75
32	7/2/11 (698)	7/4/11 (757)	5.00	35	35	15-20	0.75
33	8/4/11 (758)	23/4/11 (773)	5.00	40	35	20-25	0.75
34	8/4/11 (758)	11/6/11 (823)	5.00	40	35	20-25	0.40
35	12/6/11 (824)	24/9/11 (927)	5.00	40	35	> 25	0.40
36	25/9/11 (928)	3/11/11 (967)	5.00	40	35	20-25	0.40
37	4/11/11 (968)	28/12/11 (1022)	5.00	40	35	15-20	0.75
38	29/12/11 (1023)	18/2/12 (1074)	5.00	40	35	<15	0.40
39	19/2/12 (1075)	31/3/12 (1116)	5.00	40	35	15-20	0.40

4.1.4. Optimization of respirometric assays

Respirometry has been used to control and evaluate WWTPs and to calibrate model parameters since the development of the biological process, especially after ASM1 was published (Henze *et al.*, 1987).

Researchers all around the world have used respirometric methods both for activated sludge from conventional and MBR systems, but due to some differences related to the systems configuration, some operational aspects of these assays should be modified if they are applied to MBR systems. For that reason, before employing respirometry for wastewater characterization and for kinetic and stoichiometric parameters estimation, it has been checked the applicability of the published methodologies to MBR systems and some aspects of these techniques have been optimized for activated sludges from the experimental plants used in this study.

4.1.4.1. Time to endogenous (t.t.e.)

Before carrying out most of the respirometric assays in which exogenous respiration is being evaluated, it is necessary to ensure that the activated sludge reached an endogenous state. Some authors have mentioned the time that the sludge is aerated before carrying out the respirometric assays. Usually, it was considered that activated sludge should be under aeration for 24 hours or at least overnight, both for conventional (Sin *et al.*, 2005) and for MBR systems (Munz *et al.*, 2008, Laera *et al.*, 2009). However, other authors such as Strotmann *et al.* (1998) or Sperandio and Paul (2000) kept the sludge under aeration just for 16 and 2-3 hours, respectively.

Since one of the main characteristics of MBR systems is that they usually operate at high SRTs, specially in systems where organic loading is low, activated sludge may reach the endogenous state inside the bioreactor (Malamis *et al.*, 2011), so, the

time required to reach the endogenous state before the respirometric assay is lower than that required by activated sludges from conventional systems. For that reason, a set of respirometric assays have been carried out using activated sludge from MBR systems operating under high SRTs (25, 35 and 45 days). In these assays, OUR evolution has been analyzed during 24 hours in order to determine the time required to get the stabilization of the OUR values, i. e., the time required to degrade completely the external substrate (Keesman *et al.*, 1998). This time is known as “time to endogenous” (*t.t.e.*) and it depends on the activated sludge properties, on the wastewater characteristics (presence of toxics and/or slowly biodegradable compounds) and on the operational conditions (Munz *et al.* 2008).

Figure 4.41 shows the *t.t.e.* results obtained with activated sludges from the UF and MF plants, with no statistical significant differences between the results of both plants (p-value 0.4823). It can be seen that, in both cases, *t.t.e.* is lower than those 24 hours commonly used. The average value is 44.866 ± 32.339 minutes and the maximum value obtained in this study is 175.466 minutes. These results are always lower than 3 hours so, it is not advisable to maintain activated sludge under aeration overnight or during 24 hours when activated sludge from MBR systems operated at long SRTs is used because it might affect the results underestimating the respiration rates because of the increasing amount of death biomass. Authors such as Malamis *et al.* (2011) obtained similar conclusions when compared OUR results using endogenous activated sludge and fresh activated sludge from MBR systems and the results were almost identical.

Moreover, these conclusions were checked as several assays with activated sludge previously aerated for 0, 3, 6, 12 and 24 hours were carried out and the same amount of substrate (sodium acetate) was added to the respirometer, resulting in important differences in the respiration rates and variations higher than 12 % in the amount of oxygen consumed to degrade the same amount of substrate. These variations are especially important when the aim of the respirometric assays is to determine Y_H , because this parameter is used to calculate biodegradable COD concentration and differences of 10% in the value of Y_H lead to differences higher

than 18% in the subsequent estimation of the biodegradable COD concentration (Gatti *et al.*, 2010).

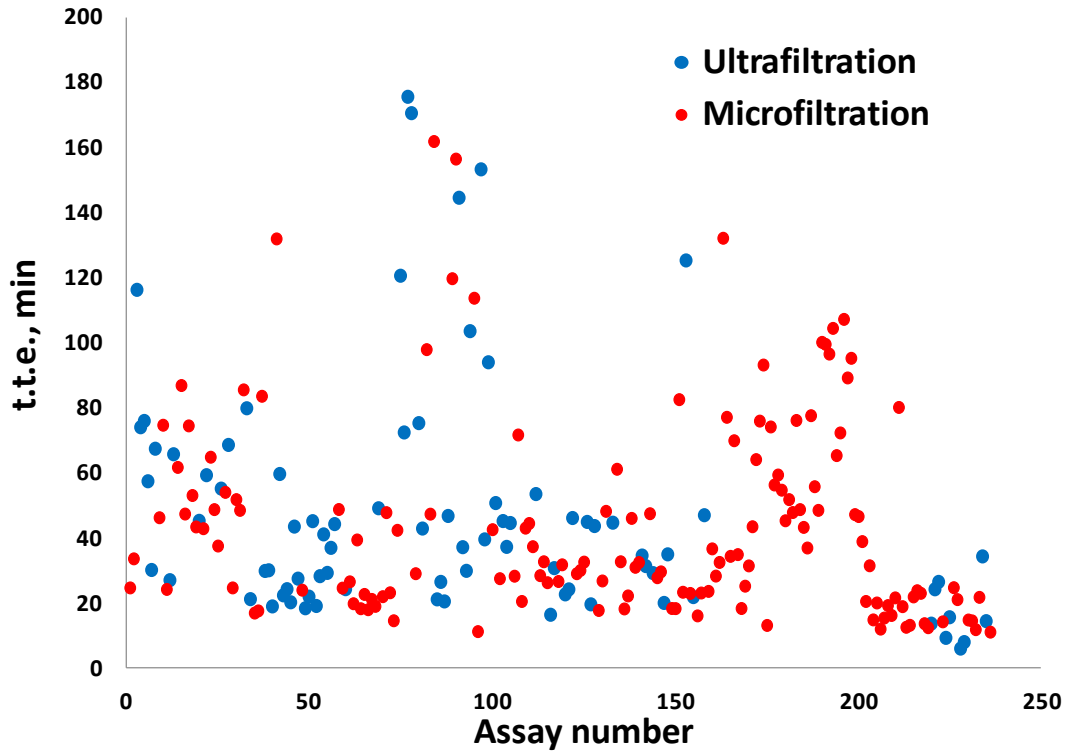


Figure 4.41. Time to endogenous for the UF and MF plants.

Based on these results, in order to ensure that the activated sludge used for the respirometric assays is stabilized but it has not been too much time under aeration, before every respirometric assay, another assay without substrate addition was carried out to accurately determine the *t.t.e.* for every particular case and to avoid uncertainties in the results. This previous assay lasts until DO concentration inside the respirometer was stable and once this concentration and consequently the respiration rate reached constant values due to the endogenous respiration where biomass degrade only internal substrate, the activated sludge is ready to carry out the respirometric assay with external substrate addition.

4.1.4.2. Optimal DO concentration during the respirometric assays

Another aspect to optimize the respirometric methods used for this study is the selected DO concentration inside the respirometer during the experiment. This concentration must be high enough to ensure that oxygen is not a limiting factor for biomass activity but not too high because excessive oxygen availability might cause undesired microorganisms growth (Kusiak and Wei, 2013). It is also recommended the selection of DO concentrations similar to those of the experimental system in order to ensure that the results are representative of the system and that kinetic parameters are not overestimated due to the fact that inside the respirometer conditions are completely aerobic whereas inside the plant oxygen availability is limited (Ortigara *et al.*, 2011).

Some authors stated that DO concentrations inside the respirometer around 5 mg O₂/L (Cokgor *et al.* 2009) or higher than 6 mg O₂/L (Orhon and Okutman, 2003) supplied a suitable level of DO during the experiment. However, following results show that although the activated sludge and the amount of substrate (sodium acetate) are the same, assay duration (Figure 4.42), respiration rate (Figure 4.43) and consumed oxygen (Figure 4.44) decrease as the air flowrate increases. This means that the activity of the microorganisms decreases with the increase of DO concentration, whereas the *t.t.e.* (Figure 4.45) increases with the oxygen availability, indicating that it is more difficult to stabilize the sludge and this stabilization is slower.

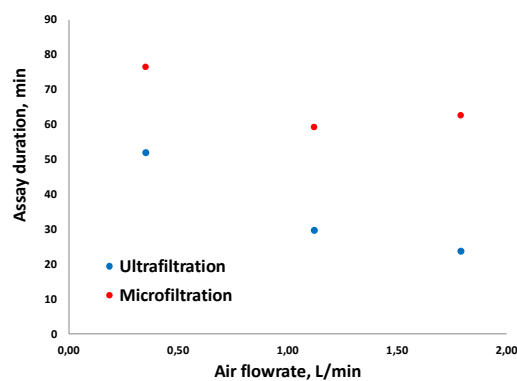


Figure 4.42. Influence of air flowrate over the respirometric assay duration.

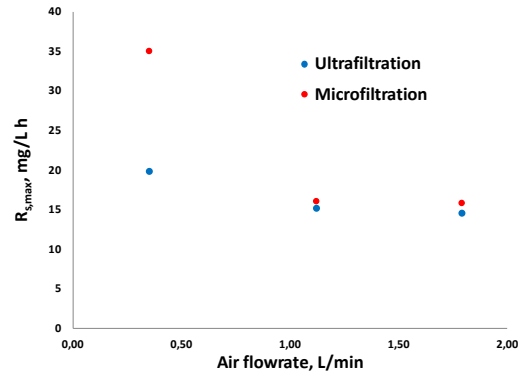


Figure 4.43. Influence of air flowrate over the maximum respiration rate.

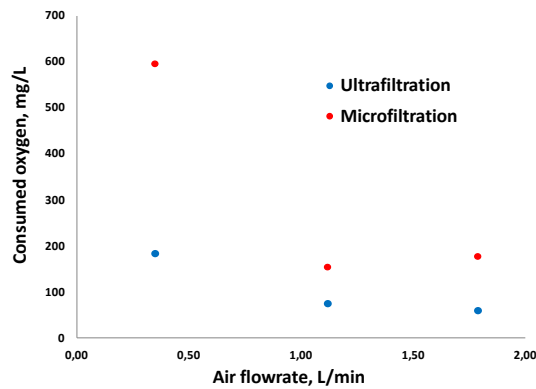


Figure 4.44. Influence of air flowrate over the oxygen consumed during the respirometric assay.

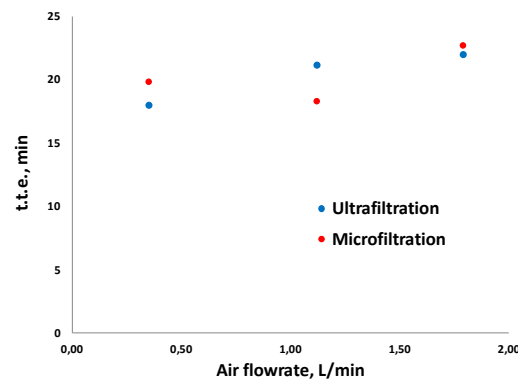


Figure 4.45. Influence of air flowrate over the *t.t.e.*

Finally, figure 4.46 shows the effect of the DO concentration inside the respirometer over the estimation of model parameters such as Y_H , which may

consequently influences biodegradable COD calculation or the estimation of other parameters such as b_{H, O_2} , which depends on the Y_H value (Gatti *et al.*, 2010).

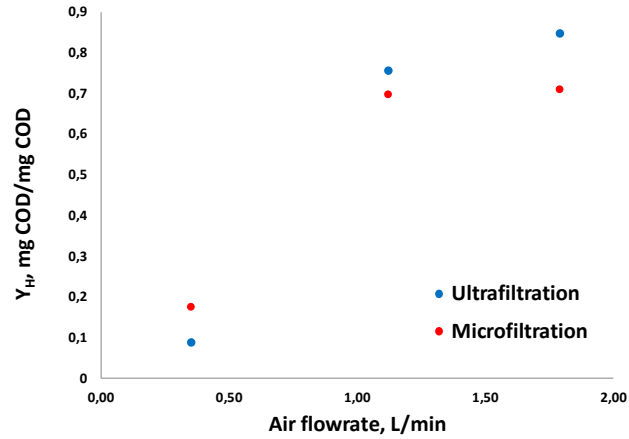


Figure 4.46. Influence of air flowrate over the Y_H estimation.

As summary, respirometric assays are highly influenced by experimental conditions (Orhon *et al.*, 2007), in such a way that care must be taken when selecting and standardizing the analytical procedure to get the most reliable and comparable results. During this research, it was decided to select an intermediate air flowrate of 1.12 L/min for the respirometric assays in which exogenous respiration was measured. The selected value ensures enough oxygen availability during the experiments and does not show significant differences with the results obtained with higher air flowrates.

4.1.4.3. Other factors to take into account for respirometric assays

Selecting a suitable F/M ratio is vital to obtain consistent results which are representative of the experimental system (Ekama *et al.*, 1986; Kappeler and Gujer, 1992; Wang *et al.*, 2013), because the selected F/M ratio determines if anabolism or catabolism prevails during the experiment (Gatti *et al.*, 2010). If substrate availability is limited (famine conditions), catabolism will prevail over anabolism

(biomass growth) to produce energy for maintenance and the values of parameters such as Y_H or calculated biodegradable COD concentrations will decrease. On the other hand, if F/M ratio is too high (feast conditions), biomass growth may occur during the experiment.

This ratio is recommended to be similar to the F/M ratio in the experimental plant (Gatti *et al.*, 2010), but due to the high variability of the organic matter concentration in the influent and taking into account that the influent flowrate is selected as a fixed value in the UF and MF plants, the same criterion was followed for the respirometric assays, so, a fixed volume of substrate was selected to be added to the respirometer independently of the COD concentration, which may fluctuate every day. This volume must be high enough to facilitate the observation of changes in the DO concentration and low enough to avoid that biomass consumes only part of the substrate and storage takes place during the experiment (Ni and Yu, 2008; Ortigara *et al.*, 2011; Insel *et al.*, 2012). Independently of the substrate used in every assay (raw influent, soluble influent or sodium acetate), the volume added to the respirometer was 50 ml. This volume results in F/M ratios similar to those of the experimental plant in most of the respirometric assays.

4.2. SENSITIVITY ANALYSIS

The main purpose of a sensitivity analysis is to identify the most important parameters which cause uncertainty in the outputs of the model (Hofer, 1999). Moreover, this analysis gives useful information about which parameters should be selected for calibration (Machado *et al.*, 2009) and it allows to minimize the efforts required for model calibration because determining all the model parameters would require too many human, technical and economical resources (Vanrolleghem *et al.*, 2003). Authors of the most important calibration protocols also emphasize the necessity of selecting a subset of parameters to be calibrated (Melcer *et al.*, 2003; Vanrolleghem *et al.*, 2003; Langergraber *et al.*, 2004).

Next, several local sensitivity analyses using the model ASM3 (Gujer *et al.*, 1999) have been carried out. First of all, a mathematical software has been used to simulate experimental plants and to carry out the sensitivity analyses and these results have been compared with those obtained using a commercial software such as WEST in order to validate this computational tool. Later, results obtained using the simulator WEST are compared with other results found in literature and the influence of different analysis conditions over the results is evaluated. These evaluated conditions are simulations duration, DO concentration and the temperature selected during the analysis.

4.2.1. Validation of MATHEMATICA as a tool to simulate activated sludge processes and to carry out sensitivity analyses

In this chapter, the performance of a fast, simple and easy-to-use computational tool has been evaluated. This software allows to implement activated sludge models and to determine the best design alternatives or selecting the most suitable values for the most important parameters which describe the process.

The addition of new variables into the model increases human and technical resources requirements to determine their optimal values in the laboratory. For that reason, if possible, simple models are recommended (Fenu *et al.*, 2010; Galinha *et al.*, 2013) and they are usually reduced as much as possible to a level at which parameters identifiability is possible without decreasing the predictive capacity of the model (Jeppsson, 1996). In this case, ASM3 (Gujer *et al.*, 1999) has been implemented in MATHEMATICA assuming the following simplifications:

- Steady state is considered.
- Influent concentrations do not change with time. Bioreactors volumes are fixed.
- Bioreactors are supposed to be perfectly stirred.
- Temperature is constant and equal to 20 °C.

- Biological activities do not take place inside the MBR, just physical separation occurs in this bioreactor. For that reason, concentrations of each component inside the MBR have been calculated using mass balances which do not include generation nor biological removal terms.
- The membrane is able to retain completely the suspended solids and effluent only contains soluble fractions.
- As dynamic simulations are not possible, aeration cycles between two set points are not simulated and the DO concentration has been estimated as the average value between both set points.

Data related to operational conditions, bioreactor volumes, DO concentrations in every bioreactor and kinetic and stoichiometric parameters have been previously introduced in this software and the initial values and uncertainty ranges for every model input were also defined. Later, equations and reactions based on the Petersen matrix of the ASM3 (Gujer *et al.*, 1999) are implemented. They include reaction rates (hydrolysis, growth, decay, etc.) both in aerobic and anoxic conditions and mass balances which have been developed for each component in every bioreactor.

- REACTION RATES:

- Hydrolysis:

$$r_{1an} = k_H * \left(\frac{\left(\frac{X_{San}}{X_{Han}} \right)}{K_X + \left(\frac{X_{San}}{X_{Han}} \right)} \right) * X_{Han}$$

$$r_{1ai} = k_H * \left(\frac{\left(\frac{X_{Sai}}{X_{Hai}} \right)}{K_X + \left(\frac{X_{Sai}}{X_{Hai}} \right)} \right) * X_{Hai}$$

- Aerobic storage of X_{STO} :

$$r_2 = k_{STO} * \left(\frac{S_{Oai}}{K_O + S_{Oai}} \right) * \left(\frac{S_{Sai}}{K_S + S_{Sai}} \right) * X_{Hai}$$

- Anoxic storage of X_{STO} :

$$r_3 = k_{STO} * \eta_{NO} * \left(\frac{K_O}{K_O + S_{Oan}}\right) * \left(\frac{S_{NOan}}{K_{NO} + S_{NOan}}\right) * \left(\frac{S_{San}}{K_S + S_{San}}\right) * X_{Han}$$

- Aerobic heterotrophic growth:

$$r_4 = \mu_{H,max} * \left(\frac{S_{Oai}}{K_O + S_{Oai}}\right) * \left(\frac{S_{NHai}}{K_{NH} + S_{NHai}}\right) * \left(\frac{S_{ALK}}{K_{ALK,H} + S_{ALK}}\right) * \left(\frac{\left(\frac{X_{STOai}}{X_{Hai}}\right)}{K_{STO} + \left(\frac{X_{STOai}}{X_{Hai}}\right)}\right) * X_{Hai}$$

- Anoxic heterotrophic growth (denitrification):

$$r_5 = \mu_{H,max} * \eta_{NO} * \left(\frac{K_O}{K_O + S_{Oan}}\right) * \left(\frac{S_{NOan}}{K_{NO} + S_{NOan}}\right) * \left(\frac{S_{NHan}}{K_{NH} + S_{NHan}}\right) * \left(\frac{S_{ALK}}{K_{ALK,H} + S_{ALK}}\right) * \left(\frac{\left(\frac{X_{STOan}}{X_{Han}}\right)}{K_{STO} + \left(\frac{X_{STOan}}{X_{Han}}\right)}\right) * X_{Han}$$

- Aerobic heterotrophic endogenous respiration:

$$r_6 = b_{H,O2} * \left(\frac{S_{Oai}}{K_O + S_{Oai}}\right) * X_{Hai}$$

- Anoxic heterotrophic endogenous respiration:

$$r_7 = b_{H,NO} * \left(\frac{K_O}{K_O + S_{Oan}}\right) * \left(\frac{S_{NOan}}{K_{NO} + S_{NOan}}\right) * X_{Han}$$

- Aerobic endogenous respiration on X_{STO} :

$$r_8 = b_{STO,O2} * \left(\frac{S_{Oai}}{K_O + S_{Oai}}\right) * X_{STOai}$$

- Anoxic endogenous respiration on X_{STO} :

$$r_9 = b_{STO,NO} * \left(\frac{K_O}{K_O + S_{Oan}}\right) * \left(\frac{S_{NOan}}{K_{NO} + S_{NOan}}\right) * X_{STOan}$$

- Aerobic autotrophic growth (nitrification):

$$r_{10} = \mu_{A,max} * \left(\frac{S_{Oai}}{K_{A,O} + S_{Oai}}\right) * \left(\frac{S_{NHai}}{K_{A,NH} + S_{NHai}}\right) * \left(\frac{S_{ALK}}{K_{ALK,A} + S_{ALK}}\right) * X_{Aai}$$

- Aerobic autotrophic endogenous respiration:

$$r_{11} = b_{A,O2} * \left(\frac{S_{Oai}}{K_{A,O} + S_{Oai}}\right) * X_{Aai}$$

- Anoxic autotrophic endogenous respiration:

$$r_{12} = b_{A,NO} * \left(\frac{K_{A,O}}{K_{A,O} + S_{Oan}}\right) * \left(\frac{S_{NOan}}{K_{NO} + S_{NOan}}\right) * X_{Aan}$$

- CONCENTRATIONS INSIDE THE ANOXIC BIOREACTOR:

- Biodegradable soluble COD:

$$S_{San} = \frac{1}{Q_{an_ai}} (Q_{in} * S_{S0} + Q_{rec} * S_{S,MBR} - V_{an} * r_3)$$

- Biodegradable particulate COD:

$$X_{San} = \frac{Q_{in} * X_{S0} + Q_{rec} * X_{S,MBR} - V_{an} * r_{1,an}}{Q_{an_ai}}$$

- Inert particulate COD:

$$X_{Ian} = \frac{1}{Q_{an_ai}} (Q_{in} * X_{I0} + Q_{rec} * X_{I,MBR} + V_{an} * f_{XI} * (r_7 + r_{12}))$$

- Inert soluble COD:

$$S_{Ian} = \frac{Q_{in} * S_{I0} + Q_{rec} * S_{I,MBR} + V_{an} * f_{SI} * r_{1,an}}{Q_{an_ai}}$$

- Heterotrophic biomass:

$$X_{Han} = \frac{1}{Q_{an_ai}} (Q_{in} * X_{H0} + Q_{rec} * X_{H,MBR} + V_{an} * (r_5 - r_7))$$

- Autotrophic biomass:

$$X_{Aan} = \frac{1}{Q_{an_ai}} (Q_{in} * X_{A0} + Q_{rec} * X_{A,MBR} - V_{an} * r_{12})$$

- Heterotrophic internal storage products:

$$X_{STOan} = \frac{1}{Q_{an_ai}} (Q_{in} * X_{STO0} + Q_{rec} * X_{STO,MBR} + V_{an} * (Y_{STO,NO} * r_3 - r_9 - \frac{1}{Y_{H,NO}} * r_5))$$

- Nitrate:

$$S_{NOan} = \frac{1}{Q_{an_ai}} (Q_{in} * S_{NO0} + Q_{rec} * S_{NO,MBR} + V_{an} * (\frac{-(1 - f_{XI})}{i_{NO,N2}} * (r_{12} + r_7) - \frac{1}{i_{NO,N2}} * (r_9 + \frac{(1 - Y_{H,NO})}{Y_{H,NO}} * r_5) - \frac{(1 - Y_{STO,NO})}{i_{NO,N2}} * r_3))$$

- Ammonium:

$$S_{NHan} = \frac{1}{Q_{an_ai}} (Q_{in} * S_{NH0} + Q_{rec} * S_{NH,MBR} + V_{an} * (i_{N,SS} * r_3 - i_{N,BM} * r_5 + (i_{N,BM} - f_{XI} * i_{N,XI}) * (r_7 + r_{12})))$$

- Nitrogen gas:

$$S_{N2an} = \frac{1}{Q_{an_ai}} (V_{an} * (\frac{(1 - f_{XI})}{i_{NO,N2}} * (r_{12} + r_7) + \frac{1}{i_{NO,N2}} * (r_9 + \frac{(1 - Y_{H,NO})}{Y_{H,NO}} * r_5) + \frac{(1 - Y_{STO,NO})}{i_{NO,N2}} * r_3))$$

- CONCENTRATIONS INSIDE THE AEROBIC BIOREACTOR:

- Biodegradable soluble COD:

$$S_{Sai} = \frac{1}{(Q_{ai_MBR} + Q_P)} (Q_{an_ai} * S_{San} + V_{ai} * ((1 - f_{SI}) * r_{1ai} - r_2))$$

- Biodegradable particulate COD:

$$X_{Sai} = \frac{Q_{an_ai} * X_{San} - V_{ai} * r_{1ai}}{(Q_{ai_MBR} + Q_P)}$$

- Inert particulate COD:

$$X_{Iai} = \frac{1}{(Q_{ai_MBR} + Q_P)} (Q_{an_ai} * X_{Ian} + V_{ai} * f_{XI} * (r_6 + r_{11}))$$

- Inert soluble COD:

$$S_{Iai} = \frac{Q_{an_ai} * S_{Ian} + V_{ai} * f_{SI} * r_{1ai}}{(Q_{ai_MBR} + Q_P)}$$

- Heterotrophic biomass:

$$X_{Hai} = \frac{1}{(Q_{ai_MBR} + Q_P)} (Q_{an_ai} * X_{Han} + V_{ai} * (r_4 - r_6))$$

- Autotrophic biomass:

$$X_{Aai} = \frac{1}{(Q_{ai_MBR} + Q_P)} (Q_{an_ai} * X_{Aan} + V_{ai} * (r_{10} - r_{11}))$$

- Heterotrophic internal storage products:

$$X_{STOai} = \frac{1}{(Q_{ai_MBR} + Q_P)} (Q_{an_ai} * X_{STOan} + V_{ai} * (Y_{STO} * r_2 - \frac{1}{Y_H} * r_4 - r_8))$$

- Nitrate:

$$S_{NOai} = \frac{1}{(Q_{ai_MBR} + Q_P)} (Q_{an_ai} * S_{NOan} + V_{ai} * \frac{1}{Y_A} * r_{10})$$

- Ammonium:

$$S_{NHai} = \frac{1}{(Q_{ai_MBR} + Q_P)} (Q_{an_ai} * S_{NHan} + V_{ai} * ((i_{N,XS} - (1 - f_{SI}) * i_{N,SS} - f_{SI} * i_{N,SI}) * r_{1ai} + i_{N,SS} * r_2 - i_{N,BM} * r_4 + (i_{N,BM} - f_{XI} * i_{N,XI}) * (r_6 + r_{11}) - (\frac{1}{Y_A} + i_{N,BM}) * r_{10}))$$

- CONCENTRATIONS INSIDE THE MBR:

- Biodegradable soluble COD:

$$S_{S,MBR} = \frac{1}{(Q_{ef} + Q_{rec})} (Q_{ai_MBR} * S_{Sai})$$

- Biodegradable particulate COD:

$$X_{S,MBR} = \frac{Q_{ai_MBR} * X_{Sai}}{Q_{rec}}$$

- Inert particulate COD:

$$X_{I,MBR} = \frac{Q_{ai_MBR} * X_{Iai}}{Q_{rec}}$$

- Inert soluble COD:

$$S_{I,MBR} = \frac{Q_{ai_MBR} * S_{Iai}}{(Q_{ef} + Q_{rec})}$$

- Heterotrophic biomass:

$$X_{H,MBR} = \frac{Q_{ai_MBR} * X_{Hai}}{Q_{rec}}$$

- Autotrophic biomass:

$$X_{A,MBR} = \frac{Q_{ai_MBR} * X_{Aai}}{Q_{rec}}$$

- Heterotrophic internal storage products:

$$X_{STO,MBR} = \frac{Q_{ai_MBR} * X_{STOai}}{Q_{rec}}$$

- Nitrate:

$$S_{NO,MBR} = \frac{Q_{ai_MBR} * S_{NOai}}{(Q_{ef} + Q_{rec})}$$

- Ammonium:

$$S_{\text{NH,MBR}} = \frac{Q_{\text{ai_MBR}} * S_{\text{NHai}}}{(Q_{\text{ef}} + Q_{\text{rec}})}$$

To validate the use of MATHEMATICA for model simulations and sensitivity analyses, a set of initial simulations have been carried out. In these simulations, parameters such as DO concentration inside the aerobic bioreactor or influent flowrates and concentrations were modified (Table 4.11) and the results were compared with those obtained when the same simulations are carried out using WEST.

Table 4.11. Simulations carried out to validate MATHEMATICA.

Simulation number	Modified variable	Value for the modified variable
1	Control simulation: experimental plant conditions	
2	DO concentration inside the aerobic bioreactor	2 mg/L
3	DO concentration inside the aerobic bioreactor	6 mg/L
4	Anoxic bioreactor volumen	1.44 m ³
5	Anoxic bioreactor volumen	5.77 m ³
6	Aerobic bioreactor volumen	4.41 m ³
7	Aerobic bioreactor volumen	12.36 m ³
8	Influent S _s	92 mg/L
9	Influent S _s	276 mg/L
10	Influent X _s	134 mg/L
11	Influent X _s	448 mg/L
12	Influent X _i	152 mg/L
13	Influent X _i	760 mg/L
14	Influent S _{NH}	24 mg/L
15	Influent S _{NH}	97 mg/L
16	Influent flowrate	6.5 m ³ /d
17	Influent flowrate	21.6 m ³ /d
18	Purged flowrate	0.186 m ³ /d
19	Purged flowrate	0.932 m ³ /d
20	Recirculation flowrate	26 m ³ /d
21	Recirculation flowrate	70 m ³ /d

Comparison of the most important outputs obtained both in WEST and MATHEMATICA simulations demonstrated that this tool is able to correctly simulate the organic matter degradation, as the values obtained for S_s , X_s and X_H concentrations are really similar. S_s concentrations in these simulations (Figure 4.47) showed that values obtained in WEST are slightly lower than those obtained in MATHEMATICA and the difference is almost constant for all the simulations. These differences may be considered negligible taking into account the range of the results, which confirm that S_s is almost completely degraded in every simulation. Highest values are obtained for simulation 11, in which X_s concentration in the influent was modified. As this concentration increases, more S_s is generated from the hydrolysis of X_s and it leaves the system in the effluent in case it has not been degraded during the biological process. These variations are observed both in MATHEMATICA and WEST.

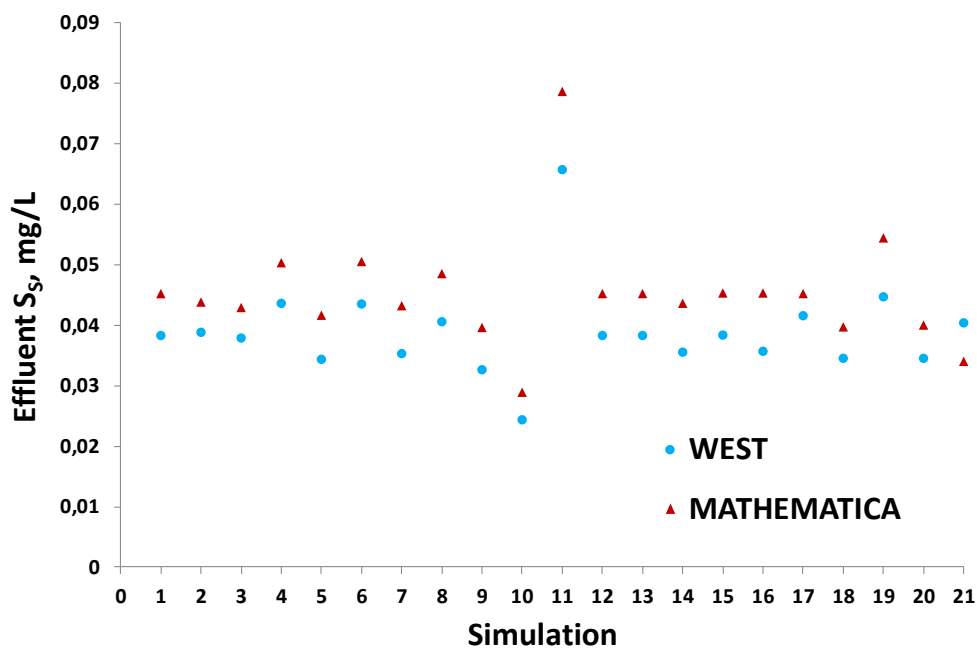


Figure 4.47. Effluent S_s results simulated in WEST and MATHEMATICA.

Regarding X_s (Figure 4.48), differences are higher. In addition to simulations 10 and 11 in which influent X_s concentration is modified, results obtained in simulations 16 and 17 in which modified variable is influent flowrate are also

different because HRT decreases when influent flowrate increases and subsequently, undegraded X_S concentration increases. Other variables such as bioreactor volumes also influence X_S concentration (simulations 6 and 7). However, it must be reminded that the aim of this chapter is not evaluating the influence of different variables over the outputs of the model, but checking the ability of the model implemented in MATHEMATICA to simulate the MBR behaviour over a wide range of experimental conditions. Regarding this matter, the most remarkable conclusion is that the results obtained with both simulators show the same profiles.

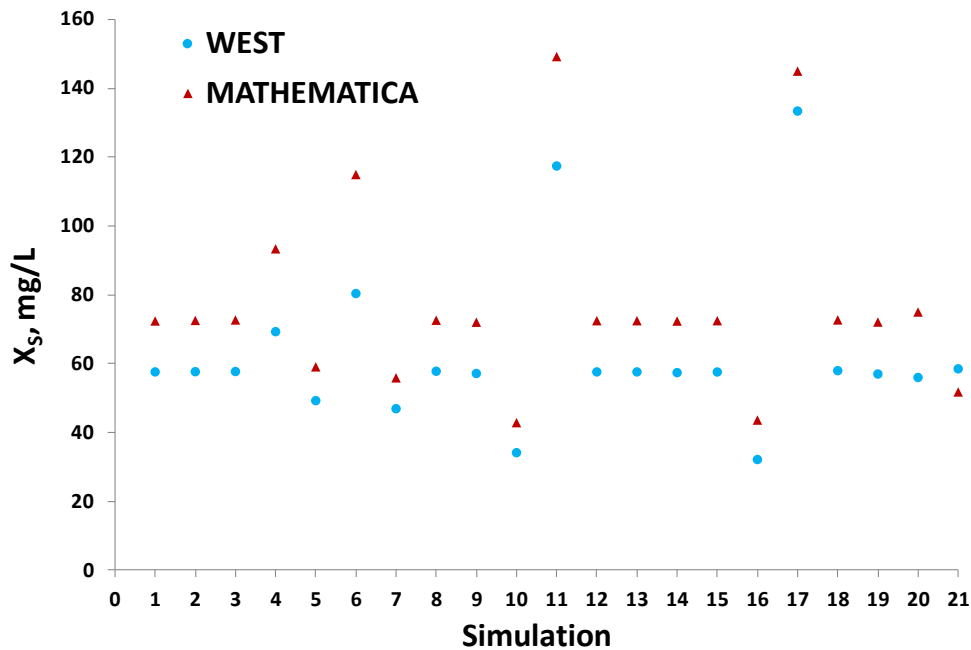


Figure 4.48. X_S results simulated in WEST and MATHEMATICA.

The same trend is observed for X_H (Figure 4.49), with no significant differences between the results obtained with WEST and MATHEMATICA except for simulation number 17 in which active heterotrophic biomass concentration increases with the influent flowrate as more biodegradable substrate is available for biomass growth. However, this increase is higher when the simulation is carried out in WEST.

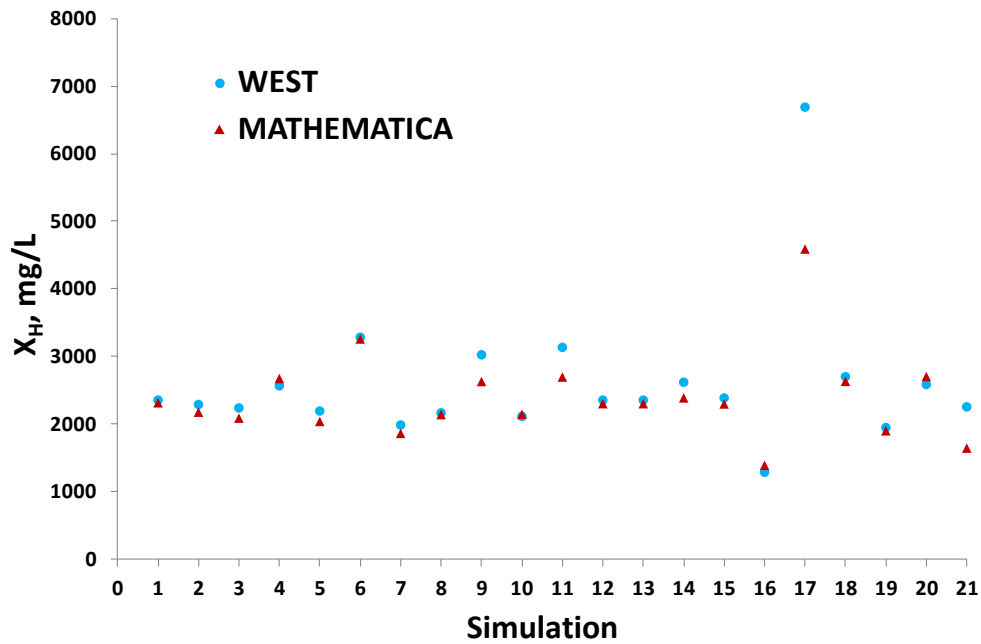


Figure 4.49. X_H results simulated in WEST and MATHEMATICA.

X_I concentration (Figure 4.50) and suspended solids concentration inside the bioreactor (Figure 4.51) were also similar independently of the software used to simulate the process. On the one hand, modified variables such as influent X_I concentration (simulations 12 and 13), influent flowrate (simulations 16 and 17) or purge flowrate (simulations 18 and 19), highly influences X_I results. The effect of these variables over X_I is already known (Gong *et al.*, 2012; Sperandio *et al.*, 2013) and this effect is similar when simulations are carried out with both softwares. On the other hand, TSS concentration inside the MBR is also influenced by these variables and by the recirculation flowrate (simulations 20 and 21).

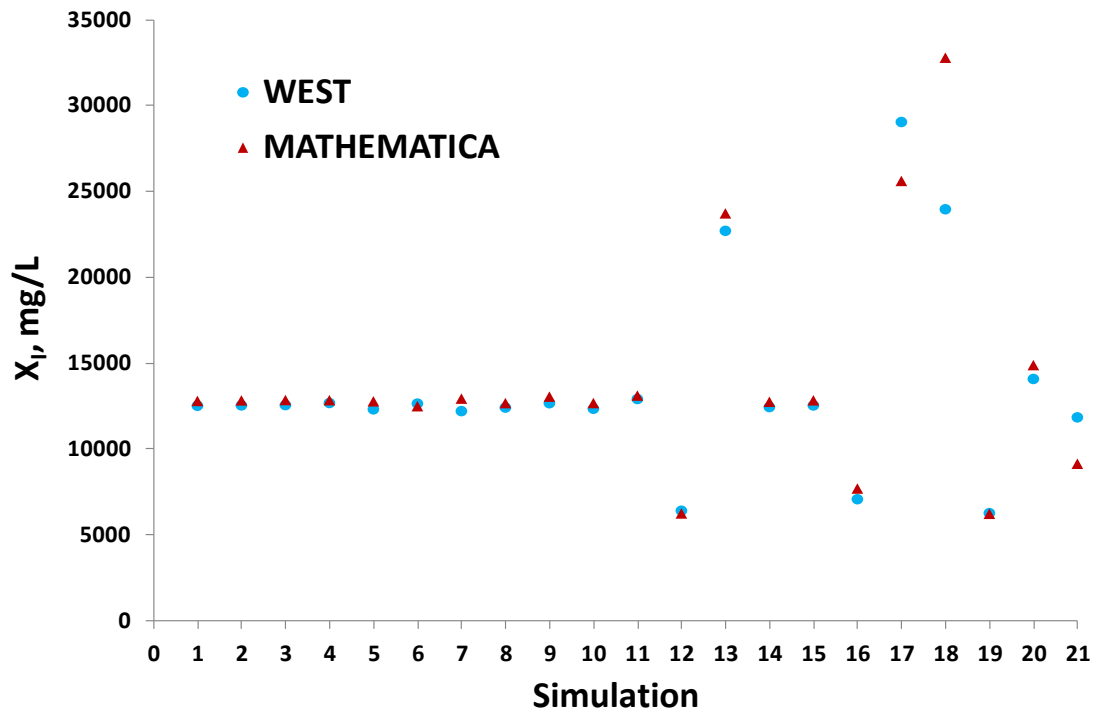


Figure 4.50. X_T results simulated in WEST and MATHEMATICA.

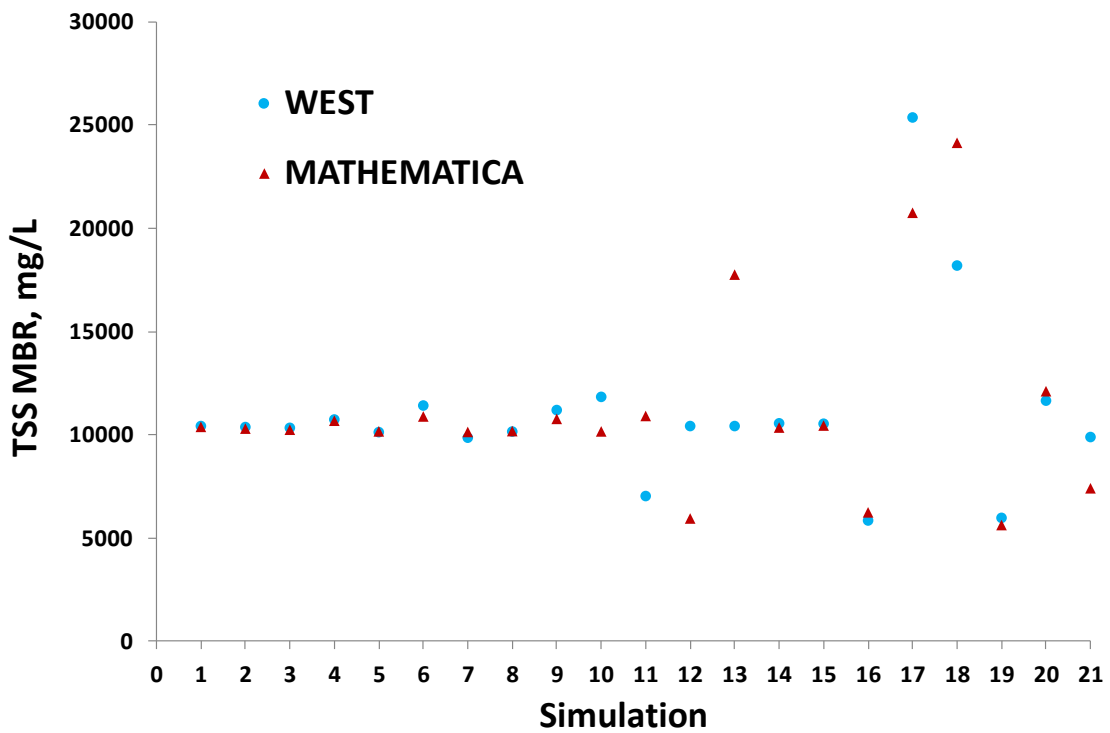


Figure 4.51. TSS results simulated in WEST and MATHEMATICA.

Although previous results are quite satisfactory, significant differences were observed in the results obtained for the outputs related to the nitrification/desnitrification process, especially in the effluent nitrate concentration (Figure 4.52) and in the oxygen consumption (Figure 4.53). In general, values obtained in WEST are lower than those obtained in MATHEMATICA for the resulting S_{NO} concentrations and higher for the resulting OUR. These differences may be due to the fact that the model implemented in MATHEMATICA only simulates the biological processes but other aspects such as those related to the hydraulic characteristics of the system are not taken into account, whereas WEST includes hydraulic models to get a detailed description of the experimental system characteristics.

Figure 4.52 shows that although the values obtained for effluent nitrate concentration are different, both profiles show the same trends and the effect of several parameters is demonstrated independently of the software employed for these simulations. The most influential parameters are aerobic bioreactor volume (simulations 6 and 7), as higher volumes increase the HRT and promote nitrifying activity which increases the amount of nitrate generated during the process. Other parameters affecting effluent nitrate concentration are higher influent flowrate or S_5 and X_5 concentrations (simulations 9, 11 and 17), as more biodegradable organic matter is available for denitrification and more nitrate is removed in the anoxic bioreactor. Also influent ammonium concentration (simulations 14 and 15) increases the amount of nitrate produced in the system.

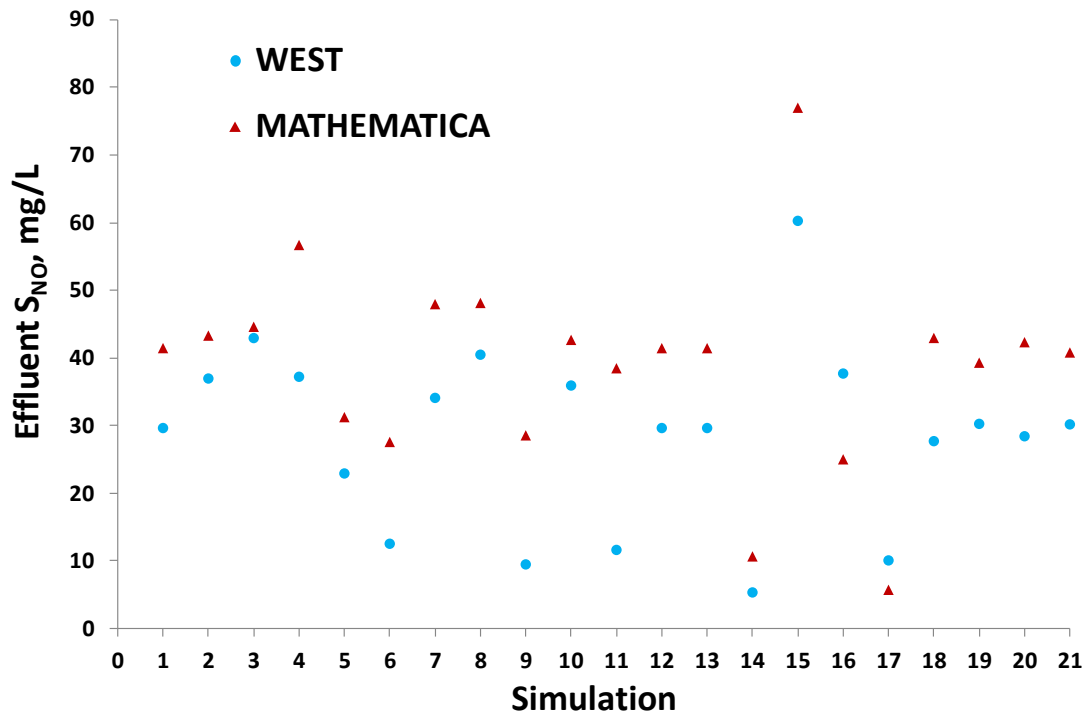


Figure 4.52. Effluent S_{NO} results simulated in WEST and MATHEMATICA.

Regarding the OUR (Figure 4.53), results obtained with both softwares show again the same trends but differences in a range from 0.9 to 33 %. In MATHEMATICA, this output was calculated as the sum of the heterotrophic and autotrophic respiration rates, i. e., the sum of the oxygen consumptions for organic matter storage, heterotrophic biomass growth, nitrification and biomass endogenous respirations. However, WEST calculates OUR from the values of $K_L a$ and oxygen saturation concentration, which cyclically vary along the simulation due to the selection of intermittent aeration. The most important parameters influencing this output are aerobic bioreactor volume (simulations 6 and 7) and the influent flowrate (simulations 16 and 17), as the units for OUR measurements are milligrams of consumed oxygen per liter and day, and as the volume increases, the biomass able to consume oxygen is diluted inside the bioreactor, so, the OUR which may be consumed in one liter of diluted activated sludge decreases. On the other hand, the second one determines the availability of both organic matter and nitrogen.

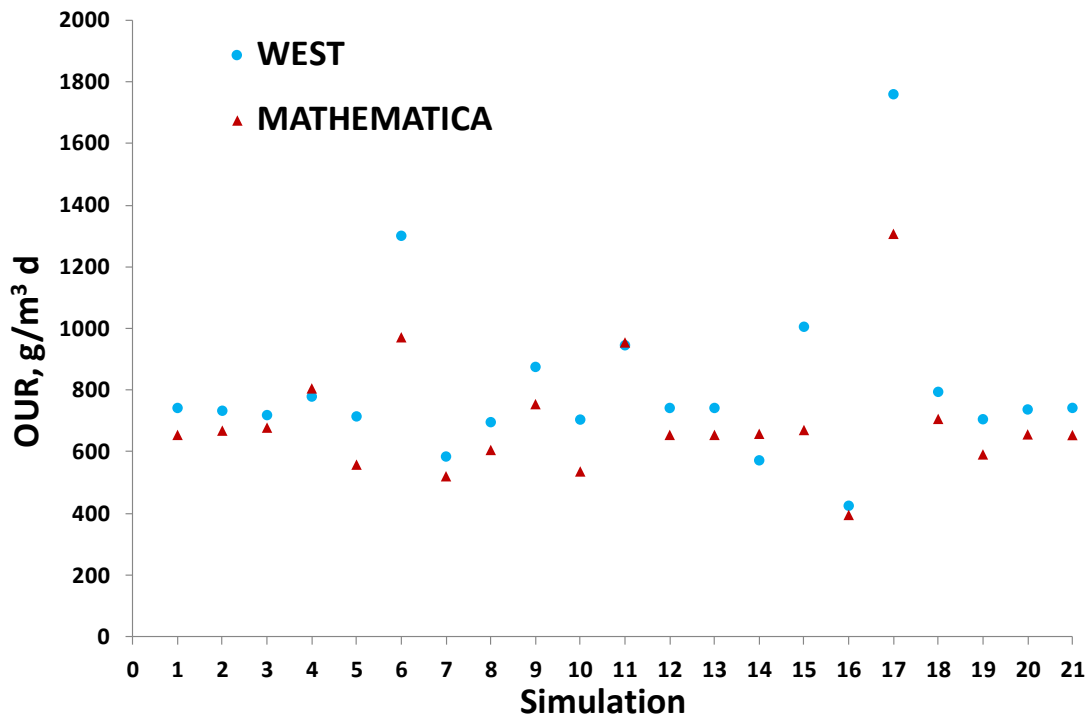


Figure 4.53. OUR results simulated in WEST and MATHEMATICA.

Other outputs related to the nitrification/desnitrification process such as the ammonium concentration in the effluent (Figure 4.54), do not show a significant influence of the software used for simulations, as the values obtained were always in a small range from 0 to 0.6 mg/L, indicating that nitrification was practically complete in every simulation. In this case, the most influential parameter is also the aerobic bioreactor volume (simulations 6 and 7), which promotes ammonium removal due to the subsequent increase in the HRT.

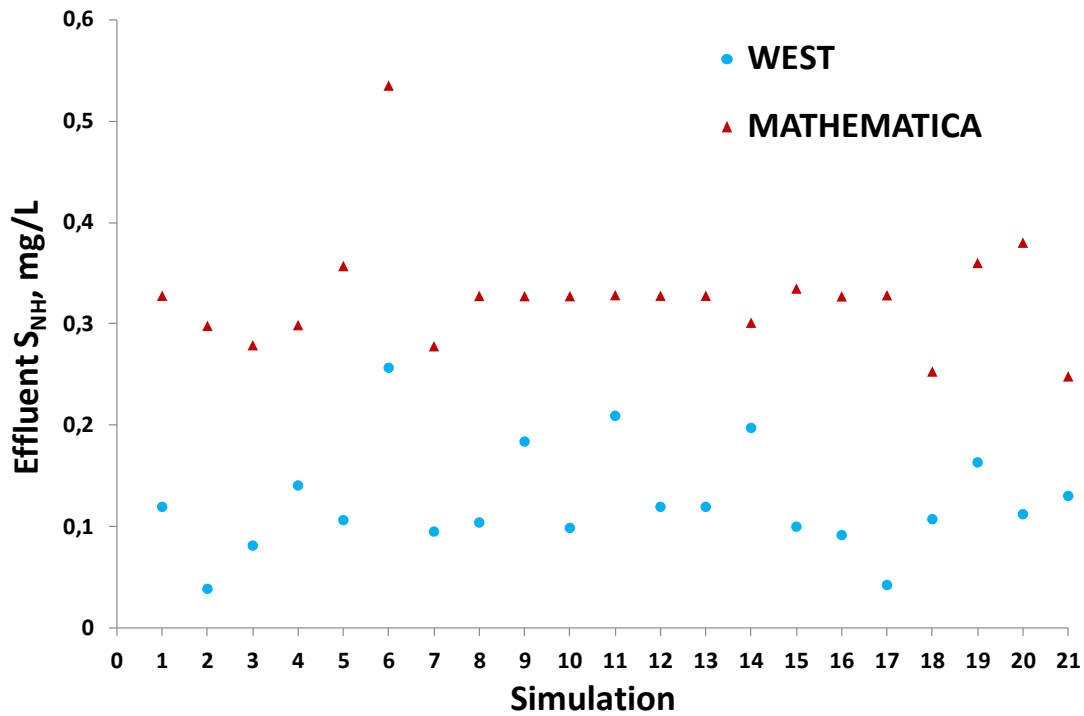


Figure 4.54. Effluent S_{NH} results simulated in WEST and MATHEMATICA.

Finally, great similarities were also observed when comparing the results for X_A (Figure 4.55). In this case, the most influential parameters are influent ammonium concentration (simulations 14 and 15) and influent flowrate (simulations 16 and 17), which improves nitrification process. Again, the aerobic bioreactor volume (simulations 6 and 7) shows a negative effect over the autotrophic biomass concentration due to the corresponding dilution of the activated sludge inside the bioreactor.

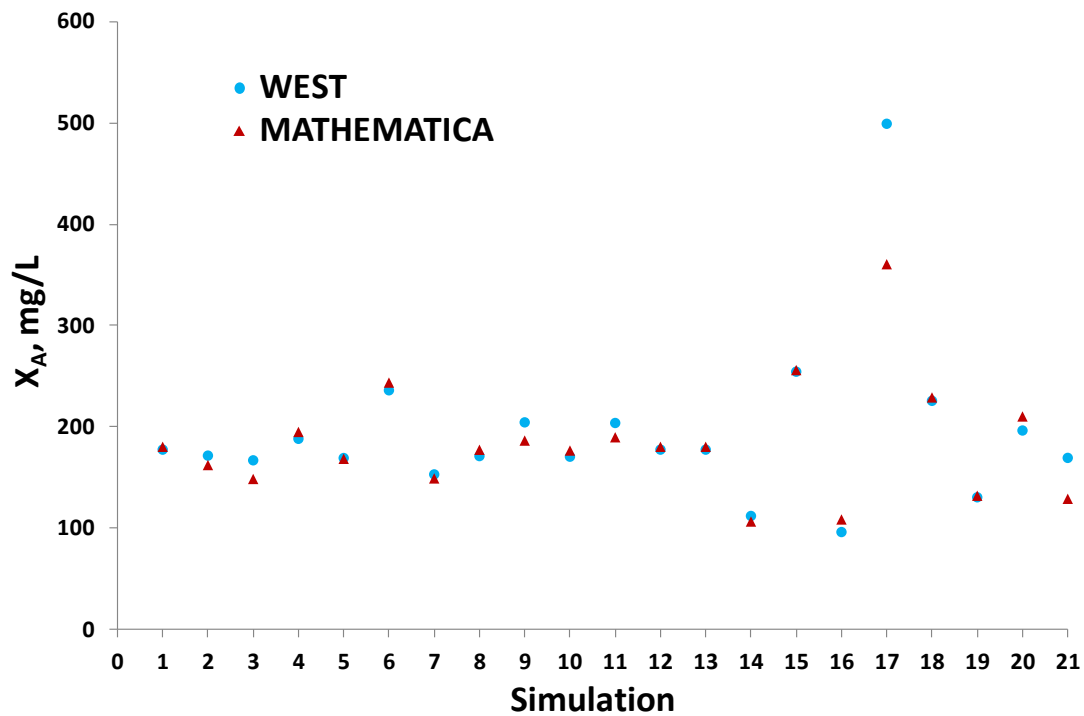


Figure 4.55. X_A results simulated in WEST and MATHEMATICA.

Once this new computational tool has been validated to simulate experimental systems, it has also been evaluated regarding the ability to carry out sensitivity analyses. Below, the results obtained for the relative sensitivities functions (RSF) calculated with MATHEMATICA have also been compared with those obtained in WEST.

Outputs commonly selected for sensitivity analyses and model calibration are: TSS concentration inside the bioreactor and COD, ammonium and nitrate concentrations in the effluent (Di Bella *et al.*, 2008). Other authors such as Printemps *et al.*, (2004) or Sperandio and Espinosa (2008) focused their studies on the TSS concentration, excess sludge produced and nitrification. Taking these references into account, sensitivity has been evaluated for the five most important model outputs, i. e., on the one hand, effluent COD, ammonium and nitrate concentrations and, on the other hand, TSS concentration and OUR in the aerobic

bioreactor. Table 4.12 shows the inputs whose influence regarding these previously selected outputs has been analyzed.

Table 4.12. Inputs analyzed in the sensitivity analyses.

Input	Description
$b_{A,02}$	Aerobic endogenous respiration rate of X_A
$b_{H,02}$	Aerobic endogenous respiration rate of X_H
$b_{STO,02}$	Aerobic respiration rate for X_{STO}
$i_{N,BM}$	N content of biomass
$i_{TS,BM}$	TSS to COD ratio for biomass
$K_{A,O}$	Oxygen half saturation for nitrifiers
k_H	Hydrolysis rate constant
K_{NH}	Ammonium half saturation as nutrient
K_{NO}	Half saturation constant for S_{NO}
K_O	Half saturation constant for S_O
K_S	Half saturation constant for substrate S_S
K_X	Hydrolysis Half saturation constant
$\mu_{A,max}$	Autotrophic maximum growth rate
$\mu_{H,max}$	Heterotrophic maximum growth rate
$\theta_{b_{A,02}}$	Temperature correction factor for $b_{A,02}$
$\theta_{b_{H,02}}$	Temperature correction factor for $b_{H,02}$
$\theta_{b_{STO,02}}$	Temperature correction factor for $b_{STO,02}$
θ_{k_H}	Temperature correction factor for k_H
$\theta_{k_{STO}}$	Temperature correction factor for k_{STO}
$\theta_{\mu_{A,max}}$	Temperature correction factor for $\mu_{A,max}$
$\theta_{\mu_{H,max}}$	Temperature correction factor for $\mu_{H,max}$
Y_A	Yield of autotrophic biomass
Y_H	Aerobic yield of heterotrophic biomass per X_{STO}
Y_{STO}	Aerobic yield of stored product per S_S

Figure 4.56 shows the results obtained for TSS concentration both in WEST and MATHEMATICA. RSFs were quite low in both cases, and according to the results obtained in MATHEMATICA, the most influential inputs were growth and storage heterotrophic biomass yields, which showed a positive effect and decay coefficient which showed a negative effect. On the other hand, results obtained in WEST agree with those obtained in MATHEMATICA with the only exception of the strong negative influence of the ratio i_{TS_BM} . This parameter is the conversion factor used to transform biomass concentrations given in COD units to TSS units and it is calculated as the inverse value of the multiplication of two coefficients. On the one hand, the fraction of VSS respects to the TSS concentration and, on the other hand, the conversion factor 1.42 g COD/g VSS, which is commonly used to transform VSS concentration to the equivalent COD concentration (Ismail *et al.*, 2007). Due to the ASM3 implementation (Gujer *et al.*, 1999), as this parameter increases, TSS concentration decreases. This is one of the limitations of the ASMs such as ASM2d or ASM3 in which TSS is considered as a separate state variable.

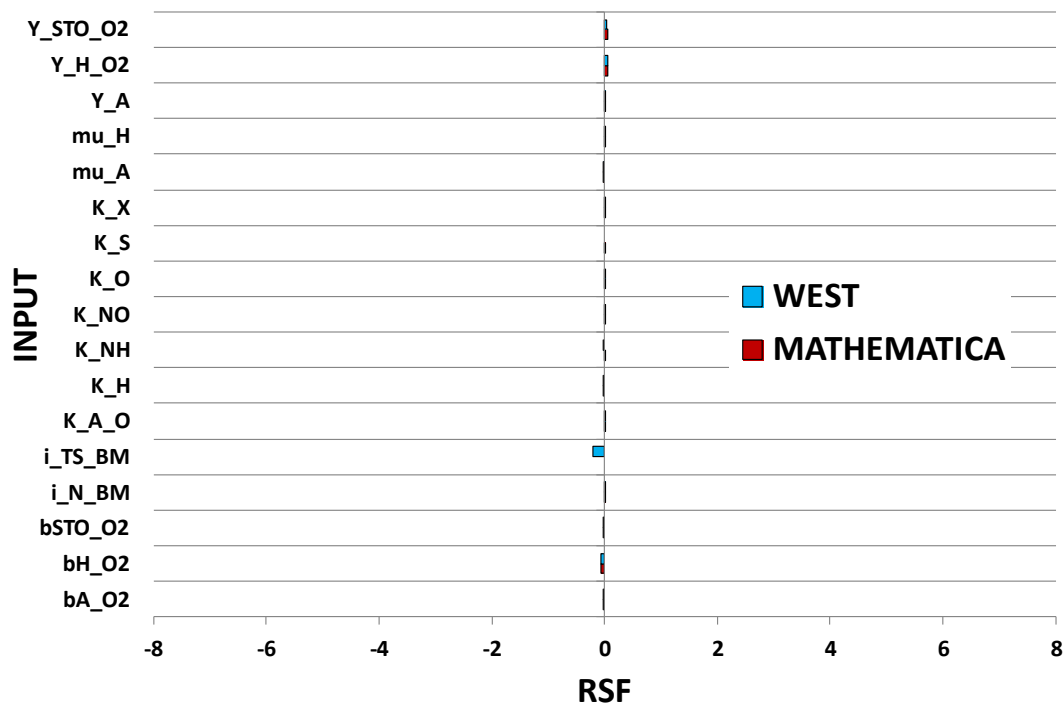


Figure 4.56. RSFs for TSS concentration inside the aerobic bioreactor using WEST and MATHEMATICA.

Regarding the OUR (Figure 4.57), a satisfactory correspondence between the results obtained in WEST and MATHEMATICA has also been obtained. In both cases, heterotrophic growth and storage yields and decay coefficient greatly influence oxygen consumption in the system, as Y_H indicates that the amount of oxygen consumed for biomass growth increases and Y_{STO} indicates a higher amount of substrate which is stored and subsequently consumed. On the other hand, as $b_{H,O2}$ increases, oxygen consumption for endogenous respiration also increases. Other inputs do not show significant effects over this output.

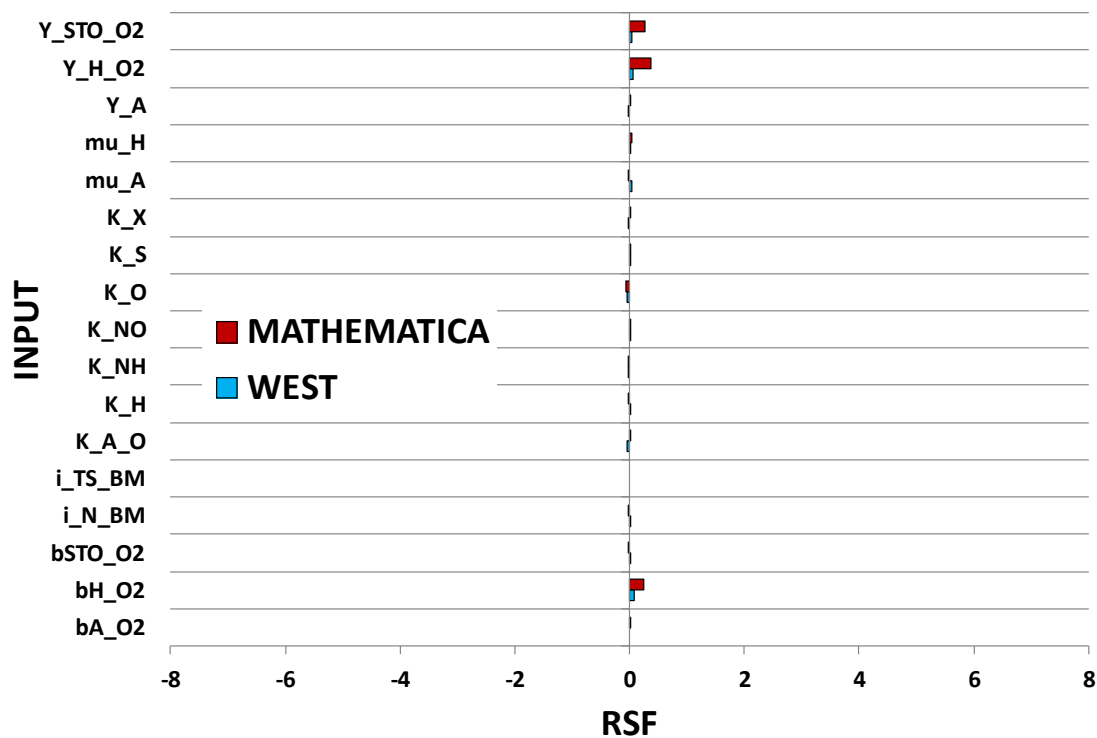


Figure 4.57. RSFs for OUR inside the aerobic bioreactor using WEST and MATHEMATICA.

Sensitivity results for effluent S_s (Figure 4.58), ammonium (Figure 4.59) and nitrate (Figure 4.60) show that although the RSFs are calculated using the same equations in both softwares (Equation 1.5), values obtained in WEST are in general higher than those obtained in MATHEMATICA.

Regarding the effluent S_S concentration (Figure 4.58), according to the results obtained in WEST, the highest positive effects are due to $b_{H,02}$ and K_X , as an increase in $b_{H,02}$ indicates that the amount of heterotrophic microorganisms which are able to degrade S_S decreases and part of the S_S concentration entering the system might not be degraded during the process so, it leaves the system in the effluent. On the other hand, an increase in the value of K_X indicates, according to the model equations, that hydrolysis rates decreases and the amount of readily biodegradable substrate available also decreases.

According to the ASM3 model (Gujer *et al.*, 1999), biomass growth depends on the S_S concentration which is able to be transformed into X_{STO} during the storage process and later consumed, so, if the available S_S concentration decreases because X_S is not hydrolyzed and as hydrolysis is the rate-limiting step, biomass growth become limited and system capacity for S_S removal is deteriorated. Moreover, this output is negatively affected by k_H , Y_H and Y_{STO} . k_H influence may be explained with the model equations which define the hydrolysis rates, as they are directly proportional to k_H and higher hydrolysis rates implies that biomass growth is promoted because of the availability of readily biodegradable substrate and that the system ability to degrade organic matter is improved.

Finally, negative effects of heterotrophic growth and storage yields are also due to the increase in the amount of heterotrophic biomass and subsequent improvement of the system degradation ability.

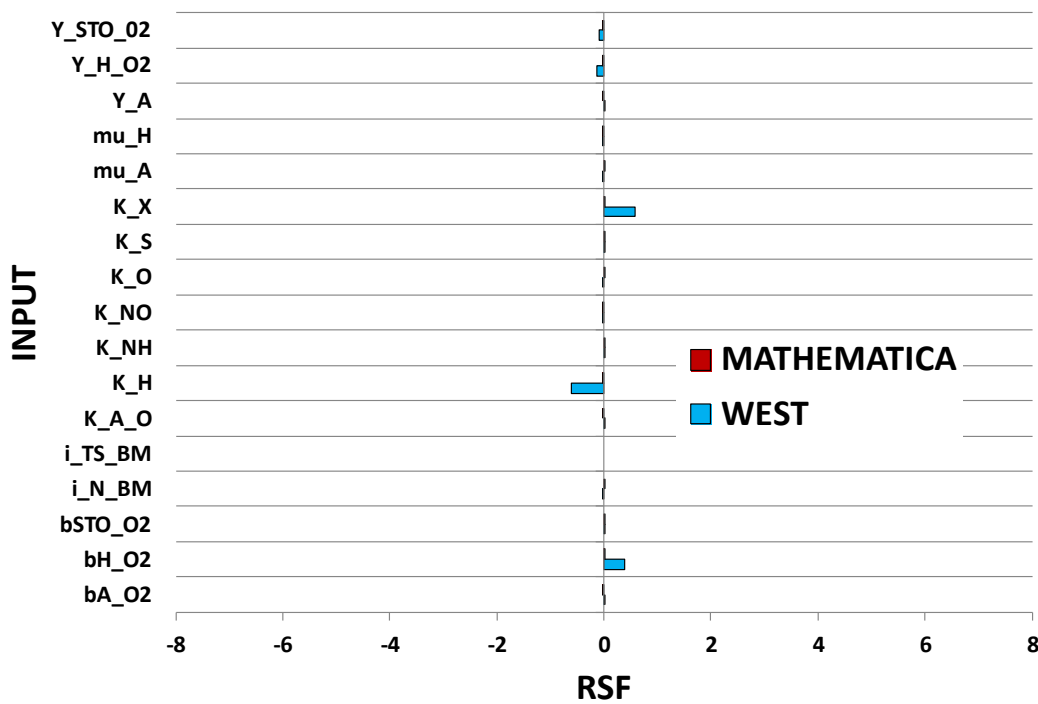


Figure 4.58. RSFs for effluent S_5 concentration using WEST and MATHEMATICA.

Results for S_{NH} are similar to the previous ones. In this case, $b_{A,O2}$ is the most positively influential input as it affects the concentration of autotrophic biomass which may convert ammonium into nitrate. For the same reasons, $K_{A,O}$ also influences ammonium concentration as an increase of $K_{A,O}$ implies, according to the Monod-type model equations, that autotrophic biomass growth is lower. These results agree with those obtained by other authors such as Cierkens *et al.* (2012), who stated that S_{NH} was mainly influenced by those inputs related to the amount of autotrophic biomass in the system, $K_{A,O}$ and $K_{A,NH}$.

Positively, ammonium concentration is also affected by those inputs related to the heterotrophic biomass growth (Y_H and $\mu_{H,max}$), as a higher heterotrophic biomass growth implies that more oxygen is consumed for heterotrophic processes and the availability of oxygen for nitrification decreases. Finally, it is remarkable that the positive effect of K_X is not logical, because as hydrolysis rates decrease and heterotrophic biomass growth is limited, more oxygen is available for nitrification

and more ammonium is consumed. Authors such as Galleguillos *et al.* (2011) or Chen *et al.* (2012) carried out sensitivity analyses for ASM1 (Henze *et al.*, 1987) and ASM3 (Gujer *et al.*, 1999) applied to MBR systems. These authors used WEST and FAST methods, respectively, and their results did not include parameters related to the hydrolysis process among those inputs which greatly influences ammonium concentration. However, other authors such as Cho *et al.* (2004) also simulated a MBR system using MATLAB and ASM1 (Henze *et al.*, 1987) and they stated that nitrogen concentration inside the bioreactor mainly depends on k_H , Y_H and b_{H,O_2} . It can be concluded that contradictory results related to this topic are obtained depending on the method employed to carry out the sensitivity analysis. For the same reasons above mentioned, autotrophic biomass growth (Y_A and $\mu_{A,max}$) or heterotrophic biomass losses (b_{H,O_2}) reduce the S_{NH} concentration as they promote nitrification.

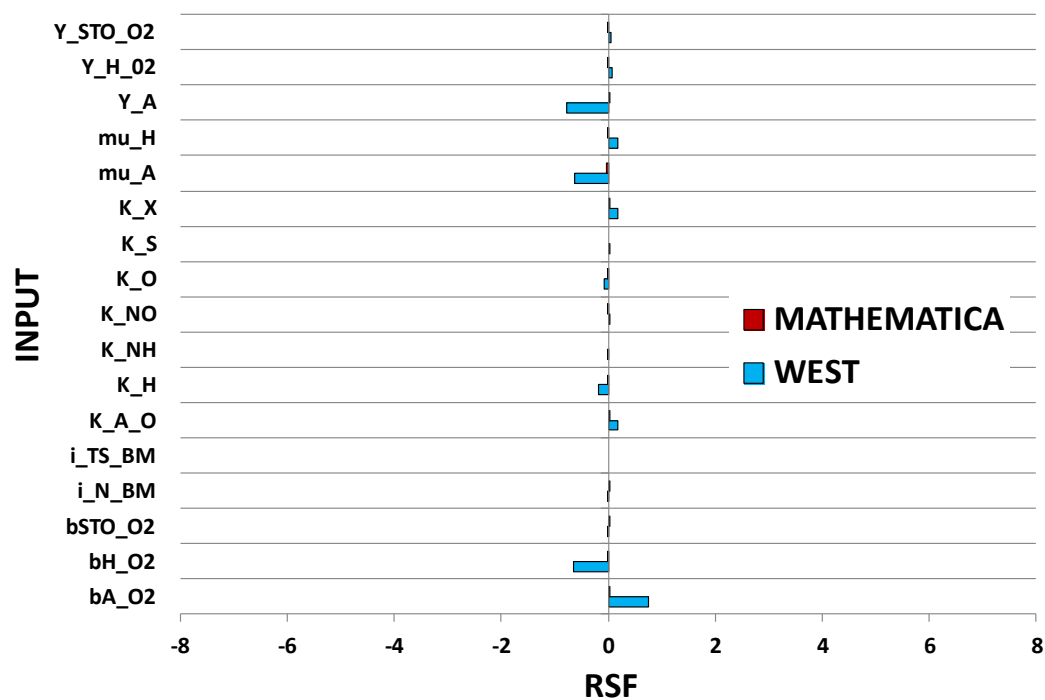


Figure 4.59. RSFs for effluent S_{NH} concentration using WEST and MATHEMATICA.

Finally, the most influential parameters which show a positive effect over nitrate concentration in the effluent are b_{H,O_2} , $i_{N,BM}$, k_H , $\mu_{A,max}$ and $\mu_{H,max}$. First of all, the effect of b_{H,O_2} is based on the decrease of heterotrophic biomass concentration which is able to denitrify and subsequently consume nitrate in anoxic conditions. Moreover, authors such as Okutman (2010) also observed an increase in nitrate concentration which comes from nitrification of mineralized nitrogen released during biomass decay.

Coefficient $i_{N,BM}$ indicates the nitrogen content of biomass so, if this coefficient increases, the nitrogen released which may be nitrified and subsequently the nitrate produced also increase. Regarding $\mu_{A,max}$, it increases autotrophic biomass concentration and system ability to produce nitrate via nitrification. However, the effects of k_H and $\mu_{H,max}$ are again difficult to explain, as an increase in both parameters leads to an increase in the heterotrophic biomass concentration, which is supposed to reduce nitrate concentration. In this case, discrepancies regarding the results obtained in WEST and MATHEMATICA have been obtained and the most logical results are the negative effects obtained in MATHEMATICA.

Negatively, nitrate concentration is mainly influenced by heterotrophic growth and storage yields and by K_O . Both yields increase heterotrophic biomass, improve denitrification and promote nitrate removal. Similarly, an increase in K_O leads to lower reaction rates both for biomass growth and decay, resulting in an increase of heterotrophic biomass concentration.

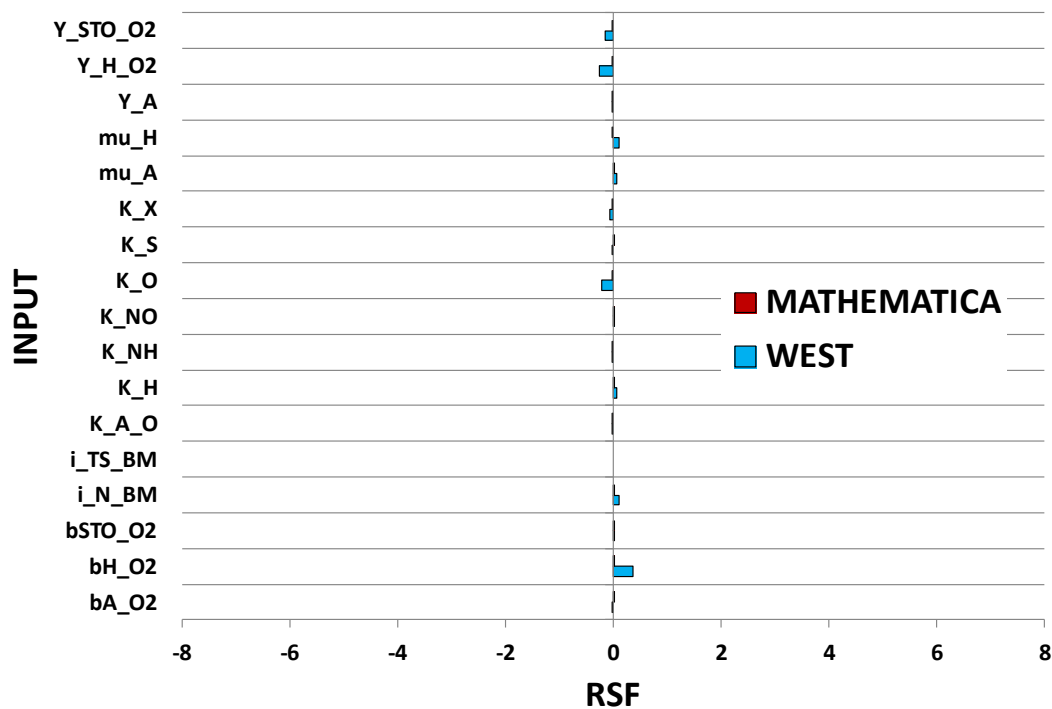


Figure 4.60. RSFs for effluent S_{NO} concentration using WEST and MATHEMATICA.

The results obtained in MATHEMATICA were in general similar to those obtained in WEST, validating the use of this software as a tool to simulate experimental plants and to carry out local sensitivity analyses. These results are also in agreement with Liwarska-Bizukojc *et al.* (2011), who stated that sensitivity measurements for a particular process are equal independently of the fact that the analysis is carried out in steady or dynamic state. However, it must be kept in mind that some discrepancies regarding the relationships of some input/output binomia have been observed and that, comparing other analyses found in literature, these discrepancies are relatively frequent when sensitivity analyses are carried out following different methods and/or employing different softwares.

As summary, this study demonstrated that although the process is described in a simple way, MATHEMATICA can be used as a fast, simple and easy-to-use tool for steady state simulations and sensitivity analyses which minimizes time and computational resources requirements. Moreover, in the future, this tool may be

also used to carry out global sensitivity analyses similar to those based on MonteCarlo methodology in which more than one parameter can be randomly modified at the same time.

4.2.2. Local sensitivity analyses using WEST

Other sensitivity analyses under different conditions have been carried out in WEST in order to check if changes in these conditions may modify the results of the analyses and to determine if the discrepancies found when comparing different sensitivity analyses found in literature are due to the use of different methods or softwares, to a wrong implementation of the model or to variations in the conditions of the analyses. In this case, tested conditions are the duration of the analysis, the DO concentration inside the aerobic bioreactor and the temperature at which the analyses are carried out. Selected inputs and outputs are the same as those selected for the previous analyses but, in this case, temperature correction factors (Arrhenius coefficients) for several model parameters have been included as inputs for the analyses because although their values are usually supposed to be fixed, authors such as Ruano *et al.* (2007) have already demonstrated that they greatly influence the biological processes, even more than the parameters themselves. In the previous chapter focused on the validation of MATHEMATICA, these coefficients were not included as inputs for the sensitivity analyses because one of the assumptions made when the model was implemented in MATHEMATICA was that the system worked at constant temperature.

First of all, sensitivity analyses have been carried out selecting two different durations of the simulations used to calculate the effect of changes in the input values over the output results. These durations were 10 and 50 days. According to Henze *et al.* (1987), particulate compounds require higher times than soluble compounds to reach steady state so, if the simulations do not last enough time for these compounds to reach the steady state, significant differences in the results of the simulations may be obtained and subsequently in the values of the RSFs.

Regarding TSS concentration, these sensitivity analyses showed the influence of a new parameter which positively affect this output but which has not been previously mentioned. This input is the temperature correction factor for $b_{H_2O_2}$, whose influence is even higher than the influence of the parameter $b_{H_2O_2}$. These results are in agreement with those obtained in the sensitivity analysis carried out by Ruano *et al.* (2007) and they can be explained because the correction factor modify the value of the parameter at standard temperature following an exponential curve. Authors such as Di Bella *et al.* (2008) or Mannina *et al.* (2012) observed that very few inputs had an important effect over TSS concentration and these results are in agreement with them as no RSFs higher than 0.06 were obtained for this output.

The results obtained for OUR also showed that the influence of the temperature correction factor for $b_{H_2O_2}$ is higher than the parameter itself. These effects are due to the fact that not only organic matter degradation and nitrification processes consume oxygen but also biomass endogenous respiration (Henze *et al.*, 1987), so, as $b_{H_2O_2}$ increases or the corresponding temperature correction factor decreases, oxygen consumption due to the endogenous respiration increases. Others parameters which significantly affect this output are $\mu_{A,max}$, K_O and the temperature correction factors for $\mu_{A,max}$, $\mu_{H,max}$ and k_H . As $\mu_{A,max}$ increases, oxygen consumption for nitrification also increases. On the contrary, the rest of parameters negatively influence OUR as they make that the reaction rates for biological processes which consume oxygen also decrease.

The results for the effluent S_S concentration showed that the most influential inputs are related to the hydrolysis process. Other parameters related to biomass growth and decay processes and the corresponding temperature correction factors also affect this output.

Effluent S_{NH} concentration is the output which showed higher RSFs and higher variations when the duration of the analysis is modified. Finally, the effluent S_{NO} concentration showed RSFs relatively small.

In general, no significant differences have been obtained when simulations are carried out for different periods of time so, it can be supposed that after 10 days, steady state for all the model components has been reached. The practical application of these results is focused on the reduction of the time required for the sensitivity analysis, since a sensitivity analysis as those carried out in this study in which 5 outputs and 24 inputs are considered implies that 120 pairs input/output are evaluated and taking into account that 3 simulations (reference, perturbation and control) are required for each pair of data, the total amount of simulations which are required for the sensitivity analysis is 360.

On the other hand, some parameters may greatly influence the results under some specific conditions but they have no effect when the system operates at different conditions. For that reason, sensitivity analyses have also been carried out at different temperatures in a range from 12 to 23°C, similar to the range of temperatures at which experimental systems have operated during this study. In general, temperature did not show significant effects over the values of RSFs, but in some cases such as the RSFs obtained for the TSS concentration in relation to the temperature correction factor for $b_{H_2O_2}$, for the OUR in relation to the temperature correction factors for $b_{H_2O_2}$ and $\mu_{A,max}$ or for the effluent S_S concentration in relation to the temperature correction factors for $b_{H_2O_2}$, k_H , $\mu_{H,max}$ and $\mu_{A,max}$, the RSFs decrease as temperature increases. On the other hand, RSFs obtained for the effluent S_{NO} concentration in relation to parameters such as $b_{H_2O_2}$, Y_H or Y_{STO} , shows the opposite trend, increasing at higher temperatures.

Effluent S_{NH} concentration is again the output that showed a higher influence of the temperature at which the analysis is carried out. In this case, temperature affects not only the RSFs for temperature correction factors but also the RSFs for parameters such as $b_{H_2O_2}$, $\mu_{A,max}$ or $K_{A,O}$.

Finally, sensitivity analyses have also been carried out at different ranges of DO concentrations inside the aerobic bioreactor as this concentration may greatly affect the biological processes and the influence of some inputs may change in

conditions of oxygen availability or absence. In general, results did not vary with respect to the DO concentration, but outputs such as OUR, S_{NH} and S_{NO} did show differences in the RSFs corresponding to $b_{H_2O_2}$, $\theta_{bH_2O_2}$, Y_H and Y_{STO} , which increase with the DO concentration.

Based on the sensitivity analyses results, a ranking of the most influential parameters may be established (Table 4.13). Also, a ranking of the least influential parameters may be established for each output (Table 4.14). The sensitivity ranking gives useful information to decide which parameters should be calibrated in the laboratory and the ranking of parameters with lowest influences may help to decide which parameters do not need to be calibrated and may keep their default values without deteriorating the simulation results.

The most remarkable conclusion based on these results is that 4 parameters appear in the highest positions of every sensitivity ranking and these parameters are the temperature correction factors for $b_{H_2O_2}$, $b_{A_2O_2}$, $\mu_{H,max}$ and k_H . Moreover, one of these parameters, the temperature coefficient for $b_{H_2O_2}$, always appears among the five most important parameters. Other parameters such as the temperature correction factors for $\mu_{A,max}$ and Y_H also appear in four of the five sensitivity rankings. These results are in agreement with those obtained by other authors such as Ekama and Wentzel (2008) or Williams *et al.* (2012), who stated that the biokinetic constants which better define the biological process are $b_{H_2O_2}$ and Y_H in the first case and also $\mu_{H,max}$ in the second one. Galleguillos *et al.* (2011) or Kusiak and Wei (2013), have also published rankings similar to these ones, although Kusiak and Wei (2013) carried out the sensitivity analysis both for ASM1 (Henze *et al.*, 1987) and for ASM3 (Gujer *et al.*, 1999), concluding that ASM1 is more influenced by Y_H and that autotrophic biomass is more relevant in ASM1 than in ASM3.

Table 4.13. Sensitivity ranking.

RANKING	S _S	S _{NH}	S _{NO}	TSS	OUR
1	ϑ_{k_H}	$\vartheta_{\mu_{A,max}}$	$\vartheta_{\mu_{A,max}}$	$\vartheta_{b_{H,O_2}}$	$\vartheta_{b_{H,O_2}}$
2	$\vartheta_{b_{H,O_2}}$	$\vartheta_{b_{A,O_2}}$	$\vartheta_{\mu_{H,max}}$	$i_{TS,BM}$	$\vartheta_{\mu_{A,max}}$
3	k_H	$\mu_{A,max}$	K_O	b_{H,O_2}	b_{H,O_2}
4	K_X	$\vartheta_{\mu_{H,max}}$	$\vartheta_{b_{A,O_2}}$	Y_H	Y_H
5	$\vartheta_{\mu_{A,max}}$	$\vartheta_{b_{H,O_2}}$	ϑ_{k_H}	Y_{STO}	Y_{STO}
6	b_{H,O_2}	Y_A	$\mu_{A,max}$	$\vartheta_{b_{A,O_2}}$	$\vartheta_{\mu_{H,max}}$
7	$\vartheta_{\mu_{H,max}}$	ϑ_{k_H}	$\mu_{H,max}$	Y_A	ϑ_{k_H}
8	Y_H	$K_{A,O}$	Y_A	$\vartheta_{b_{STO,O_2}}$	$\vartheta_{k_{STO}}$
9	$\vartheta_{b_{A,O_2}}$	K_O	b_{A,O_2}	$\vartheta_{\mu_{H,max}}$	$\vartheta_{b_{A,O_2}}$
10	Y_{STO}	Y_H	$\vartheta_{b_{H,O_2}}$	ϑ_{k_H}	K_O

Table 4.14. Insensitivity ranking.

RANKING	S _S	S _{NH}	S _{NO}	TSS	OUR
1	$i_{TS,BM}$	$i_{TS,BM}$	$i_{TS,BM}$	K_S	$i_{TS,BM}$
2	K_{NH}	K_S	K_S	$\vartheta_{k_{STO}}$	K_{NH}
3	K_{NO}	K_{NH}	K_{NH}	K_{NH}	K_S
4	$i_{N,BM}$	K_{NO}	b_{STO,O_2}	$K_{A,O}$	K_{NO}
5	K_S	$\vartheta_{k_{STO}}$	$\vartheta_{k_{STO}}$	K_{NO}	$\vartheta_{b_{STO,O_2}}$
6	b_{STO,O_2}	b_{STO,O_2}	$\vartheta_{b_{STO,O_2}}$	$\mu_{A,max}$	b_{A,O_2}
7	b_{A,O_2}	$\vartheta_{b_{STO,O_2}}$	K_{NO}	K_X	k_H
8	Y_A	$i_{N,BM}$	Y_{STO}	$\mu_{H,max}$	K_X
9	$\vartheta_{k_{STO}}$	K_X	b_{H,O_2}	$i_{N,BM}$	$\mu_{H,max}$
10	$K_{A,O}$	k_H	Y_H	$\vartheta_{b_{STO,O_2}}$	Y_A

Several sensitivity analyses have been found in literature, but some of them are applied to conventional systems while others are applied to MBR systems or they have employed different models published by the IWA or developed by the authors

themselves and these differences complicate the comparison of results. On the other hand, some authors focused their analyses on a particular output but others have determined the general sensitivity of the system using functions which encompasses several outputs such as effluent quality indexes (EQI) or cost optimization indexes (COI) (Williams *et al.*, 2012; Dalmau *et al.*, 2013), or calculating sensitivity coefficients based on the sum of the sensitivity coefficients determined for each output (Ruano *et al.*, 2007; Machado *et al.*, 2009; Liwarska-Bizukojc *et al.*, 2011; Mannina *et al.*, 2012). For that reason, following tables divide the results found in literature depending on the output selected by the authors.

First of all, table 4.15 includes those sensitivity rankings found in literature in which the output is the TSS concentration inside the bioreactor. In this table, it can be observed that independtly of the model used for the analysis, two parameters ($b_{H,O2}$ and Y_H) are repeated in most of the rankings. Moreover, parameters such are $\mu_{H,max}$, half saturation constants, reduction factors for anoxic conditions or influent COD fractions also influence TSS concentration, but as previously mentioned, some parameters included in a particular model are not included when a different model is used so, comparison is difficult.

Table 4.15. Summary of sensitivity analyses for TSS.

AUTHORS	Jiang et al.	Lee et al.	Di Bella et al.	Galleguillos et al.	Galleguillos et al.	Chen et al.	Mannina et al.
YEAR	2005	2008	2008	2011	2011	2012	2012
MODEL	ASM1	ASM1	Integrated model	ASM1	ASM3	Modified ASM3	Integrated model
OUTPUT	TSS	TSS	TSS	TSS	TSS	TSS	TSS
SYSTEM	MBR	CAS	MBR	MBR	MBR	MBR	MBR
RANKING							
1	X_i	Y_H	$Y_{UAP,A}$	X_i	$X_{i,inf}$	Δ	Y_H
2	X_S	i_{XB}	Y_{SMP}	Y_H	Anoxic-aerobic flowrate	f_{XI}	f_{UAP}
3	S_S	f_P	f_P	Anoxic-aerobic flowrate	$Y_{STO,NO}$	$\mu_{H,max}$	$b_{H,O2}$
4	Y_H	Y_A	$b_{H,O2}$	X_P	f_{XI}	$Y_{UAP,H}$	f_P
5	S_{NH}	K_S	η_C	f_P	Y_H	b_{STO}	$\mu_{H,max}$
6	$b_{H,O2}$	$\mu_{H,max}$	f_{XS}	$b_{H,O2}$	Y_A	K_S	$\mu_{A,max}$
7		K_H	μ_{SMP}	Y_A	Aerobic-MBR flowrate	η_g	K_{OH}
8		$S_{O,sat}$	F	Aerobic-MBR flowrate	Y_H	K_{NH}	K_{NO}
9			$b_{BAP,H}$	$b_{A,O2}$	$b_{H,O2}$	$b_{A,O2}$	η_H
10			Y_H	$X_{A,inf}$	$X_{A,inf}$	i_{NBM}	K_S

Results regarding effluent COD concentration are summarized in table 4.16. In this case, there are also two parameters which are repeated in every ranking, they are $b_{H,02}$ and $\mu_{H,max}$, but in this case, discrepancies in the resulting rankings are more important, as there are some parameters which appear in one of the rankings but do not appear in any other ranking. It is also remarkable that in those cases in which the models are modified or integrated for MBR systems, the most influential parameters are not related to the biological processes but to the filtration and EPS/SMP formation processes.

Table 4.16. Summary of sensitivity analyses for effluent COD concentration.

AUTHORS	Jiang et al.	Lee et al.	Di Bella et al.	Chen et al.	Mannina et al.
YEAR	2005	2008	2008	2012	2012
MODEL	ASM1	ASM1	Integrated model	Modified ASM3	Integrated model
OUTPUT	S_s	COD	COD	COD	COD
SYSTEM	MBR	CAS	MBR	MBR	MBR
RANKING					
1	X_S	Y_H	η_C	δ	η_C
2	$\mu_{H,max}$	K_S	f_i	$K_{h,UAP}$	Λ
3	$b_{H,02}$	$\mu_{H,max}$	μ_{SMP}	K_{UAP}	$\mu_{H,max}$
4	K_S	$b_{H,02}$	Y_{SMP}	K_{STO}	$\mu_{A,max}$
5		η_g	K_{SMP}	f_{BAP}	f_{XbH}
6		$S_{O,sat}$	F	$\mu_{H,max}$	$b_{H,02}$
7		f_p	Λ	K_{STO}	$K_{O,A}$
8		K_{OH}	$b_{H,02}$	$Y_{UAP,A}$	η_H
9			f_p	$b_{H,02}$	F
10			$\mu_{H,max}$	η_H	k_1

Sensitivity analyses focused on nitrogen compounds are summarized in tables 4.17 and 4.18. For the effluent S_{NH} concentration (Table 4.17), the most repeated parameters are related to the autotrophic biomass and to the nitrification process, $b_{A,02}$ and $\mu_{A,max}$, and to a lesser extent, parameters such as $\mu_{H,max}$, Y_H , Y_A , half saturation constants, influent COD fractions or a parameter which defines the oxygen transfer, K_La . In those analyses in which the selected model includes biological phosphorous removal, some parameters related to this process are among the most influential inputs. On the other hand, regarding the effluent S_{NO} concentration (Table 4.18), it is mainly sensitive to $b_{H,02}$, Y_H and $\mu_{H,max}$, but it is not as sensitive as expected to the parameters related to the autotrophic biomass and the nitrification process. Influent COD fractions, hydrolysis constants, reduction coefficients for anoxic conditions and K_La are also repeated in several rankings.

Table 4.17. Summary of sensitivity analyses for effluent S_{NH} concentration.

AUTHORS	Jiang et al.	Makinia et al.	Makinia et al.	Di Bella et al.	Galleguillos et al.	Galleguillos et al.	Chen et al.	Mannina et al.
YEAR	2005	2006	2006	2008	2011	2011	2012	2012
MODEL	ASM1	ASM2d	ASM3P	Integrated model	ASM1	ASM3	Modified ASM3	Integrated model
OUTPUT SYSTEM RANKING	S_{NH} MBR	S_{NH} CAS	S_{NH} CAS	S_{NH} MBR	S_{NH} MBR	S_{NH} MBR	S_{NH} MBR	S_{NH} MBR
1	X_S	$\mu_{A,max}$	$\mu_{A,max}$	η_g	Y_H	$\mu_{A,max}$	K_{NH}	Y_H
2	S_S	$K_{NH,A}$	$K_{NH,A}$	K_{La}	Y_A	$K_{A,NH}$	$b_{A,O2}$	$\mu_{A,max}$
3	$\mu_{A,max}$	$X_S/BCOD$	q_{PHA}	i_{XB}	$\mu_{A,max}$	Y_A	$\mu_{A,max}$	k_I
4	$b_{A,O2}$	q_{PHA}	q_{PP}	f_{XBA}	K_{NH}	$b_{A,O2}$	$K_{O,A}$	f_{XBA}
5	K_{NH}	q_{PP}	X_I	$K_{O,A}$	$b_{A,O2}$	$b_{H,O2}$	K_S	f_P
6	S_{NH}	$\mu_{H,max}$	X_S/X_I	K_{NH}	$K_{A,O}$	$i_{N,BM}$	k_{STO}	i_{XB}
7		Y_{PO4}	Y_{PO4}	μ_{SMP}	$i_{N,BM}$	Aerobic-MBR flowrate	η_g	$K_{O,A}$
8		k_H	K_{maxPAO}	$Y_{UAP,A}$	Aerobic-MBR flowrate	$\mu_{H,max}$		$b_{A,O2}$
9		$\eta_{NO3,H}$	$X_S/bCOD$	$\mu_{A,max}$	$b_{H,O2}$	$Y_{STO,NO}$		f_{UAP}
10		$\eta_{NO3,hyd}$	K_{OH}	Y_{SMP}	$\mu_{H,max}$	$b_{A,NO}$		i_{XP}

Table 4.18. Summary of sensitivity analyses for effluent S_{NO} concentration.

AUTHORS	Jiang et al.	Makinia et al.	Makinia et al.	Lee et al.	Di Bella et al.	Galleguillos et al.	Galleguillos et al.	Chen et al.
YEAR	2005	2006	2006	2008	2008	2011	2011	2012
MODEL	ASM1	ASM2d	ASM3P	ASM1	Integrated model	ASM1	ASM3	Modified ASM3
OUTPUT SYSTEM RANKING	S_{NO} MBR	S_{NO} CAS	S_{NO} CAS	TKN CAS	S_{NO} MBR	S_{NO} MBR	S_{NO} MBR	S_{NO} MBR
1	X_S	$\eta_{NO3,H}$	q_{PHA}	K_A	$b_{H,O2}$	Y_H	$Y_{STO,NO}$	K_{OH}
2	S_S	K_{OH}	K_{OH}	$S_{O,sat}$	$b_{BAP,H}$	Anoxic-aerobic flowrate	$Y_{H,NO}$	$\mu_{H,max}$
3	S_{NH}	$X_S/BCOD$	$b_{H,O2}$	K_{La}	Y_{SMP}	η_g	η_g	η_g
4	$b_{H,O2}$	q_{PHA}	$X_S/BCOD$	$\mu_{A,max}$	$Y_{UAP,A}$	$b_{H,O2}$	$\mu_{H,max}$	k_{STO}
5	Y_H	$\mu_{H,max}$	X_I	$b_{H,O2}$	η_C	Influent S_{NO}	$i_{N,SS}$	Δ
6		X_I	k_H	i_{XB}	f_{XS}	Y_A	$b_{H,O2}$	Y_A
7		X_S/X_I	$\eta_{NO3,H}$	Y_H	f_{XI}	$i_{N,COD,formed}$	Y_H	K_{NH}
8		k_H	Y_{PO4}	K_{NH}	i_{XB}		$b_{H,NO}$	k_{STO}
9		η_{je}	$\mu_{H,max}$		K_{La}		$i_{N,BM}$	$Y_{UAP,H}$
10		$\eta_{NO3,hyd}$	K_{NH}		f_{XBH}		Influent S_{NO}	$b_{STO,O2}$

Table 4.19 summarizes the results of sensitivity analyses in which the general performance of the system is evaluated. It can be observed that independently of the method used for the sensitivity analysis, some parameters such as $b_{H,O2}$, Y_H , $\mu_{H,max}$ and $\mu_{A,max}$ are repeated in every ranking. It is also remarkable that in those analyses in which the model includes biological phosphorus removal, the most influential parameters are related to this process.

Table 4.19. Summary of sensitivity analyses for the general performance of the system.

AUTHORS	Weijers and Vanrolleghem	Ruano et al.	Machado et al.	Liwarska-Bizukojc et al.	Mannina et al.
YEAR	1997	2007	2009	2011	2012
MODEL	ASM1	ASM2d	ASM2d	BioWin AS/AD model	Integrated model
OUTPUT SYSTEM	General CAS	General CAS	General CAS	General CAS	General MBR
RANKING					
1	Y_H	α_{SF}	Y_{PAO}	$Y_{pacetic}$	η_C
2	Y_A	θ_{qPP}	$\mu_{A,max}$	Y_{lowPP}	Y_H
3	$\mu_{H,max}$	θ_{qPHA}	$X_{PHA,STO}$	$Y_P/PHA,seq$	$\mu_{A,max}$
4	$b_{H,O2}$	$\theta_{\mu A,max}$	b_{PAO}	Y_H	$\mu_{H,max}$
5	$\mu_{A,max}$	$\theta_{\mu PAO,max}$	$\mu_{H,max}$	$Y_P/PHA,aerobic$	f_{XbA}
6	K_S	$\theta_{bH,O2}$	Ratio X_{PP}/X_{PAO}	$\mu_{A,max}$	f_{UAP}
7	$K_{O,A}$	θ_{bPAO}	Y_H	$b_{A,O2}$	Δ
8	η_g	Y_H	K_A	$b_{A,O2}$	Λ
9		$\theta_{\mu H,max}$	K_O	$b_{H,O2}$	f_P
10		$\theta_{bA,O2}$	$K_{acetate}$	$\mu_{H,max}$	k_I

4.3. ASM3 CALIBRATION

This chapter is focused on the calibration of the model ASM3 (Gujer *et al.*, 1999) before applying it to simulate a particular MBR system. The calibration step is required in order to ensure that reliable results are obtained when the system is simulated. First of all, a comparative study of the most common methodologies used to fractionate the influent COD concentration has been carried out in order to determine which one better fits the experimental data. Later, intensive sampling conditions (duration and sampling frequency) have been evaluated in order to determine if influent dynamic may be correctly simulated using lower amounts of data. Finally, the most influential kinetic and stoichiometric parameters of the model are calibrated using respirometric methods and the effect of the experimental conditions over the values of these parameters is analyzed. Once influent COD fractions and model parameters have been estimated, the model has been calibrated in WEST to get a representative simulation of the experimental MBR system.

4.3.1. Influent COD fractionation

As above mentioned, the quality of the predictions obtained when a particular experimental system is simulated greatly depends on the correct influent characterization (Hulsbeek *et al.*, 2002; Boursier *et al.*, 2004), as the estimation of the soluble/particulate and biodegradable/inert COD fractions may considerably affect the values of model parameters which describe the biological processes and the system performance.

Many papers have been published regarding calibration experiences of ASMs for a particular system (Koch *et al.*, 2000; Jiang *et al.*, 2005; Sperandio and Espinosa, 2008, among others). These studies include influent characterization besides the selection of the parameters which must be modified in every particular case to get a good fitting of the model (van Waveren, 1999; Langergraber *et al.*, 2004; Grau *et al.*, 2009). However, each study follows different calibration procedures and although some protocols such as the STOWA, WERF, BIOMATH or HSG (Sin *et al.*, 2005) have been published, there is no agreement among scientific community regarding the standarization of a calibration protocol and an influent characterization methodology.

4.3.1.1. Comparison of influent COD fractionation methodologies

Due to the existing discrepancies among the influent fractionation methodologies found in literature, this chapter is focused on the comparison of five different methodologies in order to determine the most suitable option to define the influent COD fractions according to the model. The main advantages of getting a correct determination of the influent COD fractions are that efforts required for parameters calibration to get reliable results can be minimized and that predictions obtained when the system is simulated better fits the experimental data.

In this chapter, data from a full scale MF experimental plant during a steady state period was used. The plant was fed with raw urban wastewater pre-treated at the Wastewater Treatment Plant Granada-Sur and the average values of the main characteristics of this raw wastewater were: COD, 1200 ± 395 mg O₂/L; total nitrogen, 64 ± 10 mg N/L and suspended solids, 693 ± 356 mg/L. As the goal of this study was not calibrating the model but comparing different wastewater characterization methods to select which one better describes the real performance of the plant during simulations, the default values for the parameters included in the model were used and only the hydraulic and operational parameters related to the plant configuration (bioreactor volumes, flowrates, temperature, DO concentration, etc.) were modified in the simulator. Operational conditions during this period are described in table 4.20.

Table 4.20. Operational conditions for the comparison of influent fractionation methodologies.

PARAMETER	UNITS	VALUE
Influent flowrate (Q_{in})	m ³ /d	10.80
Effluent flowrate (Q_{ef})	m ³ /d	10.33
Purge flowrate (Q_P)	m ³ /d	0.47
Recirculation flowrate (Q_{rec})	m ³ /d	1.68
Reactor height (h)	m	5.00
Anoxic volume (V_{an})	m ³	3.61
Aerobic volume (V_{ai})	m ³	8.83
MBR volume (V_{MBR})	m ³	3.89
Sludge retention time (SRT)	D	35.00
Hydraulic retention time (HRT)	H	35.00
Temperature (T)	°C	15-20
Dissolved oxygen (DO)	mg/L	0.5 – 1.5
Organic loading rate	kg COD/m ³ d	0.77
K_{La} anoxic tank	h ⁻¹	3
K_{La} aerobic tank	h ⁻¹	0-160
K_{La} MBR	h ⁻¹	50

Five different wastewater fractionation methods were evaluated (Table 4.21) and the values of the different COD fractions obtained in each case were used as input

in WEST in order to compare the results of the simulations with the behaviour of the experimental system. First of all, the most traditional fractionation method in which the soluble fraction was obtained by filtering raw wastewater through a 0.45 μm nominal pore size filter was evaluated. Once the soluble fraction was determined, readily (S_S) and slowly (X_S) biodegradable fractions were obtained in two respirometric assays in which raw influent and filtered influent were used respectively as substrate and wastewater characterization was completed using COD balances to determine the inert fractions (S_I and X_I). Methods 2 and 3 were similar to the first one except that in method 2 a lower nominal pore size filter was used (0.22 μm instead of 0.45 μm) to separate the soluble fraction and in method 3 the influent was previously flocculated with FeCl_3 (0.5 mg/L) and then filtered through 0.22 μm pore size to determine the real soluble fraction after separating the colloidal one.

Two theoretical methods were also evaluated in this study to check if using expensive and complex respirometric assays is really necessary or if, on the contrary, similar results can be obtained using theoretical standard values and fast, easier and cheaper physical-chemical laboratory analyses. The first theoretical method was based on physical-chemical analyses and theoretical coefficients calculated for standard wastewaters. In this case, S_I was assumed to be equal to the MBR effluent COD fraction (Sperandio and Espinosa, 2008). Particulate COD is considered to be the difference between total COD and soluble COD and BOD_5 results were used to estimate X_S and S_S using a theoretical COD/BOD ratio (Ronzano and Dapena, 1996; Weijers *et al.* 1999). Inert particulate fraction is finally obtained as the difference between particulate COD and X_S . On the other hand, the second theoretical method was based on the fractionation done by WEST in case that only suspended solids and total COD data are given as input and no data related to the different COD fractions are known. This method is also based on theoretical values defined in WEST and calculated for standard wastewaters.

For the fractionation methods used in this study, the autotrophic biomass fraction in the influent (X_A) was considered negligible compared to the other COD fractions (Roeleveld *et al.* 2002). Moreover, although the heterotrophic biomass fraction (X_H) may also be considered negligible, it was assumed to be 10% of the particulate COD ($f_{X_{BH}} = 0.1$) for the methodology based on WEST, because this is the standard coefficient used in the simulator and for the methods based on respirometry, it was estimated according to the method described by Lu *et al.* (2010) using equation 4.1.

$$X_H = 1000 \cdot \left(\frac{OUR}{SOUR_{max}} \right) \cdot f_{cv} \quad [\text{Eq. 4.1}]$$

Where $SOUR_{max}$ was known to be 150 mg O₂/g VSS h and f_{cv} was considered equivalent to 1.42 g COD/g VSS.

Table 4.21. Fractionation methods to be compared.

Nº	PROCEDURE
1	Filtration by 0.45µm + Respirometric assay + X_H estimation
2	Filtration by 0.22 µm + Respirometric assay + X_H estimation
3	Flocculation with FeCl ₃ + Filtration by 0.22 µm + Respirometric assay + X_H estimation
4	Physical-chemical analyses and theoretical coefficients
5	WEST fractionation

Average results for the different influent COD fractions obtained with each methodology are summarized in table 4.22. Statistically significant differences were observed for every COD fraction except for X_H , which was estimated in the same way for all three respirometric methods and it was not considered for method 4. The value obtained in WEST (Method 5) as a fixed percentage of particulate COD was significantly lower than those obtained using respirometric influent characterization. Usually, this fraction is considered negligible, but this assumption may highly influence the results for the other fractions calculated as

differences to close the COD balance (Lu *et al.*, 2010) and simulation results might be erroneous, so, estimation of X_H is highly advisable.

Table 4.22. Average COD fractionation results (%).

COD FRACTION	FRACTIONATION METHOD				
	1	2	3	4	5
S_S	17.43 ± 6.75 ^b	12.6 ± 3.87 ^a	10.77 ± 5.45 ^a	26.66 ± 10.79 ^c	16.24 ± 5.98 ^b
X_S	15.12 ± 8.75 ^a	19.88 ± 8.74 ^b	21.09 ± 8.07 ^b	50.10 ± 14.16 ^c	52.28 ± 7.82 ^c
S_I	9.55 ± 3.81 ^b	14.42 ± 4.63 ^c	15.72 ± 5.72 ^c	1.49 ± 1.02 ^a	10.83 ± 3.99 ^b
X_I	35.24 ± 10.10 ^c	30.85 ± 10.65 ^c	29.63 ± 9.82 ^c	19.56 ± 11.10 ^b	15.55 ± 1.85 ^a
X_H	22.77	22.77	22.77	0.00	7.26 ± 1.13

S_S fraction is the most unstable fraction of the organic matter (Sperandio *et al.*, 2001). According to the IWA (Henze, 1992), this fraction is usually around 10-20% of the total COD. In this study, respirometric methods give values according to this range, but the physical-chemical method leads to a much higher value twice as high as that obtained in method 2 for example, and more similar to those obtained for highly biodegradable winery wastewaters instead of urban wastewaters (Guglielmi *et al.*, 2009). These results agree with Lu *et al.* (2010) and with Anderson *et al.* (2001), who stated respectively that this fraction is overestimated when using physical-chemical characterization methods and that the accuracy of the biological procedure is higher than that of the physical-chemical method.

Comparing these results, similar values for S_S were obtained in methods 1 and 5, with no statistically significant differences between them. The same was true for methods 2 and 3, with values lower than those obtained in methods 1 or 5 because 0.22 µm filtration removes a higher concentration of non-filterable organic matter than 0.45 µm filtration and flocculation also increases the removal capacity due to destabilization and aggregation of the colloidal matter. Various authors (Melcer *et al.* 2003, Gillot *et al.*, 2010, Fall *et al.*, 2011) had also observed a marked difference between the estimates for the biodegradable fractions (S_S and X_S) obtained by respirometry and by physical-chemical methods. In this case, the S_S fraction

obtained with a physical-chemical technique (Method 4) was based on BOD₅ analyses and theoretical COD/BOD ratios assumed for standard wastewater, and the main drawbacks related to this method are on the one hand that BOD kinetics may vary from sample to sample (Weijers *et al.* 1999) and on the other hand, that two conversion factors are required to convert BOD₅ to biodegradable COD and these factors (BOD₅/COD and bCOD/COD ratios) are based on process kinetics and heterotrophic biomass yield constant (Y_H), which is also variable (Ruiz *et al.* 2011), so, there is therefore a degree of uncertainty in the conversion of BOD₅ to biodegradable COD (Weijers *et al.* 1999) and overestimation of S_S is possible when using BOD₅. Moreover, BOD tests requires several days (Choi *et al.* 2005) and it makes respirometric assays faster and more practical.

For the same reasons, the values obtained for X_S using the physical-chemical method (Method 4) were also significantly higher than those obtained by respirometric techniques (Method 1, 2 and 3), with statistically significant differences. X_S values estimated by WEST (Method 5) were similar to those obtained by the physical-chemical method, with no statistically significant differences.

Regarding the inert fractions, both S_I and X_I are highly different when influent characterization is based on physical-chemical methods. S_I was determined in method 4 as the effluent COD concentration, this approach is specially acceptable for MBR systems in which there is no particulate fractions in the effluent and for low-loaded systems operating at SRTs higher than 3 days in which influent S_S has been completely removed and there is no biodegradable soluble COD in the effluent (Jiang *et al.*, 2005; Malamis *et al.*, 2011). However, this value is not taking into account the inert COD retained by the membrane so, S_I fraction may be underestimated. On the other hand, X_I was determined as the difference between particulate COD and X_S so, if X_S is overestimated as previously mentioned when physical-chemical methods are used, X_I is consequently underestimated. On the other hand, fractionation based on WEST calculations (Method 5) also results in a

low X_I fraction. Below, when comparing TSS concentrations inside the bioreactors, it can be concluded which one is the most suitable value for this fraction.

In general, it can be concluded that S_S determination based on the separation of the soluble (filtered) COD concentration depends very much on the applied filter size (Petersen *et al.*, 2003), and it is possible that part of the retained particulate substrate is also readily biodegradable (Spanjers and Vanrolleghem, 1995) or that part of the filtered COD is in fact slowly biodegradable (Sollfrank and Gujer, 1991). Traditionally, soluble/particulate separation has been carried out using 0.45 μm pore size filtration (Lu *et al.*, 2010, Hocaoglu *et al.*, 2013) and few works have been done to evaluate other alternatives. Results related to this topic have been highly contradictory and authors such as Lu *et al.* (2010) obtained similar COD concentrations regardless of the selected pore size (0.45 or 0.1 μm) or the presence of previous influent flocculation, whereas other authors such as Melcer *et al.* (2003) related differences of up to 16% when comparing 0.1 μm filtered COD and previously flocculated wastewater COD. Authors such as Lu *et al.* (2010) or Delrue *et al.* (2010), who also compared different fractionation methods, concluded that the best combinations were respectively flocculation followed by 0.45 μm filtration and respirometry for the first ones and 0.45 μm filtration followed by ultimate BOD tests and a “trial and error” method to fit the VSS concentration for the second ones. All these studies show the lack of standardization related to the influent fractionation methods and the huge variability of the results.

In this work, the experimental full-scale MBR system worked continuously for 530 days so ensuring that the biomass was stable prior to the period under study. To reach steady-state conditions as starting point in the simulations, a previous long simulation was carried out for 60 days (approx. twice the SRT). Table 4.23 shows the results obtained after 60 days of steady-state simulation compared to the experimental initial values in the MBR system prior to the dynamic period evaluated in this study. A good agreement between experimental data and simulated steady-state starting point was obtained.

Table 4.23. Initial steady state conditions for the comparison of simulation results using different fractionation methods.

OUTPUT	UNITS	SIMULATED	REAL
TSS anoxic reactor	g/m ³	8760.00	8625.71
TSS aerobic reactor	g/m ³	8390.00	8583.45
TSS MBR	g/m ³	10410.00	10654.16
VSS anoxic reactor	g/m ³	6310.00	6469.29
VSS aerobic reactor	g/m ³	6040.00	6437.59
VSS MBR	g/m ³	7500.00	7990.62
Effluent COD concentration	g/m ³	105.69	93.02
Effluent nitrate concentration	g/m ³	15.96	6.20
Effluent ammonium concentration	g/m ³	0.20	0.38

Simulations using influent characterization data obtained with the above described fractionation methods were carried out for 90 days. Figure 4.61 shows the effluent COD concentrations obtained in the experimental system and the values obtained for each simulation. To determine the effluent COD fraction which is retained in the membrane, sludge supernatant COD has also been daily measured during this period. Both effluent COD concentration and supernatant COD concentration were stable during the experimental period with mean values of 15.7 ± 14.9 mg O₂/L and 118.3 ± 26.7 mg O₂/L, respectively.

The comparison of these values showed that the membrane retains up to 85 % of the supernatant COD due to the retention of organic molecules and colloids, mainly polysaccharides, protein and humic acids (Masse *et al.* 2006). Other authors such as Zheng and Liu (2006) or Shariati *et al.* (2013) obtained even higher differences between sludge supernatant and effluent COD concentrations in MBR systems. Recent works related to MBR modeling include model modifications to take it into account and to quantify the physical COD removal (Di Bella *et al.*, 2008, Hocaoglu *et al.*, 2013, Zuthi *et al.*, 2013). However, ASM3 (Gujer *et al.*, 1999) and traditional models included in WEST and other simulators do not include physical soluble COD retention in the membrane and for that reason, no fitting for effluent COD concentrations was observed between simulations with either the

respirometric fractionation methodologies or the WEST method (Figure 4.61) and the experimental values.

However, the fitting between the values obtained for sludge supernatant COD and those obtained by simulation with respirometric and WEST methods revealed that their S_I values could be considered correct. No statistically significant differences between methods 1, 2 and 3 are shown (Figure 4.62). The only method that obtained values similar to the experimental effluent COD concentration was method 4, because in this method S_I was assumed to be equal to the effluent COD. However, S_I is underestimated in this method as effluent COD does not take into account the S_I fraction retained in the membrane and, for that reason, other COD fractions such as S_S could be overestimated if they are calculated as the difference between soluble COD and S_I . No statistically significant differences were obtained among the results based on respirometric or WEST methods and the supernatant COD concentration, but simulations based on methods 2 and 3 resulted in higher COD concentrations because the influent S_S fraction is lower so, S_I fraction, calculated as the difference between soluble influent COD and S_S , is higher and, as this inert fraction goes across the process without being modified, the S_I concentration in the effluent is the same that the value calculated for the influent

It has been demonstrated that both physical-chemical and respirometric methods evaluated in this study result in wrong effluent COD predictions for MBR systems, although respirometric methods better predicts biological process.

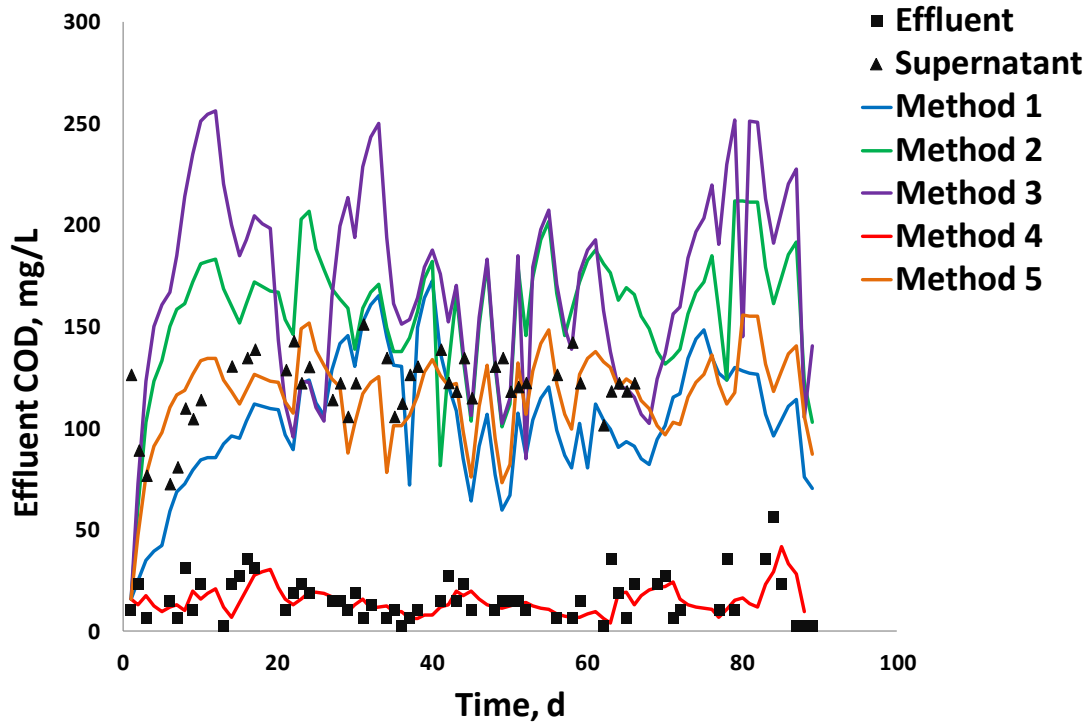


Figure 4.61. Experimental and simulated effluent COD concentrations.

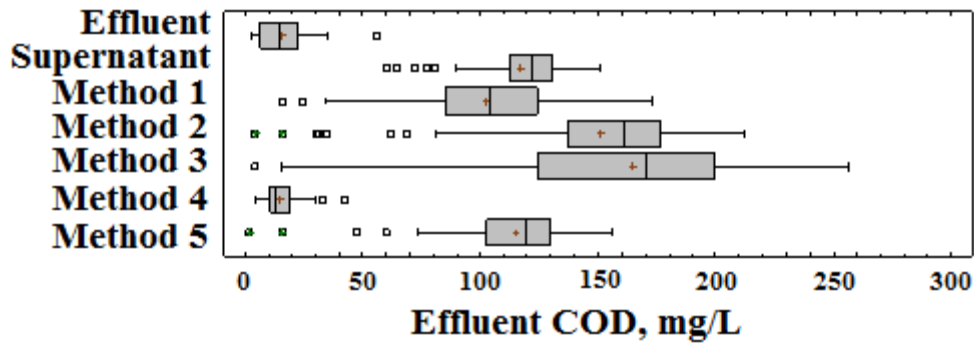


Figure 4.62. Statistical comparison of experimental and simulated effluent COD concentrations.

The fitting of each simulation has also been also evaluated using the root mean square error (RMSE) value for each output. Table 4.24 summarizes these results and it can be observed that, regarding the effluent COD concentration, the best fitting is that obtained using a physical-chemical method for influent COD

fractionation. However, as above mentioned, this is due to the fact that, in this method, S_f is supposed to be equal to the effluent COD but this is not a real assumption.

Table 4.24. RMSE values to evaluate the fittings of the simulation results based on different fractionation methods.

OUTPUT	FRACTIONATION METHOD					UNITS
	Method 1	Method 2	Method 3	Method 4	Method 5	
TSS anoxic	0.186	0.146	0.141	0.364	0.241	g/L
TSS aerobic	0.151	0.113	0.101	0.248	0.153	g/L
TSS MBR	0.159	0.125	0.112	0.252	0.151	g/L
Effluent COD	16.709	25.588	28.727	2.006	18.971	mg/L
Effluent S_{NH}	3.642	3.987	0.865	1.902	0.777	mg/L
Effluent S_{NO}	0.677	0.695	0.683	0.862	0.583	mg/L

On the other hand, excellent ammonium removal with effluent concentrations lower than 1.00 mg/L (Figure 4.63) was observed for all the simulations regardless of the methodology used for COD fractionation. In spite of the statistically significant differences observed (Figure 4.64), the low ammonium concentrations obtained in the effluent revealed that all five methodologies had similar results. Ammonium concentration in the effluent mainly depends on the SRT, the DO concentration and the ammonium loading in the influent (Wanner *et al.* 2005). In all these simulations, these inputs were constant, the first one was maintained at 35 d during the experimental period and the second one was maintained within a fixed range from 0.5 to 1.5 mg/L inside the bioreactor, which guarantees complete nitrification (Wanner *et al.* 2005) so, only unbioavailable ammonium leaks out of the system and it can be concluded that the selected influent COD fractionation methodology does not influence the nitrifying activity.

RMSE values for this output (Table 4.24) showed that the best fitting is reached when the influent fractionation is based on the theoretical methodology implemented in WEST (Method 5) or on method 3, which determines S_s using filtered influent previously flocculated. However, as the ammonium concentrations

in the effluent are so small in every simulation, differences are not really significant.

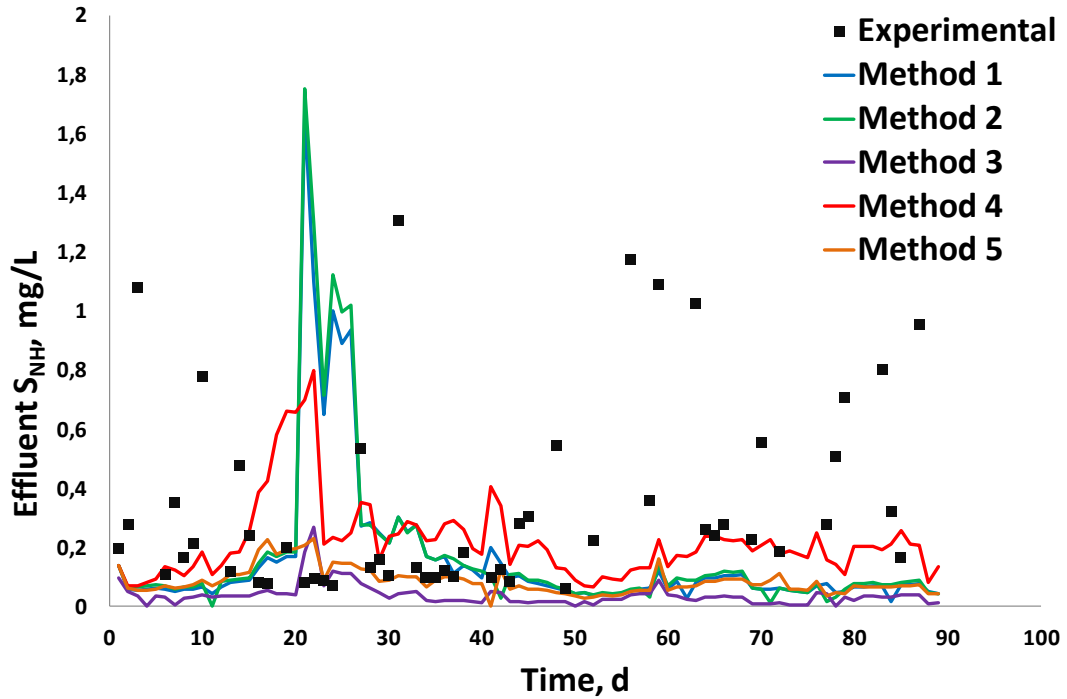


Figure 4.63. Experimental and simulated effluent ammonium concentrations.

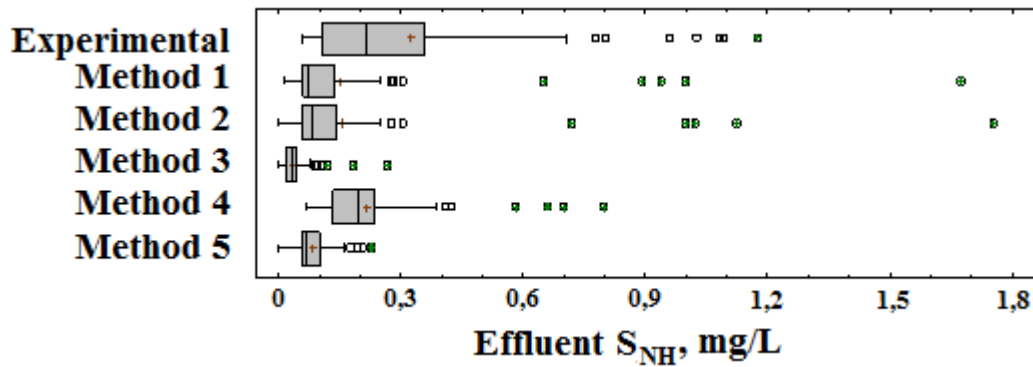


Figure 4.64. Statistical comparison of experimental and simulated effluent ammonium concentrations.

Regarding nitrate removal, it was limited in our system due to recirculation, which brings DO from the aerated MBR to the anoxic bioreactor, leading to a maximum removal yield of 80 %. This means that 20 % of the total nitrified nitrogen remained in the system, reaching nitrate concentrations higher than those allowed for discharge in the Spanish laws (R. D. 509/96). For simulations, different K_{La} values were considered for the anoxic, aerobic and membrane bioreactors in the MBR system (Table 4.20). To simulate cyclic aeration in the aerobic bioreactor, 0 and 160 h⁻¹ were selected for 5 and 8 minutes respectively using a timer to simulate blowers ON/OFF periods. A fixed value of 3 h⁻¹ was set for the anoxic reactor to simulate oxygen absence and 50 h⁻¹ was set to simulate aeration in the membrane bioreactor. The value for the anoxic bioreactor was fixed for all simulations and did not take into account the residual DO recirculated from the MBR, so, experimental DO concentrations in the anoxic bioreactor are higher than the simulated ones and experimental nitrate concentration is higher than the simulated concentrations (Figure 4.65) because denitrification is inhibited in the plant due to the presence of DO in the anoxic bioreactor.

As denitrification is highly dependent on S_S concentration (Knerr *et al.* 2011), effluent nitrate concentrations obtained in the simulation based on the physical-chemical fractionation method (Method 4), whose influent S_S concentration is higher, were lower than those obtained in the other simulations and lower than the maximum allowed concentration (R. D. 509/96). However, the differences with respect to the experimental data clearly showed that the S_S values obtained by method 4 were overestimated, as described previously.

Statistically, there are no significant differences among the results obtained in simulations based on respirometry or WEST calculations (Figure 4.66) and differences in RMSE values (Table 4.24) are low.

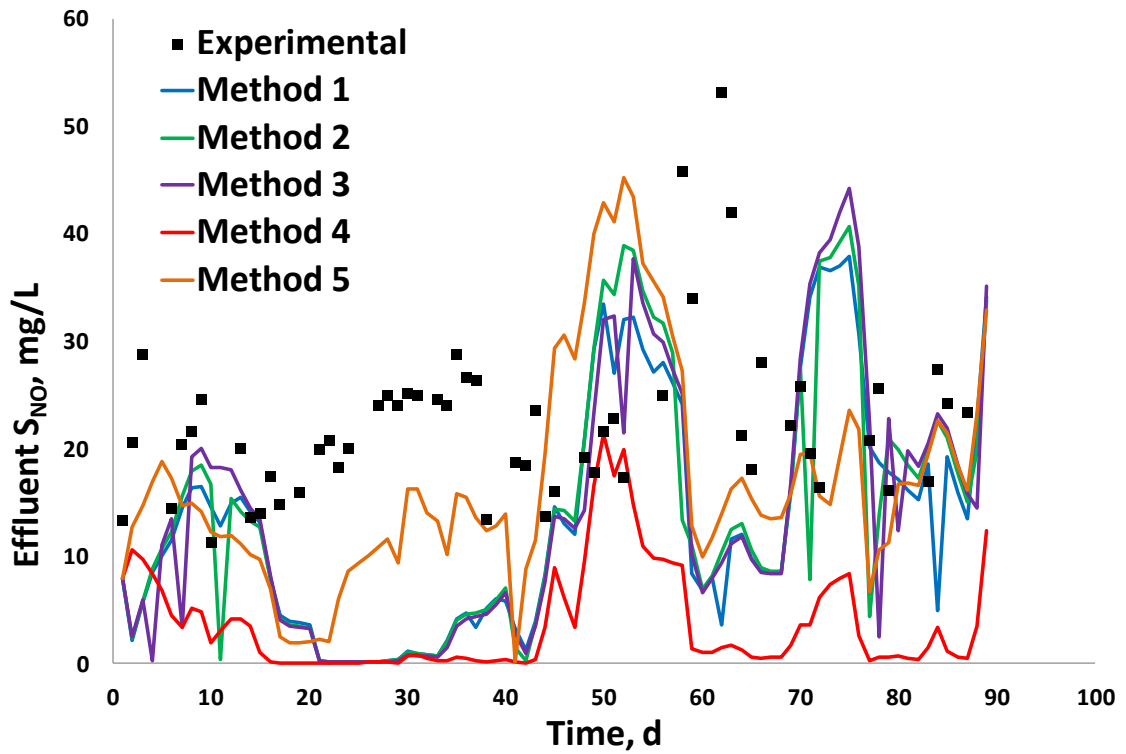


Figure 4.65. Experimental and simulated effluent nitrate concentrations.

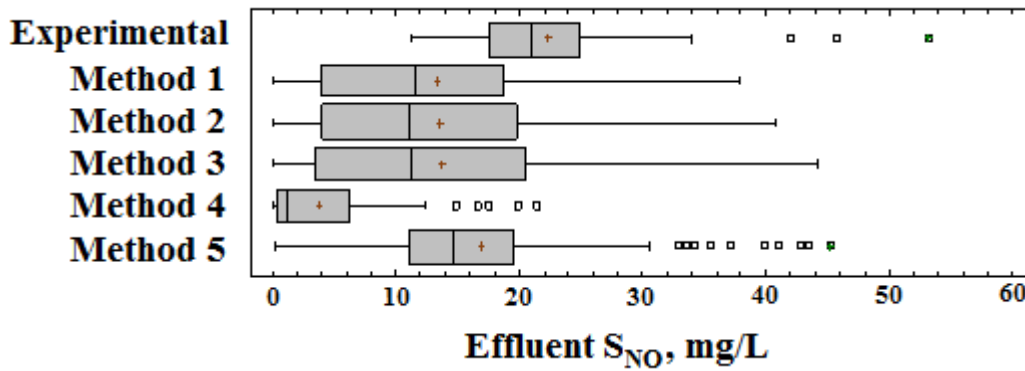


Figure 4.66. Statistical comparison of experimental and simulated effluent nitrate concentrations.

Finally, figure 4.67 shows the evolution of experimental and simulated TSS concentrations in each bioreactor (anoxic, aerobic and MBR). A similar evolution was observed for all simulations regardless of the bioreactor. TSS concentrations oscillated during the first 40 days of simulation, tending to become stable from then onwards, whereas experimental data were more or less stable throughout the experimental period, with values slightly higher in the membrane bioreactor (mean value of 9.70 ± 0.80 g/L) due to concentration by permeation and similar in the anoxic and aerobic bioreactors with mean values of 8.10 ± 0.90 and 7.90 ± 0.80 g/L, respectively. No differences were observed in the results of dynamic simulations during the first 40-50 days for all the respirometric methods used in this study, but after the 50th day, data obtained by simulation using different respirometric methods showed higher differences and although the results from the simulation whose influent was fractionated using $0.22 \mu\text{m}$ pore size filtration or flocculation prior to filtration better fitted the experimental data, all respirometric methods showed similar adjustment, with no statistically significant differences (Figure 4.68). Ginestet *et al.* (2002) concluded that a fraction which is considered inert in respirometric assays may in fact be biodegradable, specially when the activated sludge is from a MBR system operating at high SRTs (Fernández-Fontaina *et al.*, 2013) so, respirometric methods based on respirometry may overestimate X_I concentration. On the other hand, methods based on physical-chemical analyses and theoretical factors (WEST) underestimated them (Figure 4.67), because the simulated sludge production and the TSS concentration were mainly sensitive to the X_I concentration in the wastewater (Sperandio and Espinosa, 2008), which was underestimated in methods 4 and 5.

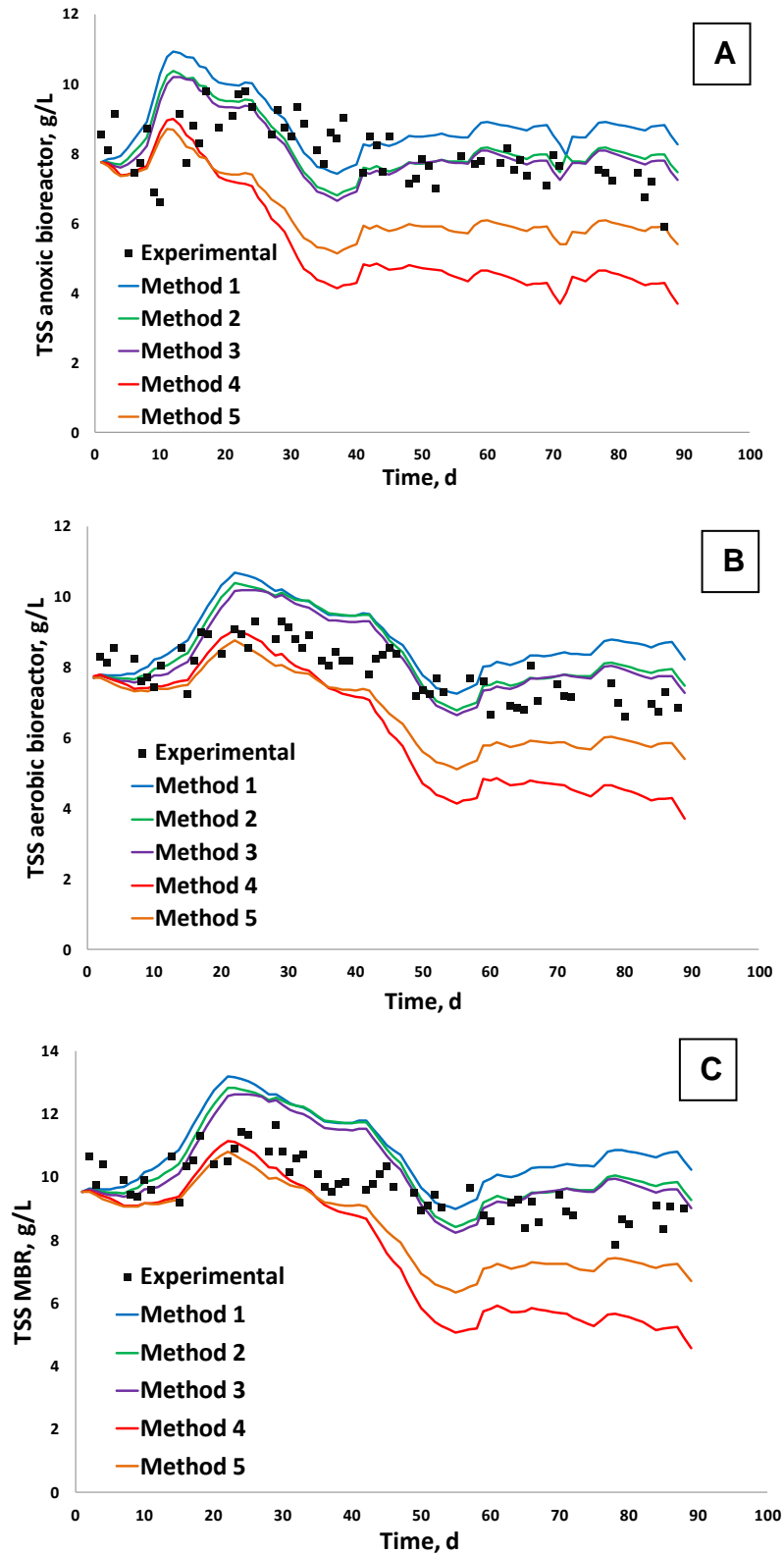


Figure 4.67. Experimental and simulated TSS concentrations inside the anoxic bioreactor (A), the aerobic bioreactor (B) and the MBR (C).

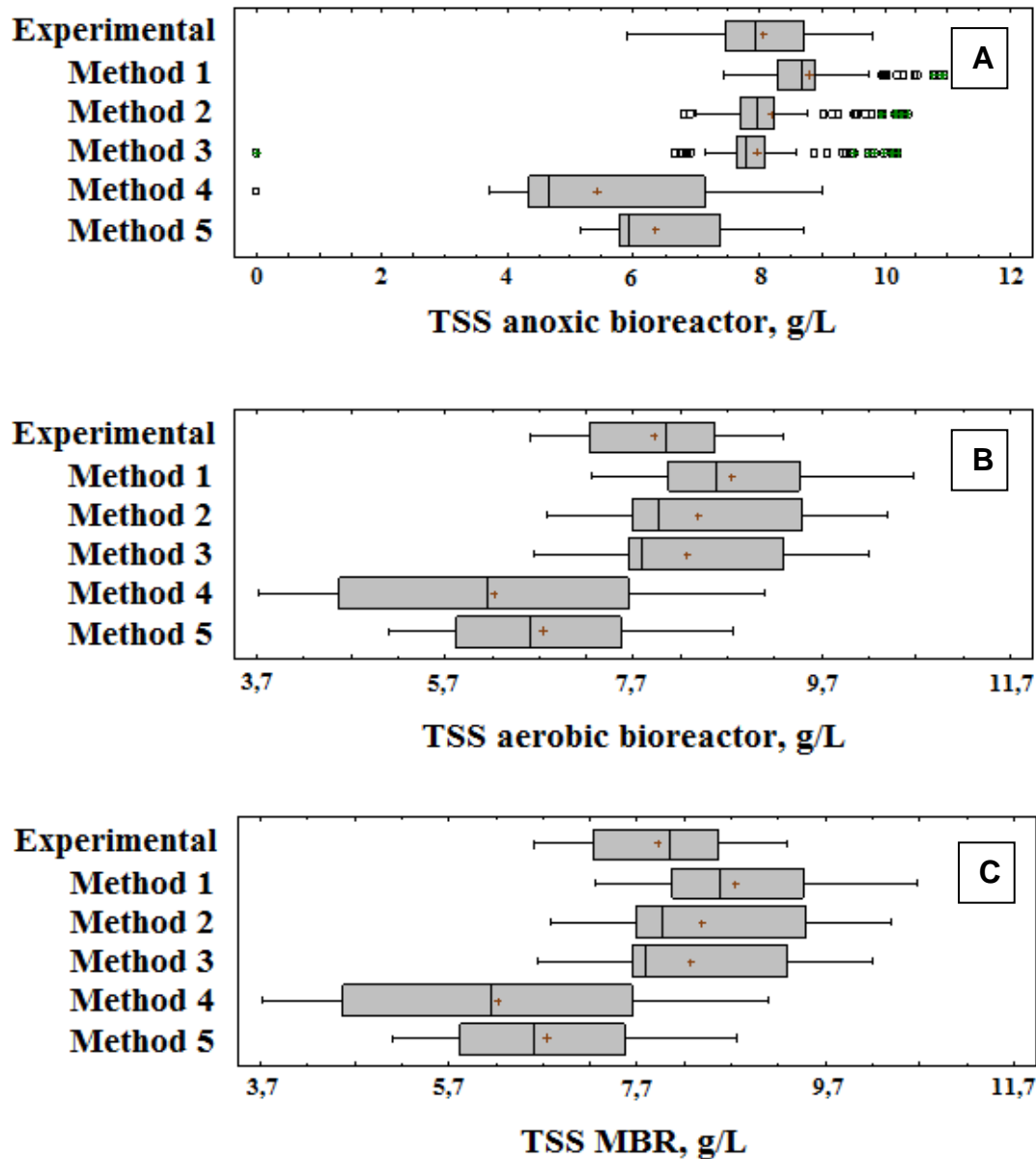


Figure 4.68. Statistical comparison of experimental and simulated TSS concentrations inside the anoxic bioreactor (A), the aerobic bioreactor (B) and the MBR (C).

With these results, it has been checked the importance of a correct estimation of the influent COD fractions and their influence over the system calibration and the simulation results. Due to the high diversity of influent fractionation methodologies found in literature and the variability of their results, not only

model parameters need to be calibrated during the calibration step but also the influent need to be correctly characterized to improve simulation results and minimize calibration efforts. In comparison with physical-chemical or theoretical methods, influent characterization methods based on respirometric techniques better fits the influent COD fractions, but differences due to the selected pore size to separate soluble fraction or to the addition of previous influent flocculation are not significant.

4.3.1.2. Duration and sampling frequency of the intensive influent characterization for dynamic model calibration

The absence of a standardized calibration protocol is not only applicable to the influent fractionation methodology as previously mentioned, but also to the conditions of intensive sampling periods (duration and sampling frequency) required to get a correct description of the influent dynamic profile (Hulsbeek *et al.*, 2002). When a new WWTP is designed, there is no available data related to the influent characterization or to the operational parameters so, an initial intensive data collection is required for model calibration and plant simulations. As required data are usually obtained from expensive and time consuming laboratory experiments, the optimization of the sampling frequency for dynamic calibration is nowadays gaining attention. Cierkens *et al.* (2012) evaluated the impact of influent data frequency over the calibration and the uncertainties of the simulation results, and they stated that if the frequency is too low, output uncertainties might be higher due to the lost of information regarding punctual peaks during the sampling period. On the other hand, authors such as Ostace *et al.* (2013) simulated a WWTP to check several control systems using a dynamic influent profile obtained during 14 days and a sampling frequency of 15 minutes, which is not economically viable for research purposes.

In this sense, dynamic simulations of a particular system have been carried out based on different data collection protocols to characterize the influent dynamic

profile. Firstly, the system has been simulated using influent data obtained for a period of 15 days and samples taken daily. Two days in which samples were taken hourly have been included to determine the influent daily profile which has been later applied to the other days of the period. This type of influent characterization was proposed by the BioMath research group, who also published their own calibration protocol (Vanrolleghem *et al.*, 2003). Secondly, the same system has been simulated using influent data collected during a dynamic period of 30 days and a sampling frequency of 5 hours, according to the recommendations of the WERF calibration protocol (Melcer *et al.*, 2003). Simulation results were compared with the experimental values to check the best option and they were also compared with the results obtained when non-intensive daily sampling data were used for influent characterization, in order to check if simulations may be successfully carried out using a minimum non-intensive sampling frequency.

Figure 4.69 shows the data profile used to characterize the influent during the 15 days period. These data were determined applying the hourly coefficient calculated from the 24 hours intensive samplings to the daily COD concentration of 24 hours composed samples. On the other hand, figure 4.70 shows the influent characterization during the same period based on daily composed samples. Comparing these figures, it can be observed that in both cases, the profile is similar, but in case the characterization is intensive and it is based on hourly data, the profile peaks become more pronounced. Although there are no statistical significant differences neither for influent TSS concentration (p-value 0.8365), nor for COD concentrations (p-value 0.5131 for total COD and p-value 0.4879 for soluble COD), intensive sampling provides more information about the maximum and minimum values. However, it is still necessary to determine if this information is able to improve simulation predictions or if, on the contrary, there are no reasons for spending more human and technical resources increasing the number of analyses carried out in the laboratory for the characterization of the influent dynamic profile.

A remarkable disadvantage when the data profile collected during 24 hours are extrapolated to the other days is that if occasional peaks or undesired discharges occur during this day, these variations are also extrapolated to the rest of the period. In this study, as two days were intensively analyzed, the first day was extrapolated to the first week and the second one was extrapolated to the second week of the 15 days period. The last one showed a higher data variability.

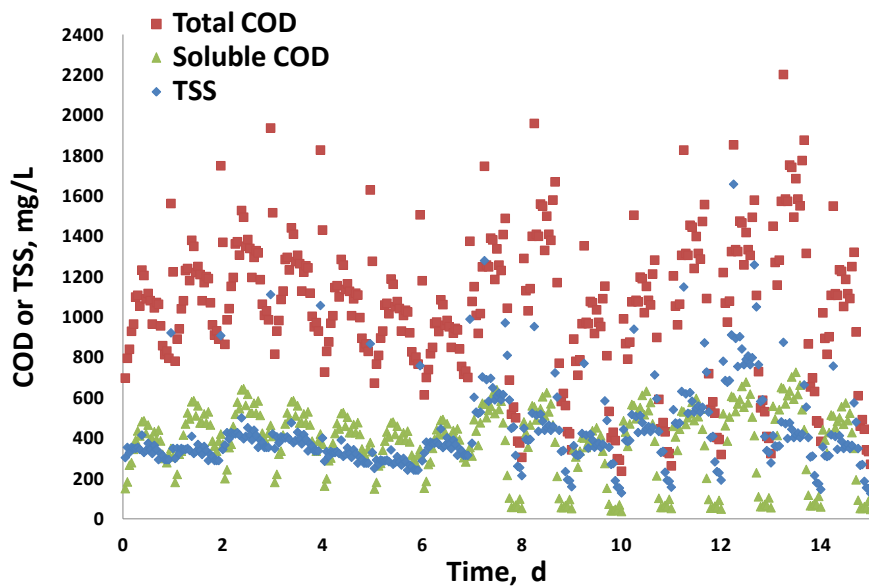


Figure 4.69. Hourly intensive influent characterization during 15 days.

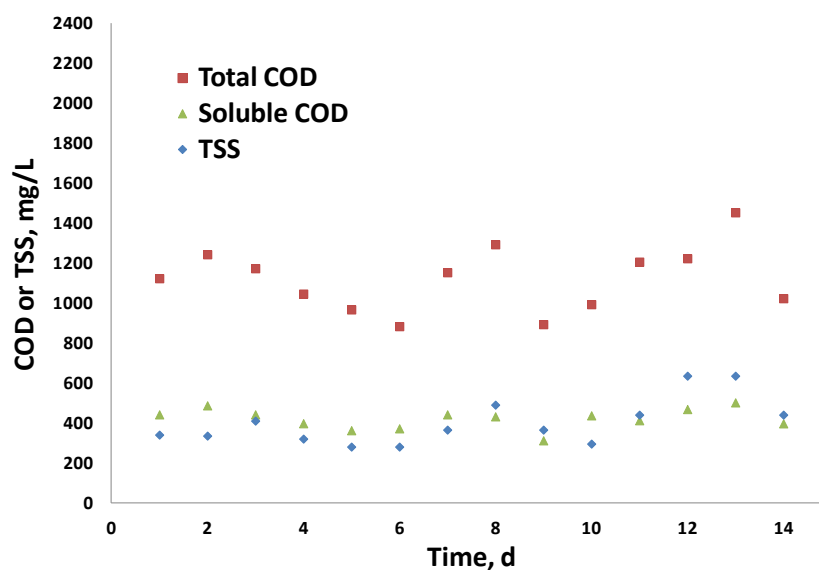


Figure 4.70. Daily non-intensive influent characterization during 15 days.

In the same way, figure 4.71 shows the intensive data for influent characterization during the 30 days period in which samples were taken every 5 hours and figure 4.72 shows the daily non-intensive data for influent characterization during the same period. Both profiles also show similar trends regardless of the sampling frequency, with no statistical significant differences regarding influent TSS concentration (p-value 0.6381) or COD concentrations (p-values 0.4800 for the total COD and 0.3631 for the soluble COD).

If the previous hourly influent characterization and the influent characterization based on samples taken every 5 hours are compared, it can be seen that the first one gives a clearer data profile where peaks and variations are easily observed, but these results are in fact not real as the profiles obtained for a few days are extrapolated to the others and they do not really represent influent dynamic that may be completely different from one day to the next one.

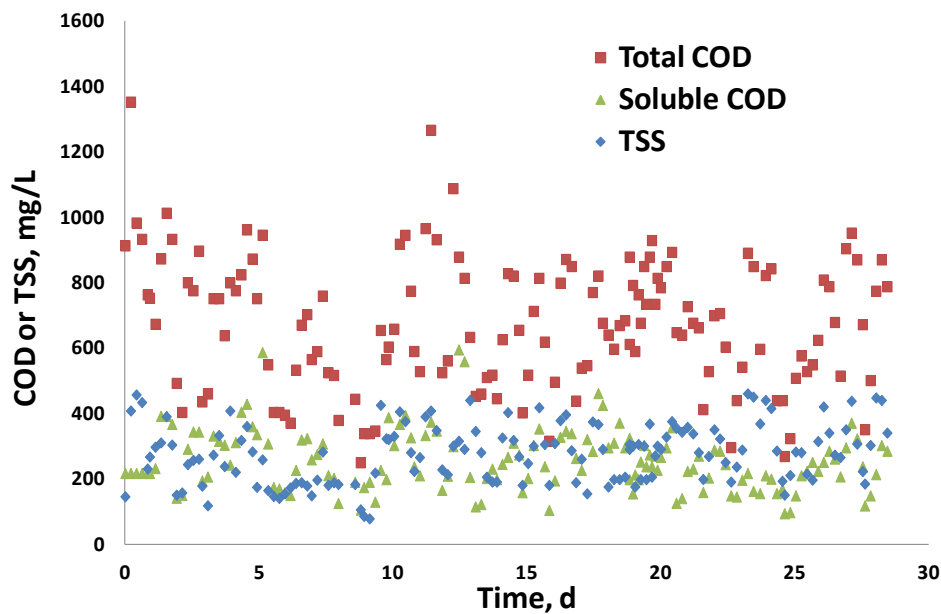


Figure 4.71. Intensive influent characterization every 5 hours during 30 days.

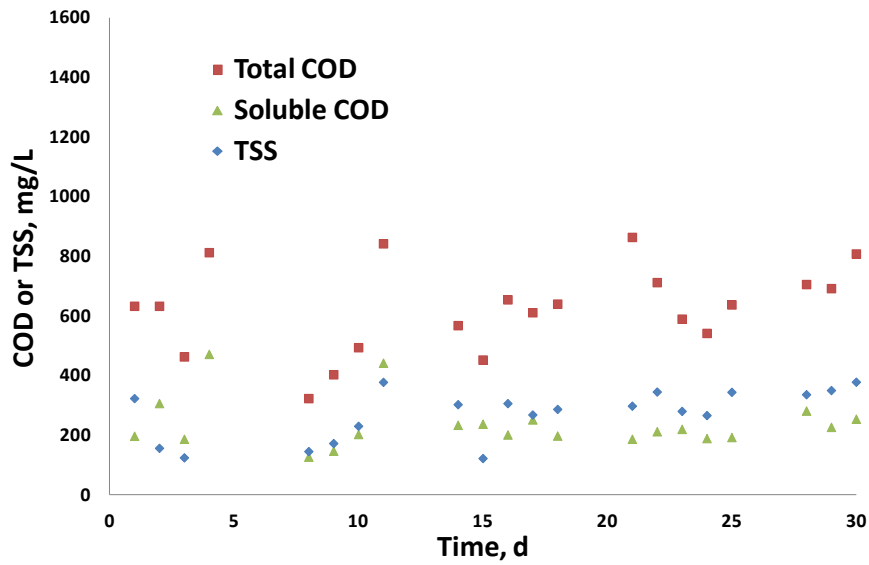


Figure 4.72. Daily non-intensive influent characterization during 30 days.

Figure 4.73 shows the experimental results for the TSS concentrations inside each bioreactor of the plant and the simulation results based both on the intensive and the non-intensive influent characterization for the evaluated period of 15 days. It shows that the simulation results during the first days are practically identical regardless of the influent sampling frequency. However, higher differences are observed with time. On the other hand, according to the RMSE values (Table 4.25), experimental results are in general more similar to those obtained when intensive influent data are used for the simulation.

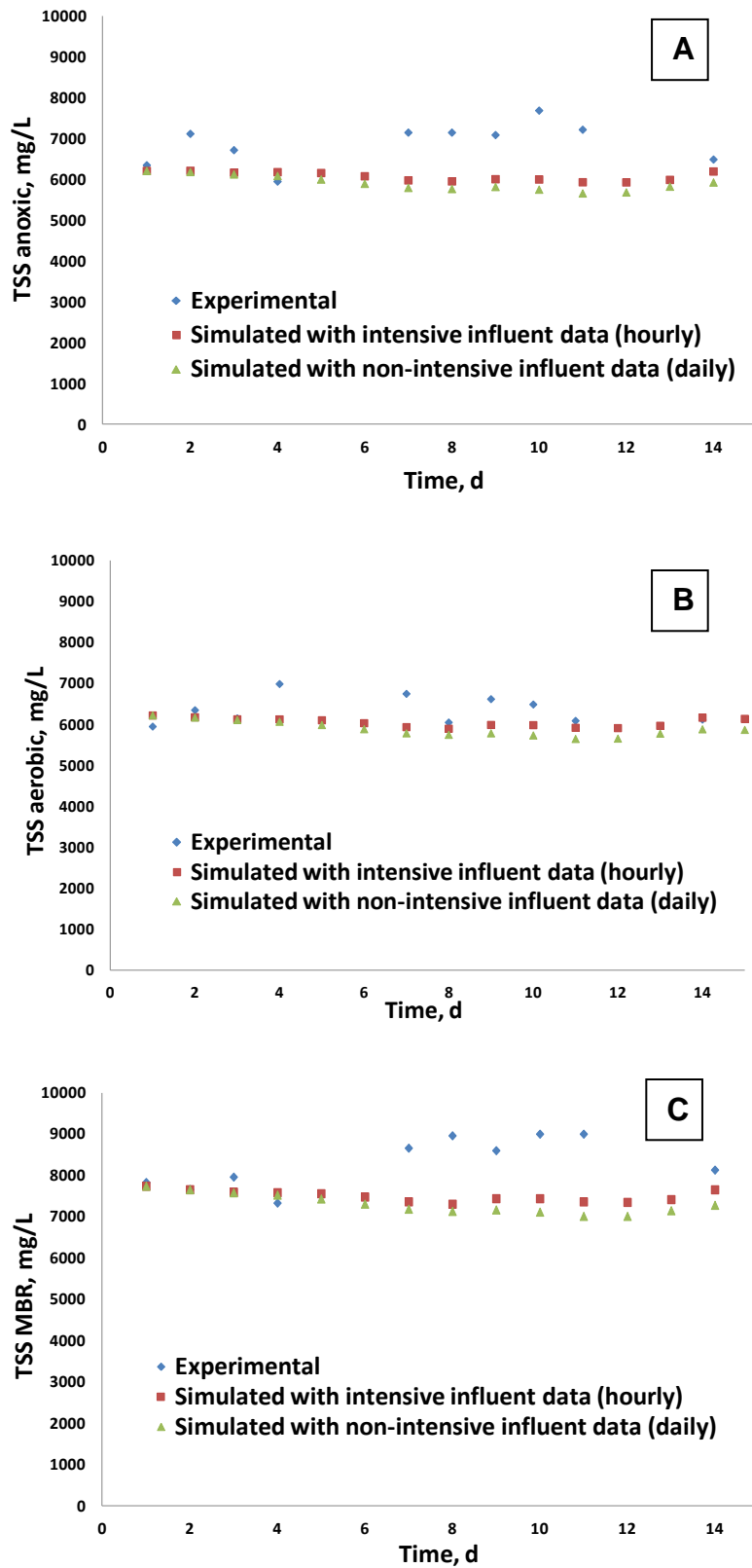


Figure 4.73. TSS concentrations inside the anoxic bioreactor (A), the aerobic bioreactor (B) and the MBR (C) during 15 days.

Table 4.25. RMSE values to evaluate influent characterization sampling frequency.

VARIABLE	15 DAYS PERIOD		30 DAYS PERIOD		UNITS
	RMSE INTENSIVE DATA (HOURLY)	RMSE NON-INTENSIVE DATA (DAILY)	RMSE INTENSIVE DATA (EVERY 5 HOURS)	RMSE NON-INTENSIVE DATA (DAILY)	
TSS anoxic	0.136	0.157	0.139	0.195	mg/L
TSS aerobic	0.070	0.089	0.073	0.058	mg/L
TSS MBR	0.121	0.143	0.147	0.154	mg/L
Effluent COD	2.456	2.899	2.091	2.103	mg/L

On the other hand, TSS concentrations for the period of 30 days are shown in figure 4.74, where it can be observed that when intensive data every 5 hours are used for simulation, TSS concentrations are slightly higher than in case non-intensive data are used. In this period, the best fitting regarding TSS concentrations is obtained for the aerobic bioreactor (Figure 4.74-B), whereas for the anoxic bioreactor (Figure 4.74-A) and for the MBR (Figure 4.74-C), simulated TSS concentrations are lower than the experimental ones both when using intensive and non-intensive influent data. According to the similar RMSE values obtained for aerobic bioreactor and MBR TSS concentrations (Table 4.25), low differences depending on the influent sampling frequency were obtained. The only bioreactor which showed higher differences is the anoxic one, probably due to the fact that influent enters the plant via this bioreactor and it is the most sensitive to the influent variations.

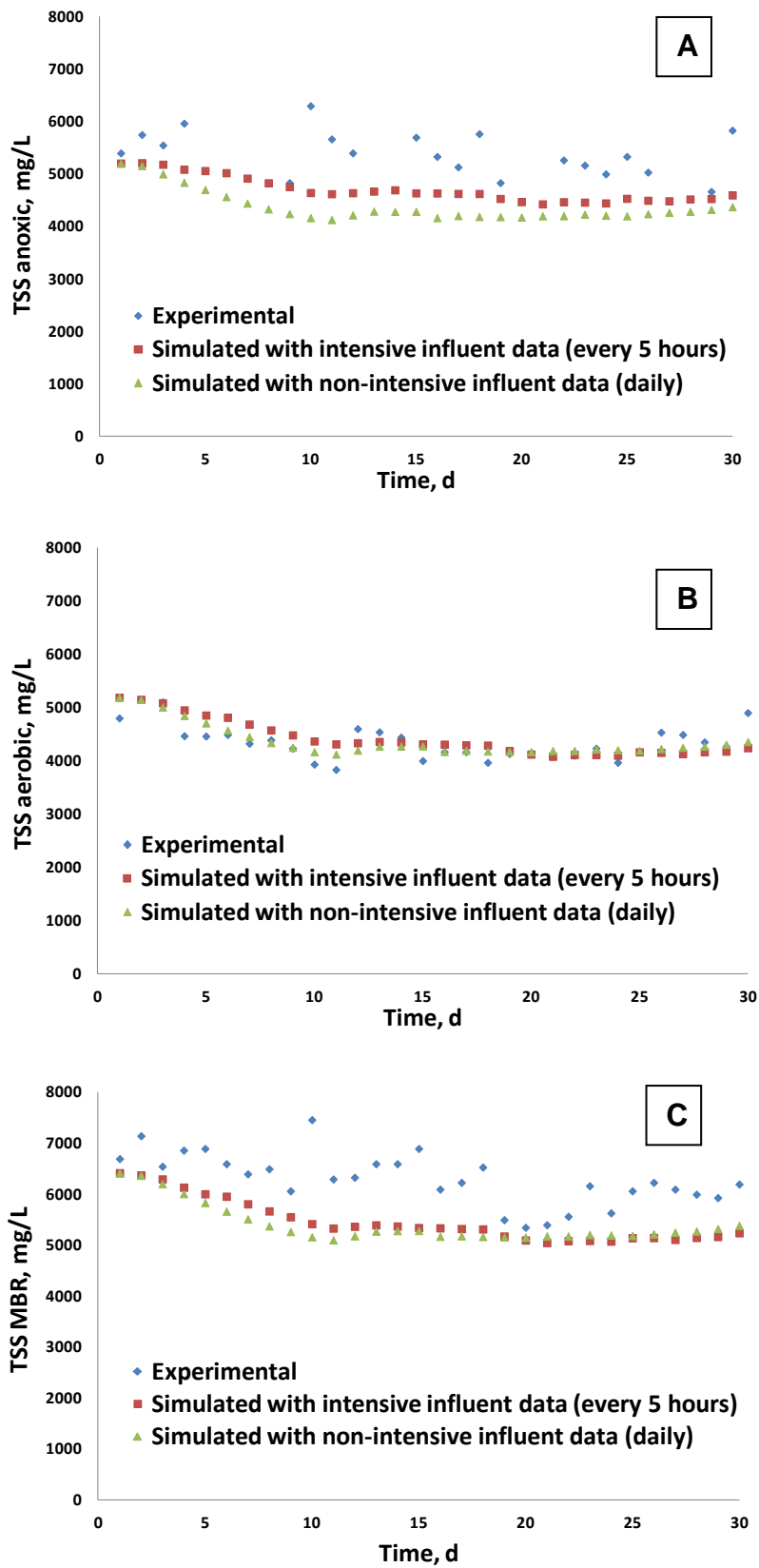


Figure 4.74. TSS concentrations inside the anoxic bioreactor (A), the aerobic bioreactor (B) and the MBR (C) during 30 days.

Influence of the sampling frequency over the effluent COD concentration was also evaluated both for the 15 days period (Figure 4.75) and for the 30 days period (Figure 4.76), but differences when intensive and non-intensive influent data are used for simulation did not showed a significant effect over the simulation results (Table 4.25). In both cases, it was observed that biodegradable soluble COD which enters the system is completely degraded and as there is no particulate matter in the effluent of MBR systems, the effluent COD is only composed by the inert soluble COD fraction of the influent, which depends on the influent fractionation methodology but not on the sampling frequency. In both periods, influent fractionation was based on respirometric assays with influent filtered through 0.45 μm pore size filters and, as previously mentioned, soluble inert fraction is overestimated when this methodology is used. Moreover, WEST does not take into account the fraction of S_I which is retained in the membrane and, for these reasons, simulated effluent COD concentrations are excessively high compared with the experimental ones.

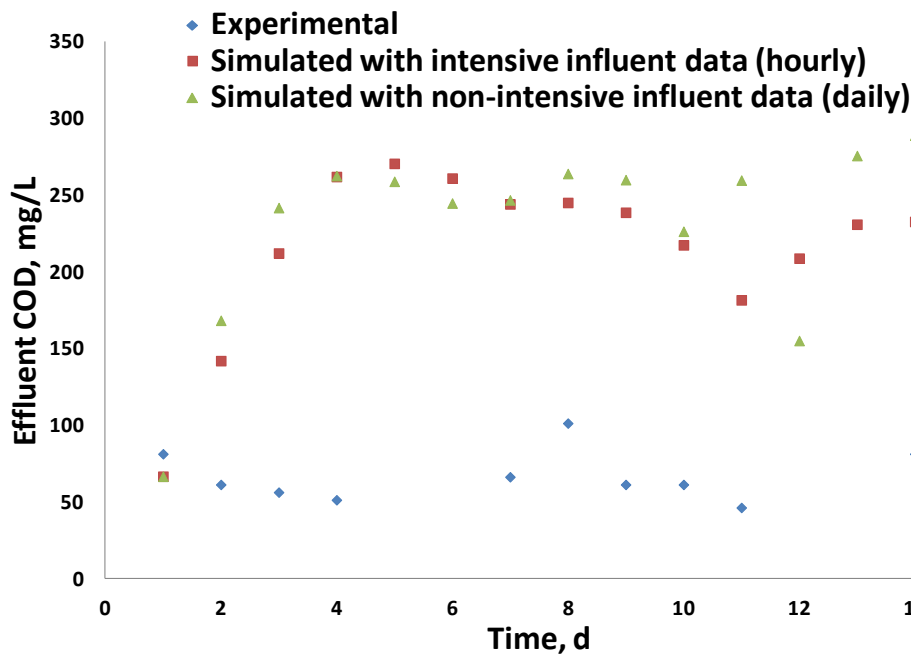


Figure 4.75. Effluent COD concentration during 15 days.

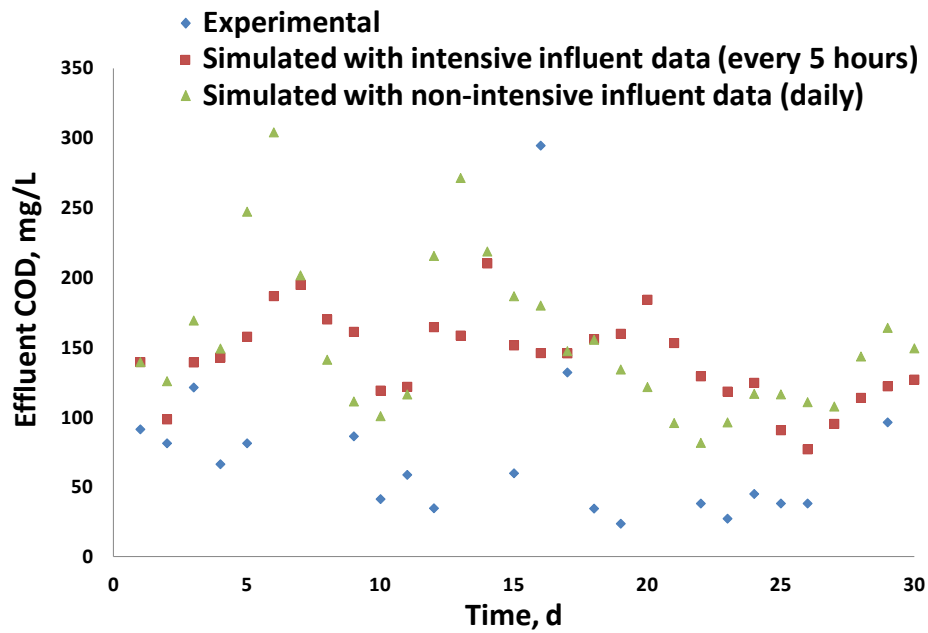


Figure 4.76. Effluent COD concentration during 30 days.

During these periods, experimental data of nitrogen compounds effluent concentrations were not available and the evaluation of the predictions accuracy was not possible. However, simulated values showed similar results regardless the influent sampling frequency both for 15 days (Figure 4.77) and for 30 days (Figure 4.78).

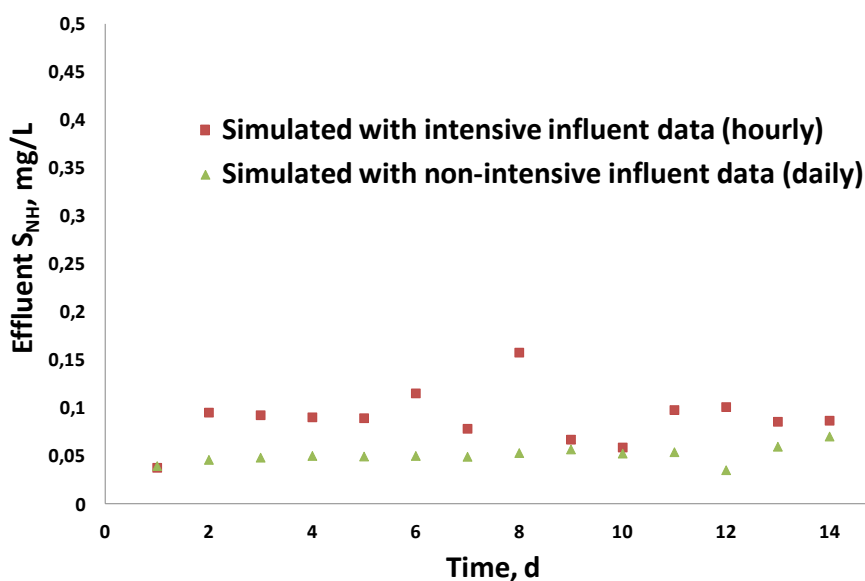


Figure 4.77. Effluent ammonium concentration during 15 days.

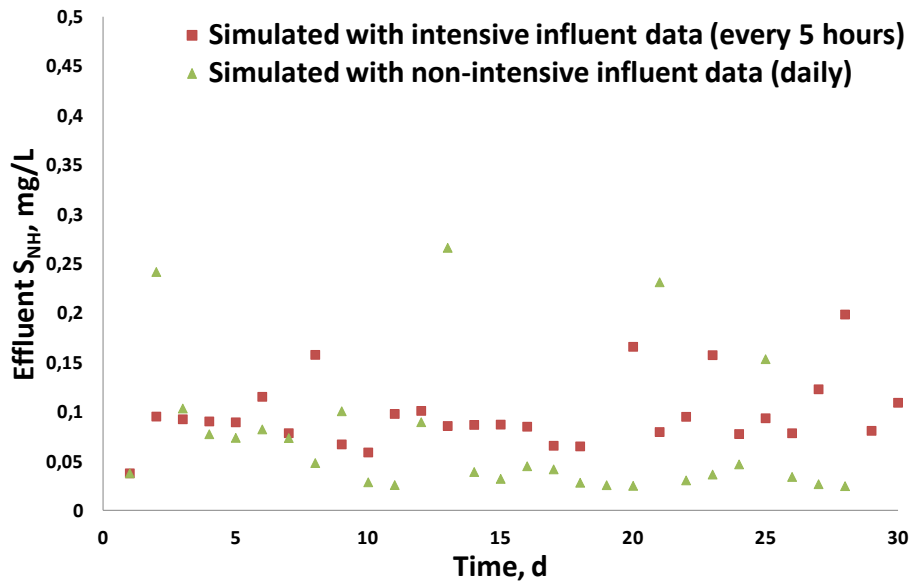


Figure 4.78. Effluent ammonium concentration during 30 days.

In general, according to the RMSE values (Table 4.25), results showed that although the best fitting is obtained when hourly intensive influent characterization is carried out, even if data are not real but extrapolated from a single intensively characterized day, no significant differences depending on the influent sampling frequency are obtained. It can also be stated that, in practice, experimental plants simulations and/or evaluation of design alternatives do not require a more exhaustive influent characterization and just in case the purpose of the study demand more accurate predictions, it is worthwhile to face the cost and time requirements derived from an intensive influent characterization.

The practical application of these results is that as model calibration is a time-consuming and complicated task which is always required for a suitable simulation of a particular system, reducing the number of laboratory analyses for influent characterization and/or for model parameters estimation while maintaining predictions accuracy, might be not only useful but also necessary in some cases in which human and technical resources availability are limited.

4.3.2. Calibration of kinetic and stoichiometric parameters using respirometric techniques

Experiences in model calibration have demonstrated that the number of parameters which need to be calibrated is usually small (Xu and Hultman, 1996; Nuhoglu *et al.*, 2005; Fall *et al.*, 2009; Liwarska-Bizukojc *et al.*, 2011; Hauduc *et al.*, 2011) and sometimes it is even zero in those cases in which the predictions are good enough using default values (Galleguillos *et al.*, 2011). The selection of those parameters which are being calibrated is not easy and it requires a wide knowledge of the process. For that reason, calibration is frequently based on a previous sensitivity analysis (Machado *et al.*, 2009), which provides information regarding the most influential parameters. In this case, sensitivity analyses carried out in chapter 4.2.2 revealed that the most influential parameters related to the heterotrophic biomass are: decay coefficient (b_{H,O_2}) and biomass yield (Y_H), so, calibration has been focused on the respirometric estimation of these parameters. Previous works (Ruiz *et al.*, 2011) showed that these parameters do not vary depending on the membrane technology (MF or UF), but in this chapter the influence of several operational conditions such as SRT, HRT, temperature, organic loading and aerobic bioreactor height is evaluated.

In practice, if operational conditions are modified, a new calibration might be necessary even if the model parameters have been previously calibrated (Jeppsson, 1996; Martin and Ayesa, 2010), so, if the same values of these parameters are used for simulations when the system operates at different conditions, it might result in wrong and non-realistic predictions (Vanrolleghem *et al.*, 2003).

In the last decades, several studies regarding the effect of operational parameters such as organic loading (Stephenson *et al.*, 2000; Ren *et al.*, 2005), HRT (Ren *et al.*, 2005b; Chen *et al.*, 2009) or SRT (Huang *et al.*, 2001; Ng and Hermanowicz, 2005; Teck *et al.*, 2009) over the performance of experimental MBR systems have been published, but studies which evaluate the values for kinetic and stoichiometric

model parameters applied to these systems are still scarce (Kurian *et al.*, 2006; Al-Malack, 2006; Baek *et al.*, 2009; Xue *et al.*, 2011), as research regarding MBR systems is mainly focused on membrane permeability (Meng *et al.*, 2009; Patsios *et al.*, 2010; Fenu *et al.*, 2010; Tian and Su, 2012), instead of on biological issues.

4.3.2.1. Heterotrophic biomass decay coefficient ($b_{H\ O_2}$)

The characterization of this parameter is extremely important to get a correct prediction of sludge production and oxygen requirements and it is usually included in the rankings of sensitivity analyses found in literature, both for conventional and for MBR systems (see tables from 4.13 to 4.19 in chapter 4.2.2).

Figure 4.79 shows the $b_{H\ O_2}$ results for both MBR systems (MF and UF) operating at different conditions. During the research period, $b_{H\ O_2}$ took values from 0.019 to 0.524 d⁻¹ for the UF plant and from 0.0088 to 0.583 d⁻¹ for the MF plant, with no statistical significant differences (p-value 0.7236).

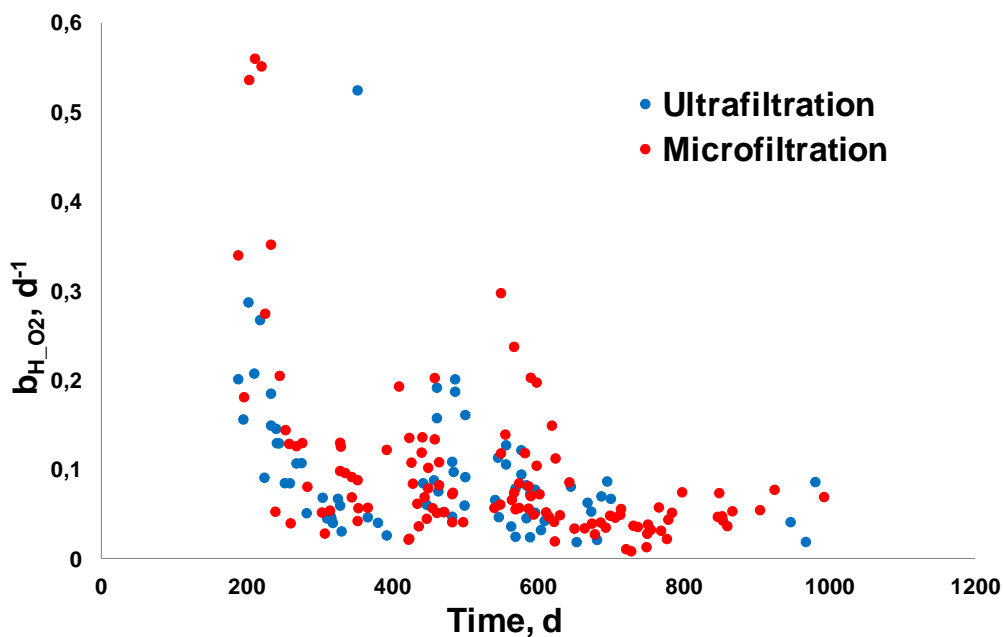


Figure 4.79. Temporary evolution of $b_{H\ O_2}$.

These values are similar to those published by other authors for MBR systems (Avcioglu *et al.*, 1998; Al-Malack *et al.*, 2005; Jiang *et al.*, 2005; Teck *et al.*, 2008) and they also agree with results obtained for conventional systems (Ekama and Wentzel, 2008; Troiani *et al.*, 2011). However, the wide range of these results for both systems indicates a great variability of this parameter.

Table 4.26 summarizes the values found in literature for this parameter. These values are in a range from 0.026 d^{-1} , obtained by Al-Malack *et al.* (2006) for a MBR system to 0.99 d^{-1} , obtained by Mannina *et al.* (2011), who calibrated a modified ASM1 also for a MBR system. Although values obtained for MBR systems were in some cases higher than those determined for conventional systems (Mannina *et al.*, 2011; Sabia *et al.*, 2013), the trends in this sense are not clear and other authors such as Al-Malack *et al.* (2006), Fernández-Fontaina *et al.* (2013) or Wang *et al.* (2013) determined b_{H, O_2} values for MBR systems in the same range that those obtained for conventional systems. b_{H, O_2} also depends on the model which is being calibrated and higher values are usually obtained for ASM1 based on the death-regeneration concept (Henze *et al.*, 1987; Jeppsson, 1996).

One of the most complete studies about this parameter is that carried out by Avcioglu *et al.* (1998), who summarize values for b_{H, O_2} collected from 1983 to 1995. These values ranged from 0.05 to 0.25 d^{-1} and variability was partially attributed to wastewater variations and to analytical limitations due to the decreasing biomass activity during the respirometric assay.

Table 4.26. $b_{H,02}$ values found in literature.

PARAMETER	VALUE	UNITS	SOURCE	MODEL	SYSTEM
$b_{H,02}$	0.1896	d ⁻¹	Plazi et al. (1999)	ASM1	CAS
$b_{H,02}$	0.3	d ⁻¹	Koch et al. (2000)	ASM3	CAS
$b_{H,02}$	0.22	d ⁻¹	Lu et al. (2001)	Developed by the authors	MBR
$b_{H,02}$	0.62 (0.05-1.6)	d ⁻¹	Hulsbeek et al. (2002)	ASM1	CAS
$b_{H,02}$	0.2	d ⁻¹	Orhon and Okutman (2003)	Modified ASM1	MBR
$b_{H,02}$	0.25	d ⁻¹	Jiang et al. (2005)	ASM1	MBR
$b_{H,02}$	0.026 – 0.151	d ⁻¹	Al-Malack et al. (2006)	Unknown	MBR
$b_{H,02}$	0.19 (0.05-0.7)	d ⁻¹	Di Bella et al. (2008)	Modified	MBR
$b_{H,02}$	0.24	d ⁻¹	Sarioglu et al. (2008)	Modified ASM1	MBR
$b_{H,02}$	0.22	d ⁻¹	Baek et al. (2009)	ASM1	MBR
$b_{H,02}$	0.07	d ⁻¹	Okutman (2010)	ASM3	CAS
$b_{H,02}$	0.16	d ⁻¹	Hocaoglu et al. (2011)	Modified ASM1	MBR
$b_{H,02}$	0.8	d ⁻¹	Liwarska-Bizukojc et al. (2011)	BioWin AS/AD	CAS
$b_{H,02}$	0.99 (0.05-1.6)	d ⁻¹	Mannina et al. (2011)	ASM1+SMP	MBR
$b_{H,02}$	0.09 (0.06-0.10)	d ⁻¹	Troiani et al. (2011)	Unknown	CAS
$b_{H,02}$	0.25	d ⁻¹	Chen et al. (2012)	ASM3	MBR
$b_{H,02}$	0.185	d ⁻¹	Williams et al. (2012)	Developed by the authors	MBR
$b_{H,02}$	0.16	d ⁻¹	Hocaoglu et al. (2013)	Modified ASM1	MBR
$b_{H,02}$	0.35	d ⁻¹	Sabia et al. (2013)	Unknown	MBR
$b_{H,02}$	0.31	d ⁻¹	Sabia et al. (2013)	Unknown	MBR
$b_{H,02}$	0.55	d ⁻¹	Sabia et al. (2013)	Unknown	MBR
$b_{H,02}$	0.42	d ⁻¹	Sabia et al. (2013)	Unknown	MBR
$b_{H,02}$	0.129 (0.06-0.15)	d ⁻¹	Wang et al. (2013)	Unknown	MBR

Figure 4.80 shows the box and whiskers diagram for $b_{H,02}$, where the phases in which the research period has been divided according to the operational conditions are statistically compared. It can be observed that two phases, namely 4 and 20, are significantly different to the others. Phase 20 corresponds to the start-up period of the MF plant and its performance was not still stable. Phase 4 corresponds to the same period of time but it is related to the UF plant, so, it can be stated that differences are not only due to the start-up instabilities but also to a common factor for both plants. Daily analytical experiments to determine activated sludge TSS and influent COD concentrations demonstrated that, during this period, an abrupt increase in the biomass growth due to high influent COD concentrations took place. These abrupt and punctual changes forced the biomass to adapt to the new conditions modifying their biological activity (Jeppsson *et al.*, 1996; Ahmed and Lan, 2012).

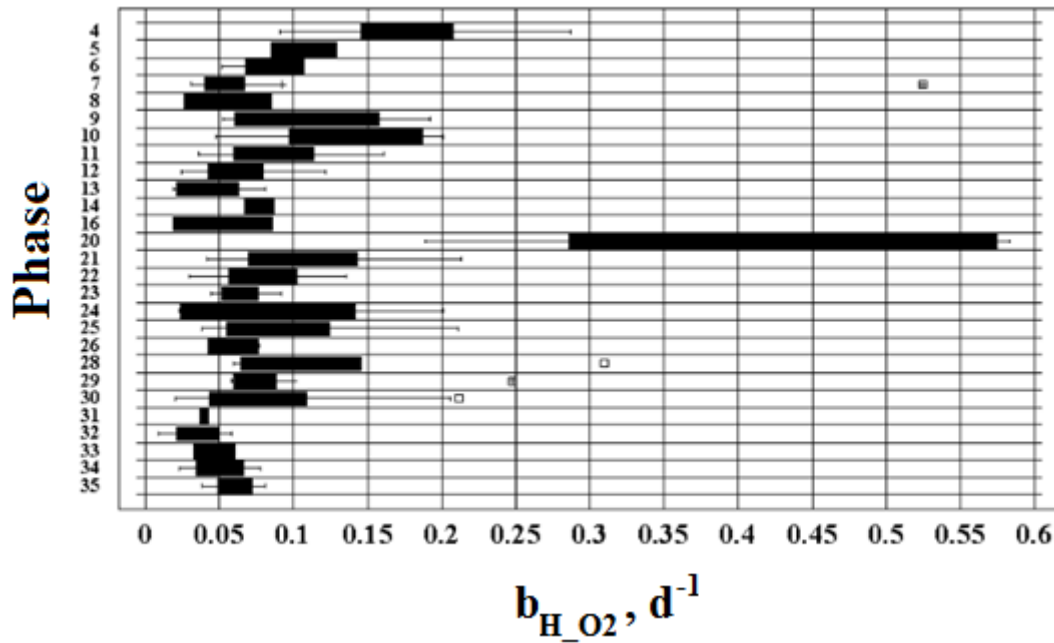


Figure 4.80. Box and whiskers diagram for $b_{H_{O_2}}$.

The multiple range test (MRT) was also carried out and the results are summarized in table 4.27. 61 pairs and 5 homogeneous groups with statistical significant differences were identified at a confidence level of 95 %.

It can be observed that phases 28 and 32 also showed statistically significant differences compared with the other phases. On the one hand, phase 28 variations are due to the fact that this phase corresponds to the modification of the aerobic bioreactor length in the MF plant, which increased from 3.75 to 5.00 m, so increasing the volume of the system and subsequently decreasing the oxygen transfer and diluting activated sludge concentrations so, making the contact between those species involved in the biological processes difficult and promoting biomass decay (Wang *et al.*, 2013b). On the other hand, phase 32 is characterized by the temperature increase in MF plant, which changed from values lower than 15 °C to values in a range from 15 to 20 °C. Besides the influence of the temperature over this parameter, during this phase, analytical laboratory results showed that substrate availability was limited (abrupt decrease in influent COD concentration) and consequently, the heterotrophic biomass concentration able to reach

endogenous state also decreased due to famine conditions (Drews and Kraume, 2005).

Table 4.27. Statistical analysis for $b_{H_2O_2}$.

PHASE	h, m	SRT, d	HRT, h	T, °C	COV, kg COD/d m ³	Homogeneous groups
1	3.75	20	40	15-20	0.4	
2	3.75	20	40	20-25	0.4	
3	3.75	20	40	> 25	0.4	
4	3.75	20	40	20-25	0.5	d
5	3.75	20	35	20-25	0.5	a b c d
6	3.75	20	35	15-20	0.5	a b c
7	3.75	20	35	< 15	0.5	b c
8	3.75	35	35	20-25	1.1	a b c
9	3.75	35	35	> 25	1.1	b c
10	3.75	35	32	> 25	1.1	b c d
11	3.75	35	32	> 25	0.9	a b c
12	3.75	35	32	20-25	0.9	a b
13	3.75	16	32	15-20	0.9	a b
14	3.75	16	32	< 15	0.9	a b c
15	2.5	40	35	> 25	0.4	
16	2.5	40	35	20-25	0.4	a b c
17	2.5	35	35	15-20	0.75	
18	2.5	16	23	< 15	0.75	
19	2.5	16	23	15-20	0.75	
20	3.75	20	35	20-25	0.5	e
21	3.75	20	35	15-20	0.5	b c
22	3.75	20	35	<15	0.5	a b c
23	3.75	25	35	15-20	0.5	a b c
24	3.75	25	35	15-20	1.1	b c
25	3.75	30	35	20- 25	1.1	b c
26	3.75	30	35	> 25	1.1	a b c
27	3.75	30	35	> 25	0.75	
28	5.00	35	35	> 25	0.75	c d
29	5.00	35	35	20-25	0.75	b c
30	5.00	35	35	15-20	0.75	b c
31	5.00	35	35	<15	0.75	a b c
32	5.00	35	35	15-20	0.75	a
33	5.00	40	35	20-25	0.75	a b c
34	5.00	40	35	20-25	0.4	a b
35	5.00	40	35	> 25	0.4	a b
36	5.00	40	35	20-25	0.4	
37	5.00	40	35	15-20	0.75	
38	5.00	40	35	<15	0.4	
39	5.00	40	35	15-20	0.4	

Phases 4 and 5 for the UF plant and 21 and 22 for the MF plant correspond to the same periods and the same operational conditions and $b_{H_2O_2}$ values do not show statistical differences, confirming that operational conditions affect system performance and model parameters more than the membrane technology (Ruiz *et al.*, 2011).

On the other hand, phases 9 and 10 indicate the effect of the HRT, showing no statistical significant differences due to this variable for values of 32 and 35 hours.

Although the effect of this variable has not received as much attention as the SRT, authors such as Wu *et al.* (2013) evaluated the influence of the HRT over the effluent quality, Zhou *et al.* (2009) evaluated how the HRT influenced membrane fouling and Brown *et al.* (2013) or Khan *et al.* (2013) stated that biomass growth is promoted by a decrease in HRT as a decrease in HRT mean that the influent flowrate increases and/or the volume of the plant decreases, so, available organic loading is higher and biological process is promoted.

The effect of the temperature over $b_{H_2O_2}$ may be evaluated in the phases 28, 29, 30 and 31, in which temperature decreases and $b_{H_2O_2}$ also decreases. Phases 8 and 9 and also 21 and 22 confirm this influence of the temperature over $b_{H_2O_2}$.

Since ASM1 was published (Henze *et al.*, 1987), the effect of the temperature over kinetic and stoichiometric parameters included in the activated sludge models has been represented by the Arrhenius equation (Equation 1.4). Regarding $b_{H_2O_2}$, θ was determined by Marais (1974) for conventional systems (Equation 4.2) and this is the value usually employed in models applied both to conventional and MBR systems, without receiving too much attention until that recently, authors such as Ruano *et al.* (2007) considered that these Arrhenius coefficients should be included in the sensitivity analyses and demonstrated their influence over the system performance.

$$b_{H_2O_2,T} = b_{H_2O_2,20} \cdot 1.029^{(T-20)} \quad [\text{Eq. 4.2}]$$

Figure 4.81 shows the theoretical effect of the temperature over $b_{H_2O_2}$ according to the Arrhenius equation at different temperatures (Henze *et al.*, 1987). These results were compared with the experimental temperature influence determined from several respirometric assays in which $b_{H_2O_2}$ was calculated at different temperatures.

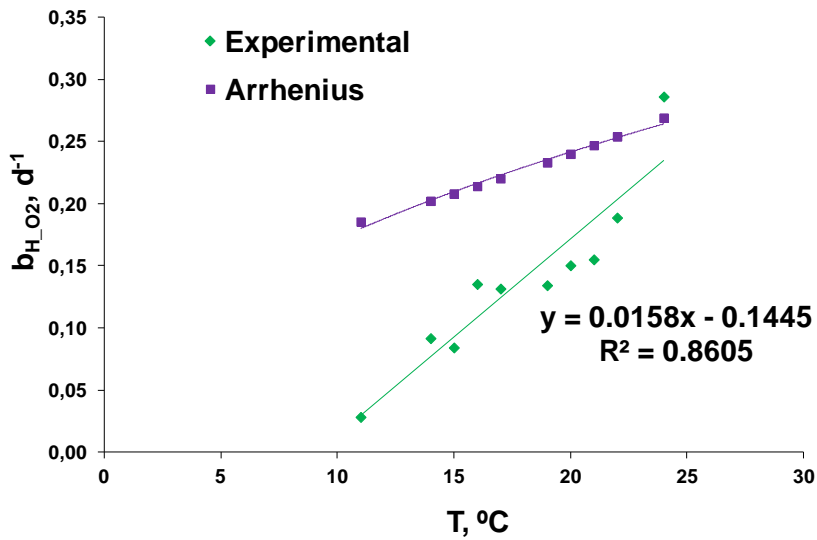


Figure 4.81. Theoretical and experimental temperature influence over $b_{H_2O_2}$.

It can be observed that the slope of the experimental data is more pronounced than the theoretical one and the respirometric results for $b_{H_2O_2}$ do not fit the Arrhenius equation with the value of θ previously indicated so, it might be advisable to calibrate this value for a particular process in the same way that the Arrhenius coefficients for other model parameters.

To evaluate the effect of the operational parameters over the value of $b_{H_2O_2}$, table 4.28 summarizes the p-values obtained from the multifactorial ANOVA test (MANOVA). As two p-values are lower than 0.05, these factors namely SRT and temperature show statistical significant influences over $b_{H_2O_2}$ at a confidence level of 95 %. Figures 4.82 and 4.83 show the relationship between $b_{H_2O_2}$ and these two factors.

Table 4.28. p-values of the MANOVA test for $b_{H_2O_2}$.

<i>FACTOR</i>	<i>p-value</i>
HRT, h	0.7647
SRT, d	0.0000
Average temperature, °C	0.0000
Organic loading, kg COD/m ³ d	0.9489
Aerobic bioreactor height, m	0.1140

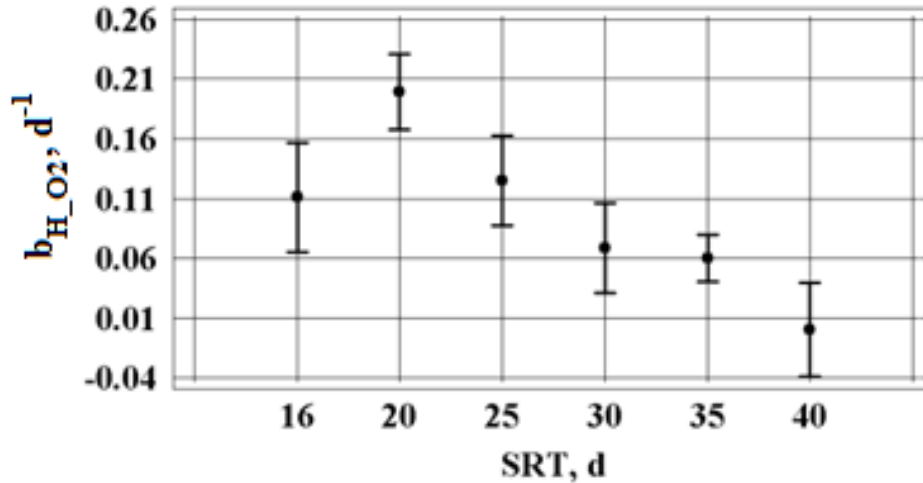


Figure 4.82. SRT influence over $b_{H_2O_2}$ according to the MANOVA test.

Regarding the SRT, 4 homogeneous groups are identified and it can be observed that as SRT increases from 20 to 40 days, $b_{H_2O_2}$ decreases. SRT values too high may increase the concentration of inert solids, especially at low organic loadings (Sperandio *et al.*, 2013), leading to the reduction of biological activities and, consequently, the reduction of active biomass able to reach an endogenous state (Sabia *et al.*, 2013). Moreover, an increase in the SRT affects oxygen transfer required for the endogenous activity (Verrecht *et al.*, 2010). For that reason, Wang *et al.* (2013b) limited the optimal range for SRT in a MBR system from 20 to 60 days in order to reduce the solids production and get a stable activated sludge while membrane fouling is avoided or at least minimized. Lubello *et al.* (2007) also evaluated the optimal value for the SRT to minimize operational costs for excess sludge management and aeration. They concluded that this value was approximately 50 days.

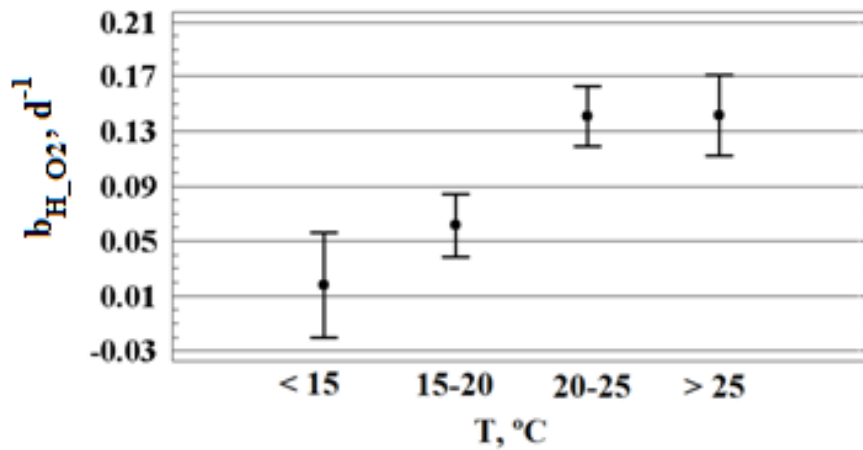


Figure 4.83. Temperature influence over $b_{H_2O_2}$ according to the MANOVA test.

On the other hand, MANOVA test results regarding the temperature identified 3 homogeneous groups and confirmed that, as above mentioned, $b_{H_2O_2}$ increases with the temperature (Henze *et al.*, 1987; Krzeminski *et al.*, 2012).

Table 4.29 summarizes the most significant results of the correlations among independent variables and table 4.30 shows the correlations between independent variables and $b_{H_2O_2}$. These coefficients take values in a range from -1 to 1, their signs indicate the direction of the relationship and the absolute values indicate how strong the relationship is. In this case, the strongest correlations correspond to the SRT, the temperature and the HRT.

Table 4.29. Correlation coefficients among independent variables for $b_{H_2O_2}$.

VARIABLE 1	VARIABLE 2	PEARSON CORRELATION COEFFICIENT
SRT	AEROBIC BIOREACTOR HEIGHT	0.528
HRT	ORGANIC LOADING	-0.403
SRT	TEMPERATURE	0.350
SRT	ORGANIC LOADING	0.250
SRT	HRT	-0.243

Table 4.30. Correlation coefficients regarding the dependent variable $b_{H,02}$.

VARIABLE	CORRELATION COEFFICIENT		
	ZERO-ORDER	PARTIAL	SEMIPARTIAL
SRT	-0.320	-0.363	-0.332
HRT	0.212	0.064	0.054
TEMPERATURE	0.237	0.411	0.383
ORGANIC LOADING	-0.168	-0.099	-0.085
AEROBIC BIOREACTOR HEIGHT	-0.179	0.097	0.083

Finally, standardized coefficients (β) which define the regression equation and give information related to the role of each independent variable in the equation, are shown in table 4.31, which also shows the significance values for each coefficient, the contrast statistical (t) and the critical level (p-value). A low significance value indicates that the coefficient is significant for the evaluated dependent variable. The same two variables (SRT and temperature) are again significant.

Table 4.31. Standardized coefficients of the independent variables regarding $b_{H,02}$.

VARIABLE	STANDARDIZED REGRESSION COEFFICIENT (β)	Statistical t	p-value
SRT	-0.499	-5.258	0.000
HRT	0.062	0.863	0.389
TEMPERATURE	0.449	6.075	0.000
ORGANIC LOADING	-0.098	-1.342	0.181
AEROBIC BIOREACTOR HEIGHT	0.115	1.317	0.190

Multiple correlation coefficients (R) and R^2 were also calculated. R^2 values indicate the proportion of the $b_{H,02}$ variance which can be explained by one or more independent variables. In this case, R^2 is too low, 0.275, which demonstrates that the linear relationship of $b_{H,02}$ regarding these independent variables is not clear. If one of these independent variables are added or eliminated from the linear model, the value of R^2 varies indicating if this variable is a good predictor of the dependent variable. If SRT is removed, $R^2=0.165$, if HRT is removed, $R^2=0.272$, in case the removed variable is the temperature, $R^2=0.128$, for the organic loading, $R^2=0.268$ and finally, if the removed variable is the aerobic bioreactor height, $R^2=0.268$. These values demonstrate that HRT, organic loading and aerobic

bioreactor height do not highly influence $b_{H,02}$ values and, on the contrary, the SRT and the temperature are those variables whose influences over the descriptive model of $b_{H,02}$ are higher, as the changes in the R^2 value are more significant.

Colinearity or multicollinearity occurs when one of the independent variables shows a linear relationship with one or more of the other independent variables, and it constitutes an undesired situation. Variance inflation factors (VIF) took values in a range from 1.308 to 2.259, indicating no colinearity.

4.3.2.2. Heterotrophic biomass yield (Y_H)

Y_H is one of the most widely evaluated stoichiometric parameters since ASM1 was published (Henze *et al.*, 1987), not only because of the influence of this parameter over the model outputs, specially regarding the sludge production and oxygen demand, but also because of its influence over the values of other model parameters and influent COD fractions (Gatti *et al.*, 2010). For that reason, a correct estimation of Y_H is extremely important for every particular case.

Figure 4.84 shows the temporary evolution of Y_H in both experimental systems during the research period. It can be observed that this parameter took values in a range from 0.461 to 0.887 mg COD/mg COD in the UF plant, with an average value of 0.665 ± 0.091 mg COD/mg COD and from 0.323 to 0.883 mg COD/mg COD in the MF plant, with an average value of 0.650 ± 0.123 mg COD/mg COD. No statistical significant differences between both plants were shown (p-value 0.8241).

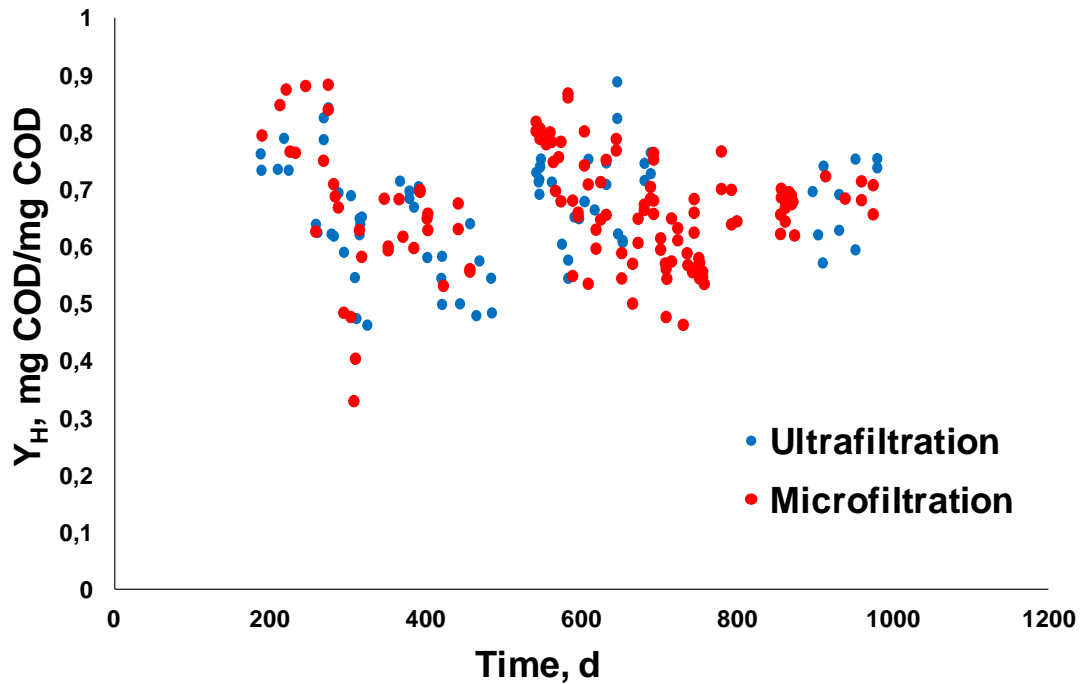


Figure 4.84. Temporary evolution of Y_H .

If these results are compared with those found in literature (Table 4.32), it can be observed that these values are in the usual range of values obtained for this parameter both in conventional and MBR systems. Other studies applied to MBR systems (Sperandio and Paul, 2000; Al-Malack *et al.*, 2006; Jiang *et al.*, 2005; Baek *et al.*, 2009; Xue *et al.*, 2011; Mannina *et al.*, 2011) also obtained Y_H values similar to those obtained for conventional systems, although in MBR systems in which biomass growth is limited due to the high SRTs and low organic loadings, it might be expected that Y_H is lower than in conventional systems (Brown *et al.*, 2013). Guglielmi *et al.* (2009) also determined Y_H values higher than those expected for MBR systems, 0.685 and 0.710 mg COD/mg COD for two experimental plants operating with wastewater from the wine industry, whose high biodegradability ($S_S = 32\%$) causes high Y_H values.

Table 4.32. Y_H values found in literature.

PARAMETER	VALUE	UNITS	SOURCE	MODEL	SYSTEM
Y_H	0.8	g COD/g COD	Koch et al. (2000)	ASM3	CAS
Y_H	0.67	g COD/g COD	Lu et al. (2001)	Developed by the authors	MBR
Y_H	0.67 (0.46-0.69)	g COD/g COD	Hulsbeek et al. (2002)	ASM1	CAS
Y_H	0.67	g COD/g COD	Orhon and Okutman (2003)	Modified	MBR
Y_H	0.757	g COD/g COD	Guisasola et al. (2005)	ASM1	CAS
Y_H	0.792	g COD/g COD	Guisasola et al. (2005)	ASM1	CAS
Y_H	0.666	g COD/g COD	Guisasola et al. (2005)	ASM1	CAS
Y_H	0.726	g COD/g COD	Guisasola et al. (2005)	ASM1	CAS
Y_H	0.72	g COD/g COD	Jiang et al. (2005)	ASM1	MBR
Y_H	0.487 – 0.583	g COD/g COD	Al-Malack et al. (2006)	Unknown	MBR
Y_H	0.7 (0.38-0.75)	g COD/g COD	Di Bella et al. (2008)	Modified	MBR
Y_H	0.64	g COD/g COD	Munz et al. (2008)	Unknown	MBR
Y_H	0.66	g COD/g COD	Sarioglu et al. (2008)	Modified ASM1	MBR
Y_H	0.69	g COD/g COD	Baek et al. (2009)	ASM1	MBR
Y_H	0.685	g COD/g COD	Guglielmi et al. (2009)	ASM3	MBR
Y_H	0.71	g COD/g COD	Guglielmi et al. (2009)	ASM3	MBR
Y_H	0.65	g COD/g COD	Okutman (2010)	ASM3	CAS
Y_H	0.67	g COD/g COD	Hocaoglu et al. (2011)	Modified ASM1	MBR
Y_H	0.7	g COD/g COD	Liwarska-Bizukojc et al. (2011)	BioWin AS/AD	CAS
Y_H	0.57 (0.38-0.75)	g COD/g COD	Mannina et al. (2011)	ASM1+SMP	MBR
Y_H	0.6	g COD/g COD	Fan et al. (2012)	ASM3	CAS
Y_H	0.67	g COD/g COD	Hocaoglu et al. (2013)	Modified ASM1	MBR
Y_H	0.67	g COD/g COD	Sabia et al. (2013)	Unknown	MBR
Y_H	0.6	g COD/g COD	Sabia et al. (2013)	Unknown	MBR
Y_H	0.61	g COD/g COD	Sabia et al. (2013)	Unknown	MBR
Y_H	0.61	g COD/g COD	Sabia et al. (2013)	Unknown	MBR
Y_H	0.355 (0.3-0.6)	g COD/g COD	Wang et al. (2013)	Unknown	MBR

Statistical ANOVA test has also been carried out for this parameter (Figure 4.85; Table 4.33). Temperature influence may be observed in phases 28, 29, 30 and 31, in which Y_H increases with temperature in the same way that $b_{H_2O_2}$. The same trend is observed in phases 5, 6 and 7 for the UF plant and in phases 21 and 22 for the MF plant. Temperature is specially important as it affects not only the biological activities but also the activated sludge viscosity and oxygen transfer and, in MBR systems, also the membrane permeability. For that reason, Krzeminski *et al.* (2012) defined the optimal range of temperature for activated sludge processes from 25 to 35 °C.

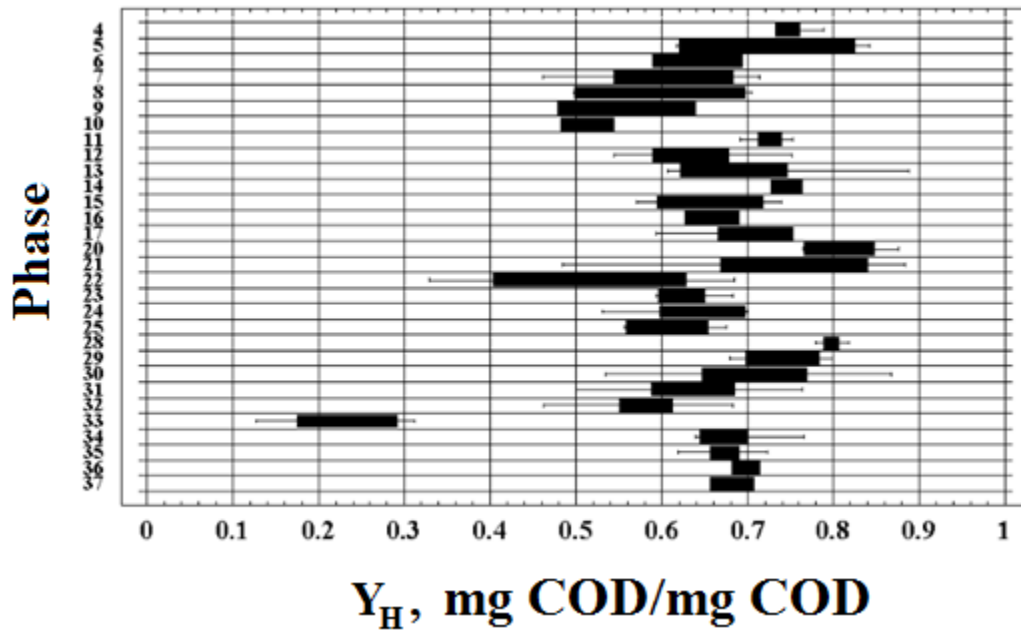


Figure 4.85. Box and whiskers diagram for Y_H .

Phases 23 and 24 demonstrated that variables such as organic loading do not affect Y_H even if organic loading changes from 0.5 to 1.0 kg COD/d m³. The same occurs for the HRT, whose changes did not affect this parameter as can be checked in phases 6 and 21 or 9 and 10, which showed no statistical differences.

Aerobic bioreactor height neither showed a clear effect over this parameter. Operational conditions in phases 15 and 16 are the same than in phases 35 and 36 but differs in the bioreactor height, 2.5 m for the first ones and 5.0 m for the second one. These phases did not show statistical differences so, variations in the aerobic bioreactor height and subsequently in the oxygen transfer did not influence Y_H results.

On the contrary, SRT greatly affects Y_H , as can be seen in phases 6 and 23, which operated at the same conditions but with SRT modification from 20 to 25 days, leading to a decrease in the values of Y_H as SRT increases due to the increase of inert solids. These results agree with authors such as Sabia *et al.* (2013), who

stated that higher Y_H values are obtained for lower SRTs, which promote biomass activity and growth.

Table 4.33. Statistical analysis for Y_H .

PHASE	h, m	SRT, d	HRT, h	T, °C	COV, kg COD/d m ³	Homogeneous groups
1	3.75	20	40	15-20	0.4	
2	3.75	20	40	20-25	0.4	
3	3.75	20	40	> 25	0.4	
4	3.75	20	40	20-25	0.5	klmn
5	3.75	20	35	20-25	0.5	hijkl
6	3.75	20	35	15-20	0.5	defghijkl
7	3.75	20	35	< 15	0.5	cdef
8	3.75	35	35	20-25	1.1	bcde
9	3.75	35	35	> 25	1.1	bcde
10	3.75	35	32	> 25	1.1	bc
11	3.75	35	32	> 25	0.9	ijklm
12	3.75	35	32	20-25	0.9	efghi
13	3.75	16	32	15-20	0.9	ijkl
14	3.75	16	32	< 15	0.9	hijklmn
15	2.5	40	35	> 25	0.4	defghijk
16	2.5	40	35	20-25	0.4	cdefghijkl
17	2.5	35	35	15-20	0.75	ghijklm
18	2.5	16	23	< 15	0.75	
19	2.5	16	23	15-20	0.75	
20	3.75	20	35	20-25	0.5	n
21	3.75	20	35	15-20	0.5	ijklm
22	3.75	20	35	<15	0.5	B
23	3.75	25	35	15-20	0.5	cdefghi
24	3.75	25	35	15-20	1.1	defghi
25	3.75	30	35	20- 25	1.1	bcdefg
26	3.75	30	35	> 25	1.1	
27	3.75	30	35	> 25	0.75	
28	5.00	35	35	> 25	0.75	mn
29	5.00	35	35	20-25	0.75	lmn
30	5.00	35	35	15-20	0.75	hijkl
31	5.00	35	35	<15	0.75	efghi
32	5.00	35	35	15-20	0.75	bcd
33	5.00	40	35	20-25	0.75	a
34	5.00	40	35	20-25	0.4	fghijkl
35	5.00	40	35	> 25	0.4	fghij
36	5.00	40	35	20-25	0.4	fghijkl
37	5.00	40	35	15-20	0.75	defghijklm
38	5.00	40	35	<15	0.4	
39	5.00	40	35	15-20	0.4	

In this case, the amount of pairs with statistical significant differences at a confidence level of 95 % is higher (191) and 14 homogeneous groups are identified. In general, Y_H values showed higher variability than $b_{H,02}$ values and standard deviation was higher.

Table 4.34 shows the p-values obtained in the MANOVA test carried out for Y_H . It can be concluded that in addition to the SRT and the temperature, which showed a significant influence over $b_{H,02}$, also organic loading significantly influences the

value of Y_H , which increases as temperature increases, or as SRT and organic loading decrease.

Table 4.34. p-values of the MANOVA test for Y_H .

<i>FACTOR</i>	<i>p-value</i>
HRT, h	0.4838
SRT, d	0.0000
Average temperature, °C	0.0000
Organic loading, kg COD/m ³ d	0.0000
Aerobic bioreactor height, m	0.7238

Figures 4.86, 4.87 and 4.88 show the relationship between Y_H and these three influential factors. MANOVA test results for Y_H also show statistical significant differences among all the groups of temperature and identify 3 homogeneous groups. Regarding the SRT, 4 homogeneous groups are identified and regarding the organic loading, 2 homogeneous groups are identified, low-loaded phases (organic loading values of 0.4 and 0.5 kg COD/ m³ d) and high-loaded phases (0.75, 0.9 and 1.1 kg COD/m³ d).

Both SRT and temperature effects have been previously commented in the discussion of the box and whiskers graph and the MRT results. Regarding the third influential variable, organic loading, authors such as Brown *et al.* (2013) declared the relationship between organic loading and biomass activity in conventional systems, but the results obtained in this study did not show a significant influence of this variable during a period in which influent COD greatly fluctuated (Figure 4.88) and this is in fact one of the main advantages of MBR systems, that they are highly stable facing organic loading variations (Ahmed and Lan, 2012; Shariati *et al.*, 2013).

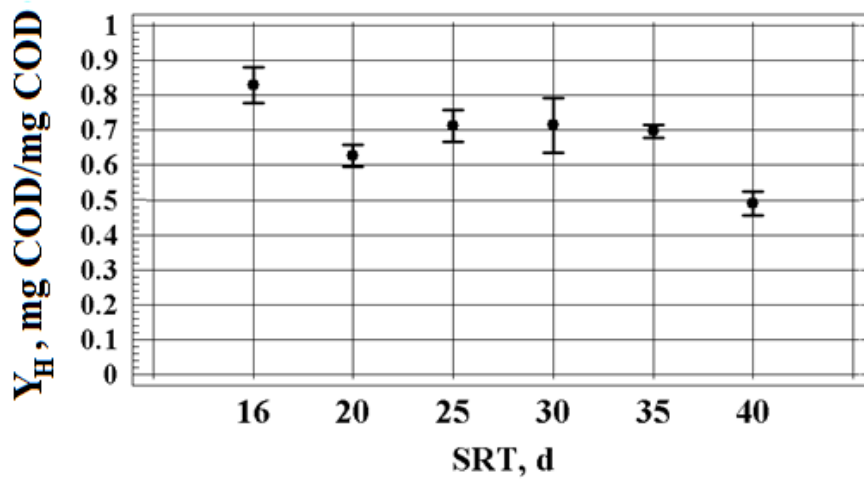


Figure 4.86. SRT influence over Y_H according to the MANOVA test.

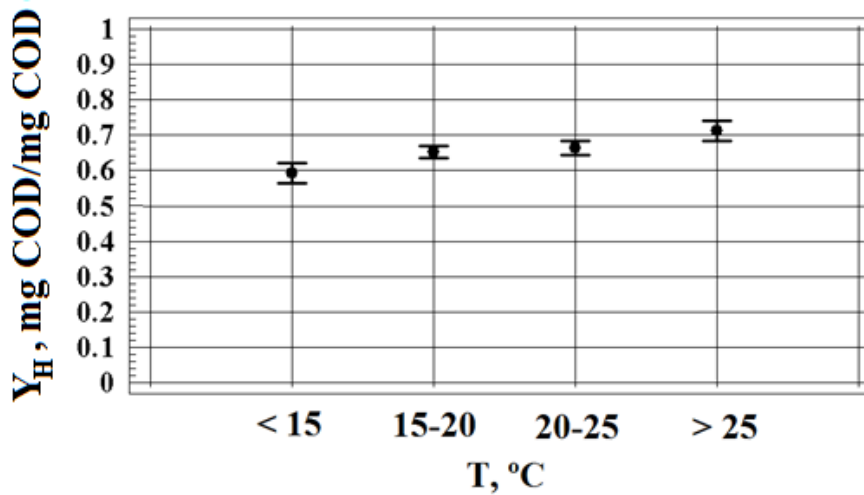


Figure 4.87. Temperature influence over Y_H according to the MANOVA test.

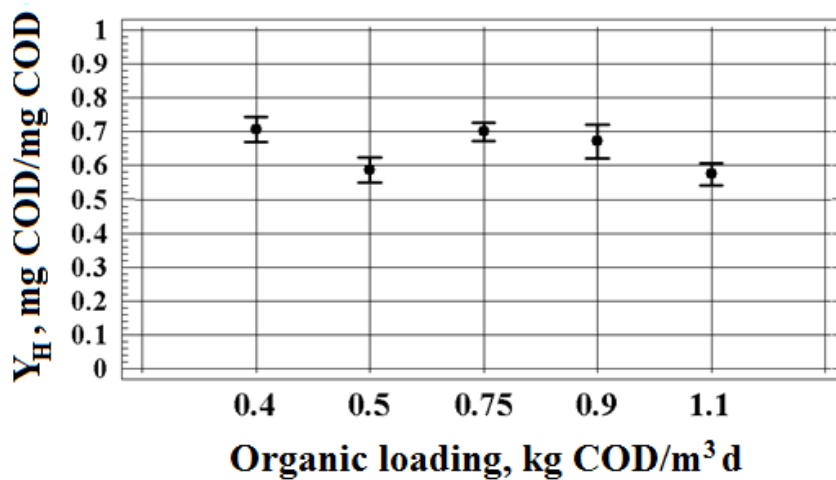


Figure 4.88. Organic loading influence over Y_H according to the MANOVA test.

Table 4.35 shows the results of the correlations between independent variables obtained in the statistical analysis of Y_H . In this case, there is a lower number of significant correlations.

Table 4.35. Correlation coefficients among independent variables for Y_H .

VARIABLE 1	VARIABLE 2	PEARSON CORRELATION COEFFICIENT
SRT	AEROBI BIOREACTOR HEIGHT	0.498
SRT	TEMPERATURE	0.448
HRT	ORGANIC LOADING	-0.403

Regarding the correlations of each independent variable with respect to the dependent variable, table 4.36 summarizes the correlation coefficients. It can be observed that, the highest correlations correspond again to the SRT and to the temperature. In this case, the HRT shows a lower correlation than in the previous test in which the dependent variable was $b_{H,02}$.

Table 4.36. Correlation coefficients regarding the dependent variable Y_H .

VARIABLE	CORRELATION COEFFICIENTS		
	ZERO-ORDER	PARTIAL	SEMIPARTIAL
SRT	-0.165	-0.262	-0.255
HRT	-0.009	-0.072	-0.067
TEMPERATURE	0.153	0.266	0.260
ORGANIC LOADING	-0.140	-0.117	-0.111
AEROBIC BIOREACTOR HEIGHT	-0.077	0.104	0.099

On the other hand, table 4.37 shows the significance values for each standardized regression coefficient (β), the contrast statistical (t) and the critical level (p-value). All these data confirm the previous conclusions.

Table 4.37. Standardized coefficients of the independent variables regarding Y_H .

VARIABLE	STANDARDIZED REGRESSION COEFFICIENT (β)	Statistical t	p-value
SRT	-0.358	-3.858	0.000
HRT	-0.075	-1,020	0.309
TEMPERATURE	0.314	3.926	0.000
ORGANIC LOADING	-0.123	-1.677	0.095
AEROBIC BIOREACTOR HEIGHT	0.125	1.489	0.138

Results of the linear regression model fitting indicate a too low value for R^2 , which is 0.115, even lower than the previously obtained for $b_{H,02}$, so, it can be concluded that these independent variables can not explain the variance of this dependent variable. In this case, when the SRT is removed from the linear regression model, R^2 is 0.050, when the removed variable is HRT, R^2 is 0.111, in case the removed variable is temperature, R^2 is 0.048, and when the removed variable is the organic loading or the aerobic bioreactor height, R^2 is 0.103 and 0.106, respectively. Again, those variables which cause a higher variation in R^2 are the SRT and the temperature.

Finally, the values of the statistical VIFs are in a range from 1.223 to 1.964, so, there is no colinearity among the independent variables.

All these statistical tests indicate that the most influential operational variables over the parameters $b_{H,02}$ and Y_H are the SRT and the temperature, although their influence is not linear and the values of these parameters can not be predicted from the values of these variables (R^2 values too low).

Temperature influence over both parameters is positive and more linear than the influence of the SRT. Moreover, temperature influence is higher for $b_{H,02}$ than for Y_H , as the value of $b_{H,02}$ is tripled when temperature increases 5 °C (Figure 4.83), whereas variations higher than 10 °C implies Y_H modifications lower than 20 % (Figure 4.87). On the other hand, negative effect of the SRT over $b_{H,02}$ is also more pronounced than over Y_H , as the average value for $b_{H,02}$ at a SRT of 20 days is almost three times higher than the value obtained at a SRT of 30 days (Figure 4.82), whereas the Y_H values obtained in a range of SRT from 25 to 35 days are almost constants around 0.7 mg COD/mg COD (Figure 4.86).

During the research period, $b_{H,02}$ and Y_H varied depending on the operational conditions so, considering a fixed value for these parameters in a particular system independently of the operational conditions is not advisable as erroneous predictions may be obtained in the simulations. If human and technical resources

are available, it is advisable to estimate these parameters every time the system is modified or as a control tool to check the correctness of the calibration.

4.3.2.3. Heterotrophic biomass maximum growth rate ($\mu_{H,max}$) and substrate half saturation constant (K_S)

Besides b_{H,O_2} and Y_H , these two parameters which define Monod equation for biomass growth ($\mu_{H,max}$ and K_S), are also of great importance to describe activated sludge processes (Jiang *et al.*, 2005; Lee *et al.*, 2008; Chen *et al.*, 2012). For that reason, at the end of the research period, a new respirometer was acquired to determine these parameters minimizing time requirements. Activated sludge from the MF plant was used for these respirometric assays.

The main problem to determine $\mu_{H,max}$ is that the results obtained in each experiment require extra information during the data post-treatment, as the respirometer is based on the methodology described by Cech *et al.* (1984) and it provides the value of a parameter known as $\mu_{max,apparent}$, which is equal to the product of $\mu_{H,max}$ and the active heterotrophic biomass concentration (X_H), so, the value of X_H must be known in order to determine the value of $\mu_{H,max}$. Usually, X_H has been estimated as the value of VSS in the bioreactor, which is easily estimated in the laboratory (Wisniewski *et al.*, 1999; Pai *et al.*, 2010; Majewsky *et al.*, 2011), but this approach is not really suitable as the value of VSS is not able to distinguish between active biomass and inert residue (Cronje *et al.*, 2002). Other authors also include in the VSS concentration, a volatile fraction of EPS (Ramdani *et al.*, 2012). In recent years, several techniques for active biomass quantification have been developed. Some of these techniques are based on the relationship of X_H with parameters such as the SRT (Ekama and Wentzel, 2008), others use modeling and simulation of respirometric assays and estimate X_H from OUR measurements (Ochoa *et al.*, 2002; Ni *et al.*, 2008; Majewsky *et al.*, 2011) or use molecular techniques such as fluorescent in situ hybridization (FISH) (Vogelsang *et al.*, 2002; Ismail *et al.*, 2007; Hao *et al.*, 2010) or bioluminescence of ATP (Chu *et al.*, 2001),

but these techniques are still not completely developed and their results are uncertain. In this study, X_H was estimated using the value obtained from process simulation results in WEST using the data and operational conditions of the experimental MF plant.

Obtained $\mu_{H,max}$ values were in a range from 0.43 to 7.67 d⁻¹, with an average value of 2.39 ± 1.69 d⁻¹. When these values are represented versus TSS concentration (Figure 4.89), a clear trend is not observed, as an increase in the TSS concentration does not necessarily mean that active biomass and/or biological activity are higher. These results are in agreement with authors such as Majewsky *et al.* (2011), who stated that TSS concentration does not provide information about heterotrophic biomass activity as this increase may be due to the increase of inert matter due to the endogenous process, specially in systems operating at high SRTs (Moussa *et al.*, 2005; Ramdani *et al.*, 2012).

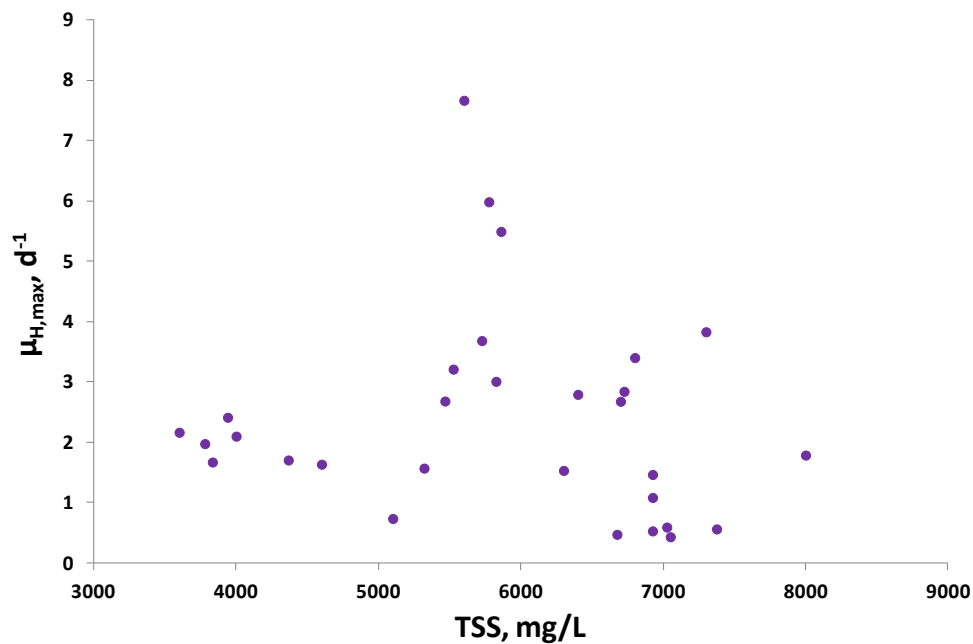


Figure 4.89. $\mu_{H,max}$ results for the MF plant.

If these results are compared with others found in literature (Table 4.38), it can be observed that they are in the same range and no significant differences are

obtained when these studies are applied to conventional or MBR systems. Among the papers focused on MBR systems, Guglielmi *et al.* (2011) obtained $\mu_{H,max}$ values of 1.756 and 2.137 d⁻¹ for two systems operating with wastewater from wine industries, i. e., a greatly biodegradable substrate, and Di Bella *et al.* (2011) selected a SRT of 30 days and a TSS concentration of about 15 g/L and they obtained a value for $\mu_{H,max}$ equal to 1.5 d⁻¹. Other authors compared values obtained at different SRTs from 2.11 to 31.25 days (Al-Malack *et al.*, 2006), from 2 to 10 days (Insel *et al.*, 2012) or at 25, 50 and 75 days (Sabia *et al.*, 2013), and they obtained values for $\mu_{H,max}$ from 1.28 to 6.46 d⁻¹, from 3 to 14 d⁻¹ and from 1.3 to 3.1 d⁻¹, respectively. According to these results, as the SRT increases, $\mu_{H,max}$ decreases. In this study, all the experiments were carried out at a SRT of 40 days and the obtained results were similar to the above mentioned results found in literature. However, other authors such as Chen *et al.* (2012), also determined this parameter at different SRTs (10, 30 and 50 days) and the obtained values were considerably lower, from 0.45 to 0.75 d⁻¹, but so low values for $\mu_{H,max}$ are not usual.

Table 4.38. $\mu_{H,max}$ values found in literature.

PARAMETER	VALUE	UNITS	SOURCE	MODEL	SYSTEM
$\mu_{H,max}$	0.35-0.777	d ⁻¹	Plazl <i>et al.</i> (1999)	ASM1	CAS
$\mu_{H,max}$	3	d ⁻¹	Koch <i>et al.</i> (2000)	ASM3	CAS
$\mu_{H,max}$	6	d ⁻¹	Lu <i>et al.</i> (2001)	Developed by the authors	MBR
$\mu_{H,max}$	6 (3.0-13.2)	d ⁻¹	Hulsbeek <i>et al.</i> (2002)	ASM1	CAS
$\mu_{H,max}$	3.5	d ⁻¹	Orhon and Okutman (2003)	Modified ASM1	MBR
$\mu_{H,max}$	3.876	d ⁻¹	Guisasola <i>et al.</i> (2005)	ASM1	CAS
$\mu_{H,max}$	4.112	d ⁻¹	Guisasola <i>et al.</i> (2005)	ASM1	CAS
$\mu_{H,max}$	1.02	d ⁻¹	Guisasola <i>et al.</i> (2005)	ASM1	CAS
$\mu_{H,max}$	2.951	d ⁻¹	Guisasola <i>et al.</i> (2005)	ASM1	CAS
$\mu_{H,max}$	5.5	d ⁻¹	Nuhoglu <i>et al.</i> (2005)	ASM1	CAS
$\mu_{H,max}$	1.28 – 6.46	d ⁻¹	Al-Malack <i>et al.</i> (2006)	Unknown	MBR
$\mu_{H,max}$	1.5 (0.6-8.0)	d ⁻¹	Di Bella <i>et al.</i> (2008)	Modified	MBR
$\mu_{H,max}$	7.1	d ⁻¹	Munz <i>et al.</i> (2008)	Unknown	MBR
$\mu_{H,max}$	6.9	d ⁻¹	Baek <i>et al.</i> (2009)	ASM1	MBR
$\mu_{H,max}$	1.756	d ⁻¹	Guglielmi <i>et al.</i> (2009)	ASM3	MBR
$\mu_{H,max}$	2.137	d ⁻¹	Guglielmi <i>et al.</i> (2009)	ASM3	MBR
$\mu_{H,max}$	1.08	d ⁻¹	Okutman (2010)	ASM3	CAS
$\mu_{H,max}$	4.2	d ⁻¹	Hocaoglu <i>et al.</i> (2011)	Modified ASM1	MBR
$\mu_{H,max}$	5.2	d ⁻¹	Liwarska-Bizukojc <i>et al.</i> (2011)	BioWin AS/AD	CAS
$\mu_{H,max}$	6.002 (0.6-8.0)	d ⁻¹	Mannina <i>et al.</i> (2011)	ASM1+SMP	MBR
$\mu_{H,max}$	0.6 (0.45-0.75)	d ⁻¹	Chen <i>et al.</i> (2012)	ASM3	MBR
$\mu_{H,max}$	3-14	d ⁻¹	Insel <i>et al.</i> (2012)	Modified ASM3	CAS
$\mu_{H,max}$	6.72	d ⁻¹	Williams <i>et al.</i> (2012)	Developed by the authors	MBR
$\mu_{H,max}$	2	d ⁻¹	Hocaoglu <i>et al.</i> (2013)	Modified ASM1	MBR
$\mu_{H,max}$	3.1	d ⁻¹	Sabia <i>et al.</i> (2013)	Unknown	MBR
$\mu_{H,max}$	1.7	d ⁻¹	Sabia <i>et al.</i> (2013)	Unknown	MBR
$\mu_{H,max}$	1.5	d ⁻¹	Sabia <i>et al.</i> (2013)	Unknown	MBR
$\mu_{H,max}$	1.3	d ⁻¹	Sabia <i>et al.</i> (2013)	Unknown	MBR

On the other hand, K_S results (Figure 4.90) neither showed a clear influence of TSS concentration and the obtained values were in a range from 3.72 to 95.28 mg/L, with an average value of 44.27 ± 24.36 mg/L.

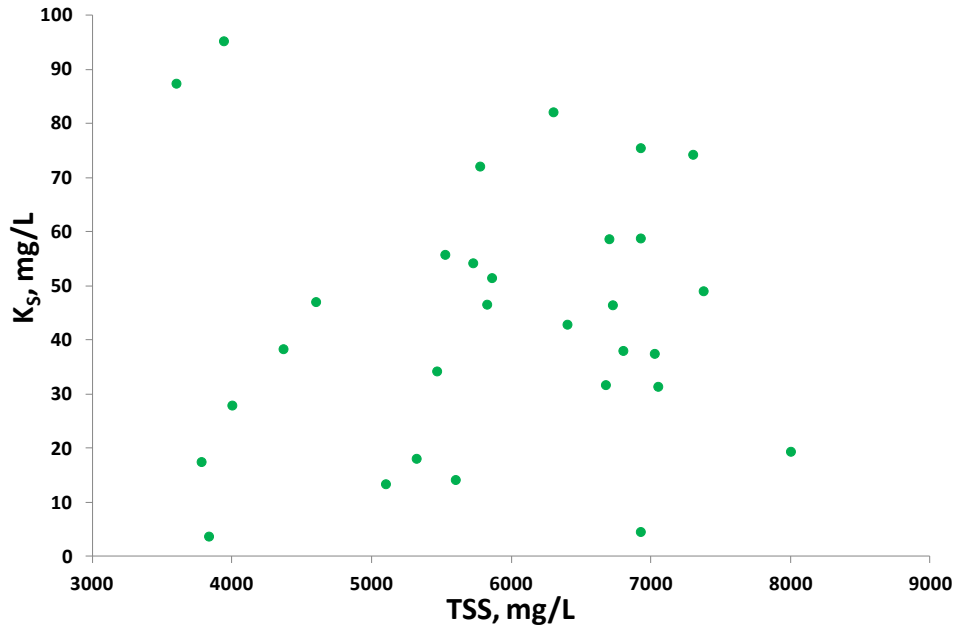


Figure 4.90. K_S results for the MF plant.

If these results are compared with others found in literature (Table 4.39), the same conclusions above mentioned for $\mu_{H,max}$ are obtained. K_S values are in the same range than those published by authors such as Hulsbeek *et al.* (2002) and Nuhoglu *et al.* (2005), who calibrated conventional systems or Baek *et al.* (2009) and Mannina *et al.* (2011), who did the same for MBR systems. On the other hand, the highest values obtained for this parameter are those obtained by Al-Malack *et al.* (2006), who used synthetic wastewater with an extremely high COD concentration.

Although $\mu_{H,max}$ and K_S are usually considered as fixed values (Insel *et al.*, 2012), the wide range of values obtained in this study at similar operational conditions together with those values found in literature, demonstrates the variability of these parameters and the importance of carrying out a continuous estimation for control purposes and model calibration at different operational conditions.

Table 4.39. K_S values found in literature.

PARAMETER	VALUE	UNITS	SOURCE	MODEL	SYSTEM
K_S	4.0-60.0	mg COD/L	Plazl et al. (1999)	ASM1	CAS
K_S	10	mg COD/L	Koch et al. (2000)	ASM3	CAS
K_S	20	mg COD/L	Lu et al. (2001)	Developed by the authors	MBR
K_S	20 (10-180)	mg COD/L	Hulsbeek et al. (2002)	ASM1	CAS
K_S	6	mg COD/L	Orhon and Okutman (2003)	Modified ASM1	MBR
K_S	1.789	mg COD/L	Guisasola et al. (2005)	ASM1	CAS
K_S	1.63	mg COD/L	Guisasola et al. (2005)	ASM1	CAS
K_S	0.558	mg COD/L	Guisasola et al. (2005)	ASM1	CAS
K_S	0.718	mg COD/L	Guisasola et al. (2005)	ASM1	CAS
K_S	35	mg COD/L	Nuhoglu et al. (2005)	ASM1	CAS
K_S	289 - 2933	mg COD/L	Al-Malack et al. (2006)	Unknown	MBR
K_S	59.96 (5-225)	mg COD/L	Di Bella et al. (2008)	Modified	MBR
K_S	18	mg COD/L	Munz et al. (2008)	Unknown	MBR
K_S	20.3	mg COD/L	Baek et al. (2009)	ASM1	MBR
K_S	6	mg COD/L	Okutman (2010)	ASM3	CAS
K_S	5	mg COD/L	Hocaoglu et al. (2011)	Modified ASM1	MBR
K_S	15	mg COD/L	Liwarska-Bizukojc et al. (2011)	BioWin AS/AD	CAS
K_S	76.94 (5-225)	mg COD/L	Mannina et al. (2011)	ASM1+SMP	MBR
K_S	2.0 (1.0-3.0)	mg COD/L	Chen et al. (2012)	ASM3	MBR
K_S	5 - 25	mg COD/L	Insel et al. (2012)	Modified ASM3	MBR
K_S	225	mg COD/L	Williams et al. (2012)	Developed by the authors	MBR
K_S	10	mg COD/L	Hocaoglu et al. (2013)	Modified ASM1	MBR

4.3.3. ASM3 calibration in WEST

Once the most influential model parameters have been calibrated and both operational conditions and influent characteristics are also known, there is enough information to carry out the model calibration for a particular system. In this case, the selected model is ASM3 (Gujer *et al.*, 1999), which has been calibrated in WEST to simulate the experimental MF plant and to ensure that the predictions fit reality. The criterion followed to validate the calibration quality has already been employed by authors such as Liwarska-Bizukojc *et al.* (2011) or Dalmau *et al.* (2013), and it consists on selecting a confidence interval and checking that the predicted values obtained in the simulator are contained in this interval, which, in this case, has been estimated as $\pm 15\%$ of the experimental values (Dalmau *et al.*, 2013).

First of all, the diagram of the plant was implemented in WEST. Later, influent profile obtained from the intensive sampling period during 30 days (see chapter 4.3.1) and hydraulic and operational conditions were introduced to define the system. Once the system was correctly implemented in the simulator, calibration

was carried out until the desired fitting was reached and predictions accuracy was inside the selected range for the following outputs:

1. Flowrates (purge, recirculation, effluents, etc.).
2. COD, ammonium and nitrate effluent concentrations.
3. DO concentration inside the aerobic bioreactor.
4. TSS concentrations in each bioreactor.

Even if the model has been properly calibrated, certain degree of uncertainty is always inherent to the model (Jeppsson, 1996; Hauduc *et al.*, 2013). Besides the uncertainty due to assumptions and simplifications of the model, other limitations related to the MF system which is being simulated must be taken into account. Among these limitations, the most remarkable one is that the simulator does not consider the possibility of simulating aeration cycles between two set points as those that take place in the experimental system. This impediment was faced with the addition of a timer in the system diagram and the selection of the time that blowers are switched on and off, but it was not possible to simulate the control loop which modifies blowers performance depending on the DO concentration inside the bioreactor. Another limitation is that to simulate anoxic conditions, a low value of K_La was selected in the anoxic bioreactor (3 h^{-1}), but this is a fixed value and it does not take into account the oxygen which reaches the anoxic bioreactor in the sludge flowrate recirculated from the MBR. Finally, WEST considers effluent COD equal to the S_I fraction in the influent because S_S is supposed to be completely degraded during the biological process and particulate matter is completely retained in the membrane, but it is not able to simulate the S_I fraction which is retained in the membrane. Considering these limitations, model calibration was carried out following the WERF protocol (Melcer *et al.*, 2003) until a suitable fitting of most of the selected outputs was reached. It must be reminded that the purpose of a calibration is not to perfectly predict each output but to reasonably well predict the most important outputs (Liwarska-Bizukojc *et al.*, 2011).

As above mentioned, WEST does not take into account that a fraction of influent S_i may be retained in the membrane and, for that reason, effluent COD concentration has not been compared with the experimental effluent COD but with the sludge supernatant COD concentration and both, similar profiles and a good fitting, are obtained (Figure 4.91).

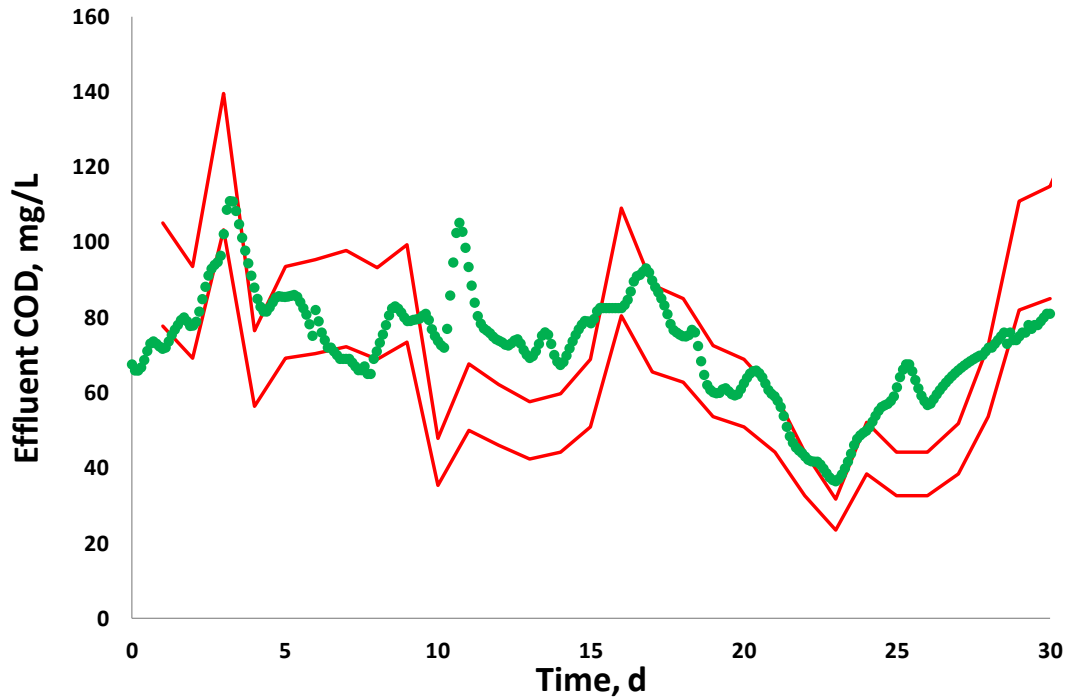


Figure 4.91. Calibration of effluent COD.

On the other hand, TSS concentration showed a great stability in all the bioreactors and fittings were also good enough once the default values of the parameters previously estimated were substituted by the average values obtained in this study using respirometric assays (calibrated values). Figures 4.92 and 4.93 show the results of TSS concentrations in the aerobic and MBR bioreactors, respectively, when the model calibration has been carried out.

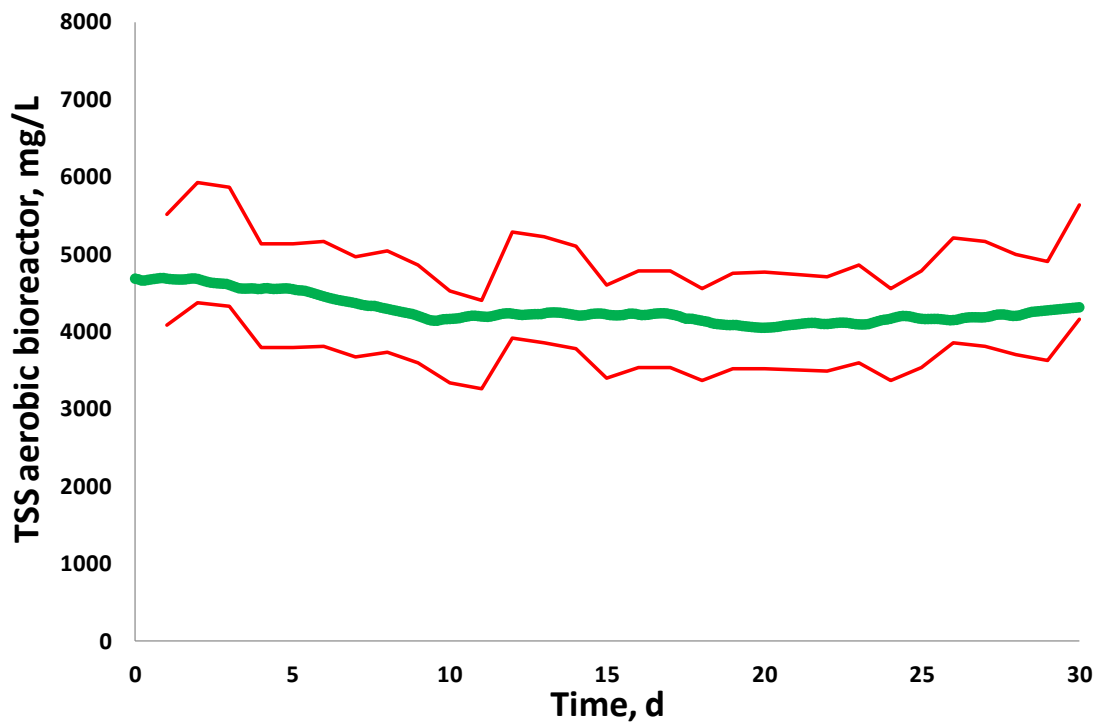


Figure 4.92. Calibration of TSS concentration inside the aerobic bioreactor.

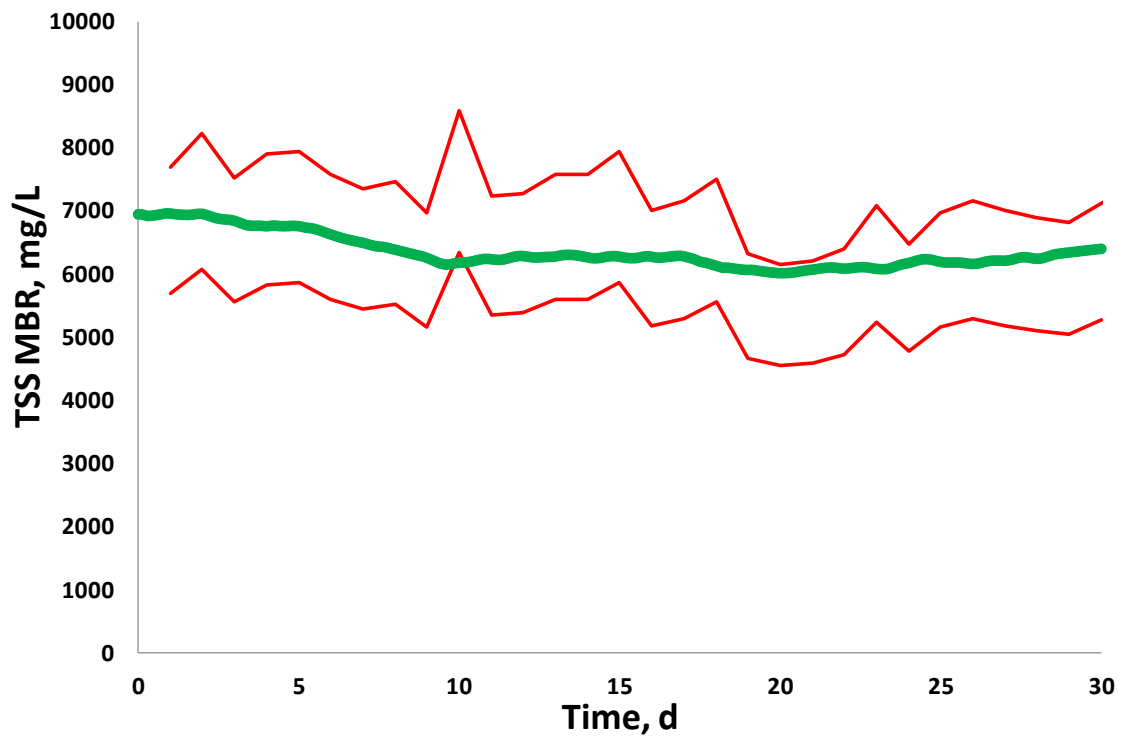


Figure 4.93. Calibration of TSS concentration inside the MBR.

Oxygen consumption has also been calibrated (Figure 4.94), and simulated OUR values have been compared with those calculated from the slopes of the plot of DO concentrations versus time in the experimental plant.

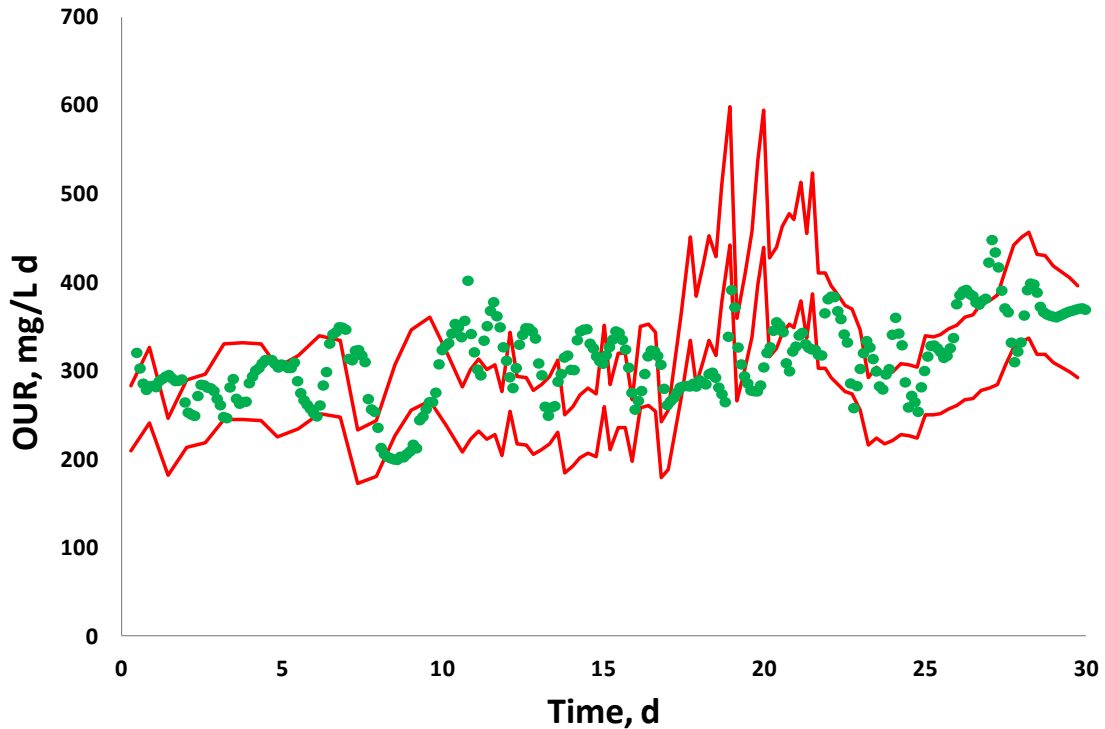


Figure 4.94. Calibration of the OUR inside the aerobic bioreactor.

As there are no experimental data of effluent nitrogen compounds available during the calibration period, the fittings of these outputs could not be evaluated. However, simulation results after model calibration show that nitrification was practically completed and effluent ammonium concentrations were always lower than 0.2 mg N-NH₄/L (Figure 4.95). Regarding denitrification, high effluent nitrate concentrations indicate that the system is not able to correctly denitrify probably due to the oxygen concentration, which is dragged by the recirculated activated sludge from the MBR to the anoxic bioreactor. Moreover, nitrate concentration increases with time and reaches values above the legal discharge limits (R. D. 509/96), showing that nitrate is accumulated in the system. These results are in

agreement with others obtained for the same plant in different periods of time, which reached effluent nitrate concentrations above 30 mg/L (Arévalo, 2011). To calibrate specifically the nitrification/denitrification process, experimental data of these outputs would be required.

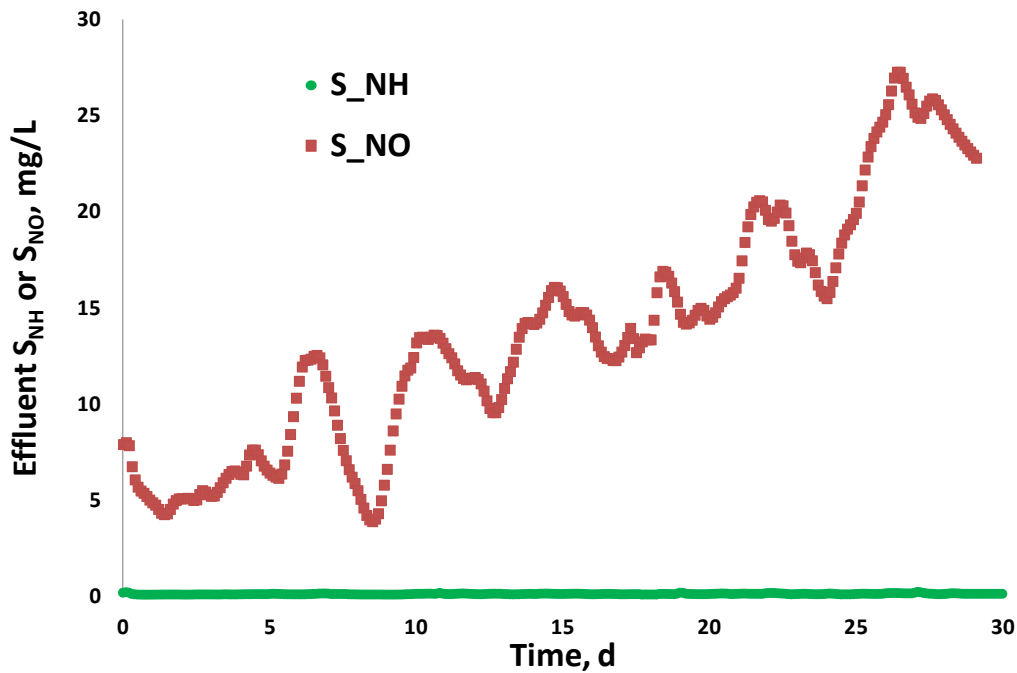


Figure 4.95. Effluent ammonium and nitrate concentrations during the calibration period.

As above mentioned, model calibration for a particular system usually require just the modification of a few parameters to get suitable predictions (Galleguillos *et al.*, 2011; Melcer *et al.*, 2003). Table 4.40 summarizes the parameters which have been modified in this calibration study. They are mainly those parameters which, according to the sensitivity analysis, greatly influence the process and which have been previously determined using respirometric methods. Moreover, calibration results are in agreement with those obtained by authors such as Liwarska-Bizukojc *et al.* (2011), who also modified b_{H,O_2} , Y_H , K_S and $\mu_{H,max}$ to minimize differences between simulated and experimental values. K_S and $\mu_{H,max}$ usually require calibration in case the influent contains a significant industrial fraction and it is

highly biodegradable. In these cases, higher values for these parameters are required (Coen *et al.*, 1998; Liwarska-Bizukojc *et al.*, 2011). Besides the kinetic and stoichiometric parameters above mentioned, to get a proper adjustment of the OUR, aerobic half saturation constants, K_O and $K_{A,O}$, which are specially important for dynamic simulations (Liwarska-Bizukojc and Biernacki, 2010), have also been modified. Calibrated values for all the parameters included in table 4.40 are within the usual ranges obtained by other authors. Regarding K_O and $K_{A,O}$, authors such as Drews and Kraume (2005) determined a range from 0.3 to 1.3 mg/L.

Table 4.40. ASM3 parameters modified for model calibration.

PARAMETER	DEFAULT VALUE	CALIBRATED VALUE
b_{H,O_2}	0.20	0.10
Y_H	0.63	0.65
$\mu_{H,max}$	2.00	2.39
K_S	2.00	44.27
K_O	0.20	0.50
$K_{A,O}$	0.50	1.00

Once the model has been calibrated for a particular system, several simulations were carried out in order to validate the calibration. Results were acceptable for every validation.

4.4. SCENARIO ANALYSIS: SIMULATIONS USING CALIBRATED ASM3 APPLIED TO THE EXPERIMENTAL MBR PLANT

The last chapter of this thesis is focused on the practical applicability of the previous sensitivity analysis and calibration results and on the collection of data obtained from theoretical simulations of the experimental MF plant using the previously calibrated ASM3 (Gujer *et al.*, 1999). For this scenario analysis,

operational conditions have been modified in each simulation in order to theoretically evaluate several design alternatives, determine the influence of operational parameters and get useful information to improve process knowledge and help to take decisions related to the design or optimization of the system.

First of all, a simulation of the MF plant was carried out using experimental values and it was considered as the starting point for this study. Later, other simulations in which the value of a single operational or design variable was modified were carried out. In total, 9 simulations were carried out for each 12 evaluated variables (Table 4.41).

Table 4.41. Modified values for the scenario analysis.

MODIFIED PARAMETER	SIMULATION NUMBER								
	1	2	3	4	5	6	7	8	9
V anoxic, m ³	1.44	2.16	2.89	3.61	4.33	5.05	5.77	6.49	7.22
K_{La} anoxic, d ⁻¹	0	3	10	15	20	25	30	50	60
V aerobic, m ³	4.41	5.30	6.18	7.06	7.95	8.83	10.60	12.36	14.13
Influent S_S , mg/L	61	92	123	153	184	215	245	276	307
Influent X_S , mg/L	90	135	179	224	269	314	356	404	448
Influent X_I , mg/L	152	228	304	380	456	532	608	684	760
Influent S_{NH} , mg/L	24	36	48	60	72	85	97	109	121
Volumetric organic loading, kg COD/m ³ d	0.31	0.47	0.55	0.63	0.71	0.79	0.94	1.10	1.26
SRT, d	15	25	35	45	55	65	75	85	95
Recirculation ratio, $N \times Q_m$	1.6	2.4	3.2	4.0	4.8	5.6	6.4	7.2	8.0
Temperature, °C	8	10	12	15	18	20	23	25	28
K_{La} aerobic, d ⁻¹	0-50	20-80	0-100	20-100	40-100	20-120	0-150	20-150	0-200

Figures 4.96 and 4.97 show the simulations results regarding TSS concentrations inside aerobic and MBR bioreactors, respectively. Due to the fact that water passes through the membrane and biomass is retained, activated sludge is concentrated in the MBR and TSS concentrations inside this bioreactor are higher than those obtained inside the aerobic bioreactor. However, trends are identical in both cases.

The most influential variables which positively affect TSS concentrations are the particulate inert COD fraction in the influent (X_I), the SRT and the organic loading. Other remarkable variables are the temperature, K_{La} and X_S concentration in the influent.

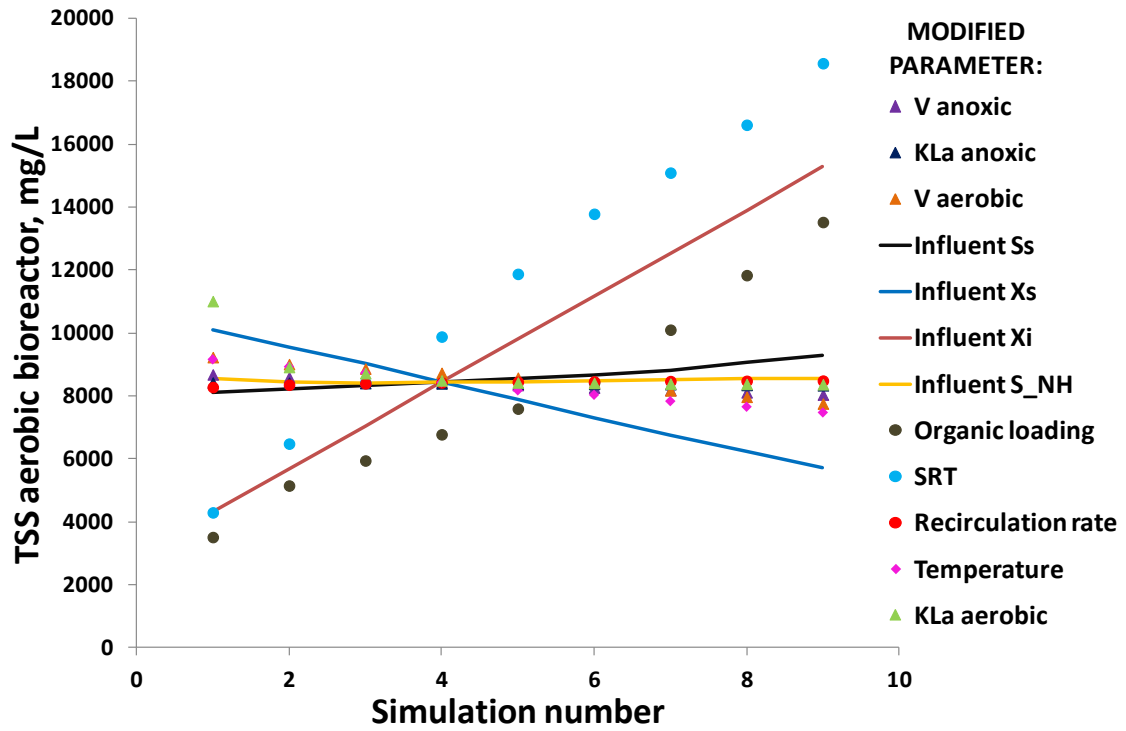


Figure 4.96. TSS concentration inside the aerobic bioreactor simulated at different operational conditions.

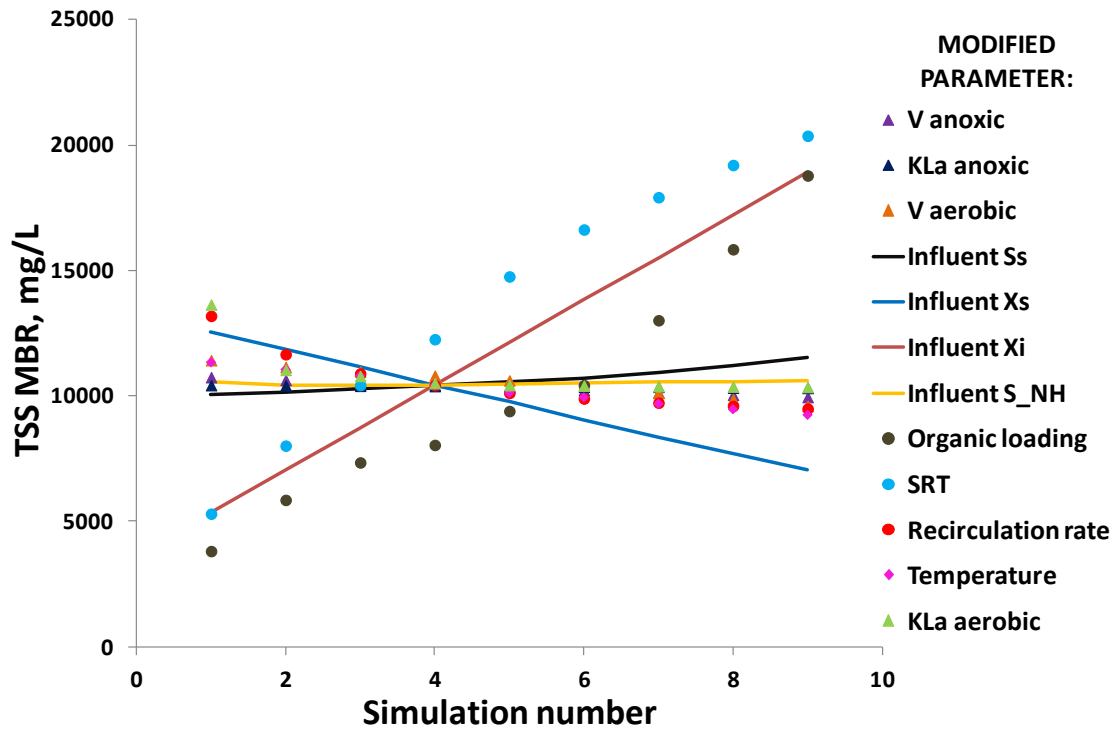


Figure 4.97. TSS concentration inside the MBR simulated at different operational conditions.

Influent X_I concentration is not degraded during the biological process and, if it does not leave the system dragged by the purged activated sludge, it is accumulated in the system increasing the TSS concentrations (Munz *et al.*, 2008). For that reason, this is one of the most common parameters in which TSS adjustment is based in many calibration protocols (Henze *et al.*, 1992; Melcer *et al.*, 2003; Lu *et al.*, 2010).

This fraction of inert solids may negatively affect membrane fouling (Zhou *et al.*, 2009; Huyskens *et al.*, 2011; Wang *et al.*, 2013b), oxygen transfer inside the aerobic bioreactor (Fenu *et al.*, 2010b; Verrecht *et al.*, 2010; Barillon *et al.*, 2013; Zhu *et al.*, 2013) and/or the energy requirements for activated sludge mixing and pumping (Verrecht *et al.*, 2010; Khursheed and Kazmi, 2011). These simulations allow to estimate the most suitable operational conditions such as the SRT (Lubello *et al.*, 2007; Wang *et al.*, 2013b), aeration intensity (Guglielmi and Andreottola, 2011) or activated sludge recirculation (Bracklow *et al.*, 2007) which must be selected in order to optimize system performance and to reduce the accumulation of inert solids.

The effect of the SRT over the biological activity has been widely evaluated and it has been already published that as the SRT increases, the amount of solids accumulated in the system also increases because the amount of solids removed from the system decreases (Munz *et al.*, 2008; Bekir-Ersu *et al.*, 2010; Fernández-Fontaina *et al.*, 2013; Sabia *et al.*, 2013, among others). On the other hand, one of the main advantages in MBR systems is that the excess sludge production is lower than in conventional WWTPs due to the higher SRTs at which they are able to operate (Wen *et al.*, 1999; Lubello *et al.*, 2007; Pollice *et al.* 2008; Le-Clech, 2010; Wang *et al.*, 2013b), as SRTs higher than 20 days increase the biomass maintenance energy requirements so reducing biomass growth and, consequently, active biomass concentration (Ekama and Wentzel, 2008; Khursheed and Kazmi, 2011). If TSS concentration and activated sludge purged flowrate are known, excess sludge production may be calculated for every simulation. In this case, sludge production ranged from 3.50 kg/d for the highest SRT tested in this study

(95 days) and 5.78 kg/d for the lowest SRT (15 days), in such a way that energy consumption and costs derived from the excess sludge management and post-treatment are lower at higher SRTs (Yang *et al.*, 2006; Lubello *et al.*, 2007; Pollice *et al.*, 2008; Wang *et al.*, 2013b). In summary, although the active biomass production decreases, an increase in the SRT leads to a net increase of the TSS concentration mainly due to the lower amount of activated sludge which is purged. As previously mentioned, high TSS concentrations may negatively affect system performance regarding aeration requirements (Fenu *et al.*, 2010b; Verrecht *et al.*, 2010; Barillon *et al.*, 2013; Zhu *et al.*, 2013), membrane fouling (Zhou *et al.*, 2009; Huyskens *et al.*, 2011; Wang *et al.*, 2013b) and/or energy consumption (Verrecht *et al.*, 2010; Khursheed and Kazmi, 2011). For these reasons, the SRT is one of the most important operational variables which must be optimized in order to reduce operational costs while maintaining the efficiency of the biological processes and the solid/liquid separation.

One of the main objectives of WWTPs consists on getting an activated sludge properly stabilized in order to reduce post-treatments such as digestion or physical-chemical stabilization (Yoon, 2003; Khursheed and Kazmi, 2011). Usually, the VSS fraction is in a range from 60 to 90 % of the TSS (Huang *et al.*, 2001), but the most common values in MBR systems are in a range from 70 to 75 % (Laera *et al.*, 2009). As MBR systems are able to operate at higher SRTs and lower organic loadings, endogenous respiration and sludge mineralization are promoted in such a way that the active biomass concentrations and the percentage of VSS may be reduced during the process (Vuković *et al.*, 2006). However, an increase in the sludge mineralization and stabilization does not necessarily mean that the VSS/TSS ratio decreases, as the inert matter generated during the endogenous respiration is also volatile.

The effect of the organic loading is not only due to the corresponding increase of the influent flowrate and consequently, to the higher amount of inert particulate solids entering the system, but also to the increase of the concentration of

biodegradable substrate available for biomass growth (Knerr *et al.*, 2011; Shariati *et al.*, 2013).

Temperature effect over biomass activity has been already evaluated in this thesis. This variable greatly influences the values of parameters which define biomass growth and decay (Henze *et al.*, 1987; Hauduc *et al.*, 2011). In previous chapters, it was observed that at different operational conditions, the effect of the temperature over $b_{H,02}$ is more relevant than over Y_H , so, more active biomass is lost as temperature increases. However, although active biomass decreased as $b_{H,02}$ increases, this reduction in the TSS concentration is compensated with the subsequent increase of inert solids coming from the biomass decay (Fenu *et al.*, 2010b; Zuthi *et al.*, 2013b) and with the increase in biological activity and biomass growth (Ma *et al.*, 2013). Besides that, a global decrease of more than 20 % of the TSS concentration is observed so, net sludge production decreases with temperature.

Other positive effects of temperature over the MBR system performance are lower activated sludge viscosity and better membrane permeability (Gil *et al.*, 2010; Huyskens *et al.*, 2011). However, the effect of temperature over aeration and energy requirements is complex, because on the one hand, it improves oxygen transfer due to lower TSS concentrations and lower activated sludge viscosity, (Verrecht *et al.*, 2010; Racault *et al.*, 2011; Barillon *et al.*, 2013; Zhu *et al.*, 2013), but on the other hand, it increases oxygen demand for biomass growth and decay as it increases biological activity (Ma *et al.*, 2013).

Although it could be expected that limited oxygen availability negatively affects biological activity and consequently TSS concentrations, these results showed that selected K_La values for the aerobic bioreactor are not a significant variable, because, as previously mentioned, in case oxygen availability is limited, it should firstly affect autotrophic biomass, which constitutes less than 5 % of the biomass (Gómez-Silván *et al.*, 2013) and this effect is not relevant for the global TSS concentration. On the other hand, when oxygen availability is limited but enough

substrate is available for degradation, as usually occurs in experimental systems with intermittent aeration, part of the substrate is stored to be consumed afterwards during the oxygen availability periods (Okutman, 2010; Oliveira *et al.*, 2011; Insel *et al.*, 2012). This storage process included in the ASM3 (Gujer *et al.*, 1999) avoid that the heterotrophic biomass growth decreases due to oxygen absence. However, effluent S_S and S_{NH} concentrations demonstrated that both substrates were almost completely removed from the system in every simulation, showing that oxygen was not a significant limiting factor for biological activity in any evaluated scenario. Regarding this variable, authors such as Huyskens *et al.* (2011) or Amand *et al.* (2013) stated that the selection of fixed set points for dynamic systems in which aeration requirements vary with time, involves an important and unnecessary energy consumption and that aeration requires optimization because it is one of the most important aspects which slow down the development of MBR systems (Annaka *et al.*, 2006; van Nieuwenhuijzen *et al.*, 2008; Fenu *et al.*, 2010b; Krzeminski *et al.*, 2012). For that reason, many authors (Verrecht *et al.*, 2010; Guglielmi and Andreottola, 2011; Hocaoglu *et al.*, 2013b) have evaluated alternatives such as the intermittent aeration used in the evaluated system.

On the other hand, regarding the recirculation ratio of activated sludge from the MBR to the anoxic bioreactor, TSS concentrations decrease as this ratio increases, specially in the MBR, as an increase in the amount of activated sludge which is recirculated involves a higher amount of TSS which leave the MBR and a dilution of the activated sludge inside this bioreactor. Authors such as Dalmau *et al.* (2013) stated that the influence of this parameter is not only from an economical point of view but also related to the process performance and to the effluent quality. Others such as Tan and Ng (2008) evaluated the influence of this ratio over the DO concentration dragged to the anoxic or anaerobic bioreactors and Barillon *et al.* (2013) evaluated the importance of this ratio regarding the activated sludge homogenization and the global energy consumption of the experimental system. For these reasons, this variable must be optimized when an experimental MBR system is designed in order to select the optimum value which allows a good

performance of the membranes according to the manufacturer recommendations without affecting biomass nor increasing pumping costs (Barillon *et al.*, 2013).

Finally, the negative effect of influent X_S concentration is also remarkable. This influence is due to the selected model implementation, as ASM3 (Gujer *et al.*, 1999) considers TSS concentration as a separate state variable, in such a way that, although increasing X_S does increase the COD available for heterotrophic biomass growth, it also reduces the inert fraction (X_I) and, since the reduction in the latter is far greater than the increase in X_H , overall TSS concentration decreases.

Below, figures 4.98 and 4.99 show the effects of operational conditions over heterotrophic and autotrophic biomass concentrations, respectively. Autotrophic biomass concentrations are always significantly lower than heterotrophic biomass concentrations and the average percentage of TSS corresponding to autotrophic biomass in these simulations was 1.77 ± 0.40 %. These results agree with other authors who stated that autotrophic biomass content in the TSS concentration is usually lower than 2 % (Sears *et al.*, 2005; Gómez-Silván *et al.*, 2013).

Similar trends are observed in both figures, and the most positively influential parameters for heterotrophic biomass are volumetric organic loading and biodegradable COD fractions in the influent (X_S and S_S), as they increase the amount of substrate available for biomass growth (Barillon *et al.*, 2013).

Also the SRT showed a significant positive influence over heterotrophic active biomass concentration, as an increase in the SRT implies that the amount of X_H leaving the system with the purged activated sludge is lower so, a higher amount of X_H is accumulated in the system and if the organic loading is enough to maintain the required substrate for heterotrophic activity and avoid biomass decay, X_H increases. These results are in agreement with those obtained in the chapter of this thesis in which $b_{H,02}$ and Y_H were calibrated at different operational conditions showed that $b_{H,02}$ clearly decreased as the SRT increased from 20 to 40 days. These results show that the amount of active biomass which is accumulated in the system

as the SRT increases and the purged amount of biomass decreases, not only compensates but also exceeds active biomass lost during the decay process (Insel *et al.*, 2012).

Negatively, X_H is influenced by the temperature, which exponentially increases biomass decay and reduces active biomass concentrations (Henze *et al.*, 1987; Hauduc *et al.*, 2011). However, the effect of the temperature over the TSS concentrations was not so clear because at the same time that active biomass decrease, inert particulate matter is generated during the decay process (Fenu *et al.*, 2010b; Zuthi *et al.*, 2013b).

The aerobic bioreactor volume also has a negative effect over X_H , because it dilutes all the concentrations inside the bioreactor. Precisely, one of the main advantages of the MBR systems is that they are able to operate at really high concentrations so that the required bioreactors volumes for the treatment are lower (Drews and Kraume, 2005).

In the same way that TSS concentrations inside the bioreactors were slightly affected by the range of K_La values selected to simulate intermittent aeration, oxygen absence and availability cycles did not show a significant influence over active heterotrophic biomass due to the storage process included in the ASM3 (Gujer *et al.*, 1999). This is another important advantage of these systems in which intermittent aeration results in considerable energy savings (Wang *et al.*, 2013b), promotes substrate storage minimizing oxygen requirements (Okutman, 2010; Oliveira *et al.*, 2011; Insel *et al.*, 2012) and allows the selection of low DO concentrations set points, so minimizing residual DO concentrations in the recirculated activated sludge which might affect denitrification process (Dalmau *et al.*, 2013). Many authors have evaluated the advantages of operating at intermittent aeration conditions in MBR systems for membrane cleaning and maintenance (Annaka *et al.*, 2006), energy savings or minimizing sludge production (Guglielmi and Andreottola, 2011; Amand *et al.*, 2013) or simultaneous nitrification/denitrification, which improves nitrogen removal (Hocaoglu *et al.*,

2013b; Wang *et al.*, 2013b). However, it can be seen that both autotrophic and heterotrophic biomass concentrations slightly decreases as oxygen transfer increases due to the fact that in conditions such as low organic loading and oxygen availability, biomass decay is promoted and active biomass decrease (Ekama and Wentzel, 2008).

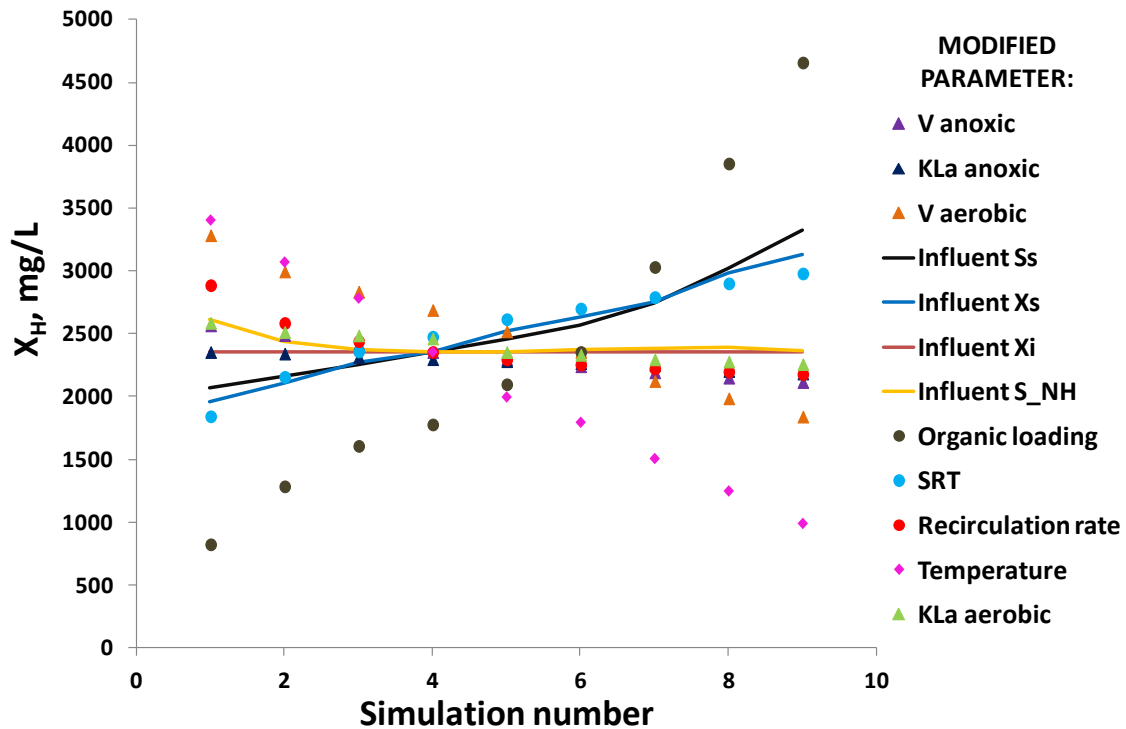


Figure 4.98. X_H concentration inside the MBR simulated at different operational conditions.

Regarding autotrophic biomass (Figure 4.99), one of the most influential variables is the SRT, as an increase in the SRT implies that less autotrophic biomass is lost with the purged activated sludge and promotes the development of slow microorganisms such as autotrophic biomass in the system (Ahmed and Lan, 2012; Sabia *et al.*, 2013).

On the other hand, although an increase in the temperature significantly increases the system ability to nitrify (Ma *et al.*, 2013; Amand *et al.*, 2013), these results

show a negative effect of the temperature over active biomass concentration. This is due to the fact that, as above mentioned, the effect of the temperature over the decay coefficient (Henze *et al.*, 1987) is more relevant than that over biomass growth.

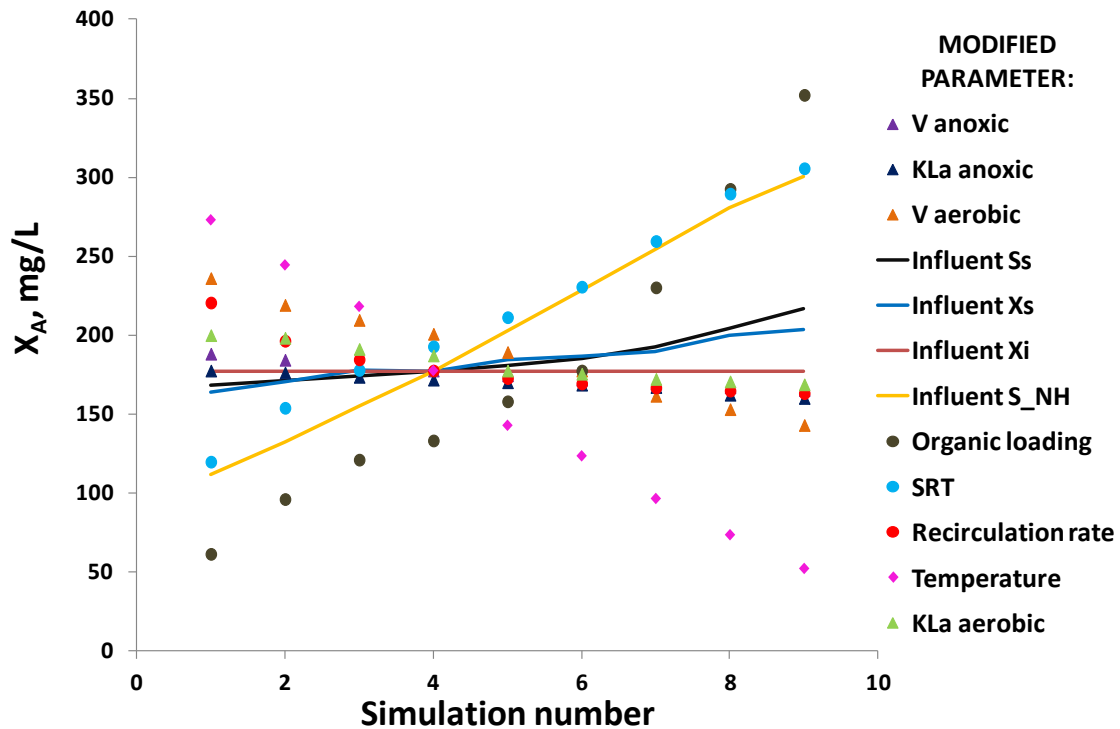


Figure 4.99. X_A concentration inside the MBR simulated at different operational conditions.

The main difference with respect to the heterotrophic biomass is that influent ammonium concentration greatly influences autotrophic biomass concentration as it is the substrate for nitrification. On the other hand, the effect of the influent organic loading is similar to that observed for X_H as an increase in this variable is due to an increase in the influent flowrate and it means that both organic matter and ammonium concentrations entering the system increase so both processes are intensified (Williams *et al.*, 2012).

Finally, it can be observed that recirculation ratio from the MBR to the anoxic bioreactor slightly influences in a negative way both biomass concentrations. First of all, this effect is due to the dilution caused in the MBR as the amount of recirculated activated sludge removed from this bioreactor increases. Moreover, Authors such as Yoon *et al.* (1999), Kim *et al.* (2001) or Pendashteh *et al.* (2011) stated that an increase in the recirculation ratio leads to an increase in the shear stress and both flocs and cellular membranes of the microorganisms are broken in a higher extend, increasing biomass loss and cellular matter release, which increases activated sludge viscosity, membrane fouling and minimizes oxygen transfer (Zuthi *et al.*, 2013).

Active biomass concentrations, both autotrophic and heterotrophic, define the treatment capacity of a particular system and a suitable selection of the values of those operational conditions which promote biomass growth leads to the optimization of the system efficiency. However, it must be taken into account that excess sludge production leads to significant costs and affects oxygen transfer, so, maximum allowed biomass and TSS concentrations inside the bioreactors are defined based on these aspects (van Nieuwenhuijzen *et al.*, 2008; Khursheed and Kazmi, 2011).

Below, figures 4.100 and 4.101 show the results for X_I and X_S concentrations in the MBR. In both cases, the clearest influential parameters are organic loading and the corresponding influent concentrations of X_I or X_S , which increase the amount of these fractions in the system.

Regarding the SRT, this is a very influential parameter for X_I concentration, but it is not relevant for X_S concentration because the first one is an inert fraction which is accumulated in the system in case it is not purged, specially at higher SRTs (Verrecht *et al.*, 2010), but the second one is slowly biodegradable and it would be finally degraded if the SRT is high enough (Ahmed and Lan, 2012; Fernández-Fontaina *et al.*, 2013). In the whole range of SRTs selected for this study, X_S has been hydrolyzed in a similar degree.

On the other hand, these results also show a marked negative effect of the bioreactors volumes and temperature over X_S , as an increase of the volumes implies a higher dilution of activated sludge concentrations and a temperature also favors bioactivity and, subsequently, X_S removal (Krzeminski et al., 2012).

In MBR systems, high particulate solids concentrations may increase the energy consumption for activated sludge aeration, mixing and pumping (Bracklow *et al.*, 2007; Verrecht *et al.*, 2010; Fenu *et al.*, 2010b; Guglielmi and Andreottola, 2011) and negatively affect membrane fouling so, more chemical cleansings and higher aeration intensities are required for membrane maintenance and it involves a significant increase in operational costs (Lubello *et al.*, 2007; Huyskens *et al.*, 2011). For these reasons, influent pre-treatments such as primary sedimentation or filtration are advisable in order to minimize the amount of particulate solids and improve process performance.

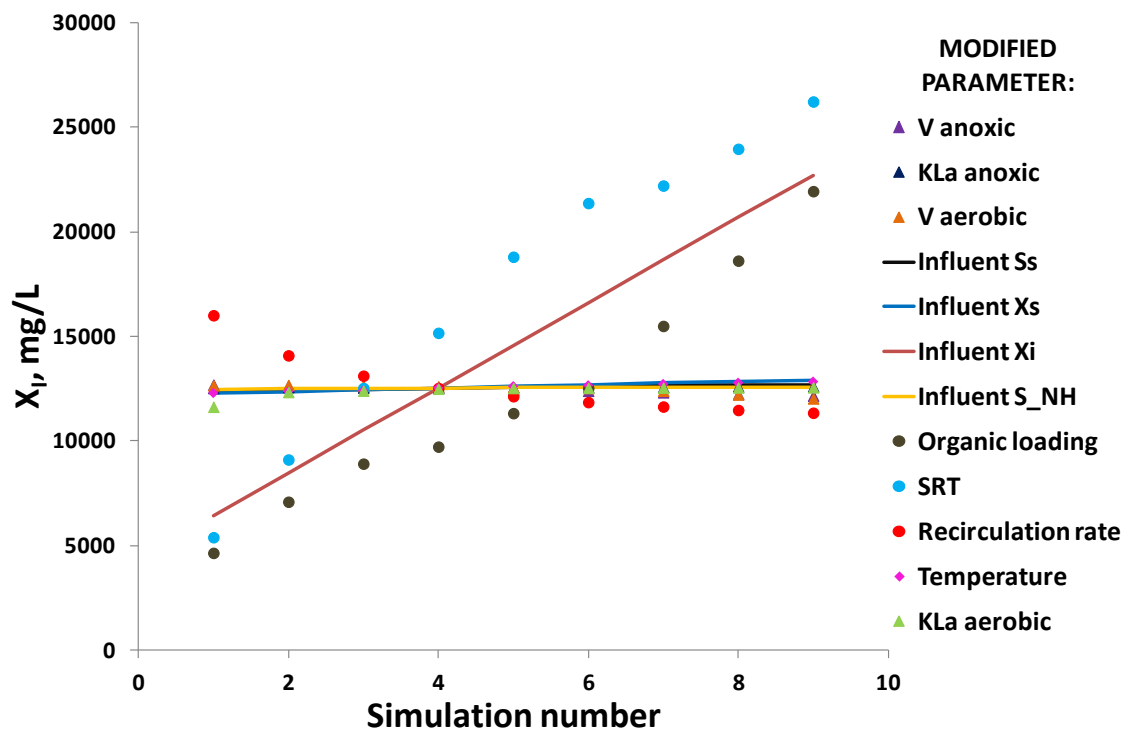


Figure 4.100. X_I concentration inside the MBR simulated at different operational conditions.

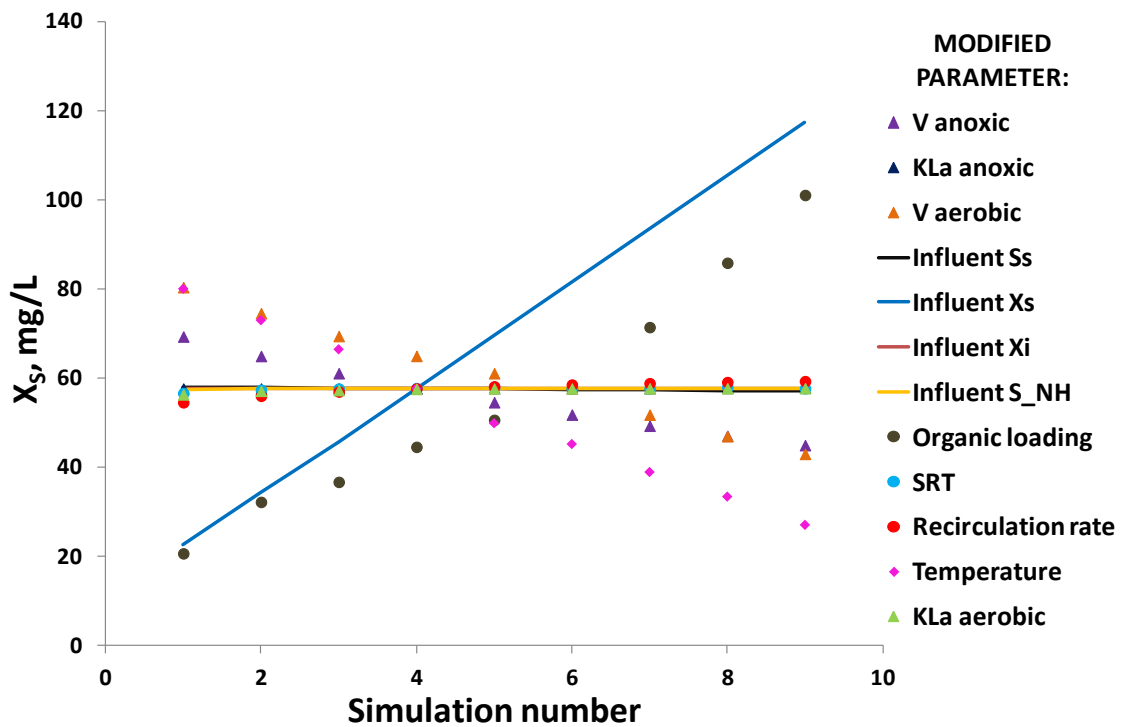


Figure 4.101. X_S concentration inside the MBR simulated at different operational conditions.

The effects of operational conditions over the OUR inside the aerobic bioreactor have also been analyzed (Figure 4.102). The most influential parameter in this case is the organic loading, as an increase of this variable is produced by an increase in the influent flowrate and it means that both organic matter and ammonium entering the system increase and more oxygen is consumed to remove them. On the other hand, an increase in the influent flowrate also implies that the HRT decreases, so, both processes which consume oxygen (organic matter biodegradation and nitrification) are intensified (Williams *et al.*, 2012; Barillon *et al.*, 2013).

It is also remarkable that the effect of the influent ammonium concentration is even higher than that of the biodegradable organic matter concentrations. This is because of the processes stoichiometry, as 4.57 mg of O_2 are required to consume an increase of 1 mg of $N-NH_4$, whereas the stoichiometric constant for organic

matter biodegradation is 1 mg of O₂ per mg of substrate (Henze *et al.*, 1987). Authors such as Zhu *et al.* (2013) developed an aeration model and they determined that the most influential model parameters were mainly related to the nitrification process such as $\mu_{A,max}$ or $K_{O,A}$. For these reasons, an increase in the ammonium concentration involves that, if oxygen availability is enough, consumed oxygen is higher than in case the organic matter concentration increases.

Negatively, OUR is influenced by the aerobic bioreactor volume because, as previously mentioned, OUR is measured in milligram of oxygen consumed per liter of activated sludge in a given time, in such a way that, as the activated sludge is diluted in a higher volume, concentrations of those species which consume oxygen are also diluted and oxygen consumption per liter of activated sludge decreases.

It is also remarkable that variables such as the SRT or the temperature do not show a significant effect over the OUR. On the one hand, authors such as Malamis *et al.* (2011) or Zuthi *et al.* (2013b) experimentally checked that as the SRT increases, inert particulate solids also increase and it greatly affects oxygen transfer so, decreasing the DO available for biological reactions (Fenu *et al.*, 2010b; Verrecht *et al.*, 2010; Barillon *et al.*, 2013) and finally reducing the OUR. Other authors such as Lubello *et al.* (2007), found that values for the SRT around 50 days in order to optimize both excess sludge production and oxygen requirements in MBR systems. However, in this study, the SRT did not show a significant effect over the OUR because oxygen transfer during the simulations is fixed depending on the selected K_{La} values and the effect of the TSS concentration or activated sludge viscosity is not considered so, in the theoretical simulations, OUR is more influenced by variables such as the influent flowrate and concentrations which define substrate availability than by variables such as the SRT or the temperature.

Regarding the temperature, it has a positive effect over the OUR, because biological activity increases with the temperature (Ma *et al.*, 2013) and the values of the kinetic and stoichiometric parameters describing the biological processes which consume oxygen also increase with the temperature according to Arrhenius type

equations (Henze *et al.*, 1987). Moreover, at higher temperatures, activated sludge viscosity decreases and oxygen and substrate transfer is improved so, the contact among those species involved in the biological processes is better and the reactions take place to a greater extent (Gil *et al.*, 2010; Racault *et al.*, 2011). For these reasons, in experimental systems, in case the temperature inside the system is too low, an increase in the aeration intensity is usually required in order to compensate for the lower reaction rates (Amand *et al.*, 2013).

However, in the same way that for the TSS concentrations, the observed increase in OUR with temperature is lower than expected because in WEST, K_La values are previously selected for each simulation and they do not vary during the simulation, so, simulated oxygen transfer does not change depending on the TSS concentration or the activated sludge viscosity. Moreover, the increase in the required oxygen for the biological processes is compensated for the decrease in active biomass, which is higher as the temperature increases (Henze *et al.*, 1987).

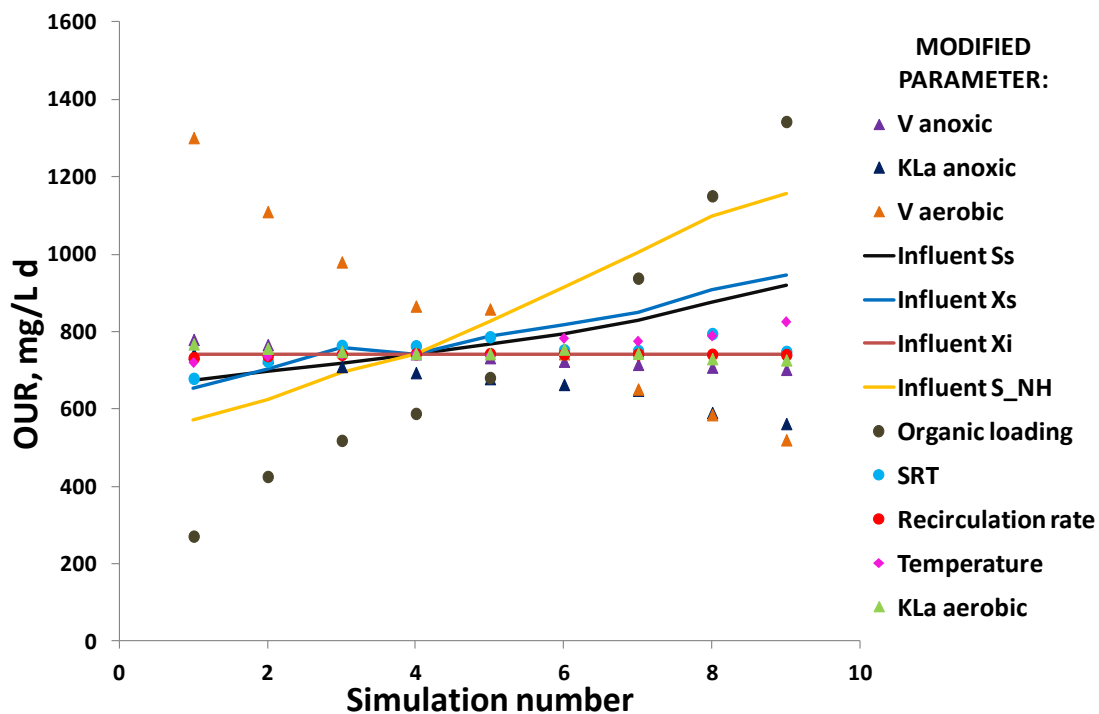


Figure 4.102. OUR inside the aerobic bioreactor simulated at different operational conditions.

Figure 4.103 shows the results for effluent S_s concentration simulated at different operational conditions. Most of these values are in a range from 0.03 to 0.05 mg/L, indicating that the readily biodegradable organic matter was almost completely removed in the experimental system, independently of the operational conditions and ensuring that effluent quality is good enough even at low SRTs, low HRTs and low temperatures. Regarding the most influential parameters, it can be observed that influent X_s concentration is the only remarkable variable, which positively affects effluent S_s concentration because X_s is hydrolyzed and transformed into S_s during the process (Henze *et al.*, 1987). These results may be useful to take decisions related to the design of experimental systems, as even when the system operates at peak influent concentrations or flowrates, S_s is completely removed and effluent quality is high regarding the organic matter content. In this way, operational conditions such as the SRT, aeration requirements or bioreactor volumes may be optimized according to other biological processes such as nitrification (Guglielmi and Andreottola, 2011; Zhu *et al.*, 2013) or to economical aspects (van Nieuwenhuijzen *et al.*, 2008).

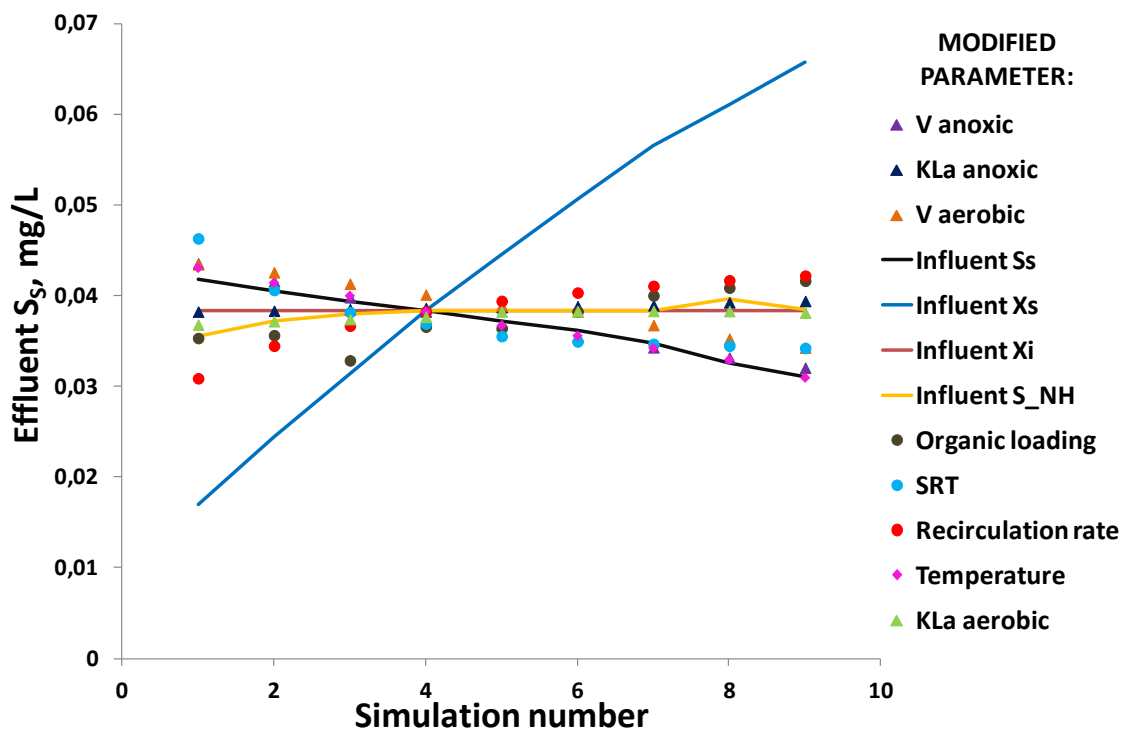


Figure 4.103. Effluent S_s concentration simulated at different operational conditions.

On the other hand, results regarding nitrogen compounds give information which may be greatly useful for system design. Figures 4.104 and 4.105 show the effluent S_{NH} and S_{NO} concentrations, respectively. First of all, it is remarkable that, in the same way that S_S concentration, ammonium concentration is also low in every simulation, with values in a range from 0.07 to 0.28 mg/L. These results lead to important economical connotations, as the evaluated K_{La} values inside the bioreactor correspond to DO concentrations from 0.0 to 0.1 mg/L (K_{La} values of 0 and 50 d⁻¹ to simulate intermittent aeration) and from 3.0 to 5.0 mg/L (K_{La} values of 0 and 200 d⁻¹). According to Kusiak and Wei (2013), microorganisms require a minimum DO concentration from 0.1 to 0.3 mg/L for the biological wastewater treatment. In case the DO concentration is too low, anoxic conditions inside the bioreactor will cause biomass death and in case this concentration is too high, it will increase operational costs and it will promote that undesired microorganisms may growth. For that reason, as both organic matter and ammonium removal are practically completed even when the system operates at low DO concentrations, the design of a system which operates at high DO concentrations inside the bioreactors involves significant and unnecessary energy consumption (Huyskens *et al.*, 2011).

Finally, effluent nitrate concentrations (Figure 4.105) indicate that this is the output which showed highest fluctuations in this study. On the one hand, denitrification is improved by parameters such as organic loading or influent biodegradable COD fractions, as when oxygen is not available, nitrate is consumed inside the anoxic bioreactor to remove organic matter and an increase in the presence of biodegradable substrate implies that a higher amount of nitrate is removed for denitrification. On the other hand, as K_{La} inside the anoxic bioreactor increases, oxygen availability increases and inhibites denitrification so, effluent nitrate concentration also increases. In the same way, both influent ammonium concentration and K_{La} values inside the aerobic bioreactor promote nitrification and subsequently nitrate production.

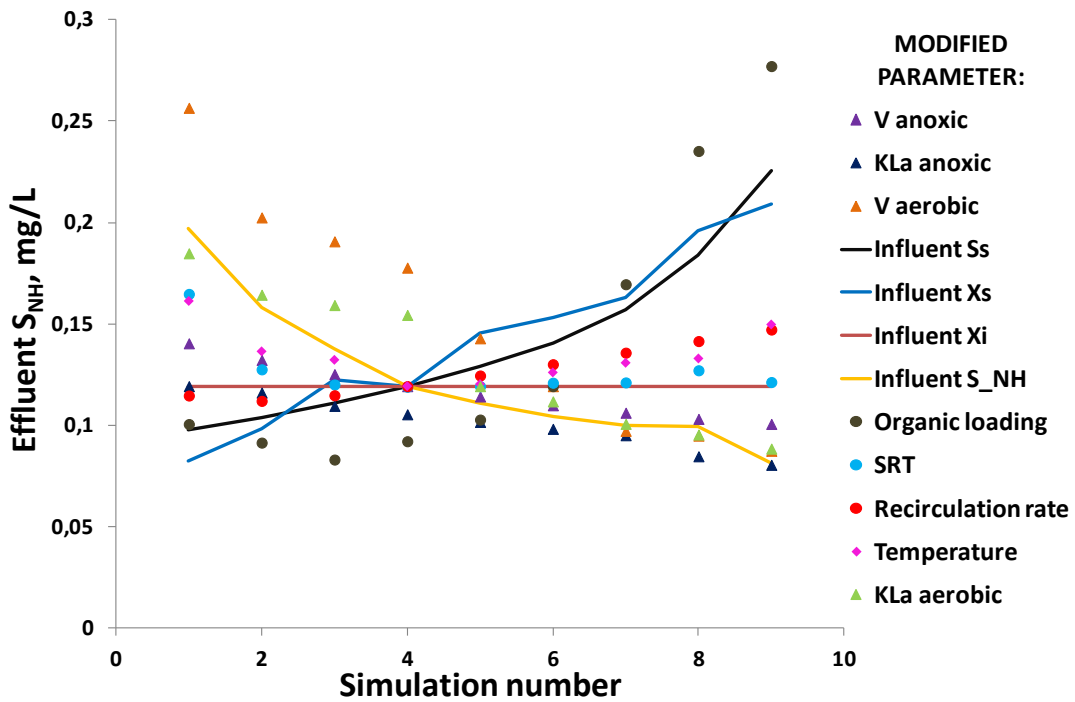


Figure 4.104. Effluent S_{NH} concentration simulated at different operational conditions.

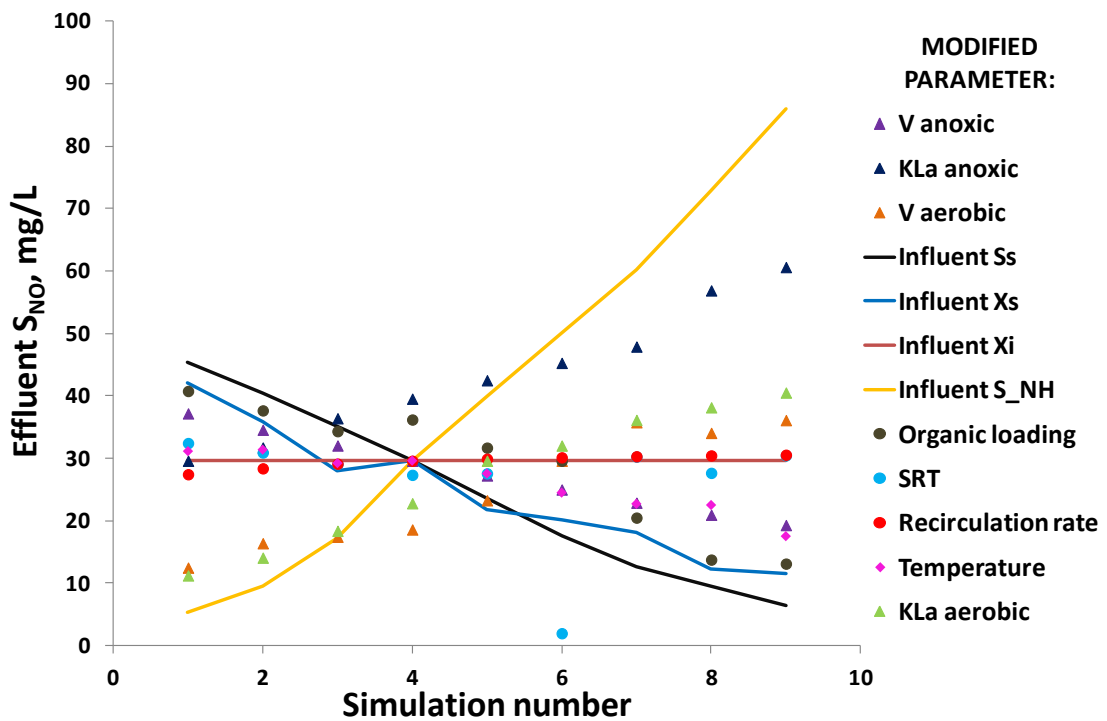


Figure 4.105. Effluent S_{NO} concentration simulated at different operational conditions.

In summary, these results demonstrate that the scenario analysis of a particular system based on simulations at different operational conditions allows the evaluation of different design alternatives without facing the costs derived from the experimental study in lab, pilot or full scale plants and without altering the WWTP performance (Nuhoglu *et al.*, 2005; Ferrer *et al.*, 2008). Although a model is a simplified representation of a real process and certain degree of uncertainty is always inherent to simulations, these studies allow the deduction of conclusions similar to those which could be obtained testing different conditions in experimental systems and help to improve the knowledge of the system and to take important decisions regarding WWTPs design and/or optimization.

5. CONCLUSIONS

5. CONCLUSIONS

A systematic analysis of those results obtained in this thesis, together with the information collected from publications related to these topics, lead to the following conclusions:

- The technology selected for a MBR system (MF flat sheet or UF hollow fiber membranes) does not significantly affect system performance, process efficiency or kinetic and stoichiometric parameters included in activated sludge models, in such a way that both technologies may be equally used.
- Although respirometric techniques initially developed for CAS systems have been widely applied to MBR systems, they should be optimized for the specific characteristics of these systems, specially regarding the *t.t.e.*, which is lower for MBR systems operating at high SRTs.
- Activated sludge models can be implemented in numerical softwares such as MATHEMATICA, which has been validated as a fast and easy to use platform both for WWTPs steady state simulations and for sensitivity analyses.
- Sensitivity analyses showed that for MBR systems, the most influential parameters over ASM3 model predictions are b_{H,O_2} , Y_H , $\mu_{H,max}$ and K_S .
- These sensibilities are not just due to the parameters themselves but also to their corresponding temperature correction factors.

- Conditions selected for the sensitivity analyses such as the duration of the simulations, the temperature or the DO concentration inside the bioreactor do not affect the results of the analysis.
- A proper characterization of influent COD fractions greatly improves simulation results and minimizes calibration efforts.
- Characterization methods based on respirometric techniques better fits influent COD fractions. On the contrary, physical-chemical methods overestimate biodegradable fractions and underestimate inert fractions.
- The best fitting of simulation results is obtained when hourly intensive influent characterization is carried out for dynamic calibration. However, no significant differences depending on the influent sampling frequency are obtained.
- For MBR systems, SRT and temperature are the most influential variables over $b_{H,02}$ and Y_H , which increase as temperature increases and/or the SRT decreases.
- Y_H showed higher variability than $b_{H,02}$ depending on the operational conditions.
- ASM3 model calibration for a particular MBR system requires changes in the default values for $b_{H,02}$, Y_H , $\mu_{H,max}$ and K_S , whose average values obtained by respirometry are appropriate.. Moreover, K_O and $K_{A,0}$ have also been modified to fit the OUR.
- The scenario analysis showed that in MBR systems, organic loading positively influences OUR, TSS, autotrophic and heterotrophic biomass, X_I and X_S concentrations. It also improves nitrification and reduces effluent nitrate concentration.

- The SRT greatly influences TSS, biomass and X_I concentrations, but it is not relevant for X_S concentration.
- Temperature inside the bioreactor improves biomass growth and decay and reduces biomass, S_S and X_S concentrations.
- Aerobic bioreactor volume negatively influences OUR and biomass concentrations.
- Independently of the operational conditions, both organic matter and ammonium are almost completely removed from the system even when the system operates at low DO concentrations.

6. FUTURE WORK

6. FUTURE WORK

Below, some topics for future work are proposed. They are topics which could not be evaluated in depth during this thesis and which may constitute a supplement for the results obtained in this study.

- Experimental evaluation of model parameters related to the autotrophic biomass at different operational conditions.
- Enlargement of the ASM3 model implemented in MATHEMATICA to include other processes such as SMP/EPS formation and/or membrane filtration, which characterize MBR systems.
- Use of MATHEMATICA for global sensitivity analyses in which more than one input may be changed simultaneously in each simulation (MonteCarlo-type analyses).
- Extension of the range of operational conditions tested in the scenario analysis in order to evaluate other design alternatives.
- Inclusion of an economical evaluation in the theoretical study in order to ensure that the best decision is taken.

7. REFERENCES

7. REFERENCES

Ahmed, F. N. and Lan, C. Q. (2012). Treatment of landfill leachate using membrane bioreactors: A review. *Desalination* **287**, 41–54.

Al-Malack, M. H. (2006). Determination of biokinetic coefficients of an immersed membrane bioreactor. *Journal of Membrane Science* **271**, 47-58.

Amand, L., Olsson, G. and Carlsson, B. (2013). Aeration control – a review. *Water Science and Technology* **67(11)**, 2374-2398.

Anderson, E., Ginestet, P., Sperandio, M. and Paul, E. (2001). Influence of pre-treatments and recycled flows on the COD fractions of a wastewater: a case study. *Water Science and Technology* **43(11)**, 99-108.

Annaka, Y., Hamamoto, Y., Akatsu, M., Maruyama, K., Oota, S. and Murakami, T. (2006). Development of MBR with reduced operational and maintenance costs. *Water Science and Technology* **53(3)**, 53-60.

APHA, AWWA, and WEF (1998) Standard methods for the examination of water and wastewater. 18th ed. American Public Health Association. Washington, D.C.

Ardenn, E. and Lockett, W. T. (1914). Experiment on the oxidation of sewage without the aids of filters. *Journal Society Chemical Industry*, **33:523**.

Arévalo, J. (2011). Aplicación de biorreactores de membrana al agua residual urbana: consideraciones para la modificación de los parámetros de proceso. PHD Thesis. Universidad de Granada.

Arévalo, J., Garralón, G., Plaza, F., Moreno, B., Pérez, J. and Gómez, M.A. (2009). Wastewater reuse after treatment by tertiary ultrafiltration and membrane bioreactor (MBR): a comparative study. *Desalination* **243**, 32-41.

Arraj, A., Bohatier, J., Laveran, H., Traore, O. (2005). Comparison of bacteriophage and enteric virus removal in pilot scale activated sludge plants. *Journal of Applied Microbiology* **98**, 516-524.

Artan, N., Orhon, D. and Baykal, B. B. (1990). Implications of the task group model I. The effect of the initial substrate concentration. *Water Research* **24(10)**, 1259-1268.

Avcioglu, E., Orhon, D. and Sözen, S. (1998). A new method for the assesment of heterotrophic endogenous respiration rate under aerobic and anoxic conditions. *Water Science and Technology* **38 (8-9)**, 95-103.

AWWARF, LE, WRCSA. (1998). Tratamientos de agua por procesos de membrana. Principios, procesos y aplicaciones. Mc Graw-Hill. Madrid.

Baek, S.H., Jeon, S.K. and Pagilla, K. (2009). Mathematical modeling of aerobic membrane bioreactor (MBR) using activated sludge model No. 1 (ASM1). *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* **15**, 835-840.

Barillon, B., Martin Ruel, S., Langlais, C. and Lazarova, V. (2013). Energy efficiency in membrane bioreactors. *Water Science and Technology* **67(12)**, 2685-2691.

Barrena, R., D'Imporzano, G., Ponsá, S., Gea, T., Artola, A., Vázquez, F., Sánchez, A. and Adani, F. (2009). In search of a reliable technique for the determination of the biological stability of the organic matter in the mechanical-biological treated waste. *Journal of Hazardous Materials* **162**, 1065-1072.

Basaran, S.T., Aysel, M., Kurt, H., Ergal, I., Kumru, M., Akarsubas, A., Sözen, S. and Orhon, D. (2012). Removal of readily biodegradable substrate in superfast membrane bioreactor. *Journal of Membrane Science* **423-424**, 477-486.

Bekir-Ersu, C., Kee-Ong, S., Arslankaya, E. and Lee, Y. W. (2010). Impact of solids residence time on biological nutrient removal performance of membrane bioreactor. *Water Research* **44**, 3192-3202.

Belia, E., Amerlinck, Y., Benedetti, L., Johnson, B., Sin, G., Vanrolleghem, P. A., Gernaey, K. V., Gillot, S., Neumann, M. B., Rieger, L., Shaw, A. and Villez, K. (2009). Wastewater treatment modelling: dealing with uncertainties. *Water Science and Technology* **60(8)**, 1929-1941.

Boursier, H., Béline, F. and Paul, E. (2004). Activated Sludge Model No. 1 calibration for piggery wastewater treatment using respirometry. *Water Science and Technology* **49(5-6)**, 389-396.

Braak, E., Alliet, M., Schetrite, S. and Albasi, C. (2011). Aeration and hydrodynamics in submerged membrane bioreactors. *Journal of Membrane Science* **379**, 1- 18.

Bracklow, U., Manigas, L., Drews, A., Vocks, M., Barjenbruch, M. and Kraume, M. (2007). Impact of different recirculation schemes on nitrogen removal and overall performance of a laboratory scale MBR. *Water Science and Technology* **56(6)**, 115-124.

Brands, E., Liebeskind, M. and Dohmann, M. (1994). Parameters for dynamic simulation of wastewater treatment plants with high rate and low-rate activated sludge tanks. *Water Science and Technology* **30(4)**, 211-214.

Brouwer, H., Klapwijk, A. and Keesman, K. J. (1998). Identification of activated sludge and wastewater characteristics using respirometric batch experiments. *Water Research* **32(4)**, 1240-1254.

Brown, K., Ghoshdastidar, A. J., Hanmore, J., Frazee, J. and Tong, A. Z. (2013). Membrane bioreactor technology: A novel approach to the treatment of compost leachate. *Waste Management* **(in press)**.

Brun, R., Kuhni, M., Siegrist, H., Gujer, W. and Reichert, P. (2002). Practical identifiability of ASM2d parameters – systematic selection and tuning of parameter subsets. *Water Research* **36**, 4113-4127.

Cech, J.S., Chudoba, J. and Grau, P. (1984). Determination of kinetic constants of activated sludge microorganisms. *Water Science and Technology* **17**, 259-272.

Cervantes, F.J., Pavlostathis, S.G. and van Haandel, A.C. (2006). Advanced biological treatment processes for industrial wastewaters. Principles and Applications. *IWA Publishing*, London (UK).

Chaize, S. and Huyard, A. (1991). Membrane bioreactors on domestic wastewater treatment sludge production and modeling approach. *Water Science and Technology* **23**, 1591-1600.

Chen, Z.-B., Hu, D.-X., Ren, N.-Q., Tian, Y. and Zhang, Z.-P. (2009). Biological COD reduction and inorganic suspended solids accumulation in a pilot-scale membrane bioreactor for traditional Chinese medicine wastewater treatment. *Chemical Engineering Journal* **155**, 115–122.

Chen, L., Tian, Y., Cao, C., Zhang, S. and Zhang, S. (2012). Sensitivity and uncertainty analyses of an extended ASM3-SMP model describing membrane bioreactor operation. *Journal of Membrane Science* **389**, 99–109.

Chiellini, C., Munz, G., Petroni, G., Lubello, C., Mori, G., Verni, F. and Vannini, C. (2013). Characterization and comparison of bacterial communities selected in conventional activated sludge and membrane bioreactor pilot plants: A focus on Nitrospira and Planctomycetes Bacterial Phyla. *Current Microbiology* **67**, 77-90.

Cho, J. W., Ahn, K. H., Lee, Y. H., Lim, B. R. and Kim, J. Y. (2004). Investigation of biological and fouling characteristics of submerged membrane bioreactor process for wastewater treatment by model sensitivity analysis. *Water Science and Technology* **49(2)**, 245–254.

Choi, H., Zhang, K., Dionysiou, D. D., Oerther, D. B. and Sorial, G. A. (2005). Influence of cross-flow velocity on membrane performance during filtration of biological suspension. *Journal of Membrane Science* **248**, 189-199.

Chu, C. P., Lee, D. J., Chang, B.-V. and Liao, C. S. (2001). Using ATP bioluminescence technique for monitoring microbial activity in sludge. *Biotechnology and Bioengineering* **75(4)**, 469-474.

Chudoba, J. (1985). Inhibitory effect of refractory organic compounds produced by activated sludge micro-organisms on microbial activity and flocculation. *Water Research* **19(2)**, 197-200.

Cierkens, K., Plano, S., Benedetti, L., Weijers, S., De Jonge, J. and Nopens, I. (2012). Impact of influent data frequency and model structure on the quality of WWTP model calibration and uncertainty. *Water Science and Technology* **65(2)**, 233-242.

Coen, F., Petersen, B., Vanrolleghem, P. A., Vanderhaegen, B. and Henze, M. (1998). Model-based characterization of hydraulic, kinetic and influent properties of an industrial WWTP. *Water Science and Technology* **37(12)**, 317-326.

Cokgor E. U., Insel, G., Aydin, E. and Orhon, D. (2009). Respirometric evaluation of a mixture of organic chemicals with different biodegradation kinetics. *Journal of Hazardous Materials* **161(1)**, 35-41.

Copp, J. B., Spanjers, H. and Vanrolleghem, P. A. (2002). Respirometry in control of the activated sludge process: Benchmarking control strategies. Scientific and Technical Report No. 11. International Association on Water Quality.

Corominas, L., Sin, G., Puig, S., Balaguer, M.D., Vanrolleghem, P.A., Colprim, J. (2011). Modified calibration protocol evaluated in a model-based testing of SBR flexibility. *Bioprocesses and Biosystems Engineering* **34**, 205-214.

Cronje, G. L., Beeharry, A. O., Wentzel, M. C. and Ekama, G. A. (2002). Active biomass in activated sludge mixed liquor. *Water Research* **36**, 439–444.

Dalmau, M., Rodriguez-Roda, I., Ayesa, E., Odriozola, J., Sancho, L. and Comas, J. (2013). Development of a decision tree for the integrated operation of nutrient removal MBRs based on simulation studies and expert knowledge. *Chemical Engineering Journal* **217**, 174-184.

De Luca, G., Sacchetti, R., Leoni, E. and Zanetti, F. (2013). Removal of indicator bacteriophages from municipal wastewater by a full-scale membrane bioreactor and a conventional activated sludge process: Implications to water reuse. *Bioresource Technology* **129**, 526–531.

Delrue, F., Racault, Y., Choubert, J.M. and Sperandio, M. (2008). Modelling a full scale Membrane Bioreactor using Activated Sludge Model No. 1: challenges and solutions. *IWA Regional Conference: Membrane Technologies in Water and Wastewater Treatment*. 2-4 Junio 2008, Moscú, Rusia.

Delrue, F., Choubert, J. M., Stricker, A. E., Spérandio, M., Mietton-Peuchot, M. and Racault, Y. (2010). Modelling a full scale Membrane Bioreactor using Activated Sludge Model No.1: Challenges and solutions. *Water Science and Technology* **62(10)**, 2205-2217.

Di Bella, G., Mannina, G. and Viviani, G. (2008). An integrated model for physical-biological wastewater organic removal in a submerged membrane bioreactor: Model development and parameter estimation. *Journal of Membrane Science* **322**, 1–12.

Dircks, K., Pind, P. F., Mosbæk, H. and Henze, M. (1999). Yield determination by respirometry – the possible influence of storage under aerobic conditions in activated sludge. *Water SA* **25**, 69–74.

Di Trapani, D., Mannina, G., Torregrossa, M. and Viviani, G. (2010). Quantification of kinetic parameters for heterotrophic bacteria via respirometry in a hybrid reactor. *Water Science and Technology* **61(7)**, 1757-1766.

Dold, P. L., Ekama, G. A. and Marais, G. v. R. (1980). A general model for the activated sludge process. *Progress in Water Technology*, **12:47**.

Donoso-Bravo, A., Mailier, J., Ruiz-Filippi, G. and Wouwer, A. V. (2013). Identification in an anaerobic batch system: global sensitivity analysis, multi-start strategy and optimization criterion selection. *Bioprocess Biosystems Engineering* **36**, 35–43.

Drews, A. and Kraume, M. (2005). Process improvement by application of membrane bioreactors. *Chemical Engineering Research and Design* **83(A3)**, 276-284.

Eckenfelder, W. W. and Grau, P. (1992). Activated sludge process design and control: theory and practice. Technomic Publishing Company.

Eckenfelder, W. W. y Musterman, J. L. (1995). Activated Sludge Treatment of Industrial Wastewater. Technomic Publ. Co., Lancaster, USA.

Eckhoff, D. W. and Jenkins, D. (1967). Activated sludge systems. Kinetics of the steady and transient states. SERL Report **67-12**, University of California, Berkeley.

Ekama, G.A., Dold, P. and Marais, G.v.R. (1986). Procedures for determining COD fractions and the maximum specific growth rate of heterotrophs in activated sludge systems. *Water Science and Technology* **18(6)**, 91-114.

Ekama, G. A. and Marais, G. v. R. (1984). Carbonaceous material removal in *Theory, Design and Operation of Nutrient Removal Activated Sludge Process*. Chapter 4. Pretoria, South Africa: Water Research Commission.

Ekama, G. A., Wentzel, M. C. and Sotemann, S. W. (2006). Tracking influent inorganic suspended solids through wastewater treatment plants. *Water Science and Technology* **54(8)**, 101–109.

Ekama, G.A. and Wentzel, M.C. (2008). *Biological Wastewater Treatment: Principles, Modelling and Design*. IWA Publishing, London, UK, 53–86.

Eldyasti, A., Nakhla, G. and Zhu, J. (2012). Development of a calibration protocol and identification of the most sensitive parameters for the particulate biofilm models used in biological wastewater treatment. *Bioresource Technology* **111**, 111-121.

Esparza-Soto, M. and Westerhoff, P. (2003). Biosorption of humic and fulvic acids to live activated sludge biomass. *Water Research* **37**, 2301-2310.

Fan, J., Vanrolleghem, P.A., Lu, S. And Qiu, Z. (2012). Modification of the kinetics for modeling substrate storage and biomass growth mechanism in activated sludge system under aerobic condition. *Chemical Engineering Science* **78**, 75–81.

Fall, C., Loaiza-Navia, J. and Esparza-Soto, M. (2009). Full activated sludge model no. 1 calibration experience at a medium-size WWTP in Mexico. *Water Science and Technology* **60(12)**, 3069-3082.

Fall, C., Flores, N. A., Espinoza, M. A., Vazquez, G., Loaiza-Návia, J., van Loosdrecht, M. C. M. And Hooijmans, C. M. (2011). Divergence Between Respirometry and Physicochemical Methods in the Fractionation of the Chemical Oxygen Demand in Municipal Wastewater. *Water Environment Research* **83(2)**, 162-172.

Fenu, A., Guglielmi, G., Jimenez, J., Spèrandio, M., Saroj, D., Lesjean, B., Brepols, C., Thoeve, C. and Nopens, I. (2010). Activated sludge model (ASM) based modeling of membrane bioreactor (MBR) processes: A critical review with special regard to MBR specificities. *Water Research* **44**, 4272-4294.

Fenu, A., Roels, J., Wambecq, T., De Gussem, K., Thoeve, C., De Gueldre, G. and Van De Steene, B. (2010). Energy audit of a full scale MBR system. *Desalination* **262**, 121-128.

Fernández-Fontaina, E., Pinho, I., Carballa, M., Omil, F. and Lema, J. M. (2013). Biodegradation kinetic constants and sorption coefficients of micropollutants in membrane bioreactors. *Biodegradation* **24**, 165-177.

Ferraris, M., Innella, C. and Spagni, A. (2009). Start-up of a pilot-scale membrane bioreactor to treat municipal wastewater. *Desalination* **237**, 190-213.

Ferrer, J., Seco, A., Serralta, J., Ribes, J., Manga, J., Asensi, E., Morenilla, J.J. and Llavador, F. (2008). DESASS: A software tool for designing, simulating and optimising WWTPs. *Environmental Modelling and Software* **23**, 19-26.

Flores-Alsina, X., Rodriguez-Roda, I., Sin, G. and Gernaey, K. V. (2009). Uncertainty and sensitivity analysis of control strategies using the Benchmark Simulation Model No.1 (BSM1). *Water Science and Technology* **59(3)**, 491-499.

Flores-Alsina, X., Corominas, L., Neumann, M.B. and Vanrolleghem, P.A. (2012). Assessing the use of activated sludge process design guidelines in wastewater treatment plant projects: A methodology based on global sensitivity analysis. *Environmental Modelling and Software* **38**, 50-58.

Francy, D. S., Stelzer, E. A., Bushon, R. N., Brady, A. M., Williston, A. G., Riddell, K. R., Borchart, M. A., Spencer, S. K., Gellner, T. M. (2012). Comparative effectiveness of membrane bioreactor, conventional secondary treatment, and chlorine and UV

disinfection to remove microorganisms from municipal wastewater. *Water Research* **46**, 4164–4178.

Galinha, C.F., Guglielmi, G., Carvalho, G., Portugal, C.A.M., Crespo, J.G. and Reis, M.A.M. (2013). Development of a hybrid model strategy for monitoring membrane bioreactors. *Journal of Biotechnology* **164**, 386-395.

Gall, B. (1999). Review of activated sludge modelling. TAPPI International Environmental Conference and Exhibit 18-21 April 1999. Nashville, TN, USA

Galleguillos, M., Keffala, C. and Vassel, J. L. (2011). Simulation of a membrane bioreactor pilot treating old landfill leachates with activated sludge model No. 1 and No. 3, *Environmental Technology* **32:16**, 1955-1965.

García-Usach, F., Ribes, J., Ferrer, J. and Seco, A. (2010). Calibration of denitrifying activity of polyphosphate accumulating organisms in an extended ASM2d model. *Water Research* **44**, 5284-5297.

Garrett, M. T. Jr. and Sawyer, C. N. (1952). Kinetics of removal of soluble BOD by activated sludge. *Proceedings 7th Industrial Waste Conference*. Purdue University, 57-77.

Gatti, M. N., García-Usach, F., Seco, A. and Ferrer, J. (2010). Wastewater COD characterization: analysis of respirometric and physical-chemical methods for determining biodegradable organic matter fractions. *Journal of Chemical Technology and Biotechnology* **85**, 536–544.

Gernaey, K. V., van Loosdrecht, M. C. M., Henze, M., Lind, M. and Jørgensen, S. B. (2004). Activated sludge wastewater treatment plant modelling and simulation: state of the art. *Environmental Modelling and Software* **19**, 763-783.

Gil, J. A., Túa, L., Rueda, A., Montaña, B., Rodríguez, M. and Prats, D. (2010). Monitoring and analysis of the energy cost of an MBR. *Desalination* **250**, 997-1001.

Gillot, S. and Choubert, J. M. (2010). Biodegradable organic matter in domestic wastewaters: comparison of selected fractionation techniques. *Water Science and Technology* **62(3)**, 630-639.

Ginestet, P., Maisonnier, A. and Spérandio, M. (2002). Wastewater COD characterization: biodegradability of physic-chemical fractions. *Water Science and Technology* **45(6)**, 89-97.

Gómez-Silván, C., Arévalo, J., Pérez, J., González-López, J. and Rodelas, B. (2013). Linking hydrolytic activities to variables influencing a submerged membrane bioreactor (MBR) treating urban wastewater under real operating conditions. *Water Research* **47**, 66-78.

Gong, L., Jun, L., Yang, Q., Wang, S., Ma, B. and Peng, Y. (2012). Biomass characteristics and simultaneous nitrification–denitrification under long sludge retention time in an integrated reactor treating rural domestic sewage. *Bioresource Technology* **119**, 277–284.

Grau, P., Copp, J., Vanrolleghem, P. A., Takacs, I. and Ayesa, E. (2009). A comparative analysis of different approaches for integrated WWTP modelling. *Water Science and Technology* **59(1)**, 141-147.

Guglielmi, G., Andreottola, G., Foladori, P. and Ziglio, G. (2009). Membrane bioreactors for winery wastewater treatment: case-studies at full scale. *Water Science and Technology* **60(5)**, 1201-1207.

Guglielmi, G. and Andreottola, G. (2011). Alternate anoxic/aerobic operation for nitrogen removal in a membrane bioreactor for municipal wastewater treatment. *Water Science and Technology* **64(8)**, 1730-1735.

Guisasola, A., Sin, G., Baeza, J. A., Carrera, J. and Vanrolleghem, P. A. (2005). Limitations of ASM1 and ASM3: a comparison based on batch oxygen uptake rate profiles from different full-scale wastewater treatment plants. *Water Science and Technology* **52(10)**, 69-77.

Gujer, W., Henze, M., Mino, T. and Van Loosdrecht, M. (1999). Activated Sludge Model No. 3. *Water Science Technology* **39(1)**, 183-193.

Haaker, M. P. R. and Verheijen, P. J. T. (2004). Local and global sensitivity analysis for a reactor design with parameter uncertainty. *Chemical Engineering Research and Design* **82(A5)**, 591-598.

Hao, X. D., Wang, Q. L., Zhu, J. Y. and Van Loosdrecht, M. C. M. (2010). Microbiological Endogenous Processes in Biological Wastewater Treatment Systems. *Critical Reviews in Environmental Science and Technology* **40(3)**, 239-265.

Hardt, F.W., Clesceri, L.S., Nemerov, N.L. and Washington, D.R. (1970). Solid separation by ultrafiltration for concentrated activate sludge. *J. Water pollution Conf. Fed.* **42**, 2135-2148.

Hauduc, H., Héduit, A., Gillot, S., Rieger, L., Vanrolleghem, P.A. and Takács, I. (2010). A systematic approach for model verification: application on seven published activated sludge models. *Water Science and Technology* **61(4)**, 825-839.

Hauduc, H., Rieger, L., Ohtsuki, T., Shaw, A., Takacs, I., Winkler, S., Heduit, A., Vanrolleghem, P. A. and Gillot, S. (2011). Activated sludge modelling: development and potential use of a practical applications database. *Water Science and Technology* **63(10)**, 2164-2182.

Hauduc, H., Rieger, L., Oehmen, A., van Loosdrecht, M.C.M., Comeau, Y., Heduit, A., Vanrolleghem, P. A. and Gillot, S. (2013). Critical review of activated sludge

modeling: State of Process Knowledge, modeling concepts and limitations. *Biotechnology and Bioengineering* **110(1)**, 24-46.

Hedegard, M. and Wik, T. (2011). An online method for estimation of degradable substrate and biomass in an aerated activated sludge process. *Water Research* **45**, 6308-6320.

Henze, M. (1992). Characterization of wastewater for modeling of activated sludge processes. *Water Science and Technology* **25(6)**, 1-15.

Henze, M., Grady, C.P.L. Jr., Gujer, W., Marais, G.v.R. and Matsuo, T. (1987). Activated Sludge Model No. 1. *Scientific and technical report No. 1*. IAWPRC.

Henze, M., Gujer, W., Mino, T., Matsuo, T., Wentzel, M.C. and Marais, G.v.R. (1995). Activated Sludge Model No. 2. *Scientific and technical report No. 3*. IAWQ.

Henze, M., Gujer, W., Mino, T., Matsuo, T., Wentzel, M.C., Marais, G.v.R. and Van Loosdrecht, M. C. M. (1995). Activated Sludge Model No. 2d, ASM2d. *Water Science and Technology* **39(1)**, 165-182.

Henze, M., Gujer, W., Mino, T. and Van Loosdrecht, M. C. M. (2000). Activated Sludge Models ASM1, ASM2, ASM2d and ASM3. *IWA Scientific and Technical Reprt No. 9*. London (UK).

Hocaoglu, S.M., Insel, G., Ubay Cokgor, E. And Orhon, D. (2011). Effect of low dissolved oxygen on simultaneous nitrification and denitrification in a membrane bioreactor treating black water. *Bioresource Technology* **102**, 4333-4340.

Hocaoglu, S. M., Atasoy, E., Baban, A. and Orhon, D. (2013). Modeling biodegradation characteristics of grey water in membrane bioreactor. *Journal of Membrane Science* **429**, 139–146.

Hocaoglu, S. M., Atasoy, E., Baban, A., Insel, G. and Orhon, D. (2013). Nitrogen removal performance of intermittently aerated membrane bioreactor treating black water. *Environmental Technology* **34(19)**, 2717-2725.

Hofer, E. (1999). Sensitivity analysis in the context of uncertainty analysis for computationally intensive models. *Computer Physics Communications* **117**, 21-34.

Hong, S. P., Bae, T. H., Tak, T. M., Hong, S. and Randall, A. (2002). Fouling control in activated sludge submerged hollow fiber membrane bioreactors. *Desalination* **143**, 219-228.

Hoque, M.A., Aravinthan, V. and Pradhan, N.M. (2009). Assessment on activated sludge models for acetate biodegradation under aerobic conditions. *Water Science and Technology* **60**, 983-994.

Huang, X., Gui, P. and Qian, Y. (2001). Effect of sludge retention time on microbial behaviour in a submerged membrane bioreactor. *Process Biochemistry* **36(10)**, 1001-1006.

Huyskens, C., Brauns, E., Van Hoof, E., Diels, L. and De Wever, H. (2011). Validation of a supervisory control system for energy savings in membrane bioreactors. *Water Research* **45**, 1443-1453.

Hulsbeek, J. J. W., Kruit, J., Roeleveld, P. J. and van Loosdrecht, M. C. M. (2002). A practical protocol for dynamic modelling of activated sludge systems. *Water Science and Technology* **45(6)**, 127-136.

Icon (2008). The 2009-2014 world outlook for membrane bioreactor (MBR) systems for wastewater treatment. Icon Group Publications.

Insel, G., Yavasbay, A., Ozcan, O. and Cokgor, E. U. (2012). Modeling of simultaneous growth and storage kinetics variation under unsteady feast conditions for aerobic heterotrophic biomass. *Bioprocess and Biosystems Engineering* **35**, 1445-1454.

Ismail, A., Wentzel, M. C. and Bux, F. (2007). Using respirometric techniques and fluorescent in situ hybridization to evaluate the heterotrophic active biomass in activated sludge. *Biotechnology and Bioengineering* **98(3)**, 561-568.

Jeppsson, U. (1996). Modelling aspects of wastewater treatment processes. Lund University, Lund, Sweden.

Jiang, T., Liu, X., Kennedy, M.D., Schippers, J.C. and Vanrolleghem, P.A. (2005). Calibrating a side-stream membrane bioreactor using Activated Sludge Model No.1. *Water Science and Technology* **52(10-11)**, 359-367.

Jiang, T., Sin, G., Spanjers, H., Nopens, I., Kennedy, M.D., van der Meer, W., Futselaar, H., Amy, G. and Vanrolleghem, P.A. (2009). Comparison of the modeling approach between membrane bioreactor and conventional activated sludge processes. *Water Environment Research* **81(4)**, 432-440.

Jiménez, J., Grelier, P., Meinhold, J. and Tazi-Pain, A. (2008). Biological modelling of MBR and impact of primary sedimentation. MIDW-EDS conference, Toulouse, 20-22 October 2008.

Judd, S. (2006). The MBR book. Principles and Applications of Membrana Bioreactors in Water and Wastewater Treatment. *Ed. Elsevier*.

Judd, S. (2011). The MBR book. Principles and applications of membrane bioreactors in water and wastewater treatment. Elsevier Ltd. Oxford. 2nd Edition.

Kappeler, J. and Gujer, W. (1992). Estimation of kinetic parameters of heterotrophic biomass under aerobic conditions and characterization of

wastewater for activated sludge modelling. *Water Science and Technology* **25(6)**, 125-139.

Karahan-Gül, Ö., van Loosdrecht, M.C.M. and Orhon, D. (2003). Modification of Activated Sludge Model No.3 considering direct growth on primary substrate. *Water Science and Technology* **47(11)**, 219-225.

Kent, F.C., Citulski, J. and Farahbakhsh, K. (2011). Water reclamation using membranes: Permeate water quality comparison of MBR and tertiary membrane filtration. *Desalination* **274**, 237-245.

Kevin, A., McLean, P. and McAuley, K.B. (2012). Mathematical modelling of chemical processes – obtaining the best model predictions and parameter estimates using identifiability and estimability procedures. *The Canadian Journal of Chemical Engineering* **90**, 351-366.

Keesman, K.J., Spanjers, H. and van Straten, G. (1998). Analysis of endogenous process behaviour. *Water Science and Technology* **37(12)**, 227-235.

Khan, S. J., Parveen, F., Ahmad, A., Hashmi, I. and Hankins, N. (2013). Performance evaluation and bacterial characterization of membrane bioreactors. *Bioresource Technology* **141**, 2-7.

Khursheed, A. and Kazmi, A. A. (2011). Retrospective of ecological approaches to excess sludge reduction. *Water Research* **45**, 4287-4310.

Kim, J. S., Lee, C. H. and Chang, I. S. (2001). Effect of pump shear on the performance of a crossflow membrane bioreactor. *Water Research* **35(9)**, 2137-2144.

Kim, Y. S., Kim, M. H. and Yoo, C. K. (2010). A new statistical framework for parameter subset selection and optimal parameter estimation in the activated sludge model. *Journal of Hazardous Materials* **183(1-3)**, 441-447.

Kimura, S. (1991). Japan's aqua Renaissance'90 project. *Water Science and Technology* **23**, 1573-1582.

Knerr, H., Rechenburg, A., Kistemann, T. and Schmitt, T. G. (2011). Performance of a MBR for the treatment of backwater. *Water Science and Technology* **63(6)**, 1247-1254.

Koch, G., Kühni, M., Gujer, W. and Siegrist, H. (2000). Calibration and Validation of Activated Sludge Model No. 3 for swiss municipal wastewater. *Water Research* **34(14)**, 3580-3590.

Koo, C. H., Mohammad, A. W., Sujá, F. And Talib, M. Z. M. (2012). Review of the effect of selected physicochemical factors on membrane fouling propensity based on fouling indices. *Desalination* **287**, 167-177.

Krzeminski, P., van der Graaf, J. H. J. M. and van Lier, J. B. (2012). Specific energy consumption of membrane bioreactor (MBR) for sewage treatment. *Water Science and Technology* **65(2)**, 380-392.

Kurian, R., Nakhla, G. and Bassi, A. (2006). Biodegradation kinetics of high strength oily pet food wastewater in a membrane-coupled bioreactor (MBR). *Chemosphere* **65**, 1204-1211.

Kusiak, A. and Wei, X. (2013). Optimization of the Activated Sludge Process. *Journal of Energy Engineering* **139(1)**, 12-17.

Laera, G., Pollice, A., Saturno, D., Giordano, C. and Sandulli, R. (2009). Influence of sludge retention time on biomass characteristics and cleaning requirements in a

membrane bioreactor for municipal wastewater treatment. *Journal of Membrane Science* **317**, 65–70.

Langergraber, G., Rieger, L., Winkler, S., Alex, J., Wiese, J., Owerdieck, C., Ahnert, M., Simon, J. And Maurer, M. (2004). A guideline for simulation studies of wastewater treatment plants. *Water Science and Technology* **50(7)**, 131-138.

LaPara, T. M., Klatt, C. G. And Chen, R. (2006). Adaptations in bacterial catabolic enzyme activity and community structure in membrane-coupled bioreactors fed simple synthetic wastewater. *Journal of Biotechnology* **121**, 368-380.

Lawrence, A. W. and McCarty, P. L. (1970). Unified basis for biological treatment design and operation. *Journal Sanitary Engineering Division, ASCE* **96**, 757-778.

Lazarova, V., Ruel, S. M., Barillon, B. and Dauthille, P. (2012). The role of MBR technology for the improvement of environmental footprint of wastewater treatment. *Water Science and Technology* **66(10)**, 2056-2064.

Le-Clech, P., Chen V. and Fane T. A. G. (2006). Fouling in membrane bioreactors used in wastewater treatment. *Journal of Membrane Science* **284**, 17-53.

Le-Clech, P. (2010). Membrane biorreactors and their uses in wastewater treatments. *Applied Microbiology and Biotechnology* **88**, 1253-1260.

Lee, W. Y., Kim, M. H. and Yoo, C. K. (2008). The model calibration protocol for parameter estimation of Activated Sludge Model. *International Conference on Control, Automation and Systems*. Seoul (Korea).

Lesjean, B. and Huisjes, E.H. (2008). Survey of the European MBR market: trends and perspectives. *Desalination* **231**, 71–81.

Lesouef, A., Payraudeau, M., Rogalla, F. and Kleiber, B. (1992). Optimizing nitrogen removal reactor configurations by on-site calibration of the IAWPRC activated sludge model. *Water Science and Technology* **25(6)**, 105-123.

Levine, A. D., Tchobanoglous, G. and Asano, T. (1985). Characterization of the size distribution of contaminants in wastewater: treatment and reuse implications. *Journal WPCF* **57(7)**, 805-816.

Li, Z., Tian, Y., Ding, Y. and Lu, Y. (2013). Systematic analysis of biomass characteristics associated membrane fouling during start-up of a hybrid membrane bioreactor using worm reactor for sludge reduction. *Bioresource Technology* **136**, 155–162.

Liu, X., Xiu, Y. and Chen, Y. (2012). A study on a submerged membrane bioreactor for municipal wastewater treatment. *Advanced Materials Research* **531**, 415-418.

Liwerska-Bizukojc, E. and Biernacki, R. (2010). Identification of the most sensitive parameters in the activated sludge model implemented in BioWin software. *Bioresource Technology* **101**, 7278-7285.

Liwerska-Bizukojc, E., Olejnik, D., Biernacki, R. and Ledakowicz, S. (2011). Calibration of a complex activated sludge model for the full-scale wastewater treatment plant. *Bioprocess Biosystems Engineering* **34**, 659–670.

Low, E. W. and Chase, H. A. (1998). The effect of maintenance energy requirements on biomass production during wastewater treatment. *Water Research* **33(3)**, 847-853.

Lu, S.G., Imai, T., Ukita, M., Sekine, M., Higuchi, T. and Fukagawa, M. (2001). A model for membrane bioreactor process based on the concept of formation and degradation of soluble microbial products. *Water Research* **35(8)**, 2038–2048.

Lu, S.G., Imai, T., Ukita, M., Sekine, M. and Higuchi, T. (2002). Modeling prediction of membrane bioreactor process with the concept of soluble microbial product. *Water Science and Technology* **46(11-12)**, 63-70.

Lu, P., Zhang, X. and Zhang, D. (2010). An integrated system for wastewater COD characterization and a case study. *Water Science and Technology* **62(4)**, 866-874.

Lubello, C., Caffaz, S., Mangini, L., Santianni, D. and Caretti, C. (2007). MBR pilot plant for textile wastewater treatment and reuse. *Water Science and Technology* **55(10)**, 115-124.

Ma, Z., Wen, X., Zhao, F., Xia, Y., Huang, X., Waite, D. and Guan, J. (2013). Effect of temperature variation on membrane fouling and microbial community structure in membrane bioreactor. *Bioresource Technology* **133**, 462–468.

Machado, V. C., Tapia, G., Gabriel, D., Lafuente, J. and Baeza, J. A. (2009). Systematic identifiability study based on the Fisher Information Matrix for reducing the number of parameters calibration of an activated sludge model. *Environmental Modelling and Software* **24**, 1274–1284.

Majewsky, M., Gallé, T., Yargeau, V. and Fischer, K. (2011). Active heterotrophic biomass and sludge retention time (SRT) as determining factors for biodegradation kinetics of pharmaceuticals in activated sludge. *Bioresource Technology* **102**, 7415–7421.

Malamis, S., Andreadakis, A., Mamais, D. and Noutsopoulos, C. (2011). Investigation of long-term operation and biomass activity in a membrane bioreactor system. *Water Science and Technology* **63(9)**, 1906-1912.

Mannina, G., Di Bella, G. and Viviani, G. (2011). An integrated model for biological and physical process simulation in membrane bioreactors (MBRs). *Journal of Membrane Science* **376**, 56–69.

Marais, G. v. R. (1974). Faecal bacterial kinetics in stabilization ponds. *Journal American Society Civil Engineers (ASCE)*, Env. Engng. Div. 100(EE1): 119-139.

Marti, E., Monclus, H., Jofre, J., Rodriguez-Roda, I., Comas, J., and Balcazar, J. L. (2011). Removal of microbial indicators from municipal wastewater by a membrane bioreactor (MBR). *Bioresource Technology* **102**, 5004–5009.

Martin, C. and Ayesa, E. (2010). An integrated MonteCarlo methodology for the calibration of water quality models. *Ecological Modelling* **221**, 2656-2667.

Masse, A., Sperandio, M. and Cabassud, C. (2006). Comparison of sludge characteristics and performance of a submerged membrane bioreactor and an activated sludge process at high solids retention time. *Water Research* **40**, 2405-2415.

McCabe, J. (1963). Mathematical formulation of the biological oxidation process. *Advances in Biological Waste Treatment*. New York, Pergamon Press, 265-276.

McKinney, R. E. (1962). The Activated Sludge Process Today. *Water and Waste Treatment*, p. 135.

McRae, G.J., Rlden, J.W. and Seinfeld, J.H. (1982). Global sensitivity analysis. A computational implementation of the Fourier Amplitude Sensitivity Test (FAST). *Computers and Chemical Engineering* **6(1)**, 15-25.

Melcer, H., Dold, P.L., Jones, R.M., Bye, C.M., Takacs, I., Stensel, H.D., Wilson, A.W., Sun, P. and Bury, S. (2003). Methods for wastewater characterization in activated sludge modeling. *Water Environment Research Foundation (WERF)*. Alexandria, VA, USA.

Meng, F., Chae, S.-R., Drews, A., Kraume, M., Shin, H.-S. and Yang, F. (2009). Recent advances in membrane bioreactors (MBRs): Membrane fouling and membrane material. *Water Research* **43**, 1489 – 1512.

Metcalf, E. (2003). *Wastewater Engineering: Treatment and Reuse*, 4th ed. Mc Graw Hill.

Metropolis, N. (1987). The beginning of the Monte Carlo method. *Los Alamos Science* **15**, 125-130.

Mohammed, T.A., Birima, A.H., Noor, M.J.M.M., Muyibi, S.A., Idris, A. (2008). Evaluation of using membrane bioreactor for treating municipal wastewater at different operating conditions. *Desalination* **221**, 502-510.

Monod, J. (1942). *Recherche sur la Croissance des Cultures Bacteriennes*. Herman et Cie, Paris, France.

Moussa, M. S., Hooijmans, C. M., Lubberding, H. J., Gijzen, H. J. and van Loosdrecht, M. C. M. (2005). Modelling nitrification, heterotrophic growth and predation in activated sludge. *Water Research* **39**, 5080–5098.

Munz, G., Gori, R., Cammilli, L., Lubello, C. (2008). Characterization of tannery wastewater and biomass in a membrane bioreactor using respirometric analysis. *Bioresource Technology* **99**, 8612-8618.

Mutamin, N. S. A., Noor, Z. Z., Abu Hassan, M. A., Yuniarto, A. and Olsson, G. (2013). Review: Membrane bioreactor: Applications and limitations in treating high strength industrial wastewater. *Chemical Engineering Journal* **225**, 109-119.

Naessens, W., Maere, T. and Nopens, I. (2012). Critical review of membrane bioreactor models – Part 1: Biokinetic and filtration models. *Bioresource Technology* **122**, 95–106.

Ng, H. Y. and Hermanowicz, S. W. (2005). Membrane bioreactor operation at short solids retention times: Performance and biomass characteristics, *Water Research* **39(6)**, 981-992.

Ng, A. N. L. and Kim, A. S. (2007). A mini-review of modeling studies on membrane bioreactor (MBR) treatment for municipal wastewaters. *Desalination* **212**, 261–281.

Ni, B. J. and Yu, H. Q. (2008). Growth and storage processes in aerobic granules grown on soybean wastewater. *Biotechnology and Bioengineering* **100**, 664-672.

Novák, L.; Larrea, L. and Wanner, J. (1995). Estimation of maximum specific growth rate of heterotrophic and autotrophic biomass: a combined technique of mathematical modelling and batch cultivations. *Water Science and Technology* **30**, 171-180.

Nowak, O., Svardal, K., Franz, A. and Kuhn, V. (1999). Degradation of particulate organic matter – A comparison of different model concepts. *Water Science and Technology* **39(1)**, 119-127.

Nuhoglu, A., Keskinler, B. and Yildiz, E. (2005). Mathematical modelling of the activated sludge process—the Erzincan case. *Process Biochemistry* **40**, 2467–2473.

Ochoa, J. C., Colprim, J., Palacios, B., Paul, E. and Chatellier, P. (2002). Active heterotrophic and autotrophic biomass distribution between fixed and suspended systems in a hybrid biological reactor. *Water Science and Technology* **46(1-2)**, 397-404.

Okutman, D. (2010). Respirometric assessment of aerobic sludge stabilization. *Bioresource Technology* **101**, 2592–2599.

Oliveira, C. S., Ordaz, A., Ferreira, E. C., Alves, M. and Thalasso, F. (2011). In situ pulse respirometric methods for the estimation of kinetic and stoichiometric parameters in aerobic microbial communities. *Biochemical Engineering Journal* **58-59**, 12-19.

Oliveira-Esquerre, K.P., Narita, H., Yamato, N., Funamizu, N. and Watanabe, Y. (2006). Incorporation of the concept of microbial products formation into ASM3 and the modelling of a membrane bioreactor for a wastewater treatment. *Brazilian Journal of Chemical Engineering* **23(4)**, 461-471.

Orhon, D. and Artan, N. (1994). Modelling of activated sludge systems. Technomic Publishing Company.

Orhon, D. and Okutman, D. (2003). Respirometric assessment of residual organic matter for domestic sewage. *Enzyme and Microbial Technology* **32(5)**, 560-566.

Orhon, D., Insel, G. and Karahan, O. (2007). Respirometric assessment of biodegradation characteristics of the scientific pitfalls of wastewaters. *Water Science and Technology* **55(10)**, 1-9.

Ortigara, A.R.C., Foladori, P. and Andreottola, G. (2011). Kinetics of heterotrophic biomass and storage mechanism in wetland cores measured by respirometry. *Water Science and Technology* **64(2)**, 409-415.

Ostace, G. S., Baeza, J. A., Guerrero, J., Guisasola, A., Cristea, V. M., Agachi, P. S. and Lafuente, J. (2013). Development and economic assessment of different WWTP control strategies for optimal simultaneous removal of carbon, nitrogen and phosphorus. *Computers and Chemical Engineering* **53**, 164-177.

Ottoson, J., Hansen, A., Bjorlenius, B., Norder, H., Stenstrom, T.A. (2006). Removal viruses, parasitic protozoa and microbial indicators in conventional and membrane processes in a wastewater pilot plant. *Water Research* **40**, 1449-1457.

Pai, T. Y., Wan, T. J., Tsai, Y. P., Tzeng, C. J., Chu, H. H., Tsai, Y. S. and Lin, C. Y. (2010). Effect of sludge retention time on nitrifiers biomass and kinetics in an anaerobic/oxic process. *Clean* **38(2)**, 167-172.

Patsios, S. I. and Karabelas, A. J. (2010). A review of modeling bioprocesses in membrane bioreactors (MBR) with emphasis on membrane fouling predictions, *Desalination and Water Treatment* **21(1-3)**, 189-201.

Pearce, G. (2007). Introduction to membranes: Membrane selection. *Filtration and Separation* **44**, 35-37.

Pearce, G. (2008). Introduction to membranes MBRs Manufacturers comparison: part 2. Supplier review. *Filtration and Separation*, 30-33.

Pendashteh, A. R., Razi, A. F., Madaeni, S. S., Abdullah, L. C., Abidin, Z. Z. and Biak, D. R. A. (2011). Membrane foulants characterization in a membrane bioreactor (MBR) treating hypersaline oily wastewater. *Chemical Engineering Journal* **168**, 140-150.

Petersen, E. E. (1965). *Chemical Reaction Analysis*. Prentice-Hall, Englewood Cliffs, NJ, USA.

Petersen, B. (2000). Calibration, identifiability and optimal experimental design of activated sludge models. *PHD Thesis*, University of Ghent.

Petersen, B., Gernaey, K., Henze, M. and Vanrolleghem, P.A. (2003). Calibration of Activated Sludge Models: A critical review of experimental designs. *Biotechnology for the Environment: Wastewater Treatment and Modeling, Waste Gas Handling Focus on Biotechnology* **3C**, 101-186.

Plazl, I., Pipus, G., Drolka, M. and Koloini, T. (1999). Parametric sensitivity and evaluation of a dynamic model for single-stage wastewater treatment plant. *Acta Chim. Slov.* **46(2)**, 289-300.

Pollice, A., Laera, G., Saturno, D. and Giordano, C. (2008). Effects of sludge retention time on the performance of a membrane bioreactor treating municipal sewage. *Journal of Membrane Science* **317**, 65–70.

Poschet, F.; Bernaerts, K.; Geeraerd, A.H.; Scheerlinck, N.; Nicolai, B.M.; Van Impe, J.F. (2003). Sensitivity analysis of microbial growth parameter distributions with respect to data quality and quantity by using MonteCarlo analysis. *Mathematics and Computers in Simulation* **65(3)**, 231-243.

Printemps, C., Baudin, A., Dormoy, T., Zug, M. and Vanrolleghem, P.A. (2004). Optimization of a large WWTP thanks to mathematical modelling. *Water Science and Technology* **50(7)**, 113-122.

Racault, Y., Stricker, A.-E., Husson, A. and Gillot, S. (2011). Monitoring the variations of the oxygen transfer rate in a full scale membrane bioreactor using daily mass balances. *Water Science and Technology* **63(11)**, 2651-2657.

Ramdani, A., Dold, P., Gadbois, A., Déléris, S., Houweling, D. and Comeau, Y. (2012). Characterization of the heterotrophic biomass and the endogenous residue of activated sludge. *Water Research* **46**, 653-668.

Ren, N.Q., Chen, Z. B., Wang, X. J., Hu, D. X. and Wang, A. J. (2005). Optimized operational parameters of a pilot scale membrane bioreactor for high-strength organic wastewater treatment. *International Biodeterioration and Biodegradation* **56**, 216–223.

Ren, N.Q., Chen, Z. B., Wang, A. J. and Hu, D. X. (2005). Removal of organic pollutants and analysis of MLSS-COD removal relationship at different HRTs in a submerged membrane bioreactor. *International Biodeterioration and Biodegradation* **55**, 279–284.

Rodriguez, J., Premier, C., Dinsdale, R. and Guwy, A. J. (2009). An implementation framework for wastewater treatment models requiring a minimum programming expertise. *Water Science and Technology* **59(2)**, 367-380.

Roeleveld, P.J. and van Loosdrecht, M. C. M. (2002). Experience with guidelines for wastewater characterization in The Netherlands. *Water Science and Technology* **45(6)**, 77-87.

Ronzano, E., Dapena, J. L. (1995). Tratamiento Biológico de las Aguas Residuales. Diaz de Santos, Madrid.

Ruano, M.V., Ribes, J., De Pauw, D.J.W. and Sin, G. (2007). Parameter subset selection for the dynamic calibration of activated sludge models (ASMs): experience versus system analysis. *Water Science and Technology* **56(8)**, 107-115.

Ruano, M.V., Ribes, J., Seco, A. and Ferrer, J. (2012). An improved sampling strategy based on trajectory design for application of the Morris method to systems with many input factors. *Environmental Modelling and Software* **37**, 103-109.

Ruiz, L. M., Arévalo, J., Parada, J., González, D., Moreno, B., Pérez, J. and Gómez, M. A. (2011). Respirometric assays of two different MBR (microfiltration and ultrafiltration) to obtain kinetic and stoichiometric parameters. *Water Science Technology* **63(11)**, 2478-2485.

Sabia, G., Ferraris, M. and Spagni, A. (2013). Effect of solid retention time on sludge filterability and biomass activity: Long-term experiment on a pilot-scale membrane bioreactor treating municipal wastewater. *Chemical Engineering Journal* **221**, 176–184.

Saltelli, A., Ratto, M., Tarantola, S. and Campolongo, F. (2006). Sensitivity analysis practices: Strategies for model-based inference. Review. *Reliability Engineering and System Safety* **91**, 1109–1125.

Saltelli, A., Annoni, P., Azzini, I., Campolongo, F., Ratto, M. and Tarantola, S. (2010). Variance based sensitivity analysis of model output. Design and estimator for the total sensitivity index. *Computer Physics Communications* **181**, 259-270.

Sarioglu, M., Insel, G., Artan, N. and Orhon, D. (2008). Modelling of long-term simultaneous nitrification and denitrification (SNDN) performance of a pilot scale membrane bioreactor. *Water Science and Technology* **57(11)**, 1825-1833.

Saroj, D.P., Guglielmi, G., Chiarani, D. and Andreottola, G. (2008). Modeling and simulation of membrane bioreactors by incorporating simultaneous storage and growth concept: An special attention to fouling while modeling. *Desalination* **221**, 475-482.

Sears, K. J., Alleman, J. E. and Gong, W. L. (2005). Feasibility of using ultrasonic irradiation to recover active biomass from waste activated sludge. *Journal of Biotechnology* **119**, 389–399.

Shariati, F.P., Mehrnia, M.R., Sarrafzadeh, M.H., Rezaee, S., Grasmick, A. and Heran, M. (2013). Fouling in a novel airlift oxidation ditch membrane bioreactor (AOXMBR) at different high organic loading rate. *Separation and Purification Technology* **105**, 69-78.

Sharman, R. Water and Wastewater Technology, LBCC.

Siegrist, H. and Tschui, M. (1992). Interpretation of experimental data with regard to the activated sludge model No.1 and calibration of the model for municipal wastewater treatment plants. *Water Science and Technology* **25(6)**, 167-183.

Sin, G., Guisasola, A., De Pauw, D. J. W., Baeza, J. A., Carrera, J. and Vanrolleghem, P.A. (2005). A new approach for modelling simultaneous storage and growth processes for activated sludge systems under aerobic conditions. *Biotechnology and Bioengineering* **92(5)**.

Sin, G., Van Hulle, S. W. H., De Pauw, D. J. W., Van Griensven, A., Vanrolleghem, P. A. (2005). A critical comparison of systematic calibration protocols for activated sludge models: a SWOT analysis. *Water Research* **39**, 2459-2474.

Sin, G., De Pauw, D. J. W., Weijers, S. and Vanrolleghem, P. A. (2007). An efficient approach to automate the manual trial and error calibration of activated sludge models. *Biotechnology and Bioengineering* **100(3)**, 516-527.

Sin, G., Gernaey, K.V., Neumann, M.B., van Loosdrecht, M.C.M. and Gujer, W. (2011). Global sensitivity analysis in wastewater treatment plant model applications: Prioritizing sources of uncertainty. *Water Research* **45**, 639-651.

Smith, C.V., Gregorio, D.O. and Talcott, R.M. (1969). The use of ultrafiltration membranes for activated sludge separation. *Proceeding of the 24th industrial waste Conference*, Purdue University, Ann Arbor Science, Ann Arbor, USA, 1300-1310.

Sollfrank, U. and Gujer, W. (1991). Characterization of domestic wastewater for mathematical modeling of the activated sludge process. *Water Science and Technology* **23**, 1057-1066.

Sollfrank, U., Kappeler, J. and Gujer, W. (1992). Temperature effects on wastewater characterization and the release of soluble inert organic material. *Water Science and Technology* **25(6)**, 33-41.

Spanjers, H. and Vanrolleghem, P. A. (1995). Respirometry as a tool for rapid characterization of wastewater and activated sludge. *Water Science and Technology* **31(2)**, 105-114.

Spanjers, H., Vanrolleghem, P. A., Nguyen, K., Vanhooren, H. and Patry, G. G. (1998). Towards a simulation-benchmark for evaluating respirometry-based control strategies. *Water Science and Technology* **37(12)**, 219-226.

Spanjers, H., Vanrolleghem, P. A., Olsson, G. and Dold, P. L. (1998). *Respirometry in control of the activated sludge process: Principles*. Scientific and Technical Report No. 7. International Association on Water Quality.

Sperandio, M. and Paul, E. (2000). Estimation of wastewater biodegradable COD fractions by combining respirometric experiments in various S₀/X₀ ratios. *Water Research* **34(4)**, 1233-1246.

Sperandio, M., Urbain, V., Ginestet, P., Audic, M.J. and Paul, E. (2001). Application of COD fractionation by a new combined technique: comparison of various wastewaters and sources of variability. *Water Science and Technology* **43(1)**, 181-190.

Sperandio, M. and Espinosa, M.C. (2008). Modelling an aerobic submerged membrana bioreactor with ASM models on a large range of sludge retention time. *Desalination* **231**, 82-90.

Spérandio, M., Labelle, M. A., Ramdani, A., Gadbois, A., Paul, E., Comeau, Y. and Dold, P. L. (2013). Modelling the degradation of endogenous residue and 'unbiodegradable' influent organic suspended solids to predict sludge production. *Water Science and Technology* **67(4)**, 789-796.

Stephenson, T., Judd, S., Jefferson, B. and Brindle, K. (2000). *Membrane biorreactor for wastewater treatment*. IWA Publishing, London, UK.

Strotmann, U.J., Geldern, A., Kuhn, A., Gendig, C. and Klein, S. (1999). Evaluation of a respirometric test method to determine the heterotrophic yield coefficient of activated sludge bacteria. *Chemosphere* **38**, 3555-3570.

Taimur Khan, M. Md., Takizawa, S., Lewandowski, Z., Rahman, M. H., Komatsu, K., Nelson, S. E., Kurisu, F., Camper, A. K., Katayama, H. And Ohgaki, S. (2013).

Combined effects of EPS and HRT enhanced biofouling on a submerged and hybrid PAC-MF membrane bioreactor. *Water Research* **47**, 747-757.

Tan, T. W. and Ng, H. Y. (2008). Influence of mixed liquor recycle ratio and dissolved oxygen on performance of pre-denitrification submerged membrane bioreactors. *Water Research* **42**, 1122-1132.

Tardieu, E., Grasmick, A., Geaugey, V. and Manem, J. (1999). Influence of hydrodynamics on fouling velocity in a recirculated MBR for wastewater treatment. *J. Membrane Sci.* **156**, 131-140.

Teck, H. C., Loong, K. S., Sun, D. D. and Leckie, J. O. (2009). Influence of a prolonged solid retention time environment on nitrification/denitrification and sludge production in a submerged membrane bioreactor. *Desalination* **245**, 28-43.

Tian, Y. and Su, X. (2012). Relation between the stability of activated sludge flocs and membrane fouling in MBR under different SRTs. *Bioresource Technology* **118**, 477-482.

Troiani, C., Eusebi, A. L. and Battistoni, P. (2011). Excess sludge reduction by biological way: From experimental experience to a real full scale application *Bioresource Technology* **102**, 10352–10358.

UNE-EN ISO 7887:1995. Water quality, examination and determination of colour. AEN/CTN 77.

Upadhyaya, A. J. and Eckenfelder, W. W. Jr. (1975). Biodegradable fraction as an activity parameter of activated sludge. *Water Research* **9(8)**, 691-694.

Van der Roest, H.F., Lawrence, D.P. and Van Bentem, A.G.N. (2002). Membrane bioreactor for municipal wastewater treatment. IWA Publishing, London, UK.

Vanhooren, H., Meirlaen, J., Amerlinck, Y., Claeys, F., Vangheluwe, H. and Vanrolleghem, P. A. (2003). WEST: Modelling biological wastewater treatment. *Journal of Hydroinformatics* **5(1)**, 27-49.

Van Loosdrecht, M. C. M. and Henze, M. (1999). Maintenance, endogeneous respiration, lysis, decay and predation. *Water Science and Technology* **39(1)**, 107-117.

Van Nieuwenhuijzen, A. F., Evenblij, H., Uijterlinde, C. A. and Schulting, F. L. (2008). Review on the state of science on membrane bioreactors for municipal wastewater treatment. *Water Science and Technology* **57.7**, 979-986.

Van Waveren, R. H., Groot, S., Scholten, H., van Geer, F. C., Wösten, J. H. M., Koeze, R. D. and Noort, J. J. (1999). GMP Handbook. STOWA report 99-05. Dutch Dept. of Public Works, Institute for Inland Water Management and Waste Water Treatment.

Vanrolleghem, P.A., Spanjers, H., Petersen, B., Ginestet, P. and Takacs, I. (1999). Estimating (combinations of) Activated Sludge Model No.1 parameters and components by respirometry. *Water Science and Technology* **39(1)**, 195-214.

Vanrolleghem, P.A., Insel, G., Petersen, B., Sin, G., De Pauw, D., Nopens, I., Dovermann, H., Weijers, S. and Gernaey, K. (2003). A comprehensive model calibration procedure for activated sludge models. *Water Environment Federation*.

Verrecht, B., Maere, T., Benedetti, L., Nopens, I. and Judd, S. (2010). Model-based energy optimization of a small-scale decentralised membrane bioreactor for urban reuse. *Water Research* **44**, 4047-4056.

Vogelsang, C., Schramm, A., Picioreanu, C., van Loosdrecht, M. C. M. and Østgaard, K. (2002). Microbial community analysis by FISH for mathematical modelling of selective enrichment of gel-entrapped nitrifiers obtained from domestic wastewater. *Hydrobiologia* **469**, 165-178.

Vuković, M., Briški, F., Matošić, M. and Mijatović, I. (2006). Analysis of the activated sludge process in an MBR under starvation conditions. *Chemical Engineering and Technology* **29**, 357-363.

Wang, Y. K., Sheng, G. P., Ni, B. J., Li, W. W., Zeng, R. J., Wang, Y. Q., Shi, B. J. and Yu, H. Q. (2013). Simultaneous carbon and nitrogen removals in membrane bioreactor with mesh filter: An experimental and modeling approach. *Chemical Engineering Science* **95**, 78-84.

Wang, Z., Yu, H., Ma, J., Zheng, X. and Wu, Z. (2013). Recent advances in membrane bio-technologies for sludge reduction and treatment. *Biotechnology Advances* **31**, 1187-1199.

Wanner, O., Panagiotidis, V., Clavadetscher, P. and Siegrist, H. (2005). Effect of heat recovery from raw wastewater on nitrification and nitrogen removal in activated sludge plants. *Water Research* **39**, 4725-4724.

Weijers, S. R. (1999). On BOD tests for the determination of biodegradable COD calibrating activated sludge model N^o 1. *Water Science and Technology* **39(4)**, 177-184.

Wen, X., Wing, C. and Qian, Y. (1999). A kinetic model for the prediction of sludge formation in a membrane bioreactor. *Process Biochemistry* **35**, 249-254.

Williams, M.D., Ravindran, V. And Pirbazari, M. (2012). Modeling and process evaluation of membrane bioreactor for removing biodegradable organic matter from water. *Chemical Engineering Science* **84**, 494-511.

Wintgens, T. Rosen, J. Melin, T. Brepols, C. Drensla, K. and Engelhardt, N. (2003). Modelling of a membrane bioreactor system for municipal wastewater treatment. *Journal of Membrane Science* **216**, 55-65.

Wisniewski, C. and Grasmick, A. (1998). Floc size distribution in a membrane bioreactor and consequences for membrane fouling. *Colloid Surface A: Physicochem. Eng. Aspect.* **138**, 403-411.

Wisniewski, C., Leon Cruz, A. and Grasmick, A. (1999). Kinetics of organic carbon removal by a mixed culture in a membrane bioreactor. *Biochemical Engineering Journal* **3**, 61-69.

Xu, S. and Hultman, B. (1996). Experiences in wastewater characterization and model calibration for the activated sludge process. *Water Science and Technology* **33(12)**, 89-98.

Xue, T., Yu, K. C., Guan, J., Huang, X., Wen, X. H., Miao, X. N. and Cui, Z. G. (2011). Determination of kinetic parameters of activated sludge in an MBR wastewater treatment plant. *Environmental Science* **32(4)**, 1027-1033.

Yang, W., Cicek, N. and Ilg, J. (2006). State-of-the-art of membrane bioreactors: Worldwide research and commercial applications in North America. *Journal of Membrane Science* **270**, 201-211.

Yoon, S.-H., Kang, I.-J. and Lee, C.-H. (1999). Fouling of inorganic membrane and flux enhancement in membrane-coupled anaerobic bioreactor. *Separation Science and Technology* **34(5)**, 709-724.

Yoon, S.-H. (2003). Important operational parameters of membrane bioreactor-sludge disintegration (MBR-SD) system for zero excess sludge production. *Water Research* **37**, 1921-1931.

Zarragoitia-González, A., Schetrite, S., Alliet, M., Jáuregui-Haza, U. and Albasi, C. (2008). Modelling of submerged membrane bioreactor: conceptual study about link between activated sludge biokinetics, aeration and fouling process. *Journal of Membrane Science* **325**, 612-624.

Zheng, X. and Liu, J. (2006). Dyeing and printing wastewater treatment using a membrane bioreactor with a gravity drain. *Desalination* **190**, 277–286.

Zhou, Y., Xu, Z.-L., Munib, S., Chen, G. and Lu, Q. (2009). Sustainable membrane operation design for the treatment of the synthetic coke wastewater in SMBR. *Water Science and Technology* **60(8)**, 2115-2124.

Zhou, Z., Wu, Z.C., Wang, Z.W., Tang, S.J. and Gu, G.W. (2010). Activated sludge model based COD fractionation in wastewater characterization. *Environmental Science* **31(6)**, 1478-1482.

Zhu, Z., Wang, R. and Li, Y. (2013). Aeration model coupled with ASM1: Case study for wastewater treatment plant. *Huanjing Kexue Xuebao/Acta Scientiae Circumstantiae* **33(6)**, 1629-1636.

Zuthi, M.F.R., Ngo, H.H., Guo, W.S., Zhang, J. and Liang, S. (2013). A review towards finding a simplified approach for modeling the kinetics of the soluble microbial products (SMP) in an integrated mathematical model of membrane bioreactor (MBR). *International Biodeterioration and Biodegradation* (in press).

Zuthi, M. F. R., Ngo, H. H., Guo, Li, J. X., Xia, S. Q. and Zhang, Z. Q. (2013). New proposed conceptual mathematical models for biomass viability and membrane fouling of membrane bioreactor. *Bioresource Technology* **142**, 737-740.