DESENVOLVIMENTO, IMPLEMENTAÇÃO E AUTOMAÇÃO DE UM SISTEMA DE RESPIROMETRIA

Gonçalo DEUS
Aluno do Mestrado em Engenharia Electrotécnica e de Computadores, Instituto Superior Técnico, Av. Rovisco Pais, 1049 – 001 Lisboa; grdeus@live.com
Filipa FERREIRA
Professora Auxiliar, Departamento de Engenharia Civil e Arquitectura, Instituto Superior Técnico, Av. Rovisco Pais, 1049-001 Lisboa; filipaf@civil.ist.utl.pt
Helena PINHEIRO
Professora Auxiliar, Departamento de Bioengenharia, Instituto Superior Técnico, Av. Rovisco Pais, 1049-001 Lisboa; helena.pinheiro@ist.utl.pt
Paulo OLIVEIRA
Professor Associado, Departamento de Engenharia Mecânica, LARSyS, Instituto Superior Técnico, Av. Rovisco Pais, 1049-001 Lisboa; pjcro@isr.ist.utl.pt

Resumo

A modelação dinâmica do comportamento das estações de tratamento de águas residuais (ETAR), como instrumento de análise do seu desempenho e/ou de controlo operacional, compreende a especificação de grande número de componentes e interacções. No caso de ETAR por biomassa suspensa, são frequentemente aplicados os modelos matriciais de lamas activadas da IWA (International Water Association), designados por Activated Sludge Models (modelos ASM), que incluem uma abordagem baseada no fraccionamento da matéria orgânica afluente, atendendo à biodegradabilidade, passível de ser quantificada por testes de respirometria. Os testes de respirometria permitem a obtenção de respirogramas com medidas da quantidade de oxigénio consumido por unidade de tempo e de volume do reactor biológico (denominada taxa volumétrica de consumo de oxigénio ou taxa de respiração). Adicionalmente, estes testes permitem determinar as constantes de crescimento e de decaimento para as fracções heterotrófica e autotrófica da biomassa, bem como o valor da constante de hidrólise de substrato particulado, possibilitando a calibração dos modelos ASM.

No âmbito do presente trabalho procedeu-se ao desenvolvimento, implementação e automação de um sistema de respirometria na variante LSS (Liquid-phase principle: Static gas, Static liquid), mais conhecida como "respirometria fechada". O sistema de respirometria automatizado foi desenvolvido de raiz em ambiente laboratorial, com o intuito de obter leituras em tempo real e traçar curvas respirométricas para diferentes águas residuais e com biomassas de origens diversas. O sistema é constituído essencialmente por um tanque de arejamento e agitação, onde é introduzida a amostra, e uma célula de medida separada, onde são realizadas as leituras de oxigénio dissolvido. Os actuadores do sistema encontram-se ligados a um autómato controlado por software implementado em ambiente LabVIEW. Em simultâneo, o mesmo software disponibilizará ao utilizador as leituras obtidas e no final do ensaio será criado um ficheiro Excel com o registo de todos os dados adquiridos.

Palavras-Chave: Respirometria, Lamas Activadas, Modelos ASM, Instrumentação e Automação, Filtro de Kalman.

1. INTRODUÇÃO

A modelação dinâmica do comportamento das estações de tratamento de águas residuais (ETAR), como instrumento de análise do seu desempenho e/ou de controlo operacional, compreende a especificação de grande número de componentes e interacções. No caso de ETAR por biomassa suspensa, são frequentemente aplicados os modelos matriciais de lamas activadas da IWA (*International Water Association*), designados por *Activated Sludge Models* (modelos ASM), que incluem uma abordagem baseada no fraccionamento da matéria orgânica afluente, atendendo à respectiva biodegradabilidade. Entre os modelos ASM, destaca-se o *Activated Sludge Model* n.1 (ASM1), no qual a respiração está associada somente com o crescimento aeróbio de biomassa heterotrófica e nitrificante, seguindo a noção de morte-regeneração. Na actualidade, este modelo é, provavelmente, o mais amplamente utilizado para descrever o processo de tratamento de águas residuais, constituindo um padrão aceite internacionalmente, quando a remoção biológica de fósforo não é relevante.

A respirometria consiste numa técnica que permite medir e interpretar a taxa de consumo biológico de oxigénio, sob condições experimentais bem definidas. A quantidade medida de oxigénio consumido por unidade de tempo e de volume do reactor biológico (*i.e.*, reactor com biomassa viva) é a denominada *taxa volumétrica de consumo de oxigénio* ou *taxa de respiração* (r_{O}). Este consumo de oxigénio está directamente relacionado com o consumo de substrato para obtenção de energia (aceitador de electrões) e crescimento por parte da biomassa aeróbia e é especialmente relevante na caracterização do conteúdo em matéria orgânica de águas residuais com base no conceito de carência química de oxigénio (CQO). Por outro lado, a respirometria beneficia da disponibilidade de sistemas de medida de grande sensibilidade, dado que a concentração de oxigénio dissolvido (OD) em meios aquosos pode ser medida com níveis de precisão da ordem de grandeza dos 10 ppb (VANROLLEGHEM *et al.*, 1999). Assim, a respirometria tem encontrado numerosas aplicações na medida da tratabilidade biológica de águas residuais, na quantificação de efeitos de toxicidade ou inibição, no controlo operacional directo de ETAR (SPANJERS *et al.*, 1998). Adicionalmente, estes testes permitem determinar as constantes de crescimento e de decaimento para as fracções heterotrófica e autotrófica da biomassa, bem como o valor da constante de hidrólise de substrato particulado, possibilitando a calibração do modelo ASM1.

Um respirómetro é um dispositivo em que a taxa de consumo de oxigénio por uma cultura microbiana presente num meio líquido ou sólido é quantificada a partir de medidas dinâmicas da concentração de oxigénio nesse meio ou no gás (normalmente ar) utilizado para o fornecer. Durante a medição, é necessário ter-se a certeza de que não ocorre limitação pelo oxigénio, ou seja, a *"switching function"* $S_{\mathrm{O}}/(K_{\mathrm{O}} + S_{\mathrm{O}})$ tem valor aproximadamente unitário, dado que $S_{\mathrm{O}} >> K_{\mathrm{O}}$. Tal terá que ser válido para as populações microbianas cuja respiração se pretende medir, heterotróficas ($K_{\mathrm{O,H}}$, ASM1) e/ou autotróficas ($K_{\mathrm{O,A}}$, ASM1). Normalmente, tal é assegurado considerando-se somente os valores de oxigénio dissolvido medidos acima de 2-3 g O_2/m^3.

De acordo com SPANJERS *et al.* (1998), os respirómetros podem ser classificados em oito princípios básicos de medição, de acordo com dois critérios: a fase em que a concentração de oxigénio é medida – gasosa (G) ou líquida (L) – e se há ou não entrada e saída de líquido e gás (respectivamente, com fluxo (F) ou estático (S)). Qualquer uma das técnicas tem os seus méritos, pressupondo que as condições correctas de medição são satisfeitas.

No âmbito do presente trabalho procedeu-se ao desenvolvimento, implementação e automação de um sistema de respirometria na variante LSS (*Liquid-phase principle: Static gas, Static liquid*), mais conhecida como "respirometria fechada". A amostra de licor misto é rapidamente transferida para uma célula de medida contendo a sonda, sem contacto com gás, sendo as leituras de oxigénio dissolvido

registadas durante um espaço de tempo curto (no máximo, alguns minutos), considerando-se apenas os valores que asseguram a não ocorrência de limitação pelo oxigénio.

O sistema de respirometria automatizado foi desenvolvido de raiz em ambiente laboratorial, com o intuito de obter leituras em tempo real e traçar curvas respirométricas para diferentes águas residuais e com biomassas de origens diversas. O sistema é constituído essencialmente por um tanque de arejamento e agitação, onde é introduzida a amostra, e uma célula de medida separada, onde são realizadas as leituras de oxigénio dissolvido. Os actuadores do sistema encontram-se ligados a um autómato controlado por *software* implementado em ambiente LabVIEW. Em simultâneo, o mesmo *software* disponibiliza ao utilizador as leituras obtidas e estima a taxa de respiração por diferentes métodos, entre os quais se destaca a filtragem de Kalman. No final da actividade experimental é criado um ficheiro Excel *standard* com o registo de todos os dados adquiridos.

2. DESENVOLVIMENTO DO SISTEMA RESPIROMÉTRICO

2.1. Caracterização sumária

O sistema respirométrico desenvolvido é constituído essencialmente por uma parte operativa (que integra o tanque de arejamento, a célula de medida e os sensores e actuadores), uma parte de comando (autómato programável) e pelo próprio *software* que possibilita a operação do sistema e o tratamento dos resultados.

Na Figura 1 apresenta-se um esquema do sistema respirométrico integral incluindo as ligações efectuadas e, em especial, a interligação entre as partes mencionadas anteriormente. Segundo a formulação *master*/*slave*, vulgarmente utilizada em sistemas autómatos, pode-se tratar o computador de serviço como o *master* do sistema, visto ser ele que coordena todas as operações e solicita informação aos *slaves*. Neste último grupo figuram ambos os sensores (OD e pH), a carta *PCMCIA* de comunicação (permite o funcionamento em paralelo do *software* LabVIEW e PL7) e o Autómato Programável (PLC-*Programmable Logic Controller na denominação anglo-saxónica*).

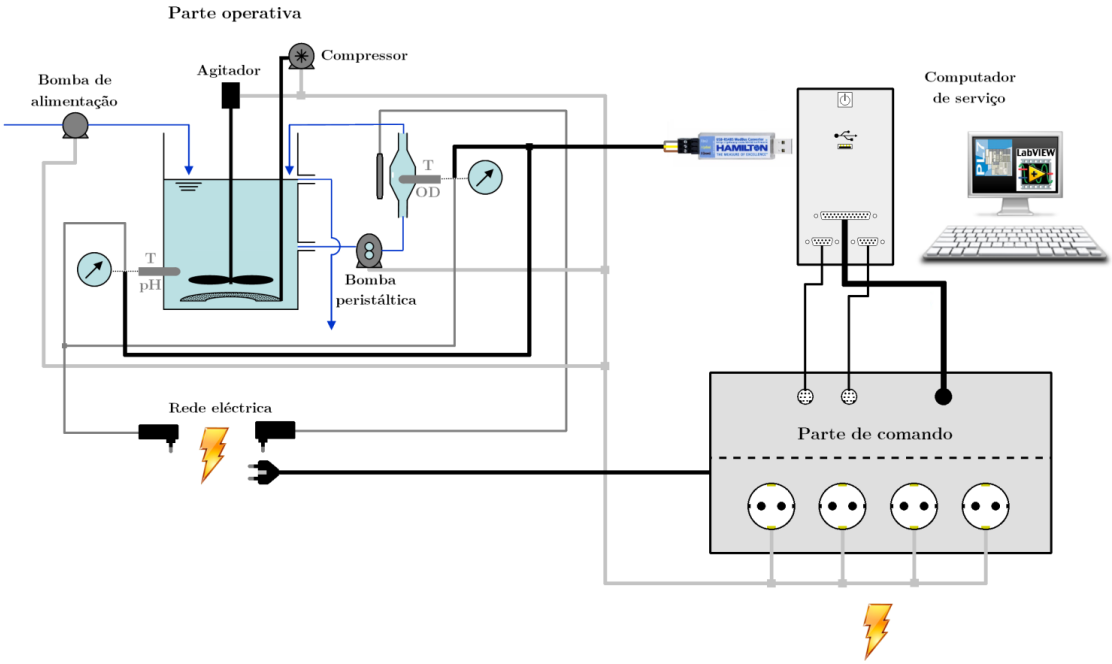


Figura 1 – Esquema integral do sistema respirométrico.

2.2. Parte operativa

A parte operativa engloba o tanque de arejamento e a célula de medida, que contêm aproximadamente 3,7 L de mistura, em conjunto com os actuadores (compressor, agitador e bombas hidráulicas) e os sensores de OD e pH que monitorizam, adicionalmente, a temperatura. Os actuadores efectuam operações em consequência das ordens recebidas pela parte de comando. Por seu lado, os sensores têm como papel informar a parte de comando do estado das operações em curso.

Os sensores são instrumentos de medida que convertem a informação da grandeza física a medir num sinal eléctrico que lhe é proporcional e que se encontra adaptado às características de entrada do condicionador de sinal. Para estes foi definido um intervalo de amostragem mínimo de *1,5 s*, de modo a que o envio de informação seja executado com o menor número de falhas possível. Ambos os sensores são fabricados pela Hamilton (Suíça) e comunicam com o computador de serviço por protocolo *Modbus*.

O sensor de OD distingue-se dos clássicos sensores de membrana, devido ao modo de operação óptico. Apesar de superar todas as limitações relacionadas com a manutenção da membrana, este tipo de sensor apresenta uma resposta mais lenta. O carácter dinâmico estudado impossibilita que este seja desprezado na estimação da taxa de respiração e, por isso, o sensor óptico Hamilton foi modelizado recorrendo a um sistema de primeira ordem linear e invariante no tempo. A constante de tempo (τ) determinada experimentalmente é de 59,6 segundos, tratando-se claramente de um valor elevado em comparação com o tempo de resposta dos sensores clássicos (aproximadamente 10 segundos).

2.3. Parte de comando

A automação, elemento principal desta parte, é responsável por comandar as saídas em função do programa e da informação recebida da monitorização do processo bioquímico em causa. Neste caso, o dispositivo trata-se de um PLC do fabricante Schneider Electric (França). Na configuração actual, o PLC encontra-se a operar no interior de uma armário electrico, onde também se conectam todos os componentes da parte operativa para alimentação eléctrica e controlo de actuação. Este processo será executado de acordo com as aplicações implementadas em ambiente LabVIEW e PL7.

2.4. Software

A implementação informática a operar em combinação com o sistema de respirometria foi desenvolvida recorrendo ao *software LabVIEW (National Instruments, EUA), versão 8.6.* O conteúdo principal incide sobre a aquisição da informação proveniente dos sensores, na conversão e verificação da informação em medidas profícuas, na interface criada, apresentada ao operador, para monitorização e controlo de todo o processo e, por fim, na elaboração de um relatório que incorpora todos os valores de OD, temperatura, pH e da taxa de respiração estimada, em tabelas, bem como gráficos que expressam visualmente a evolução de cada uma destas grandezas ao longo do processo e ainda as especificações introduzidas pelo operador. O programa é também responsável pela comunicação (Modbus) com o PLC e os sensores. A interface inicial é apresentada na Figura 2. Neste momento o utilizador pode escolher o modo de operação: manual ou automático.

No modo manual o operador tem total controlo (*on*/*off*), a qualquer instante, sobre os diferentes actuadores do processo. A interface permite ainda visualizar ou ocultar os gráficos com a evolução temporal das medidas adquiridas pelos sensores. No final do processo, o utilizador tem a possibilidade de criar um ficheiro em Excel com os dados adquiridos.

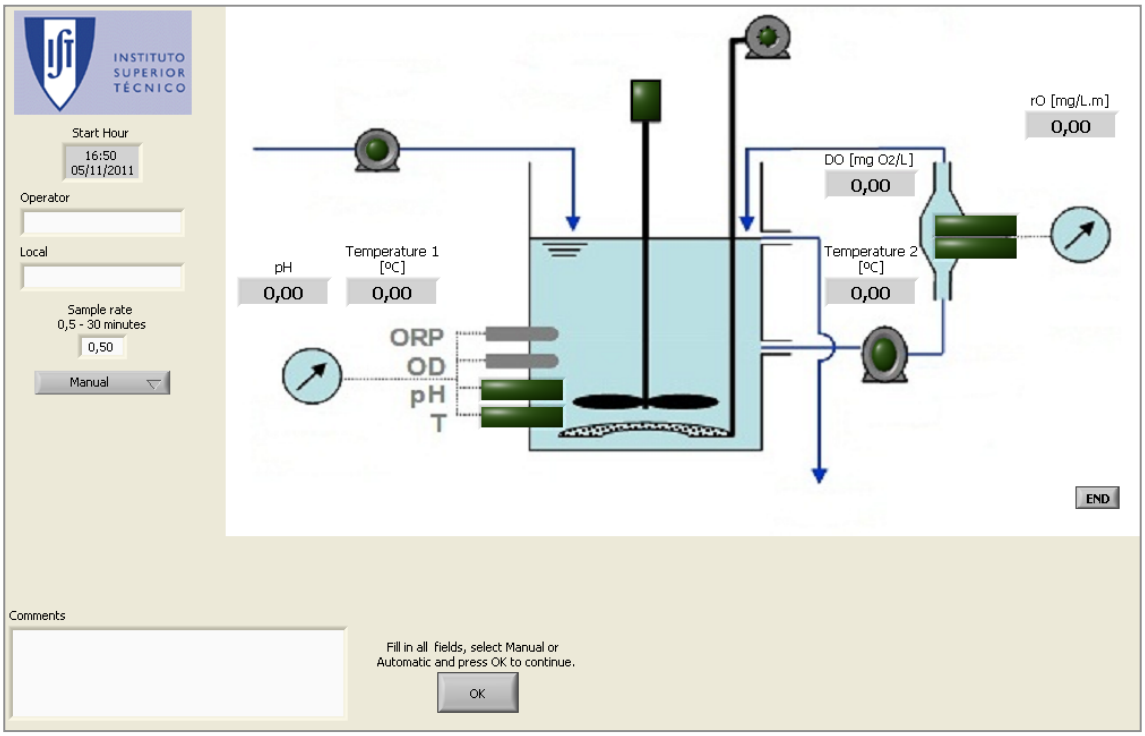


Figura 2 – Interface gráfica inicial apresentada ao operador.

No modo de operação automático, o operador é inquirido sobre o número de ciclos de amostragem a executar, o tempo de pausa entre cada amostragem, o número de medições da taxa de respiração ("réplicas") em cada amostragem, os tempos de funcionamento das bombas, o tempo de aquisição dos valores de OD contido na célula de amostragem e o tempo de estabilização da mistura. O operador pode definir, adicionalmente, um valor máximo e mínimo de OD para o qual o processo avança para a etapa seguinte.

Um ciclo típico de medição da taxa de respiração de uma amostra inclui os passos seguintes:

1 – Alimentação da amostra ao tanque de arejamento, por intermédio da respectiva bomba, durante o intervalo de tempo determinado, de modo a expulsar a amostra do ciclo anterior, caso esteja presente; A amostra é agitada por uma turbina mecânica durante esse período; o excesso de amostra é devolvido à conduta original por transbordo;

2 – Agitação e arejamento da amostra, por um período de tempo determinado, até que os valores medidos nas sondas estabilizem; estas condições podem ser mantidas no tanque de arejamento até ao final da medida ou interrompidas pelo operador, se assim o pretender, pelos respectivos botões de "ON" e "OFF";

3 – Alimentação da amostra do tanque de arejamento à célula de medida, por intermédio da bomba de recirculação, durante um intervalo de tempo definido ou até que o valor máximo de OD seja alcançado; pretende-se, neste intervalo de tempo, que a amostra de medida anterior seja totalmente expulsa, caso exista, com recirculação ao tanque de arejamento; esta etapa é assinalada nos gráficos através de uma recta vertical encarnada;

4 – Interrupção do funcionamento da bomba recirculação e aquisição dos valores de OD presente na célula de medida durante um período de tempo definido ou até que este atinja um determinado valor mínimo definido pelo operador; durante esta etapa o operador pode visualizar uma aproximação da taxa de respiração por minuto; o início desta fase é marcada nas representações gráficas por uma recta vertical amarela;

5 – Repetição dos passos *3* e *4* para obtenção de "réplicas";

6 – Pausa do sistema até à amostragem seguinte; a actividade dos sistemas de agitação e arejamento é interrompida para paragens superiores a 10 minutos; elaboração de um relatório intermédio, referente ao ensaio finalizado, com a estrutura referida no ponto *8*;

7 – Recomeço do processo no passo *3*; quando o número de amostragens é atingido, bem como as respectivas medições associadas a cada amostragem, dá-se por concluído o ciclo de aquisição;

8 – Elaboração de um relatório em formato Excel; em adição aos dados adquiridos, o relatório incluirá o valor máximo e mínimo de OD e os tempos de operação definidos pelo operador, os tempos das rectas verticais, os declives associados a cada amostragem e as estimativas do OD e da taxa de respiração obtidas pela filtragem de Kalman; para cada amostragem, existirá agora um grupo independente de gráficos e tabelas das grandezas medidas durante esse ciclo.

Um exemplo da interface gráfica apresentada ao operador recorrendo a um quadro sinóptico, enquanto o programa se encontra em exercício no modo automático, pode ser observado na Figura 3.

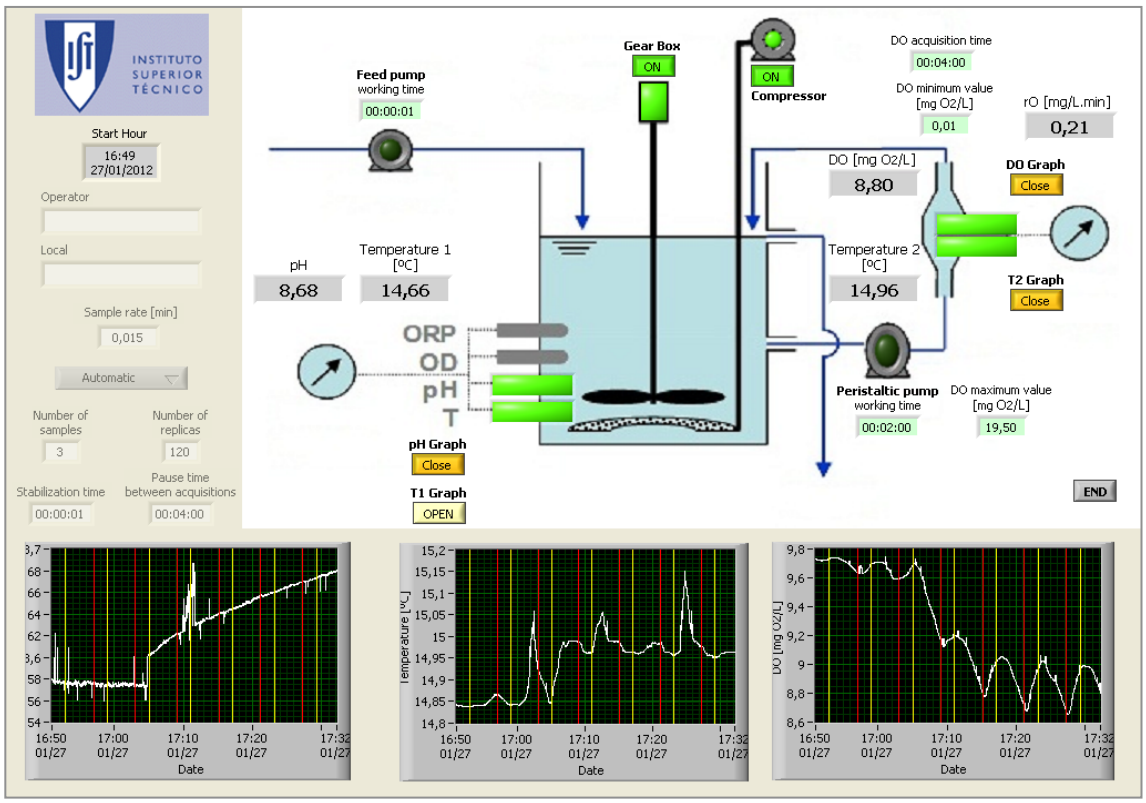


Figura 3 – Interface gráfica do programa, em execução automática, apresentada ao operador.

3. ESTRATÉGIAS DE CÁLCULO DA r_o

3.1. Notas gerais

No sistema de respirometria projectado, em que se recorre a um respirómetro do tipo LSS, a taxa de respiração é estimada partindo das leituras do OD presente na amostra recolhida na célula de amostragem que, durante o ensaio, não apresenta ligação ao reactor biológico. Este tipo de respirómetro distingue-se pela facilidade de operação e determinação da taxa de respiração (a medida de taxa de respiração não necessita duma medida do caudal de líquido e não é afectada pelas características de transferência de oxigénio gás-líquido), mas é caracterizado por baixas frequências de

medição. Com o tempo assiste-se a um decréscimo, previsto como constante, da concentração de OD (S_O), pelo que a taxa de respiração (r_O) pode ser descrita pela expressão (SPANJERS *et al.*, 1998):

$$\frac{dS_O(t)}{dt} = -r_o(t) \tag{1}$$

A obtenção de respirogramas é conseguida através da medição sucessiva de valores de r_o, a intervalos geralmente curtos (5-30 minutos), desde o momento em que se adiciona a amostra de substrato (*e.g.*, água residual em análise) à amostra de biomassa (inicialmente em condições de deplecção de substrato, *i.e.,* em respiração endógena) até que os valores de r_O medidos retornem ao valor endógeno de partida. Dependendo da actividade da biomassa e da biodegradabilidade dos substratos, um respirograma pode prolongar-se por tempos desde menos de 1 hora até dias.

No âmbito do presente trabalho, a taxa de respiração foi estimada por três estratégias diferentes, que se descrevem nos subcapítulos seguintes. Estas vão desde o procedimento mais simples, calculando o declive do sinal adquirido, a estratégias mais complexas, que permitem estimar a taxa de respiração tendo em consideração a dinâmica introduzida pelos sensores, nomeadamente através da aplicação do filtro de Kalman (FK) e de um filtro suavizador de atraso fixo.

3.2. Declive do sinal

Tendo em consideração a Eq. (1), a taxa de respiração pode ser estimada partindo do declive do sinal medido pelo sensor de OD. Antes disso, o sinal é filtrado de modo a eliminar ruído e *outliers*, usando um filtro de mediana com uma janela de 12 amostras. Para evitar a resposta lenta do sensor de OD, particularmente durante a transição da etapa *3* para a etapa *4* (definidas na Secção 2.4), o programa implementado processa somente 70% dos dados finais medidos durante a etapa *4*.

Um exemplo de três medições é mostrado na Figura 4. As zonas a cinzento definem os 70% finais do sinal medido durante a etapa *4*, a partir do qual o declive da recta ajustada é calculado. Para este exemplo foi definido um intervalo de 4 minutos para aquisição de dados e de 2 minutos para recirculação da mistura, o que se traduz numa estimativa da taxa de respiração a cada 6 minutos, dado que o cálculo é apenas efectuado no final do processo.

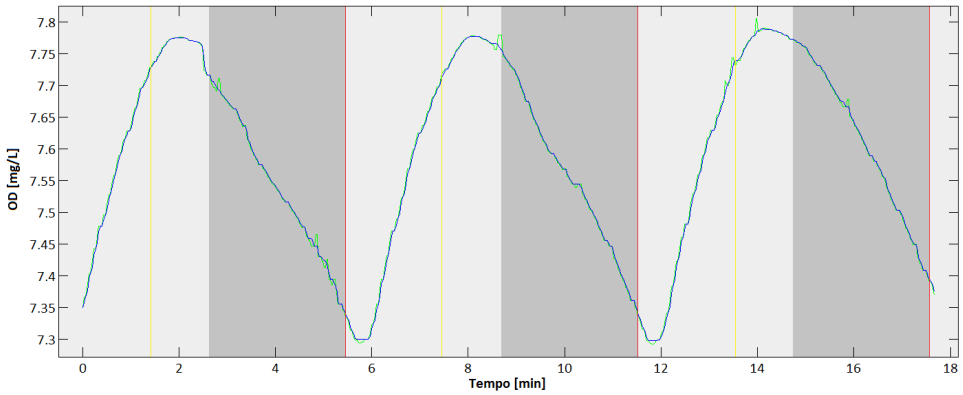


Figura 4 – Leituras de OD adquiridas pelo sensor (verde) e sinal filtrado (azul)

3.3. Filtro de Kalman

A obtenção de um equivalente discreto, tendo em conta a utilização de um retentor de amostras de ordem zero (ZOH) na dinâmica de concentração do OD dada pela Eq. (1) foi anteriormente usada (SOTOMAYOR *et al*., 2002) e pode-lhe ser aplicada, resultando:

$$S_{\mathrm{O}}[k+1] = S_{\mathrm{O}}[k] - \Delta t \cdot r_{\mathrm{O}}[k] + \mathrm{w}[k] \tag{2}$$

onde Δt é o intervalo de amostragem, k define o tempo discreto e $\mathrm{w}[k]$ representa as incertezas de amostragem e do modelo ($\mathbf{w}_k \sim \mathcal{N}(0, \mathbf{Q})$).

Por seu lado, a taxa de respiração pode ser modelada segundo um modelo de passeio aleatório (SILVA *et al*., 2010), resultando:

$$r_{\mathrm{O}}[k] = r_{\mathrm{O}}[k-1] + \mathrm{e_w}[k] \tag{3}$$

onde $\mathrm{e_w}[k]$ é ruído branco de média nula no instante k.

Finalmente, a expressão que modela a dinâmica do sensor de OD é dada por:

$$\dot{S_{\mathrm{O}}^{\mathrm{s}}}(t) = \left(S_{\mathrm{O}}(t) - S_{\mathrm{O}}^{\mathrm{s}}(t) \right) \cdot \tau^{-1} \tag{4}$$

em $S_{\mathrm{O}}^{\mathrm{s}}(t)$ é a medida adquirida por parte do sensor.

As últimas três expressões são usadas de modo a obter-se a equação estocástica linear a utilizar no filtro de Kalman:

$$\dot{\mathbf{x}}(t) = \begin{bmatrix} \dot{S}_{\mathrm{O}}(t) \\ \dot{r_{\mathrm{O}}}(t) \\ \dot{S_{\mathrm{O}}^{\mathrm{s}}}(t) \end{bmatrix} = \mathbf{A} \cdot \mathbf{x}(t) + \mathbf{w}(t) \tag{5}$$

com

$$\mathbf{A} = \begin{bmatrix} 0 & -1 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 1/\tau & 0 & -1/\tau \end{bmatrix} \tag{6}$$

Do resultado anterior pode obter-se também a versão discretizada a utilizar como modelo nominal no filtro de Kalman, resultando o modelo do processo:

$$\mathbf{x}_k = \begin{bmatrix} S_{\mathrm{O}} \\ r_{\mathrm{O}} \\ S_{\mathrm{O}}^{\mathrm{s}} \end{bmatrix}_k = \mathbf{A}_d \cdot \mathbf{x}_{k-1} + \mathbf{w}_k \tag{7}$$

com

$$\mathbf{A}_d = e^{\mathbf{A} \cdot \Delta t} = \mathcal{L}^{-1}\{(s \cdot \mathbf{I} - \mathbf{A})^{-1}\}_{t=\Delta t} \tag{8}$$

e

$$\mathbf{Q} = \mathrm{E}[\mathbf{w}_k \cdot \mathbf{w}_k'] = \begin{bmatrix} \Delta t^2/2 \\ \Delta t \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} \Delta t^2/2 \\ \Delta t \end{bmatrix}^{\mathrm{T}} \cdot \sigma_{\mathrm{w}}^2 \tag{9}$$

Quanto ao modelo de observação, a medida é definida como:

$$z_k = S^{\mathrm{s}}_{\mathrm{O}_k} = \mathbf{H} \cdot \mathbf{x}_k + \mathrm{v}_k \tag{10}$$

onde v_k é ruido aleatório de medição ($\mathbf{v}_k \sim \mathcal{N}(0, \mathrm{r})$), com

$$\mathbf{H} = [0 \quad 0 \quad 1] \text{ e } \mathrm{r} = \sigma_{\mathrm{v}}^2 \tag{11}$$

O filtro de Kalman opera recursivamente sobre o fluxo de dados de entrada ruidosos para produzir uma estimativa estatisticamente óptima do estado do sistema seguindo os passos seguintes:

1 – Fase de predição

$$\hat{\mathbf{x}}_{k|k-1} = \mathbf{F} \cdot \hat{\mathbf{x}}_{k-1|k-1} + \mathbf{B} \cdot u_k \tag{12}$$

$$\mathbf{P}_{k|k-1} = \mathbf{F} \cdot \mathbf{P}_{k-1|k-1} \cdot \mathbf{F}^T + \mathbf{Q}_k \tag{13}$$

onde $\hat{\mathbf{x}}_{k|k-1}$ é a estimativa de $\mathbf{x}_k$ dadas as observações $z_{k-1},\ z_{k-2},\ z_{k-3},\ldots$ e $\mathbf{P}_{k|k-1}$ é a matriz de covariância do erro da estimativa do estado dado $z_{k-1},\ z_{k-2},\ z_{k-3},\ldots$

2 – Ganho de Kalman

$$\mathbf{K}_k = \mathbf{P}_{k|k-1} \cdot \mathbf{H}^T \cdot \left[\mathbf{H} \cdot \mathbf{P}_{k|k-1} \cdot \mathbf{H}^T + \mathbf{R}_k\right]^{-1} \tag{14}$$

onde a matriz $\mathbf{K}_k$ é aquela que minimiza a matriz de covariância do erro *a posteriori* ($\mathbf{P}_{k|k}$).

3 – Fase de actualização/correcção

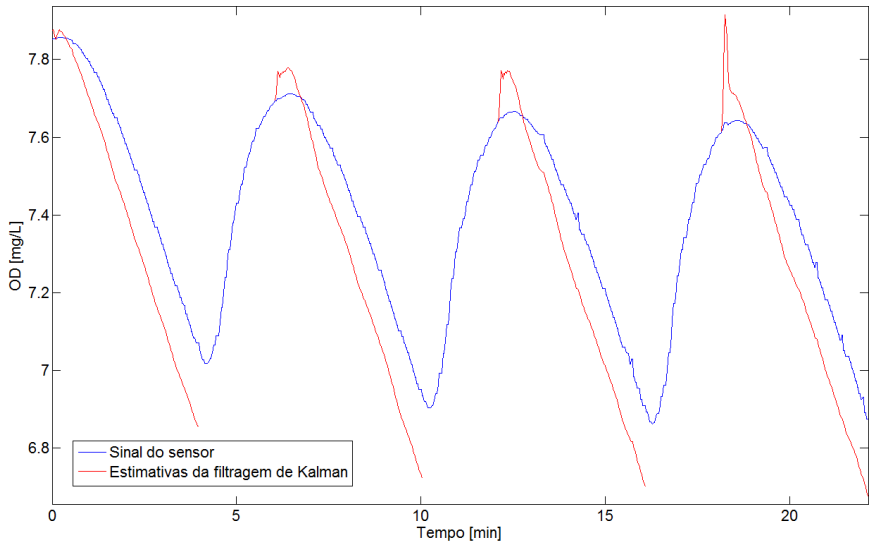
$$\hat{\mathbf{x}}_{k|k} = \hat{\mathbf{x}}_{k|k-1} + \mathbf{K}_k \cdot \left(\boldsymbol{z}_k - \mathbf{H} \cdot \hat{\mathbf{x}}_{k|k-1}\right) \tag{15}$$

$$\mathbf{P}_{k|k} = [\mathbf{I} - \mathbf{K}_k \cdot \mathbf{H}] \cdot \mathbf{P}_{k|k-1} \tag{16}$$

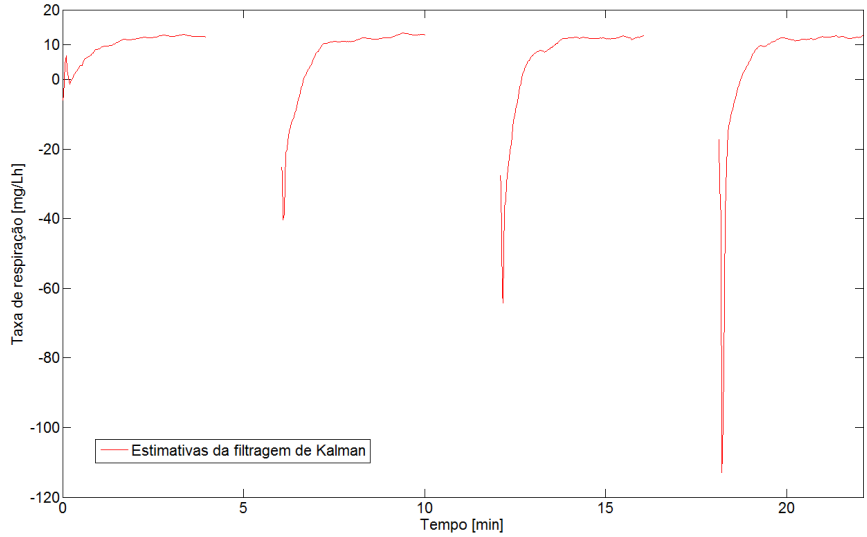
em que $\mathbf{I}$ é a matriz identidade de dimensões apropriadas.

Como a filtragem de Kalman é exclusivamente aplicada à etapa de aquisição (etapa *4* definida anteriormente), há a possibilidade de usar os valores finais adquiridos durante a fase de recirculação (etapa *3*). Assim, $\widehat{S_{\mathrm{O}_{0|0}}}$ e $\widehat{S^{\mathrm{s}}_{\mathrm{O}_{0|0}}}$ tomam os valores das últimas leituras efectuadas e $\widehat{r_{\mathrm{O}_{0|0}}}$ é aproximado pelo cálculo da derivada entre as duas últimas aquisições obtidas. Por outro lado, os valores iniciais da matriz de covariância do erro foram definidos por testes sucessivos como $\mathbf{P}_{0|0}$ = $[10^3\ 0\ 0;\ 0\ 10^3\ 0;\ 0\ 0\ 10^2]$. Os ruídos de processo e de aquisição foram assumidos como σ_{w} = 0,001 / t e r = σ_{v}^2 = 0,01, respectivamente.

Na Figura 5 encontram-se representadas 4 medições com as correspondentes estimativas de OD (a) e da taxa de respiração (b). Cada observação adquirida durante a etapa *4* contribui para uma nova iteração do filtro de Kalman e uma nova estimativa em tempo real de OD e de r_{O}.



(a)



(b)

Figura 5 – Sinal do sensor de OD (azul) e estimativas obtidas por filtragem de Kalman

3.4. Filtro suavizador de atraso fixo

A terceira estratégia consiste no projecto de um filtro que reduz a influência da dinâmica dos sensores. Um diagrama de blocos do modelo do sensor, do modelo de entrada e do filtro é apresentado na Figura 6, adaptado de LINDBERG (1997). O problema será encontrar um filtro que minimize o erro quadrático médio entre o OD real e o sinal do sensor filtrado – $\hat{S}_{\mathrm{O}}(t|t-m)$ – predição de $S_{\mathrm{O}}(t)$ com base em dados obtidos até ao instante $t-m$.

Como se pode observar no diagrama de blocos, o modelo do sensor é dado por:

$$S_{\mathrm{O}}^{\mathrm{s}}(t) = q^{-k} \cdot \frac{B(q^{-1})}{A(q^{-1})} \cdot S_{\mathrm{O}}(t) + w(t) \tag{17}$$

em que k representa o número de períodos de atraso, $A(q^{-1})$ e $B(q^{-1})$ são polinómios definidos no operador de atraso q^{-1} e $w(t)$ é ruido branco de medição com média nula.

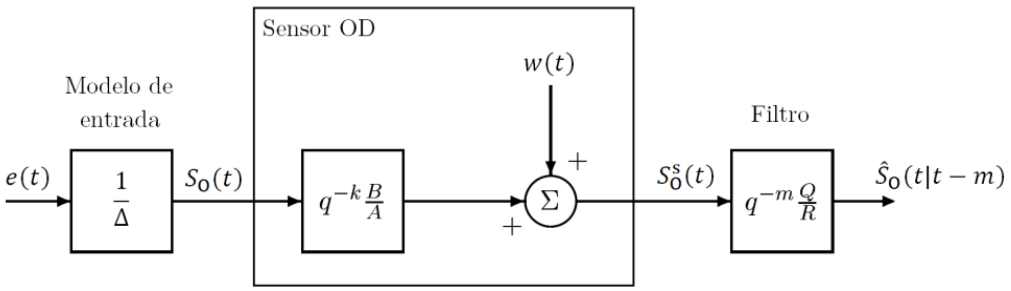


Figura 6 – Diagrama de blocos do modelo de entrada, do sensor de OD e do filtro a calcular

O filtro que minimiza o erro quadrático médio pode ser traduzido pela equação seguinte:

$$\hat{S}_O(t|t-m) = q^{-m} \cdot \frac{Q(q^{-1})}{R(q^{-1})} \cdot S_O^s(t) \tag{18}$$

onde os polinómios $Q(q^{-1})$ e $R(q^{-1})$ são calculados resolvendo as equações que se mostram de seguida, formuladas por AHLÉN e STERNAD (1989), onde o argumento q^{-1} foi omitido para simplificação:

$$r \cdot \beta \cdot \beta_* = B \cdot B_* + \rho \cdot A \cdot \Delta \cdot A_* \cdot \Delta_* \tag{19}$$

$$q^{m+k} \cdot B_* = r \cdot \beta_* \cdot Q_1 + q \cdot \Delta \cdot L_* \tag{20}$$

$$Q = Q_1 \cdot A \tag{21}$$

$$R = \beta \tag{22}$$

O modelo do sensor pode ser determinado pelo método dos mínimos quadrados. A informação necessária para estimar a dinâmica do sensor foi obtida movendo o sensor de OD entre líquidos com diferentes concentrações de OD. Os parâmetros seguintes foram identificados recorrendo ao pacote de identificação de sistemas existente no MATLAB:

$$A = A_0 + A_1 q^{-1} = 1 - 0{,}96630 q^{-1} \qquad B = B_0 = 0{,}03202 \qquad k = 4 \tag{23}$$

O parâmetro ρ foi determinado por tentativa e erro. Um valor pequeno de ρ resulta num sinal final mais ruidoso, enquanto um valor elevado leva a uma resposta com reacção mais lenta a mudanças na concentração de OD.

Usando os polinómios identificados, presentes na Eq. (23), nas equações de projecto, Eq. (19) a Eq. (22), com m = –7 e ρ = 10 obtêm-se os polinómios Q_1 e R:

$$Q_1 = 0{,}28330 + 0{,}00735 \cdot q^{-1} + 0{,}00530 \cdot q^{-2} + 0{,}00286 \cdot q^{-3} \tag{24}$$

$$R = 1 - 1{,}85319 \cdot q^{-1} + 0{,}86275 \cdot q^{-2} \tag{25}$$

Finalmente, o filtro pretendido é expresso por:

$$\hat{S}_O(t|t+7) = q^{7} \cdot \frac{Q_1 \cdot A}{1 - 1{,}85319 \cdot q^{-1} + 0{,}86275 \cdot q^{-2}} \cdot S_O^s(t) \tag{26}$$

Na Figura 7 é apresentado um exemplo de cinco medições. As estratégias do declive ou do filtro de Kalman podem ser aplicadas ao sinal filtrado com o objectivo de estimar a taxa de respiração. Ao contrário do filtro de Kalman, esta estratégia permite obter uma estimativa da taxa de respiração apenas no final do processo, como acontece com a estratégia do declive.

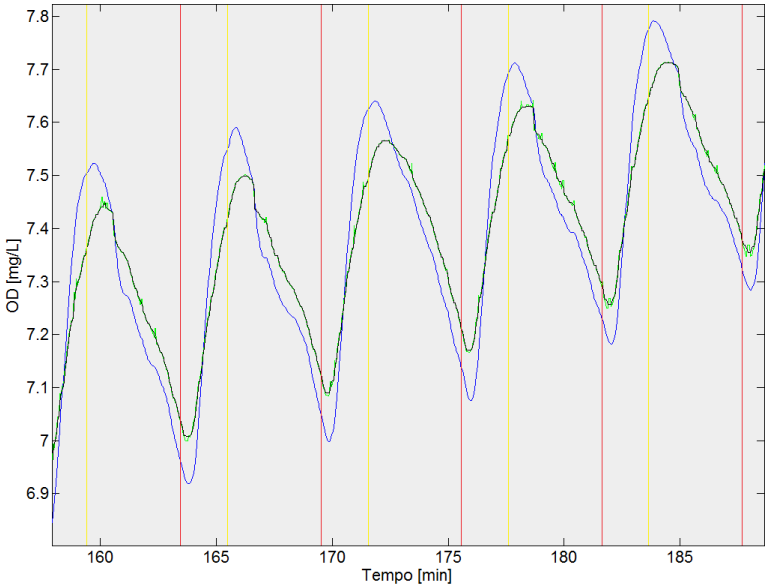


Figura 7 – Representação gráfica do sinal do sensor de OD (verde), do sinal de OD filtrado pelo filtro de mediana (preto) e do sinal final filtrado pelo filtro da Eq. (26) (azul)

4. ESTIMAÇÃO DE PARÂMETROS DO ASM1

4.1. Notas gerais

De modo a testar e validar o respirómetro desenvolvido, bem como as estratégias de calculado aplicadas, foram estimados alguns dos coeficientes e parâmetros do ASM1. Os resultados foram comparados a valores citados na literatura da especialidade.

Utilizaram-se, nos ensaios, amostras de biomassa provenientes da ETAR de Beirolas (Portugal). Esta ETAR, situada na zona oriental do Município de Lisboa, foi concebida para tratar os efluentes domésticos com tratamento secundário das águas residuais (por lamas activadas), desidratação e estabilização química das lamas produzidas, num total de 213.500 habitantes equivalentes (a que corresponde um caudal médio de 54 500 m^3/dia).A ETAR inclui ainda tratamento terciário com filtração e desinfecção final e sistema de desodorização.

Para o total dos ensaios realizados são válidos os seguintes aspectos: foi adicionado acetato de sódio como substrato rapidamente biodegradável; não foi adicionado ATU à mistura em qualquer dos ensaios realizados; e os níveis de temperatura e pH não foram mantidos controlados.

4.2. Rendimento celular da biomassa heterotrófica (Y_H)

Os métodos que podem ser aplicados para este fim foram revistos em algum detalhe por VANROLLEGHEM *et al.* (1999), na sua perspectiva dita *directa*. Nesta, as estimativas são extraídas dos respirogramas directamente ou por intervenção de métodos computacionais simples

(p.ex., integração, derivação), com uso de alguns valores de parâmetros determinados por outros métodos, como sejam o parâmetro Y_{H}.

O cálculo deste parâmetro baseia-se na relação linear entre o substrato (S_{S}) adicionado e o oxigénio consumido (OC), como revela a seguinte equação (SAENSING e KANCHANATAWEE, 2009):

$$\mathrm{OC} = (1 - Y_{\mathrm{H}}) \cdot S_{\mathrm{S}} \tag{27}$$

Neste seguimento, foram adicionadas quatro quantidades diferentes, em ensaios intervalados, de acetato de sódio à amostra de biomassa, conforme se encontra apresentado no Quadro 1. A biomassa encontrava-se no estado endógeno após ter sido usada anteriormente para o cálculo do parâmetro b_{H} (ver ponto seguinte). Os ensaios são constituídos por ciclos de amostragem com 4 minutos de aquisição e 2 minutos de recirculação da mistura entre a célula de medição e o tanque de arejamento, o que se traduz num valor de declive, associado à taxa de respiração, a cada 6 minutos.

Quadro 1 - Dados da experiência realizada para o cálculo do Y_{H}, num volume de trabalho de aproximadamente 3,7 L

	Quantidade de substrato [g]	Concentração de CQO [mg/L]	Oxigénio consumido [mg/L]
1º ensaio	0,47	64	23,92
2º ensaio	1,33	180	86,73
3º ensaio	4,44	600	229,97
4º ensaio	7,40	1000	325,42

Chega-se ao valor de oxigénio consumido através do cálculo aproximado da área delimitada pelos polinómios ajustados aos valores de r_{O} e representa o oxigénio consumido enquanto há substrato para consumo na mistura. A biomassa volta à fase endógena assim que este finda.

Registou-se um aumento linear do oxigénio consumido à medida que a quantia de substrato introduzida no sistema aumentava, como se pode verificar na Figura 8. O declive da recta, obtida por regressão linear, representa o valor de $(1 - Y_{\mathrm{H}})$ e portanto a estimativa final é $Y_{\mathrm{H}} \approx 0{,}66$ mg CQO/mg CQO.

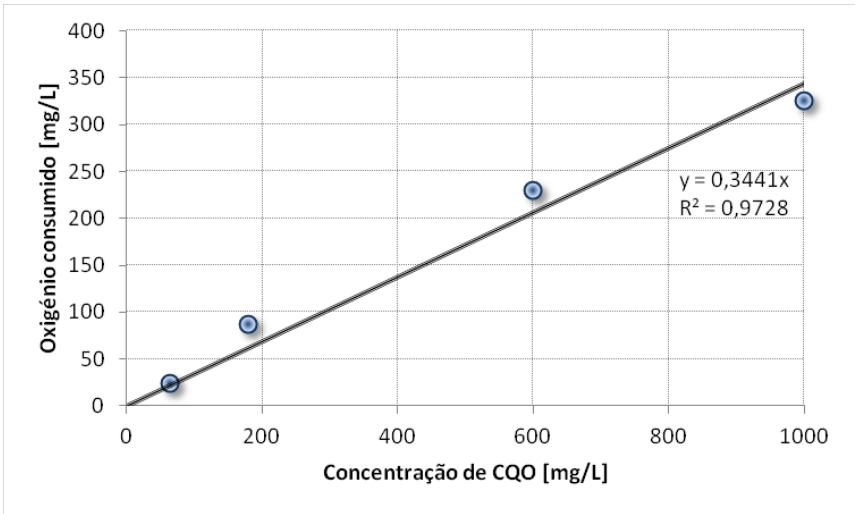


Figura 8 – Relação linear entre o oxigénio consumido e o substrato adicionado

4.3. Taxa de decaimento da biomassa heterotrófica ($\boldsymbol{b_{\mathrm{H}}}$)

A constante de decaimento b_H, para a fracções heterotrófica da biomassa, pode ser estimada através do traçado de sucessivos respirogramas, a intervalos diários, com amostras de biomassa arejada separadamente na ausência de substratos, em resposta a pulsos de uma mistura de acetato e amónia, ambos em concentrações excedentárias.

Assim, o parâmetro cinético de decaimento foi determinado usando uma amostra de 500 ml de biomassa endógena diluída no tanque de arejamento de aproximadamente 3,7 L. O arejamento foi mantido durante 7 dias e a taxa de respiração foi medida diversas vezes durante este período, sem adição de substrato ao reactor (SPANJERS e VANROLLEGHEM, 1995). O decaimento no modelo tradicional (b'_{H}) é calculado a partir do declive da função ln(r_{O}) no tempo (ver Figura 9), como se mostra de seguida:

$$\ln(r_{\mathrm{O}}) = \ln\left[\left(1 - f'_{\mathrm{p}}\right) \cdot b'_{\mathrm{H}} \cdot X_{\mathrm{H}_0}\right] - b'_{\mathrm{H}} \cdot t \tag{28}$$

A Eq. (29) é então aplicada para determinar o valor de $\boldsymbol{b_{\mathrm{H}}}$, adoptado no modelo ASM1:

$$b_{\mathrm{H}} = \frac{b'_{\mathrm{H}}}{1 - Y_{\mathrm{H}} \cdot (1 - f_{\mathrm{p}})} \tag{29}$$

onde f_{p} é obtido por:

$$f_{\mathrm{p}} = \frac{f'_{\mathrm{p}} \cdot (1 - Y_{\mathrm{H}})}{1 - f'_{\mathrm{p}} \cdot Y_{\mathrm{H}}} \tag{30}$$

sabendo que f'_{p} representa a fracção inerte da biomassa em decaimento, tipicamente de valor f'_{p} = 0,2.

Por fim, com base nos dados obtidos, o valor da taxa de decaimento calculado é $\boldsymbol{b_{\mathrm{H}}}$ ≈ 0,36 dia^{-1}.

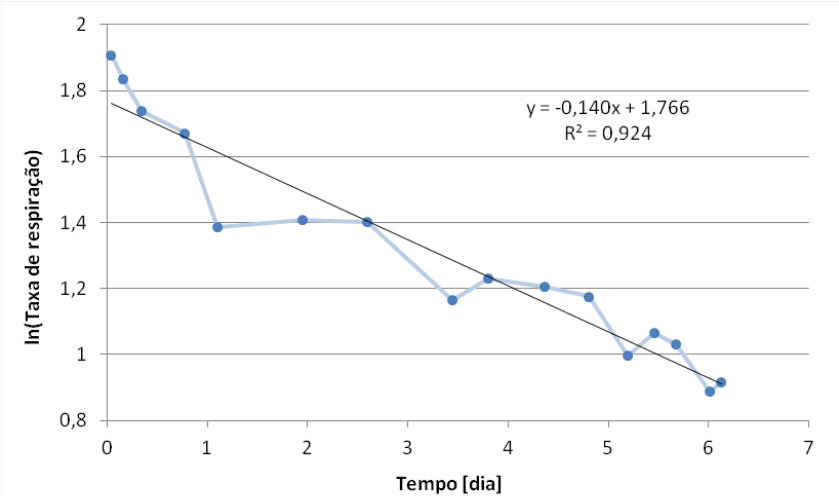


Figura 9 – Logaritmo natural das estimativas de r_{O} obtidas durante um período de 7 dias

4.4. Taxa máxima específica do crescimento da biomassa heterotrófica ($\boldsymbol{\hat{\mu}_{\mathrm{H}}}$)

A $\boldsymbol{\hat{\mu}_{\mathrm{H}}}$, em condições aeróbicas, é em conjunto com o $\boldsymbol{K_{\mathrm{S}}}$, um parâmetro cinético essencial para caracterizar as capacidades de remoção de CQO e de produção de biomassa das lamas activadas sob

estudo (VANROLLEGHEM *et al.,* 1999). Para o cálculo deste parâmetro foi utilizada uma nova amostra de aproximadamente 250 ml de biomassa, completando o tanque com água arejada até ao volume de trabalho. À mistura foi adicionado substrato, cerca de 3,7 g, de forma a alcançar um rácio elevado de substrato/biomassa. O ensaio respirométrico foi realizado com aquisições na célula de medida de 8 minutos e intervalos de 2 minutos a recircular a mistura.

Quando há OD e substrato suficientemente em excesso (S_S >> $\boldsymbol{K_S}$), a relação entre o logaritmo neperiano da taxa de respiração e o tempo, no reactor, pode ser expressa como (MAO *et al.*, 2011):

$$\ln(r_O) = \ln\left(\frac{1-Y_H}{Y_H} \cdot \hat{\mu}_H \cdot X_{H_0}\right) + (\hat{\mu}_H - b'_H) \cdot t \tag{31}$$

Uma vez mais, pode-se definir uma recta da Eq. (31), em que o declive é dado por $\hat{\mu}_H - b'_H$. Da análise da Figura 10 e recorrendo ao valor de b'_H, já calculado, conclui-se, portanto, que $\boldsymbol{\hat{\mu}_H}$ ≈ 2,30 dia^{-1}.

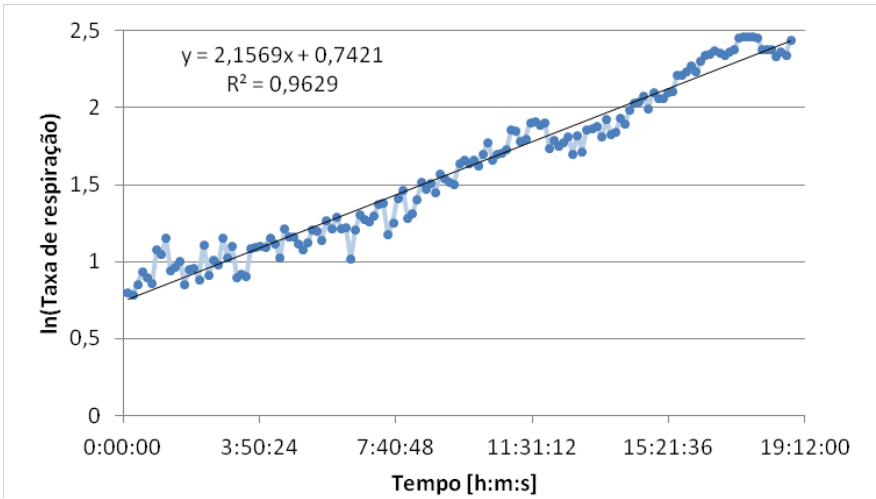


Figura 10 – Logaritmo natural das estimativas de r_O obtidas para determinar $\hat{\mu}_H$

4.5. Coeficiente de meia-saturação para a biomassa heterotrófica ($\boldsymbol{K_S}$)

A biomassa utilizada para o cálculo do $\boldsymbol{\hat{\mu}_H}$ foi aproveitada para realizar as experiências necessárias à determinação deste parâmetro, que consistiu na introdução de diferentes concentrações de substrato e registo, individual, das taxas de respiração endógena ($r_{O_{end}}$) e taxa de respiração máxima exógena ($r_{O_{ex}}$). O método, descrito por ECH *et al.* (1985), baseia-se na equação de Monod, Eq. (32), em que $\boldsymbol{K_S}$ toma o valor da concentração de substrato para a qual $2 \cdot \mu_H = \hat{\mu}_H$.

$$\mu_H = \hat{\mu}_H \cdot \frac{S_S}{K_S + S_S} \tag{32}$$

As taxas de respiração exógenas ($r_{O_{ex}} = r_O - r_{O_{end}}$), retiradas do patamar (do respirograma) que se estabelece após adição do substrato, foram divididas pela taxa máxima registada entre todos os ensaios ($\mathrm{MAX}(r_{O_{ex}})$) de forma a obter a taxa específica de crescimento relativa ($\mu_H/\hat{\mu}_H$), dependendo da concentração do substrato. Os dados referentes a cada ensaio apresentam-se tabelados de seguida (Quadro 2).

A representação gráfica dos quatro pontos, concernentes a cada ensaio, pode ser observada na Figura 11. Aos pontos foi ajustada uma curva logarítmica da qual se extraiu o valor do parâmetro em estudo, especificamente K_S ≈ 19,9 mg CQO/L.

Quadro 2 - Dados da experiência realizada para o cálculo do K_S, num volume de trabalho de aproximadamente 3,7 L.

	Quantidade de substrato [g]	r_O exógena máxima [mg/(Lh)]	$\frac{r_{O_{ex}}}{\mathrm{MAX}(r_{O_{ex}})}$
1º ensaio	0,11	6,31	0,466
2º ensaio	0,22	7,62	0,563
3º ensaio	0,37	8,85	0,654
4º ensaio	2,22	13,5	1

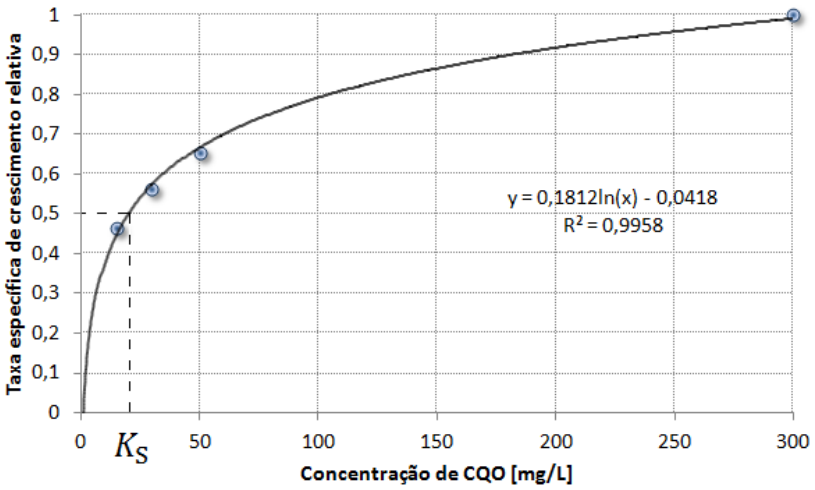


Figura 11 – Relação entre a taxa específica de crescimento relativa e a concentração de substrato

5. CONCLUSÕES

Os resultados experimentais obtidos demonstram que as metodologias utilizadas foram bem sucedidas na estimativa da taxa de respiração, no entanto, o filtro suavizador de atraso fixo mostrou que não é uma estratégia robusta para estudar casos não estacionários. Quando comparado com os restantes métodos, a estratégia proposta de filtro de Kalman revelou um melhor desempenho no que diz respeito ao tempo de resposta, à imunidade ao ruído e resposta estável. A estratégia do declive também apresentou resultados consistentes, mas a exactidão dos resultados diminuiu para níveis reduzidos da taxa de respiração.

As experiências de respirometria para a determinação dos parâmetros e coeficientes do ASM1 demonstraram ser sensíveis e robustas. Os resultados da estimação utilizando os dados de respirometria foram próximos aos valores definidos como padrão do ASM1 e outros valores citados (ver Quadro 3). Apesar de algumas estimativas apresentarem valores inferiores ao padrão estipulado, estes ainda são comparáveis ao intervalo de valores apontado na literatura. A diferença de cada parâmetro para com o valor padrão pode estar relacionada com alguns factores como: as variações de temperatura e pH, a origem das lamas, a localização, as condições de funcionamento, a arquitectura do sistema e o tempo experimental.

Quadro 3 - Dados relativos às experiências realizadas e valores típicos do AMS1

Símbolo	Unidade	Estimativas resultantes das experiências respirométricas	Valores característicos		
			MOGENS *et al.* (2000)		JEPPSSON (1996)
			20 ºC	10 ºC	
Y_H	mg CQO/mg CQO	0,660	0,67	0,67	0,38 – 0,75
f_p	–	0,078	0,08	0,08	–
b_H	dia^{-1}	0,36	0,62	0,20	0,05 – 1,60
$\hat{\mu}_H$	dia^{-1}	2,30	6,0	3,0	0,6 – 13,2
K_S	mg CQO/L	19,9	20	20	5 – 225

Em geral, o respirómetro concebido e as estratégias formuladas foram aplicados com êxito na estimação tanto da taxa de respiração como dos parâmetros e coeficientes do ASM1, constituindo uma valiosa ferramenta para monitorizar e controlar o processo de lamas activadas e para calibrar os modelos relativos a este mesmo processo.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AHLÉN, A.; STERNAD, M. - "Optimal deconvolution based on polynomial methods" in *IEEE Transactions on Acoustics, Speech and Signal Processing*, 1989, Vol. 37, No. 2, pp. 217 - 226.

ECH, J.S.; CHUDOBA, J.; GRAU, P. - "Determination of kinetic constants of activated sludge microorganisms" in *Water, Science and Technology*, Vol. 17, Amsterdam, 1985, pp. 259 - 272.

JEPPSSON, U. - "*Modelling aspects of wastewater treatment processes*". Ph.D. dissertation, IEA, Lund Institute of Technology, Sweden, 1996.

LINDBERG, C.F. - "*Control and Estimation Strategies Applied to the Activated Sludge Process*". Dissertation for the Degree of Doctor of Philosophy, Uppsala University, Sweden, 1997.

MAO, H.; ZHAO, J.; HUA, L.; HU, B. - "Determining parameters in Activated Sludge Model No.1 by respirometric experiments with sodium acetate as substrate" in *IEEE International Symposium on Water Resource and Environmental Protection (ISWREP 2011)*, Xi'an, Shaanxi Province, China, 2011, Vol. 1, pp. 1660 - 1663.

MOGENS, H.; GUJER, W.; MINO, T.; VAN LOOSDRECHT, M. - "*Activated sludge models ASM1, ASM2, ASM2d and ASM3*". IWA Publishing, London, UK, 2000.

SAENSING, P.; KANCHANATAWEE, S. - "Development of combined ultimate hybrid respirometer-titrate meter to estimate kinetic parameters of activated sludge" in *Suranaree Journal of Science and Technology*, 2009, Vol. 16, No. 3, pp. 221 - 233.

SILVA, F.J.S.; CATUNDA, S.Y.C.; NETO, J.V.F.; VAN HAANDEL, A.C. - "Dissolved oxygen PWM control and oxygen uptake rate estimation using Kalman Filter in activated sludge systems" in

IEEE International Instrumentation and Measurement Technology Conference (I2MTC 2010), Austin, Texas, USA, 2010, pp. 579 - 584.

SOTOMAYOR, O.A.Z.; PARK, S.W.; GARCIA, C. - "Software sensor for on-line estimation of the microbial activity in activated sludge systems" in *ISA TRANSACTIONS*, 2002, Vol. 41, pp. 127 - 143.

SPANJERS, H.; VANROLLEGHEM, P.A. - "Respirometry as a tool for rapid characterization of wastewater and activated sludge" in *Water, Science and Technology*, 1995, Vol. 31, No. 2, pp. 105 - 114.

SPANJERS, H.; VANROLLEGHEM, P.A.; OLSSON, G.; DOLD, P.L. - "*Respirometry in Control of the Activated Sludge Process: Principles. Scientific and Technical Report No. 7*". IAWQ, London, UK, 1998.

VANROLLEGHEM, P.A.; SPANJERS, H.; PETERSEN, B.; GINESTET, P.; TAKACS, I. - "Estimating (combinations of) Activated Sludge Model No. 1 parameters and components by respirometry" in *Water, Science and Technology*, 1999, Vol. 39, No. 1, pp. 195 - 214.