

**JAIME EDUARDO NAVARRETE RODRÍGUEZ**

**DESENVOLVIMENTO DE UM SENSOR POR SOFTWARE PARA  
AVALIAÇÃO DE BIOMASSA EM REATORES ANAERÓBIOS**

Dissertação submetida ao programa de Pós-graduação em Engenharia Química do Centro Tecnológico da Universidade Federal de Santa Catarina para a obtenção do grau de Mestre em Engenharia Química.

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA.

CENTRO TECNOLÓGICO

DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA QUÍMICA E ENGENHARIA DE ALIMENTOS

Área de concentração: Desenvolvimento de Processos Químicos e Biotecnológicos

Orientador: Prof. Dr. Nestor Roqueiro

Florianópolis, fevereiro de 2003

**DESENVOLVIMENTO DE UM SENSOR POR SOFTWARE PARA  
AVALIAÇÃO DE BIOMASSA EM REATORES ANAERÓBIOS**

Por

**Jaime Eduardo Navarrete Rodríguez**

Dissertação julgada para obtenção do título de Mestre em Engenharia Química, área de concentração Desenvolvimento de Processos Químicos e Biotecnológicos e aprovada em sua forma final pelo Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química da Universidade Federal de Santa Catarina.

---

Prof. Dr Nestor Roqueiro  
Orientador

---

Prof. Dr Agenor Furigo Junior  
Coordenador do CPGENQ

Banca Examinadora:

---

Prof.Dr. Ricardo Antonio Francisco Machado

---

Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Valeria Reginatto Spiller

Florianópolis, 19 de fevereiro de 2003

***“A Mamá, Papá, la  
Niña, Lito, Juancho y  
Daniel”***

## **AGRADECIMENTOS**

Luis Muniz e Ana Rosa, as palavras sempre faltarão para expressar-lhes a minha gratidão, obrigado pela amizade sem condições.

Lú e Zé, obrigado por cobrir com seu amor e afeto o vazio de meus pais na distância.

Lademir, obrigado pelo apoio acadêmico e pela colaboração para que este projeto fosse concluído, espero ter respondido as suas expectativas.

Ao meu orientador Nestor Roqueiro.

A Universidade de Caxias do Sul por ter aberto novamente as suas portas para mim.

Ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química da UFSC, pela oportunidade da realização do mestrado e a Capes pelo apoio Financeiro.

**Brasil, obrigado por ter me recebido**

***“Nosso saber conjuntural vai sempre além do que uma pessoa pode dominar. Por isso não existe nenhuma autoridade. Isto é válido também para as especialidades”***

***Karl Popper.***

## **RESUMO**

Neste trabalho foi desenvolvido um sensor por software para a determinação da concentração de biomassa em reatores anaeróbios. O sensor por software está baseado em sensores físicos de pressão e um observador de estados adaptativo. O projeto do observador de estados foi realizado a partir da lei da conservação da massa das espécies químicas e biológicas relevantes do processo e, a cinética de crescimento microbiano segundo o modelo de Monod. Foi construído um equipamento denominado Respirômetro Anaeróbio que possibilitou a obtenção de dados a partir de ensaios experimentais de digestão anaeróbia em regime estritamente metanogênico. Estes dados visam validar o sensor por software. O Respirômetro Anaeróbio consiste de uma série de oito reatores de bancada em batelada, operados por meio de um software de controle e aquisição de dados desenvolvido em linguagem pascal. A validação do sensor por software foi realizada num esquema off-line através de um sistema virtual em ambiente Simulink®, que permitiu a comparação dos dados experimentais da biomassa e os seus valores estimados. Os resultados mostraram que o sensor por software mede de forma adequada os valores das variáveis estimadas, quando comparados aos valores experimentais. Os resultados indicam que o sensor por software desenvolvido permite o monitoramento on-line da biomassa em reatores anaeróbios nas condições experimentais estudadas.

Palavras chave: Sensor por Software, Digestão Anaeróbia, Biomassa.

## ***ABSTRACT***

In this work a software sensor was developed to determine the biomass concentration in anaerobic reactors. The software sensor is based in real pressure measurements and an adaptative state observer. The state observer project was carried out from the mass conservation law of the relevant chemical and biological species in the process and the microbial growth kinetics according to the Monod model. An apparatus called anaerobic respirometer was built which made possible to obtain data from the experiments of anaerobic digestion in strictly metanogenic media. These data aim to validate the software sensor. The anaerobic respirometer consists of a series of eight reactors in batch, operated through a data acquisition and control software developed in pascal. The validation of the software sensor was performed in an off-line scheme through a virtual system in Simulink ®, which allowed the comparison of the experimental data of biomass and their predicted values. The results showed that the software sensor measures adequately the values of the estimated variables, when compared to the experimental ones. They also indicate that the developed software sensor allow the on-line monitoring of the biomass concentration in anaerobic reactors in the studied experimental conditions.

Keywords: Software Sensor, Anaerobic Digestion, Biomass.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1. Etapas do processo anaeróbio.....	6
Figura 2.2. Esquema de um sensor por software.....	12
Figura 3.1. Esquema de um reator anaeróbio.....	17
Figura 3.2. Área interfacial de transferência de metano da fase líquida para a fase gasosa.....	20
Figura 4.1. Respirômetro Anaeróbio. Fotografia 1.....	27
Figura 4.2. Respirômetro Anaeróbio. Fotografia 2.....	28
Figura 4.3. Respirômetro Virtual. Tela Principal.....	29
Figura 5.1. Cromatogramas típicos da análise da fase gasosa do início (a) e do final (b) da batelada.....	35
Figura 5.2. Rendimento de biomassa (SSV) produzida a partir de substrato.....	37
Figura 5.3. Rendimento de metano produzido a partir de substrato.....	37
Figura 5.4. . Evolução da produção de metano no tempo, a partir de 2560mg/L de substrato.....	39
Figura 5.5. Planta de biodegestão anaeróbia.....	40
Figura 5.6. Gráficos comparativos da evolução da biomassa no tempo.....	43
Figura 5.7. Conversão de sinal de pressão que provêm do sistema de aquisição de dados.....	45
Figura 5.8. Gráficos comparativos da evolução do substrato no tempo.....	45
Figura 5.9. Análise de sensibilidade dos parâmetros do estimador de estados.....	46

Figura A.C. 1. Biblioteca Simulink/Bioreator.....	63
Figura A.C. 2. Bloco de trabalho, Simulink/Bioreator/Bioreator Batelada.....	64
Figura A.C. 3. Bloco de trabalho, Simulink/Bioreator/Pressão-Acetato .....	65
Figura A.C 4. Simulink/Bioreator/Estimador Acetato-Biomassa .....	66

## LISTA TABELAS

Tabela 5-1. Quantidade de biomassa e metano produzidos a partir de uma quantidade inicial de substrato. ....	36
Tabela 5-2. Evolução da produção de metano no tempo, a partir de 2560mg/L de substrato.....	38
Tabela 5-3. Parâmetros cinéticos da cultura utilizada. ....	39
Tabela 5-4. Parâmetros de simulação para a validação do sensor por software. ....	42
Tabela 5-5. Evolução da produção de biomassa no tempo, a partir de 2560mg/L de substrato.....	42

## SÍMBOLOGIA E NOMENCLATURA

A= Área interfacial, L<sup>2</sup>.

$\left(\frac{dM}{dt}\right)_{\text{formação}} = r_m =$  Taxa instantânea de produção de metano, M/(L<sup>3</sup>t).

$\left(\frac{dS}{dt}\right)_{\text{consumo}} = r_s =$  Taxa instantânea de consumo de substrato, M/(L<sup>3</sup>t).

$\left(\frac{dX}{dt}\right)_{\text{crescimento}} = r_x =$  Taxa instantânea de crescimento celular, M/(L<sup>3</sup>t).

e<sub>s</sub>= erro de estimativa do substrato.

e<sub>x</sub>= erro de estimativa da biomassa.

K = Constante de saturação de Monod, M/L<sup>3</sup>.

M= Concentração de produto gasoso por unidade de fase líquida, M/L<sup>3</sup>.

m= Massa, M.

$\bar{n}$  = Fluxo interfacial, M/(L<sup>2</sup>t).

P= Pressão, (ML/t<sup>2</sup>)/L<sup>2</sup>.

PM= Massa Molar, M/M.

R= Constante dos gases, (ML/t<sup>2</sup>/L<sup>2</sup>)L<sup>3</sup>/(MT).

S=Concentração de substrato na fase líquida, acetato, M/L<sup>3</sup>.

T= Temperatura, T.

V= Volume, L<sup>3</sup>.

X= Concentração de biomassa na fase líquida, M/L<sup>3</sup>.

Y<sub>m/s</sub>= Rendimento de produto por unidade de substrato, (M/(L<sup>3</sup>t))/( M/(L<sup>3</sup>t)).

Y<sub>x/s</sub>= Rendimento de biomassa por unidade de substrato, (M/(L<sup>3</sup>t))/( M/(L<sup>3</sup>t)).

## Letras gregas

$\mu_{\max}$  = Taxa máxima de crescimento específica de microorganismos,  $t^{-1}$ .

$\mu$  = Taxa de crescimento específico de microorganismos,  $t^{-1}$ .

## Índices Inferiores

l= Fase líquida.

g= Fase gasosa.

A= Acetato.

Met=metano.

X=Biomassa.

Índices superiores.

^ = variáveis estimadas.

• = Variáveis derivadas em relação ao tempo.

## SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO .....	1
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	4
2.1. Introdução.....	4
2.2. Contexto da digestão anaeróbia. ....	4
2.3. Descrição do processo anaeróbio.....	5
2.4. Modelagem de processos biológicos. ....	7
2.5. Sensores por software em engenharia de bioprocessos. ....	10
2.5.1- Estimativas através de balanços elementares.....	12
2.5.2- Observador adaptativo.....	13
2.5.3- Filtro Kalman.....	14
2.5.4- Redes neurais artificiais. ....	15
3. MODELAGEM MATEMÁTICA E PROJETO DO OBSERVADOR DE ESTADOS .....	16
3.1. Introdução.....	16
3.2. Equações de conservação da massa .....	16
3.2.1. Balanço de massa da biomassa .....	17
3.2.2. Balanço de massa do substrato.....	18
3.2.3. Balanço de massa do produto. ....	19
3.3. Projeto do observador adaptativo. ....	23
4. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL .....	26
4.1. Introdução.....	26
4.2. Respirômetro Anaeróbio.....	26
4.3. Ensaio de digestão anaeróbia.....	30

4.4.	Determinação de sólidos suspensos totais voláteis.....	31
4.5.	Determinação da concentração de metano .....	31
4.6.	Obtenção dos parâmetros do modelo.....	32
4.7.	Programação computacional do sensor por software.....	33
5.	RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	34
5.1.	Introdução.....	34
5.2.	Determinação dos parâmetros do modelo.....	34
5.2.1.	Parâmetros de rendimento.....	34
5.2.2.	Parâmetros cinéticos.....	38
5.3.	Validação do sensor por software.....	40
6.	CONCLUSÕES E SUGESTÕES.....	48
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	50
	APÊNDICE A - Projeto do observador de estados.....	53
	APÊNDICE B- Método de estimação de parâmetros cinéticos .....	60
	APÊNDICE C- Biblioteca Simulink/Bioreator.....	63

## **1. INTRODUÇÃO**

Para minimizar os contaminantes emitidos nos efluentes que provêm de plantas de tratamento de águas residuárias e atender o aumento das restrições impostas pelos órgãos ambientais, estão sendo melhorados continuamente os sistemas de monitoramento e controle em plantas de tratamento de águas residuárias.

A metodologia de controle de plantas de tratamento de águas residuárias está fundamentada em quatro aspectos: 1) um conhecimento adequado do processo, representado em um modelo; 2) sensores que permitam medições on-line do processo; 3) estratégias de controle adequadas e; 4) atuadores que implementem a saída do controlador. Dentro destes aspectos, os sensores que monitoram variáveis inerentes à atividade biológica, vem sendo identificados como o gargalo do processo de controle em tempo real de plantas de tratamento de águas residuárias. Um sensor para estas variáveis apresenta, em geral, baixa robustez, confiabilidade e uma alta frequência de manutenção.

Visando eliminar os problemas acima descritos, recentes pesquisas na obtenção de informação biológica do processo, orientam-se à utilização de dados medidos por sensores de variáveis primárias que possuem maior confiabilidade e são de fácil medida em tempo real. Estes sensores, combinados com um modelo matemático, permitem o monitoramento das variáveis biológicas e possibilitam

estratégias de controle que utilizam estimativas destas variáveis biológicas. A combinação de medidas primárias, um modelo de predição e um sistema de realimentação do erro das medidas primárias compõem o sensor por software.

Neste trabalho, foi desenvolvido um sensor por software e estudado seu comportamento no monitoramento da concentração de biomassa produzida a partir da degradação anaeróbia de um substrato. Para isso, foi desenvolvido e montado um equipamento denominado Respirômetro Anaeróbio que permite a realização de ensaios de digestão anaeróbia em batelada. Um software de controle para o gerenciamento do equipamento foi também desenvolvido.

Os sensores primários utilizados, medem a pressão gerada no processo, e um modelo baseado na Lei da Conservação da Massa foi utilizado para a obtenção de um observador de estados fundamentado na teoria clássica de controle de processos.

A combinação dos sensores de pressão e do observador de estados permite, a partir das medições do processo, estimar valores de concentração de biomassa no tempo.

Ensaio experimentais de digestão anaeróbia foram realizados e os dados de pressão, obtidos e armazenados pelo sistema de gerenciamento, foram utilizados num esquema off-line para a validação do sensor por software desenvolvido.

Uma série de bibliotecas em ambiente Simulink<sup>®</sup> foram criadas para facilitar a validação do sensor por software. Estas possibilitaram a elaboração, em um ambiente virtual, de uma planta de digestão anaeróbia, que representou o processo estudado.

Este trabalho está estruturado em capítulos, e seus conteúdos são brevemente apresentados a seguir:

Capítulo 2 - Revisão Bibliográfica – Uma revisão abordando o contexto atual da digestão anaeróbia, os aspectos básicos das reações químicas envolvidas neste processo, os fundamentos de modelagem de processos anaeróbios e as estratégias de desenvolvimento de sensores por software, é apresentada.

Capítulo 3 – Modelagem Matemática e Projeto do Observador – O modelo fenomenológico e o projeto do observador adaptativo, que será utilizado pelo sensor por software, são apresentados nesta seção.

Capítulo 4 – Procedimento Experimental – Os detalhes do equipamento desenvolvido para a realização dos ensaios experimentais, assim como os diferentes procedimentos de quantificação das variáveis de interesse do processo e o programa computacional para a implementação do sensor por software, são apresentados neste capítulo.

Capítulo 5 – Resultados e Discussão - Os resultados obtidos a partir da experimentação e a validação do sensor por software são discutidos nesta seção.

Capítulo 6 – Conclusões e Sugestões – As principais conclusões obtidas, bem como sugestões para o desenvolvimento de trabalhos futuros são apresentadas neste capítulo.

## **2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA**

### **2.1. Introdução**

Neste capítulo são discutidas as características gerais dos processos aeróbios. Também é apresentada uma breve descrição das técnicas de modelagem aplicadas a processos biológicos e, das abordagens existentes no desenvolvimento de sensores por software.

### **2.2. Contexto da digestão anaeróbia**

Na atualidade a preocupação com a disposição correta no meio ambiente dos resíduos gerados a nível industrial e urbano é uma das metas da comunidade científica. Dentro deste contexto, o gerenciamento dos recursos hídricos sob o ponto de vista de abastecimento e de qualidade vem crescendo nas últimas décadas. Os sistemas de tratamento de resíduos aquosos industriais e urbanos visam eliminar as cargas contaminantes presentes neles, que afetam um meio ambiente em particular.

A base de um sistema de tratamento de águas residuárias pode ser química ou biológica, sem que isto exclua subprocessos de acondicionamento físicos prévios ou posteriores ao tratamento. O tratamento químico é fundamentado na oxidação

das substâncias consideradas contaminantes através da utilização de um agente químico (por exemplo, ozônio), enquanto o tratamento biológico utiliza microorganismos de metabolismo aeróbio ou anaeróbio para realizar esta oxidação.

Os tratamentos biológicos aeróbios são os mais tradicionais e de mais ampla utilização, embora nas últimas décadas as abordagens anaeróbias vêm surgindo como alternativas promissoras. A desvantagem da utilização das bactérias anaeróbias em relação às aeróbias é a sua baixa taxa de crescimento, com o correspondente problema de longos tempos de retenção; porém os avanços nos conceitos de reatores, tais como reatores de leito fixo, leito fluidizado, tecnologia UASB<sup>1</sup>, entre outros, permitem o uso, em muitos casos, de processos anaeróbios com rendimento equivalente aos aeróbios. A vantagem do tratamento anaeróbio é a recuperação de parte da energia consumida mediante a produção de metano no processo (Schink, 2001).

### **2.3. Descrição do processo anaeróbio**

O termo processo anaeróbio refere-se aos diferentes sistemas de tratamento biológico de águas residuárias, onde o oxigênio dissolvido e o nitrogênio em forma de nitrato são excluídos. O objetivo primário do processo anaeróbio é transformar matéria orgânica solúvel e particulada em metano e dióxido de carbono, porém alguns processos visam a recuperação de ácidos voláteis graxos, que normalmente são produtos intermediários no processo (Grady et al., 1997). A Figura 2.1 descreve as etapas envolvidas no processo anaeróbio.

---

<sup>1</sup> **Upflow Anaerobic Sludge Blanket** : reator anaeróbio de fluxo ascendente com manta de lodo

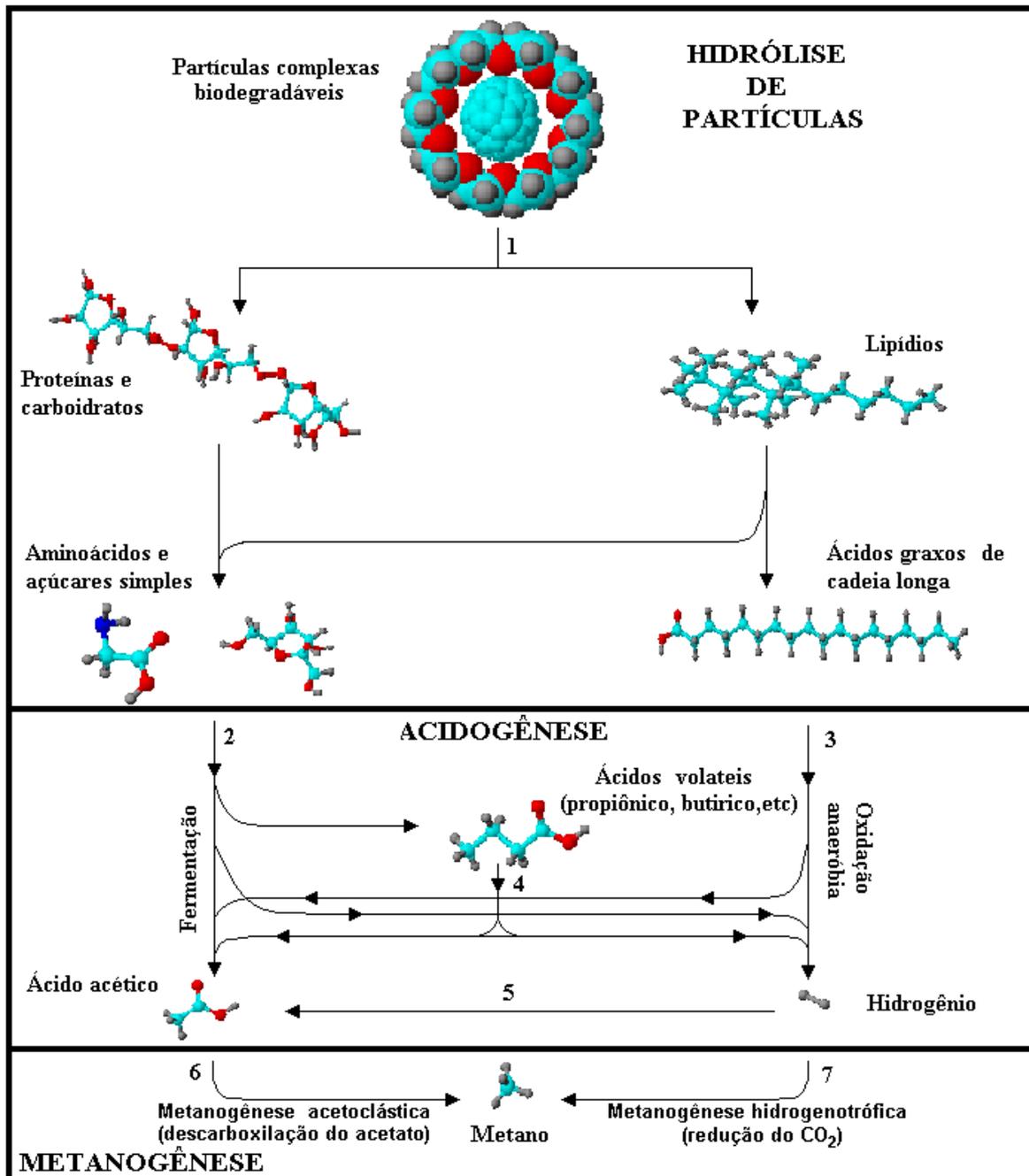


Figura 2.1. Etapas do processo anaeróbico. (1) Hidrólise. (2) Fermentação. (3) Oxidação anaeróbia. (4) Conversão de ácidos voláteis graxos a ácido acético. (5) (6) Metanogênese acetoclástica (7). Metanogênese hidrogenotrófica, (Grady et al., 1999.)

O início do processo consiste na solubilização da matéria orgânica insolúvel e a redução das macromoléculas orgânicas solúveis. As reações responsáveis são geralmente hidrolíticas e catalisadas por enzimas extracelulares produzidas por bactérias, tais como celulases, amilase e protease.

A acidogênese é a segunda etapa do processo, nesta aminoácidos e açúcares, obtidos pela hidrólise, são degradados por reações fermentativas obtendo-se hidrogênio e ácidos propiônico, butírico, acético e similares. A produção de hidrogênio pela fermentação é pequena e, em contraste, a maior parte provém da oxidação anaeróbia de ácidos voláteis graxos de cadeia longa.

Os produtos da reação de acidogênese, ácido acético e hidrogênio, são usados pelas bactérias metanogênicas visando à produção de gás metano. Duas culturas de células são envolvidas no processo, a primeira converte o ácido acético em metano e dióxido de carbono e a segunda reduz o dióxido de carbono em presença de hidrogênio a metano.

A temperatura e o pH influenciam de forma significativa o processo anaeróbio, já que os microorganismos apresentam a sua atividade biológica em faixas restritas destas variáveis, portanto deve-se assegurar um controle de seus valores permitidos.

Uma descrição mais detalhada da bioquímica do processo anaeróbio é dada por Grady, et al. (1999).

#### **2.4. Modelagem de processos biológicos**

A modelagem de processos biológicos é uma ferramenta orientada ao projeto de plantas de tratamento de águas residuárias, treinamento de operadores, controle de processos biotecnológicos e detecção de falhas.

A modelagem utilizada em monitoramento e controle de sistemas de tratamento anaeróbio considera as variáveis que influenciam o desenvolvimento

biológico do sistema. Fatores de operação do reator tais como: o tempo de retenção de sólidos, a taxa de carga orgânica volumétrica e a taxa de carga hidráulica, e fatores físico-químicos como: pH, alcalinidade, temperatura, suprimento de nutrientes e presença de compostos tóxicos, devem ser considerados no modelo (Grady, et al. 1999).

De acordo com o objetivo específico, os modelos podem-se classificar na área biotecnológica em três tipos:

- a) Modelos lineares e não lineares tipo *black box*, paramétricos e não paramétricos;
- b) Modelos fenomenológicos com conhecimento dos balanços de massa e energia, da cinética e das condições hidrodinâmicas do sistema;
- c) Modelos qualitativos e heurísticos;

Os modelos tipo *black box*, dependem dos valores das variáveis de entrada e saída do sistema. Estes modelos podem ser feitos através de abordagens estatísticas ou via redes neurais artificiais.

Os modelos *black box* são referidos para diagnóstico de falhas (Steyer, et al. 1997) e em controle e identificação de digestores anaeróbios (Emmanouilides, et al. 1997; Horiuchi, et al. 2001; Shimizu, 1996). Os modelos não lineares são utilizados para descrever condições de operação em regiões onde os modelos lineares não representam adequadamente o comportamento do sistema. Tais condições apresentam-se no início e no final de processos em batelada ou semi-batelada (Harmand et al., 2001). Os modelos paramétricos lineares são mais utilizados para descrever comportamento dinâmico nas vizinhanças de pontos de operação. Este tipo de condição é típico nos problemas de controle regulador (Harmand, et al. 2000.

b). Por último, modelos híbridos fazendo uso de redes neurais podem ser utilizados

para a predição de parâmetros usados em modelos fenomenológicos (Karama, et al. 2001) ou em plantas em operação (Choi, et al. 2001).

A abordagem fenomenológica considera intrinsecamente a dinâmica do sistema. Os modelos a partir desta abordagem são mais difíceis de serem desenvolvidos, pois estão baseados nos fenômenos físicos, químicos e biológicos característicos do processo. O modelo fenomenológico não é restrito às variáveis disponíveis para medição. O equacionamento fundamenta-se na formulação de balanços de massa e energia. Expressões cinéticas que expressam a taxa de crescimento de uma cultura determinada, em função de variáveis tais como: a concentração dos nutrientes, o pH, a concentração de produtos e a presença de outras culturas; auxiliam a obtenção do modelo. A expressão cinética de uso mais aceita é a formulada segundo o modelo de Monod, que expressa a variação da taxa de crescimento com a concentração de substrato segundo a equação (2.1):

$$\mu = \mu_{\max} \times \frac{S}{K + S} \quad (2.1)$$

onde

$\mu$  = Taxa de crescimento específico;

$\mu_{\max}$  = Taxa de crescimento máximo;

S = Concentração de substrato;

K = Constante de saturação.

É importante salientar que as equações de balanço de massa apresentam dependência com o tempo ao contrario da equação de Monod. Portanto deve-se ter precaução na sua utilização em estados transientes, que podem apresentar tempos de resposta lentos para a taxa de crescimento específica em relação a mudanças na concentração do substrato.

Outros modelos cinéticos são: o modelo de Nyholm para meios de cultura com substrato limitado; o modelo de Leudeking e Piret para metabólitos secundários; os modelos modificados de Monod, tais como o modelo de Andrews, para processos com inibição pelo substrato e, o modelo de Aiba, Shoda e Nagatami (Perry, 1997).

Os modelos fenomenológicos anaeróbios são citados para propósitos de caracterização da cinética (Steyer, et al. 2000 apud Harmand, et al. 2001), desenvolvimento de estratégias de controle (Dochain, 1991; Renard, et al. 1986) e estimação de estados do processo para o desenvolvimento de sensores por software (Bernard, et al. 2001; Zhang, et al. 2002; Boaventura, et al. 2001).

Por último, a modelagem heurística que já vem sendo aplicada em processos não biológicos, está sendo implementada em bioprocessos. A modelagem heurística é realizada a partir do conhecimento de especialistas do processo. Esta abordagem é particularmente adequada para sistemas de controle onde não se possuem dados ou onde um sistema de instrumentação não está disponível (Puñal, et al. 2001; Steyer, et al. 2001).

## **2.5. Sensores por software em engenharia de bioprocessos**

O monitoramento de um processo permite observar o seu comportamento através do tempo. Este monitoramento se efetua, normalmente, utilizando instrumentos físicos denominados sensores.

Na área dos processos químicos, existem sensores confiáveis para monitoramento on-line das variáveis de trabalho comuns, tais como: temperatura, pressão, nível, entre outras, e para variáveis de uso mais sofisticado, como:

densidade ótica, potencial redox, absorvância de radiação, entre outras. Na área de bioprocessos, os sensores para monitoramento on-line existentes para medidas das variáveis biológicas apresentam uma baixa confiabilidade. Isto é devido ao pouco desenvolvimento de técnicas que permitam, ao sensor, interagir com os microorganismos sem causar uma influência negativa em seu ciclo normal de vida.

As técnicas mais comuns para monitoramento on-line de viabilidade celular e biomassa, são as medições de dinucleotídeos de adenina nicotinamida (NADH e NADPH) por fluorescência e, os analisadores de densidade de células; porém estas técnicas estão restritas as condições do meio de cultura (Hartnett, 1994).

O NADH e o NADPH estão presentes em todos os organismos vivos envolvendo diversas reações. Assim, a medida de uma cultura específica por esta técnica depende da pureza do meio no microorganismo de interesse. Esta técnica de fluorescência consiste na absorção de radiação eletromagnética pelas células em 340 nm e a sua emissão em 460 nm, portanto pode ser afetada pela presença de compostos que absorvam ou emitam radiação nos comprimentos de onda utilizados. Uma precaução que se deve ter é, que as medidas de fluorescência são um indicativo do estado metabólico dos microorganismos, e não podem ser utilizadas para determinar as concentrações de biomassa quando o estado fisiológico da cultura permanece constante (Sonneleitner, et al. apud Vanrolleghem, 1998).

Os analisadores de densidade de células medem a densidade ótica de uma cultura de células. Em contraste com a técnica de fluorescência, esta não fornece informação da viabilidade das células e o seu resultado totaliza o material floculado e a matéria celular viva e morta presente no meio de cultura.

Pelas dificuldades encontradas no monitoramento on-line de variáveis biológicas e os longos tempos de retardo associados, vem-se aplicando técnicas de

estimação, utilizadas na teoria de controle, no desenvolvimento de sensores baseados em software e estimativas de variáveis (Assis, et al. 2000; Chéruiy, 1997).

Um sensor por software é a associação de um sensor físico (hardware), o qual permite medidas on-line de uma ou mais variáveis, e um algoritmo (software), que visa fornecer uma estimativa on-line das variáveis não medidas, de medida incerta ou parâmetros do modelo. A Figura 2.2 mostra o esquema de um sensor por software.

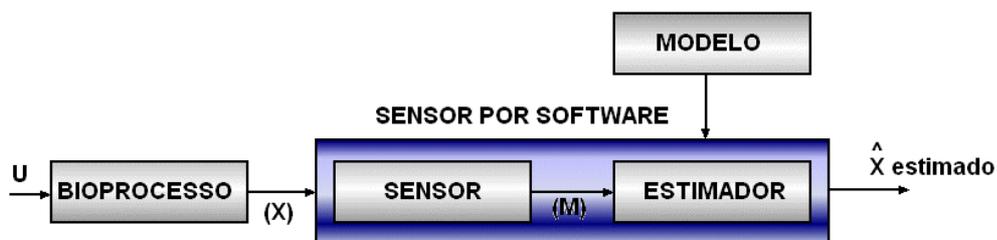


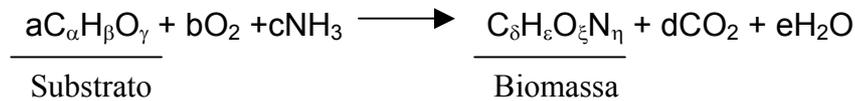
Figura 2.2. Esquema de um sensor por software (Chéruiy, 1997).

Diferentes técnicas de estimadores de variáveis têm sido propostas na literatura, porém, somente quatro são reconhecidas como técnicas com potencial na estimativa on-line de variáveis em bioprocessos (Assis, et al. 2000). Uma breve descrição destas técnicas é apresentada a seguir.

#### 2.5.1- Estimativas através de balanços elementares

Consiste na representação do processo biológico por intermédio de uma reação química, a qual envolve a conversão de substrato para biomassa e subprodutos. A técnica tem sido aplicada em predição de crescimento de biomassa

em meio aeróbio (Stephanopoulos, 1984; Zhao, 1996 apud Assis, et al. 2000). As reações podem-se representar segundo o esquema a seguir:



Os coeficientes estequiométricos das espécies químicas são calculados a partir de balanços elementares (C,H,N e O) e das medidas das taxas de remoção de oxigênio e evolução de dióxido de carbono respectivamente. Os subscritos das formulações de substrato e biomassa consideram-se conhecidos. Assim, a concentração de células pode ser determinada em qualquer instante do processo. A desvantagem desta formulação é a sua aplicação limitada a estados estacionários, sendo inadequada em transientes associados aos processos de partida ou parada do bioreator, transientes por cargas ou em bioreatores em batelada que operam em regime não estacionário.

### 2.5.2- Observador adaptativo

O observador adaptativo prevê os valores das variáveis estimadas do processo, por meio de uma simulação deste, através de um modelo que contém um termo corretivo proporcional à diferença entre as variáveis medidas e as variáveis preditas. Nesta abordagem, os valores dos parâmetros cinéticos são atualizados em cada intervalo de predição de acordo com o erro calculado entre as variáveis medidas e as variáveis estimadas. A representação de um observador adaptativo (Chéruiy, 1997), é dada pelas equações (2.2) e (2.3) segundo:

$$\frac{dX}{dt} = g(Xe, u, ke) + K_1(M - f(Xe, ke)) - \text{estimado de } X \quad (2.2)$$

$$\frac{dke}{dt} = K_2(M - f(Xe, ke)) - \text{estimado de } k \quad (2.3)$$

onde

$K_1$  e  $K_2$  = parâmetros de projeto do observador.

Zhang (2002), propõe o projeto de observadores adaptativos para processos de crescimento microbiano em bioreatores CSTR, mediante a utilização do método de Liapunov para a estimação dos estados e parâmetros on-line, validando o modelo obtido mediante simulação do processo. A desvantagem de sua proposta é o grau de dificuldade associado à obtenção da função de Liapunov que permita a estabilidade do sistema.

### 2.5.3- Filtro de Kalman

O filtro de Kalman é um estimador de estados para sistemas lineares baseado no conhecimento a priori do comportamento do sistema e dos valores dos distúrbios que o afetam. A utilização do filtro de Kalman na estimação de variáveis em processos biológicos tem sido citada mediante a linearização previa do modelo, ou pelo uso do método do filtro de Kalman estendido. Diferentes aplicações desta técnica em modelagem de sistemas biológicos visando o desenvolvimento de sensores por software são apresentadas na literatura (Aubrun, et al. 2001; Boaventura, et al. 2001; Stephanopoulos, 1984). A sua principal desvantagem é que a definição dos parâmetros a partir do modelo linearizado não garante a convergência da solução. Outra desvantagem da técnica é a alta complexidade matemática envolvida nela.

O modelo não linear para a utilização do filtro de Kalman pode ser expresso através das equações (2.4) e (2.5) como:

$$\frac{dX}{dt} = f(X, t) + G(t)w_t \text{ com } t \geq 0 \quad (2.4)$$

$$y_t = h(X, t) + v_t \quad (2.5)$$

onde

$w_t$  = representa os distúrbios aleatórios do sistema ;

$v_t$  = ruído das medições.

#### 2.5.4- Redes neurais artificiais

Redes Neurais Artificiais vêm sendo utilizadas para a predição on-line de medidas de biomassa de baixa frequência, a partir de medidas secundárias de alta frequência de amostragem. Uma rede neural artificial é um algoritmo derivado das técnicas de inteligência artificial, baseado em uma analogia do cérebro humano. Luccarini, et al. (2002) apresenta a utilização de uma rede neural para o projeto de um sensor por software, utilizado para prever a remoção biológica de fósforo e nitrogênio em lodos ativados, através da medida do potencial de oxi-redução e do pH. Baseados nas medidas foi implementada uma estratégia de controle para reatores seqüenciais em batelada. A vantagem da utilização de redes neurais é que esta não precisa do conhecimento da cinética de crescimento, já que a rede é previamente treinada a partir de dados que representam o comportamento do sistema. A sua desvantagem é a necessidade da obtenção de um grande número de dados experimentais para o treinamento da rede (Assis, et al. 2000).

### **3. MODELAGEM MATEMÁTICA E PROJETO DO OBSERVADOR DE ESTADOS**

#### **3.1. Introdução**

A obtenção do modelo utilizado no desenvolvimento do sensor por software, é realizada a partir da aplicação da Lei da Conservação da Massa para as espécies químicas e biológicas relevantes, presentes no sistema. Uma vez obtido o modelo, expressam-se as equações em função das variáveis a serem medidas e procede-se ao projeto do observador de estados. A análise da dinâmica do erro das variáveis estimadas, através de conceitos clássicos de teoria de controle, permite a obtenção das expressões matemáticas que fundamentam o observador.

#### **3.2. Equações de conservação da massa**

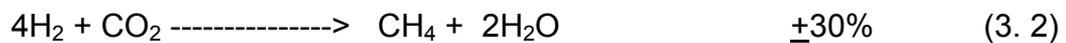
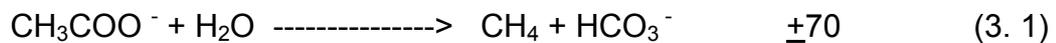
O processo de digestão anaeróbia é realizado no bioreator ilustrado na figura 3.1, no qual tem-se uma fase líquida e uma fase sólida. A primeira fase contém o

substrato a ser consumido, as bactérias e os produtos solúveis; por sua vez, a fase gasosa contém os produtos voláteis não solúveis na fase líquida.



Figura 3.1. Esquema de um bioreator anaeróbico

As reações de metanogêneses são realizadas por culturas consumidoras de acetato e culturas consumidoras de hidrogênio e dióxido de carbono, como mostram as equações (3.1) e (3.2) respectivamente:



Os balanços de massa das espécies químicas e biológicas presentes no meio de cultura podem ser expressos através de um balanço de conservação da espécie química ou biológica segundo a equação (3.3):

$$\{ACÚMULO\} = \{ENTRADA\} - \{SAÍDA\} + \{GERADO\} \quad (3.3)$$

### 3.2.1. Balanço de massa da biomassa

Aplicando a Equação (3.3), para a quantidade de biomassa no bioreator anaeróbico e considerando que a operação é em regime de batelada, os termos de entrada e saída de biomassa são nulos, o balanço de massa da biomassa pode-se representar segundo a equação (3.4) como:

$$\{ACÚMULO\} = 0 - 0 + \{GERADO\} \quad (3.4)$$

Expressando o acúmulo de biomassa como a variação temporal de massa das bactérias com relação ao tempo, e a geração de biomassa como uma taxa instantânea de crescimento celular, a equação (3.4) pode ser re-escrita segundo a equação (3.5) como:

$$\frac{d(V_l \times X)}{dt} = 0 - 0 + V_l \times r_x \quad (3.5)$$

As bactérias dividem-se por fissão binária, portanto a taxa instantânea de crescimento celular pode ser expressa como uma cinética de primeira ordem em relação à concentração de biomassa ativa (Grady, et al.1999), segundo a equação (3.6):

$$r_x = \left( \frac{dX}{dt} \right)_{\text{crescimento}} = \mu \times X \quad (3.6)$$

Substituindo-se a Equação (3.6) na Equação (3.5) e considerando o volume de líquido constante, o balanço de massa da biomassa é representado pela equação (3.7) como:

$$\frac{dX}{dt} = \mu \times X \quad (3.7)$$

### 3.2.2. Balanço de massa do substrato

Nas condições experimentais, simula-se um efluente contaminado por meio de uma solução de acetato de sódio. Este soluto é o substrato de consumo das bactérias metanogênicas.

Aplicando a Equação (3.3) para o substrato e considerando que no regime de batelada os termos de entrada e saída de substrato são nulos, o balanço de massa do substrato pode-se representar segundo a equação (3.8) como:

$$\{ACÚMULO\} = 0 - 0 + \{CONSUMO\} \quad (3.8)$$

Expressando o acúmulo de substrato como a variação temporal da massa de substrato com a massa de substrato com relação ao tempo, e o consumo como uma taxa instantânea, a equação (3.8) pode ser re-escrita segundo a equação (3.9) como:

$$\frac{d(V_l \times S)}{dt} = 0 - 0 + V_l \times r_s \quad (3.9)$$

Define-se o rendimento de crescimento de células por unidade substrato segundo a equação (3.10):

$$Y_{x/s} = -\frac{r_x}{r_s} \quad (3.10)$$

Substituindo a equação (3.10) na Equação (3.9), auxiliando-se da equação (3.6) e considerando o volume da fase líquida constante, o balanço de massa do substrato é representado pela equação (3.11) como:

$$\frac{dS}{dt} = r_s = -\frac{r_x}{Y_{x/s}} = -\frac{1}{Y_{x/s}} \mu X \quad (3.11)$$

### 3.2.3. Balanço de massa do produto

O metano, gerado pelo processo metabólico das bactérias anaeróbias, é formado no seio da fase líquida. Nas condições de temperatura e pressão que opera o bioreator anaeróbio, o metano apresenta-se em fase gasosa. Pela sua baixa

solubilidade em água ( $1.029 \cdot 10^{-4}$  moles de metano/mol solução,  $T=35^\circ\text{C}$  e  $P= 5 \text{ atm}$ ), ele apresenta tendência a deixar a fase líquida.

Realizando um balanço de massa, na fase líquida, para o produto metano, mediante a aplicação da Equação (3.3), e considerando que não há acúmulo nem ingresso de metano ao sistema de reação, o balanço de massa do produto metano pode-se representar segundo a equação (3.12) como:

$$0 = 0 - \{SAÍDA\} + \{GERADO\} \quad (3.12)$$

A saída de metano da fase líquida pode ser expressa pelo seu fluxo mássico  $\vec{n}_{Met}$  através da área interfacial de transferência de massa conforme a figura 3.2 e a equação (3.13).

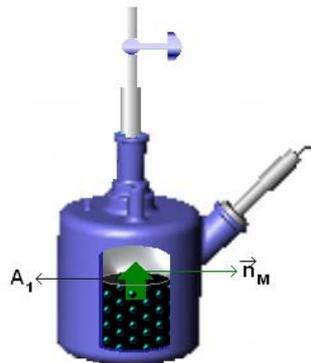


Figura 3.2. Área interfacial de transferência de metano da fase líquida para a fase gasosa.

$$\{SAÍDA\} = A_1 \times \vec{n}_{Met} \Big|_{interface} \quad (3.13)$$

Substituindo a equação (3.13) na equação (3.12) e expressando a geração de metano como uma taxa instantânea, a equação (3.12) pode ser re-escrita segundo a equação (3.14) como:

$$0 = -A_1 \times \vec{n}_{Met} \Big|_{interface} + V_l \times r_m \quad (3.14)$$

Arranjando, a equação (3.14), o balanço de massa do produto metano é representado pela equação (3.15) como:

$$V_l \times r_m = A_1 \times \vec{n}_{Met} \Big|_{interface} \quad (3.15)$$

É importante salientar que no ciclo de produção do metano, segundo as condições do experimento, o substrato é o acetato de sódio e não há presença de hidrogênio pela oxidação anaeróbia de ácidos graxos ou pela fermentação de açúcares (ver figura 2.1), portanto a taxa instantânea de formação de metano é atribuída somente a atividade metanogênica acetoclástica segundo a equação 3.1.

O metano gerado, na fase líquida passa, portanto, para a fase gasosa e pode-se aplicar a equação (3.3) da conservação da espécie química para esta fase.

Na fase gasosa os termos de geração e saída<sup>2</sup> de metano são nulos, e o termo de entrada pode ser expresso segundo seu fluxo mássico  $\vec{n}_{Met}$  através da área interfacial de transferência de massa, assim, o balanço de massa do produto metano na fase gasosa pode-se representar segundo a equação (3.16) como:

$$\frac{dm_{Met}}{dt} = A_1 \times \vec{n}_{Met} \Big|_{interface} - 0 + 0 \quad (3.16)$$

Nas condições de operação do reator (T=35°C e P< 5 atm), a fase gasosa pode ser considerada ideal, assim, o acúmulo pode ser expresso pela lei dos gases ideais como mostra a equação (3.17):

$$\frac{dm_{Met}}{dt} = \frac{PM_{Met} \times V_g}{RT} \times \frac{dP_{Met}}{dt} \quad (3.17)$$

Substituindo a equação (3.17) na equação (3.16), o balanço de massa do produto metano na fase gasosa pode ser representado pela equação (3.18) como:

$$\frac{PM_{Met} \times V_g}{RT} \times \frac{dP_{Met}}{dt} = A_1 \times \vec{n}_{Met} \Big|_{interface} \quad (3.18)$$

<sup>2</sup> O reator descrito no item 4.2., possui uma válvula de alívio de pressão, a qual não se considera saída permanente dentro do modelo.

Igualando o fluxo de metano através da área de transferência interfacial nas equações (3.18) e (3.15), obtém-se uma expressão para variação da pressão do metano na fase gasosa segundo a equação (3.19) como:

$$\frac{PM_{Met} \times V_g}{RT} \times \frac{dP_{Met}}{dt} = V_l \times r_m \quad (3.19)$$

O processo de degradação anaeróbia em batelada implica a formação de dióxido de carbono, incrementando a alcalinidade devido à formação de bicarbonato, o que modifica a atividade biológica pelo incremento do pH. A literatura reporta uma faixa de pH de 6-8 unidades para a existência de atividade metanogênica das bactérias acetoclasticas, e valores ótimos encontram-se perto de 7 unidades, portanto o pH do meio deverá ser mantido nesta faixa.

Para a resolução do modelo, precisa-se do conhecimento da taxa de crescimento específica  $\mu$  (equação 2.1), do rendimento de crescimento de células por unidade substrato  $Y_{x/s}$  (equação 3.10) e de uma relação adicional que pode ser definida como um rendimento de produto por unidade de substrato  $Y_{m/s}$ , segundo a equação (3.20):

$$Y_{m/s} = -\frac{r_m}{r_s} \quad (3.20)$$

Como o interesse principal é o desenvolvimento de um modelo cuja variável de entrada esteja relacionada com a medida da pressão no bioreator anaeróbio, uma manipulação algébrica das equações (3.7), (3.11) e (3.15) é realizada visando relacionar no tempo, a pressão de metano gerada e a concentração de acetato. Desta forma obtém-se a equação (3.21) como:

$$\frac{dS}{dt} = -\frac{PM_{Met} \times V_g}{RT \times V_l \times Y_{m/s}} \times \frac{dP_{Met}}{dt} \quad (3.21)$$

Assim, as equações (2.1), (3.7), (3.11) e (3.21) representam o sistema, e a partir destas pode-se realizar o projeto do estimador de estados que visa determinar a evolução da concentração de biomassa no tempo.

### 3.3. Projeto do observador adaptativo

Com as equações obtidas na seção anterior, o bioreator anaeróbio pode ser representado segundo as equações (3.22), (3.23) e (3.24) como:

$$\frac{dX}{dt} = \dot{X} = \frac{\mu_m S}{K + S} X \quad (3.22)$$

$$\frac{dS}{dt} = \dot{S} = -\frac{\mu_m S}{Y_{x/s}(K + S)} X \quad (3.23)$$

$$\frac{dS}{dt} = \dot{S} = -\frac{PM_{Met} \times V_g}{RT \times V_l \times Y_{m/s}} \times \dot{P}_{Met} \quad (3.24)$$

Da equação (3.24) observa-se que a pressão de metano está diretamente relacionada com a concentração de substrato do meio de reação, assim, o problema se reduz ao cálculo dos estados estimados  $\hat{X}$  e  $\hat{S}$  de biomassa e substrato - Apêndice A -, que podem ser representados segundo as equações (3.25) e (3.26) como:

$$\dot{\hat{X}} = \frac{\mu_m S}{K + S} \hat{X} + K_X e_S, \text{ com } \hat{X}(0) \geq 0 \quad (3.25)$$

$$\dot{\hat{S}} = -\frac{\mu_m S}{Y_{x/s}(K + S)} \hat{X} + K_S e_S, \text{ com } \hat{S}(0) \geq 0 \quad (3.26)$$

onde

$K_X, K_S$  = ganhos adaptativos do estimador.

O valor do erro das concentrações de biomassa e substrato é calculado como a diferença dos valores medidos no bioreator e os valores estimados pelo modelo; portanto os erros de estimativa da biomassa e do substrato são expressos através das equações (3.27) e (3.28) segundo:

$$e_X = X - \hat{X} \quad (3.27)$$

$$e_S = S - \hat{S} \quad (3.28)$$

Derivando as Equações (3.27) e (3.28), e substituindo na expressão obtida as equações (3.22), (3.23), (3.25) e (3.26), a dinâmica do erro é representada matricialmente pela equação (3.29) como:

$$\begin{bmatrix} \dot{e}_X \\ \dot{e}_S \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \frac{\mu_m S}{K+S} & -K_X \\ -\frac{\mu_m S}{Y_{x/s}(K+S)} & -K_S \end{bmatrix} \begin{bmatrix} e_X \\ e_S \end{bmatrix} \quad (3.29)$$

O projeto do estimador envolve a análise da dinâmica do erro segundo a expressão anterior. Para este propósito, define-se através da equação (3.30) uma função de Liapunov, positiva definida, do tipo:

$$V(e_{xs}) = \bar{e}_{xs}^T F \bar{e}_{xs} \quad (3.30)$$

onde

F = Matriz positiva definida.

A derivada de  $V(e_{xs})$  com relação ao tempo ao longo de quaisquer trajetória é expressa segundo a equação (3.31):

$$\dot{V}(e_{xs}) = -\bar{e}_{xs}^T Q \bar{e}_{xs} \quad (3.31)$$

A estabilidade assintótica com  $V(e_{xs})$  positiva definida, requer que  $\dot{V}(e_{xs})$  seja negativa definida. Para cumprir este requerimento, se requer que a matriz Q seja positiva definida. Dita matriz Q pode ser representada pela equação (3.32) como:

$$Q = -(A^T F + FA) \quad (3.32)$$

A escolha de  $Q=I$ , onde I é a matriz identidade permite determinar os elementos da matriz F a partir da equação (3.32), através a equação matricial (3.33):

$$\begin{bmatrix} \frac{\mu_m S}{K+S} & -\frac{\mu_m S}{Y_{x/s}(K+S)} \\ -K_x & -K_s \end{bmatrix} \begin{bmatrix} F_{11} & F_{12} \\ F_{12} & F_{22} \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} F_{11} & F_{12} \\ F_{12} & F_{22} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \frac{\mu_m S}{K+S} & -K_x \\ -\frac{\mu_m S}{Y_{x/s}(K+S)} & -K_s \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 1 & 0 \\ 0 & 1 \end{bmatrix} \quad (3.33)$$

A obtenção dos elementos da matriz F a partir da equação (3.33) - Apêndice A -, e a posterior aplicação do critério de Sylvester, que diz que uma condição necessária e suficiente para que a matriz seja positiva definida é que os determinantes de todos os menores principais sucessivos da matriz sejam positivos (Ogata,1993), fornece os valores dos ganhos  $K_s$  e  $K_x$  do estimador de estados (equações 3.25 e 3.26), segundo as equações (3.34) e (3.35):

$$K_s = \frac{\mu_m S}{K+S} + K_0, \text{ com } K_0 > 0 \quad (3.34)$$

$$K_x < -\frac{\mu_m SY}{K+S} - YK_0 \quad (3.35)$$

Com estes valores de  $K_s$  e  $K_x$  a dinâmica do erro é estável –Apêndice A.

Finalmente, na equação (3.35) o termo do lado direito sempre será negativo, portanto, o valor de  $K_x$  pode-ser expresso através da equação (3.36) como:

$$K_x = -q \times \left[ \frac{\mu_m SY}{K+S} + YK_0 \right], \text{ com } q > 1 \quad (3.36)$$

## **4. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL**

### **4.1. Introdução.**

Visando validar o desempenho do sensor por software desenvolvido no capítulo anterior, devem-se realizar dois tipos de ensaios que permitam obter amostras das concentrações de biomassa e produto ao longo do experimento. O primeiro permite calcular os parâmetros que o sensor precisa para sua operação normal. O segundo proporciona os dados que permitem validar o sensor.

Com o objetivo anterior, desenvolveu-se um equipamento denominado Respirômetro Anaeróbio, que permite a realização de experimentos de digestão anaeróbia em escala laboratorial. Este equipamento, junto com a análise quantitativa dos produtos gasosos e biomassa gerada, permite a validação do sensor por software.

### **4.2. Respirômetro Anaeróbio.**

O equipamento consta de um conjunto de oito bioreatores de vidro cada um com uma capacidade de um litro, que operam em batelada. Cada bioreator possui um sistema de medida de pressão através de um sensor de silício PX-137 marca

Omega com saída de 0-90 milivolts; um sistema de medida de pH mediante um eletrodo combinado de pH de tipo escoamento marca Digimed com saída de 0-400 milivolts; um sistema de alimentação de ácido e base por meio de dois tanques de abastecimento acoplados a duas válvulas solenóides de 220 volts respectivamente; e um sistema de alívio de pressão através de uma válvula solenóide de 12 volts DC marca Omega. Os oito bioreatores encontram-se dentro de uma campânula de acrílico. A agitação dos bioreatores realiza-se mediante um sistema magnético e o aquecimento através de uma resistência, acoplada com um sensor de temperatura LM135 da National SemiConductors, e um sistema de distribuição do ar quente por meio de dois ventiladores. O Respirômetro Anaeróbio é apresentado nas Figuras 4.1 e 4.2.



Figura 4.1. Respirômetro Anaeróbio. Fotografia 1.



Figura 4.2. Respirômetro Anaeróbio. Fotografia 2

Visando o gerenciamento do Respirômetro Anaeróbio, foi desenvolvido um software de monitoramento e controle, mediante a ferramenta de programação Delphi 6.0, em linguagem Pascal, denominado Respirômetro Virtual. Este software permite o monitoramento dos oito bioreatores mediante a aquisição de dados on-line de pressão e pH em cada reator, e temperatura na campânula; e permite o controle destas variáveis através de estratégias on-off. Via software é realizada a ativação da agitação magnética e a configuração dos parâmetros de entrada/saída dos canais analógicos e digitais das placas de aquisição de dados. A Figura 4.3 apresenta a tela principal do sistema de gerenciamento do Respirômetro Virtual.

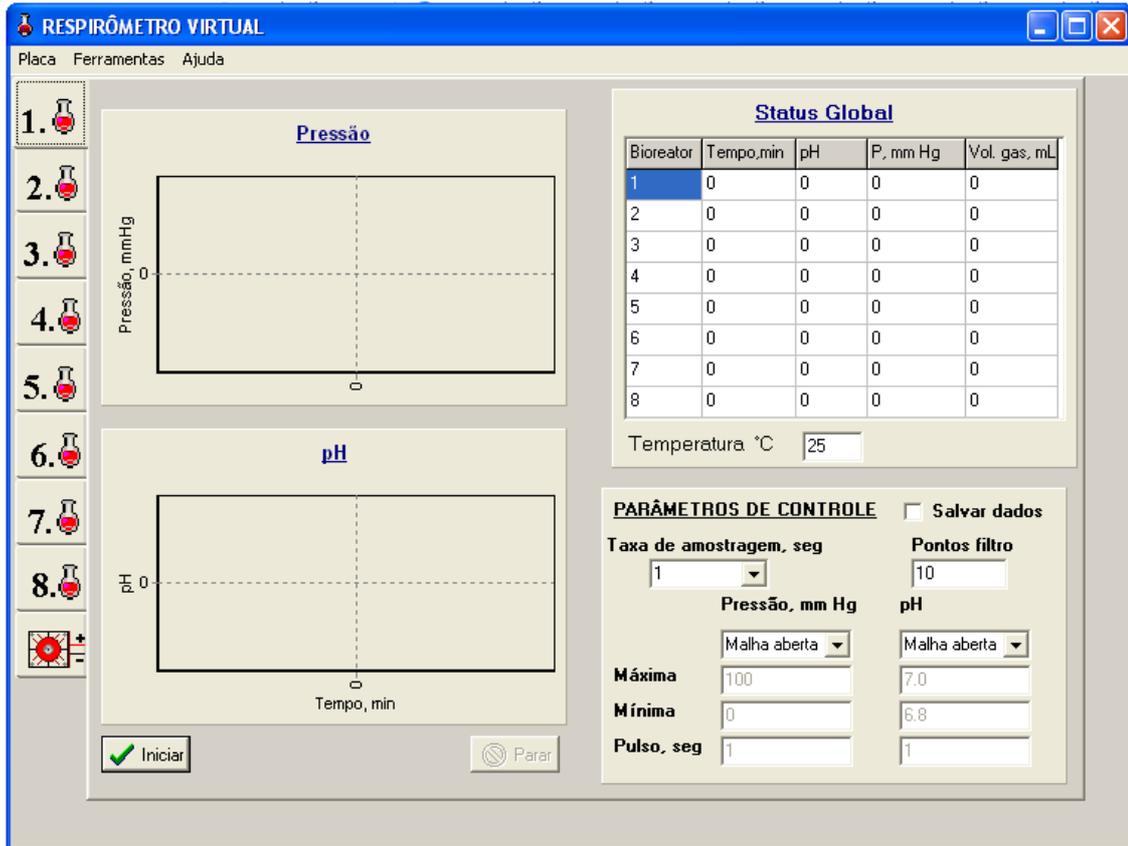


Figura 4.3. Respirômetro Virtual. Tela Principal.

O hardware utilizado no sistema de controle e aquisição de dados consiste em:

Um computador Pentium I com processador de 166MHz;

Placa de aquisição de dados da Computers Boards CIO-DAS08;

Placa de aquisição de dados da Computers Boards CIO-16JR;

Placa de aquisição de dados da Computers Boards CIO-A24H;

Placa de acondicionamento de sinais M&C automação, desenvolvida especificamente para o Respirômetro Anaeróbio.

#### **4.3. Ensaio de digestão anaeróbia**

As culturas de bactérias utilizadas neste trabalho, foram cedidas pela empresa Pena Branca, localizada na cidade de Caxias do Sul, Rio Grande do Sul, do bioreator anaeróbio industrial utilizado para o tratamento de suas águas residuárias.

Os ensaios experimentais são realizados numa temperatura de 35°C, uma pressão máxima de operação de 70 mm de Hg e uma faixa de pH de 6,2 a 7,2.

Para cada ensaio, os oito bioreatores são carregados com 30 mL da solução que contém as bactérias (a qual provém de um mesmo lote), adicionando-se ao meio de cultura 1,5 g/L de  $K_2HPO_4$ , 1,5 g/L de  $KH_2PO_4$ , 0,5 g/L de  $NH_4Cl$ , 0,5 g/L de  $Na_2S \cdot 7H_2O$  e 0,2 g/L de extrato de levadura.

Uma purga é realizada mediante nitrogênio, visando eliminar o oxigênio contido nos bioreatores. Realizada a purga, procede-se ao isolamento dos bioreatores do meio externo mediante o fechamento das válvulas de alívio de pressão.

Um período de esgotamento de resíduos de matéria orgânica, contidos na amostra que contém as bactérias, é prévio à adição de substrato nos bioreatores. A finalização deste período é identificada pela estabilização da pressão do sistema.

Após de esgotado quaisquer resíduo de matéria orgânica, carregam-se seis bioreatores com 2560 mg/L de acetato de sódio (2000 mg/L DQO). Os dois bioreatores restantes são utilizados para a determinação do valor de referência da concentração dos sólidos suspensos totais voláteis (SSV) ao início do processo.

Os valores da evolução da pressão, a temperatura e o pH são armazenados pelo sistema de aquisição de dados.

#### **4.4. Determinação de sólidos suspensos totais voláteis (SSV)**

Os sólidos suspensos totais voláteis (SSV) são usualmente a medida associada à quantidade de biomassa presente num bioreator anaeróbio. Estes correspondem à perda em massa que acontece após a ignição dos sólidos provenientes de um processo de evaporação da água contida na amostra.

Amostras de 100 mL, que provém dos bioreatores, são submetidas a um processo de evaporação da água em duas etapas. A primeira etapa consiste no aquecimento num banho termostático a 90 °C, até a aparente evaporação da água contida na amostra. A segunda etapa é realizada mediante ciclos de aquecimento em um forno a 105 °C e resfriamento até a obtenção de massa constante. As amostras são posteriormente levadas a um ciclo de ignição a 550 °C e resfriamento até obtenção de massa constante. A diferença entre as massas obtidas a 105° C e 550 °C representam a massa de SSV.

As determinações são realizadas por triplicata para cada amostra. A técnica utilizada é o método padrão recomendado pela American Water Works Association para avaliação de águas e águas residuárias (Standard Methods, 1998)

#### **4.5. Determinação da concentração de metano**

As análises de concentração de metano são realizadas num cromatógrafo a gás marca Instrumentos Científicos CG modelo 35 com detector de condutividade térmica, acoplado a um integrador processador CG-300. O gás de arraste utilizado é hélio ultrapuro da Air Products. A coluna utilizada é do tipo Porapak Q.

Um padrão que contém as espécies gasosas de interesse é utilizado para a determinação qualitativa dos tempos de retenção, e a análise quantitativa é realizada através da técnica de quantificação por áreas com correção pela resposta térmica relativa. As condições de operação são de 44 °C para a coluna, 167 °C para o detector, e injeção de 0,7 mL de amostra.

#### **4.6. Obtenção dos parâmetros do modelo.**

Os parâmetros a serem utilizados no modelo matemático são de tipo cinético e de rendimento.

Experimentos de digestão anaeróbia são realizados segundo o item 4.3, porém com concentrações de acetato de sódio de 648,53 mg/L, 1297,06 mg/L, 1826,13 mg/L e 2560,00 mg/L. Estes experimentos permitem avaliar o comportamento das concentrações da biomassa e do metano gerados a partir de diferentes concentrações iniciais de substrato, e através deste comportamento determinar os valores de crescimento de células por unidade de substrato  $Y_{x/s}$  e de metano produzido por unidade de substrato  $Y_{m/s}$ .

Outra serie de experimentos, são realizados com concentrações de acetato de sódio de 1280 mg/L, 1920 mg/L e 2560 mg/L, visando determinar a taxa máxima de crescimento específica de microorganismos  $\mu_{max}$  e a constante de saturação de Monod  $K$ , assim como o comportamento destas dois variáveis com a concentração. Os valores destes dois parâmetros são obtidos segundo o procedimento de ajuste não linear dos dados experimentais sugerido por Yang, et al. (1987), o qual é apresentado no Apêndice B.

#### **4.7. Programação computacional do sensor por software**

A programação do sensor por software é feita através da discretização das equações obtidas no Capítulo 3, e a implementação na ferramenta Simulink<sup>®</sup> 4.0 do Matlab<sup>®</sup> 6.0.

Uma biblioteca denominada Simulink/Bioreator – Apêndice C- foi implementada visando auxiliar a elaboração do sensor por software e a sua validação em um ambiente virtual. A variável de entrada do observador de estados é a pressão em função do tempo, e as respostas da concentração de biomassa estimada em função do tempo são comparadas com os dados experimentais.

## **5. RESULTADOS E DISCUSSÃO**

### **5.1. Introdução**

Nesta seção são apresentados os resultados obtidos para a determinação dos parâmetros experimentais de cinética de crescimento e parâmetros de rendimento, que são necessários para a análise do comportamento do sensor por software. Apresentam-se também os resultados experimentais e de simulação para a validação das estimativas da concentração de biomassa geradas pelo sensor por software desenvolvido.

### **5.2. Determinação dos parâmetros do modelo**

#### **5.2.1. Parâmetros de rendimento**

A determinação dos parâmetros de rendimento é realizada mediante a alimentação de substrato, em 4 diferentes concentrações, permitindo que o sistema alcance o final da batelada. Este instante é definido pela estabilização da pressão do sistema e a estabilidade da concentração do metano no tempo. Finalizada a

batelada, procede-se à determinação da quantidade de biomassa (SSV) gerada no processo. O metano é quantificado com base na pressão global do sistema e a concentração atingida neste composto. Esta última é determinada por cromatografia gasosa. Cromatogramas típicos do início e do final da batelada são apresentados na figura 5.1. Cada experimento é realizado quatro vezes com a mesma concentração inicial de substrato. Os valores médios obtidos de produção de biomassa e metano para os ensaios experimentais são apresentados na tabela 5.1.

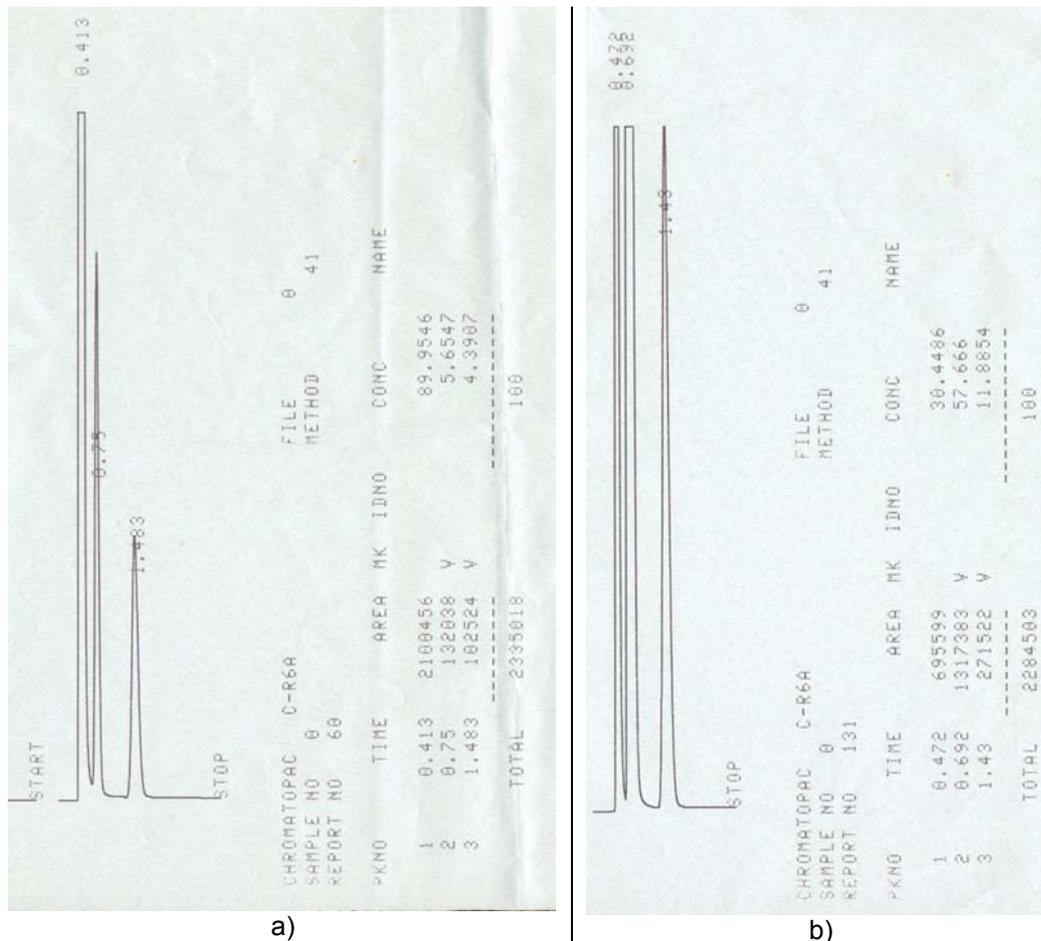


Figura 5.1. Cromatogramas típicos da análise da fase gasosa (a) do início e (b) do final da batelada (picos de esquerda à direita: nitrogênio, metano, dióxido de carbono).

Tabela 5-1. Quantidade de biomassa e metano produzidos a partir de uma quantidade inicial de substrato.

mg de substrato/L inicial	mg de biomassa (SSV)/L	mg de metano/L fase líquida
0	0	0
648,53	13,46	121,48
1297,06	25,06	242,09
1826,13	39,53	343,97
2560,00	54,53	495,53

Os rendimentos de biomassa produzida por unidade substrato  $Y_{x/s}$  e de metano produzido por unidade de substrato  $Y_{m/s}$  são obtidos a partir de coeficientes angulares das retas ajustadas a partir dos dados experimentais de substrato alimentado em função da biomassa gerada pelo processo e, substrato alimentado em função do metano gerado pelo processo. Os gráficos são apresentados nas Figuras 5.2 e 5.3, e os valores dos coeficientes angulares obtidos são:

$$Y_{x/s} = 0.0211 \frac{\text{mg de SSV}}{\text{mg de Substrato}}$$

e,

$$Y_{m/s} = 0.1909 \frac{\text{mg de CH}_4}{\text{mg de Substrato}},$$

para os rendimentos de biomassa produzida por unidade de substrato e de metano produzido por unidade de substrato respectivamente.

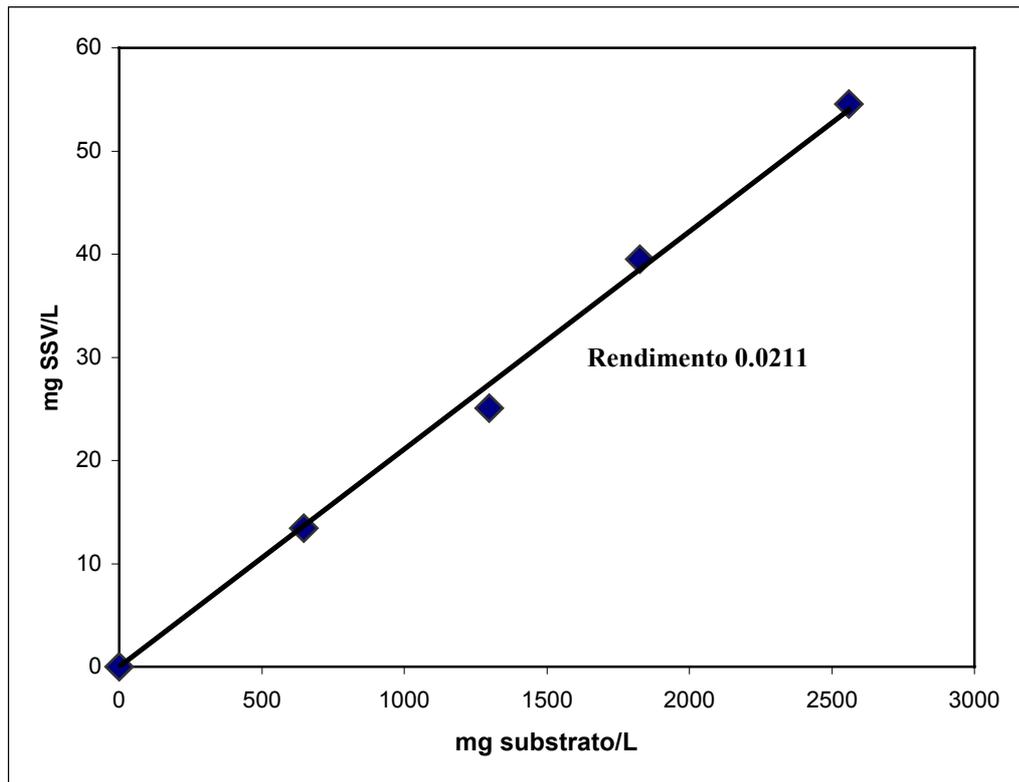


Figura 5.2. Rendimento de biomassa (SSV) produzida a partir de substrato.

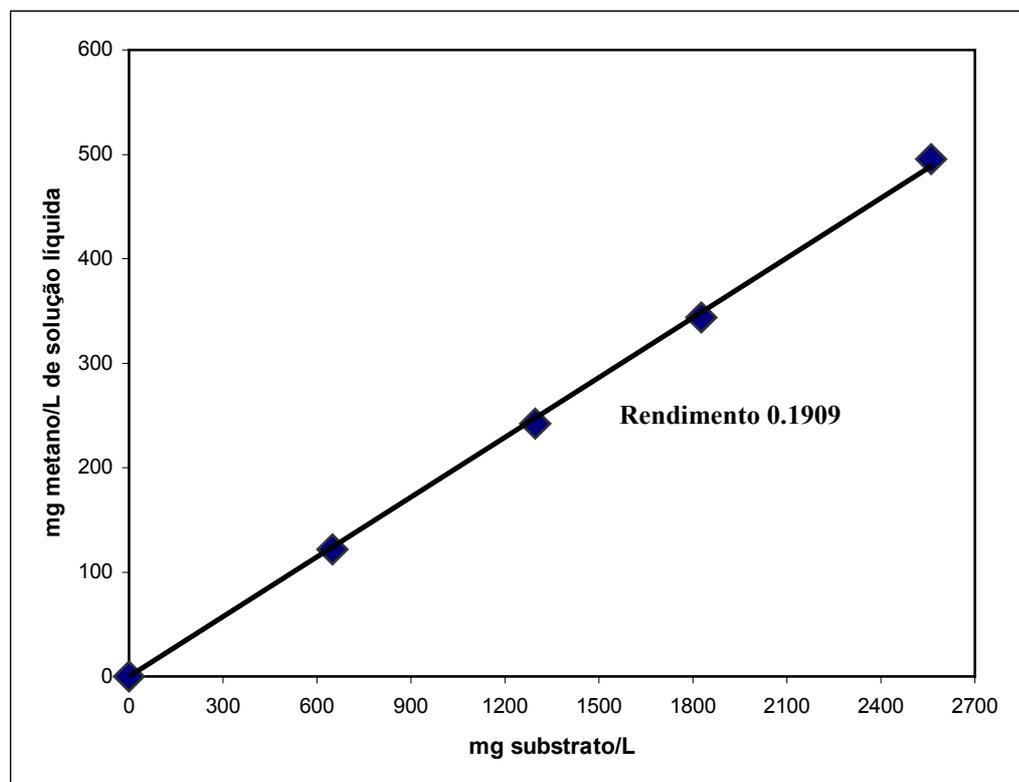


Figura 5.3. Rendimento de metano produzido a partir de substrato.

**5.2.2. Parâmetros cinéticos**

A determinação dos parâmetros cinéticos é realizada mediante a carga de biomassa e de substrato no sistema de bioreação. Após iniciada a batelada, os dados de pressão em função do tempo são coletados e a massa de metano gerada é expressa por unidade de volume da fase líquida. A seguir, o procedimento de ajuste não linear sugerido por Yang et al. (1987) – Apêndice B -, é utilizado para a obtenção dos parâmetros cinéticos. A tabela 5.2 apresenta os valores da concentração de metano por unidade de volume da fase líquida, a partir de uma alimentação de 2560 mg/L de substrato e, a tabela 5.3 apresenta os valores dos parâmetros cinéticos obtidos a partir de três condições iniciais de substrato. O ajuste não linear é apresentado na figura 5.4 para uma concentração inicial de 2560mg/L de substrato.

Tabela 5-2. Evolução da produção de metano no tempo, a partir de 2560mg/L de substrato.

<b>Tempo, horas</b>	<b>Pressão, mm Hg</b>	<b>mg de metano L de fase líquida</b>
0	0	0
17.96	322.69	89.5653
22.00	403.68	112.0411
23.93	437.82	121.5190
42.00	825.02	228.9856
46.53	901.63	250.2487
65.75	1182.76	328.2789
69.75	1221.73	339.0942
72.58	1244.00	345.2740
89.26	1413.30	392.2633
93.41	1449.32	402.2618
97.00	1542.58	428.1463
113.10	1685.68	467.8634
119.20	1719.23	477.1750
152.00	1737.03	482.1159

Tabela 5-3. Parâmetros cinéticos da cultura utilizada.

Substrato, mg/L	$\mu_m$ , h <sup>-1</sup>	K, mg substrato/L
2560	0.0143	1352.3
1920	0.0146	1296.5
1280	0.0155	1210.5

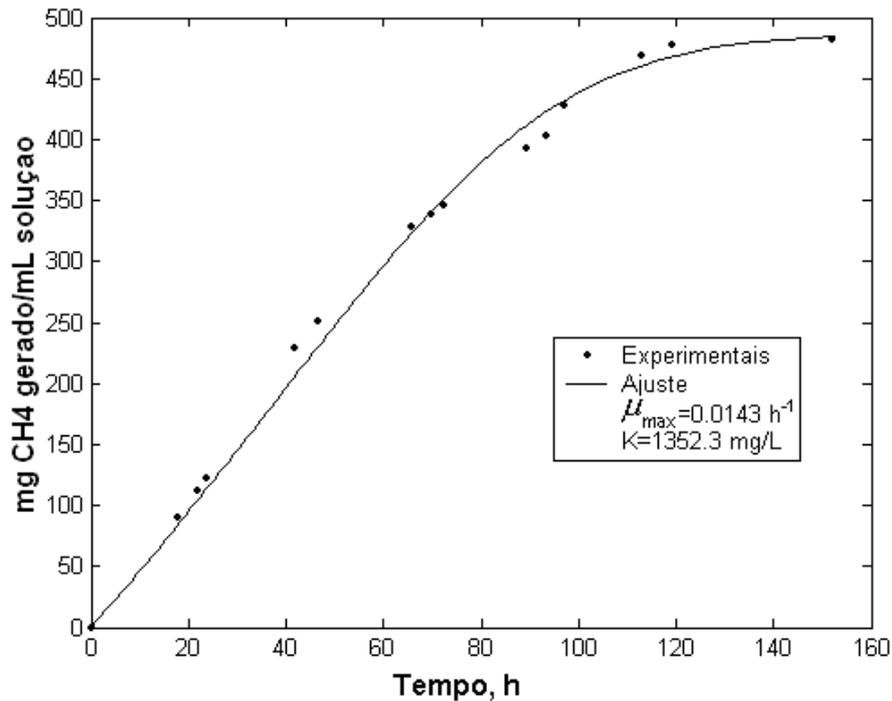


Figura 5.4. Evolução da produção de metano no tempo, a partir de 2560mg/L de substrato. Ajuste para a determinação dos parâmetros cinéticos segundo o método de Yang, et al.1987.

Os valores obtidos da taxa específica de crescimento máxima, tabela 5.3, são menores que os valores citados na literatura (Yang, et al. 1987), para culturas metanogênicas acetoclásticas puras, *Methanosarcina barkeri* ( $\mu_m = 0.029 \text{ hr}^{-1}$ ) e *Methanosarcina mazei* 227 ( $\mu_m = 0.038 \text{ hr}^{-1}$ ), usualmente encontradas em sistemas de tratamento anaeróbio de efluentes. A constante de saturação tem valores intermediários dos citados para estas duas culturas,  $K=1000\text{mg/L}$  e  $K=1750 \text{ mg/L}$ , respectivamente. O meio de crescimento citado é similar ao utilizado neste trabalho.

### 5.3. Validação do sensor por software

Uma vez obtidos os parâmetros cinéticos e de rendimento a serem utilizados, procede-se à implementação de um sistema de validação do sensor por software que permita confrontar dados estimados de concentração de biomassa, em relação às medidas experimentais. Para este propósito, através da biblioteca Simulink/Bioreator – Apêndice C -, é realizado um sistema de validação off-line em um ambiente virtual, denominado “Planta de Biodigestão”. Este sistema de validação do sensor por software é apresentado na figura 5.5.

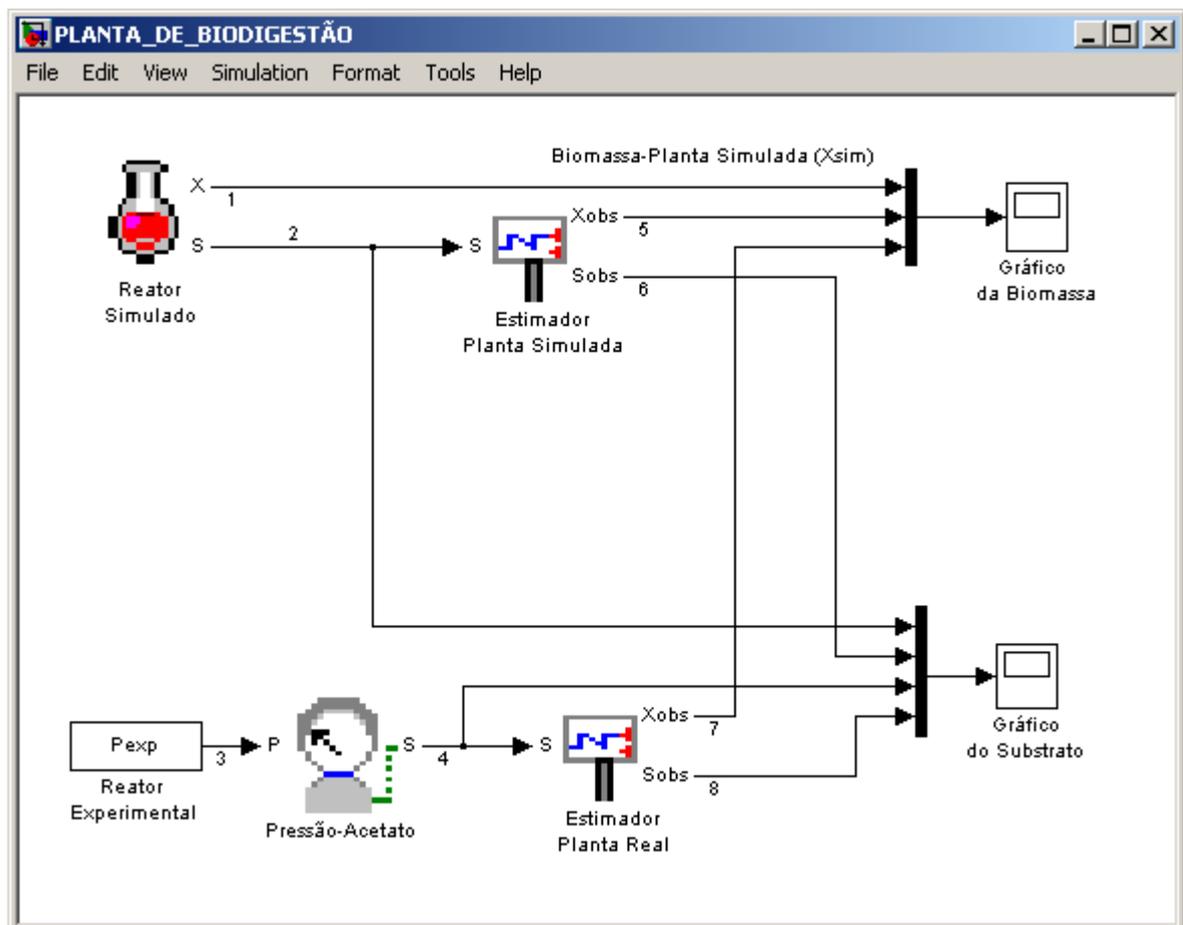


Figura 5.5. Planta de biodegestão anaeróbia

O sistema de validação do sensor por software apresenta duas abordagens na figura 5.5.

A primeira, utilizando um reator simulado e comparando as variáveis de concentração de biomassa (sinal 5) e substrato (sinal 6), estimados pelo sensor por software com as variáveis do reator simulado (sinais 1 e 2 respectivamente). Este bioreator é modelado a partir das equações diferenciais que governam o processo anaeróbio em batelada. O sensor por software recebe informação da concentração de substrato e infere a concentração de biomassa utilizando um modelo do processo.

A segunda abordagem de validação é realizada com as medidas de pressão obtidas em um bioreator experimental (sinal 3), que são transformadas a medidas de concentração de substrato (sinal 4). Estas medidas permitem obter os valores de biomassa estimada (sinal 7) e substrato estimado (sinal 8), que são comparados com os valores obtidos experimentalmente. Neste caso, o sensor por software recebe informação de concentração de substrato a partir de medidas de pressão do reator experimental.

A Tabela 5.5 apresenta os valores de biomassa experimentais em função do tempo e, a Figura 5.6 o comparativo destes dados em relação aos diferentes valores obtidos pelo sistema de validação.

Tabela 5-4. Parâmetros de simulação para a validação do sensor por software.

Parâmetros	
Taxa específica de crescimento máxima $\mu_{\max}$ , hr <sup>-1</sup>	0.0143
Constante de saturação K, mg/L	1352
Rendimento biomassa/substrato $Y_{x/s}$	0.0211
Concentração inicial de substrato $S_o$ , mg/L	2560
Concentração inicial de biomassa $X_o$ , mg/L	53
Parâmetro do observador $K_o$	10
Parâmetro do observador $q$	50
Concentração inicial de substrato observado $\hat{S}_o$ , mg/L	2560
Concentração inicial de biomassa observada $\hat{X}_o$ , mg/L	0
Volume de fase líquida $V_l$ , L	0.75
Volume de fase gasosa $V_g$ , L	0.25
Rendimento produto/substrato $Y_{m/s}$	0.1909
Temperatura, K	308.15
Tempo do passo de discretização, hr	0.083

Tabela 5-5. Evolução da produção de biomassa no tempo, a partir de 2560mg/L de substrato.

Tempo, horas	Biomassa, mg SSV/L
0	53.00
5.31	54.52
10.90	57.36
18.22	66.60
23.01	73.30
42.98	82.51
47.61	79.21
68.92	86.88
70.01	85.12
74.91	92.51
88.02	99.60
92.36	96.35
98.15	94.95
114.11	98.10
120.01	99.11
149.80	102.96
153.90	101.95
176.20	104.92
180.00	102.30

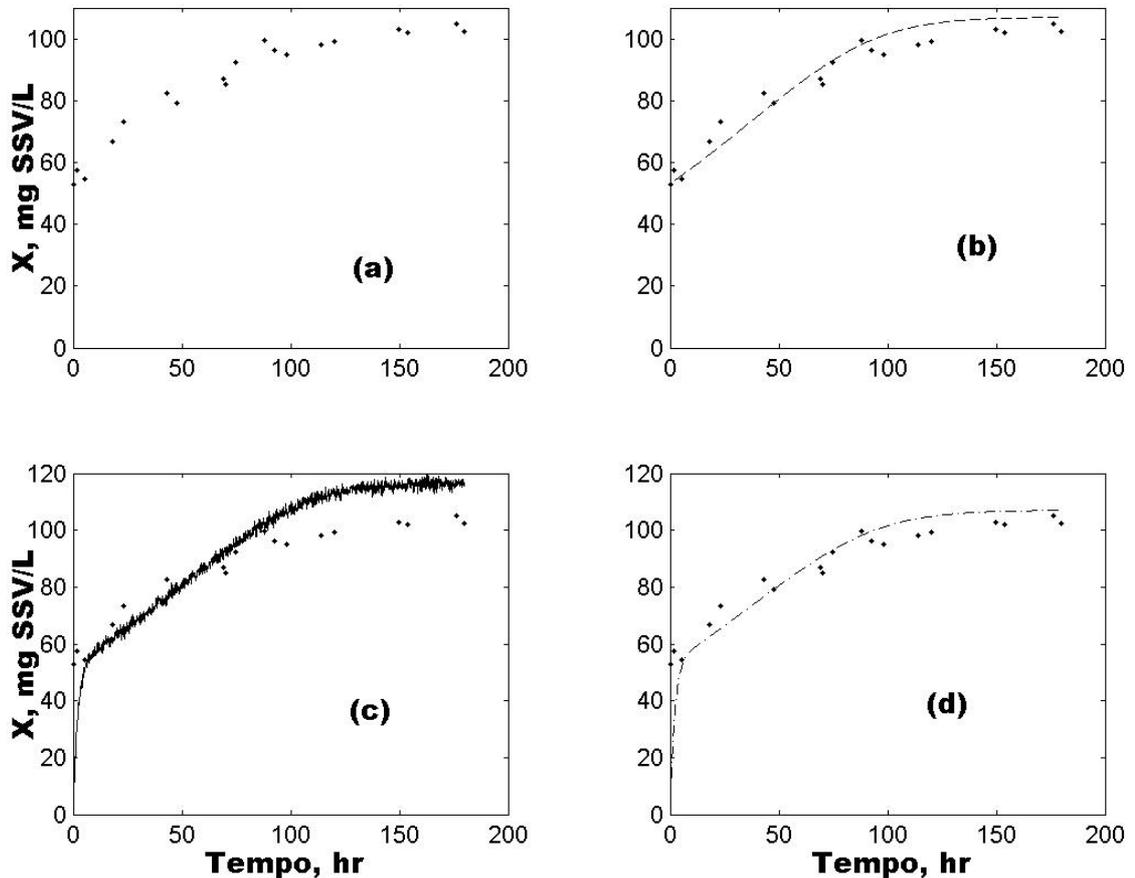


Figura 5.6. Gráficos comparativos da evolução da biomassa no tempo. (a) • Experimentais. (b) – – Bioreator simulado. (c) – Sensor por software. Bioreator real. (d) – · – Sensor por software. Bioreator simulado.

Observa-se na figura 5.6-(a) o conjunto de dados experimentais de biomassa obtidos mediante uma alimentação do bioreator de 2560 mg/L de substrato.

Na figura 5.6-(b), apresenta-se o comportamento do bioreator simulado em relação aos dados experimentais. Conclui-se que os parâmetros cinéticos experimentais, utilizados no diagrama de Blocos Simulink/Bioreator/Bioreator-Batelada -Apêndice C-, proporcionam uma resposta adequada da evolução da biomassa no tempo, nas condições experimentais. Conclui-se que o bioreator simulado é representativo do bioreator real.

Na figura 5.6-(c), apresenta-se o comportamento do sensor por software na predição da biomassa, utilizando dados experimentais de pressão. Observa-se que no avanço do processo no tempo, o sensor perde sensibilidade na reprodução dos dados experimentais de biomassa.

Na figura 5.6-(d), apresenta-se o comportamento do sensor por software na predição da biomassa utilizando dados de concentração de substrato que provêm do bioreator simulado. Observa-se uma adequada predição do sensor em relação aos dados experimentais em toda a faixa de tempo da batelada.

Nas figuras 5.6 (c) e 5.6 (d) o observador de estados apresenta uma rápida convergência dos valores estimados de biomassa em relação aos valores reais ou simulados do processo de digestão anaeróbia. A diferença entre os valores obtidos a partir do observador do processo real, e os calculados pelo observador do processo simulado, pode ser explicada com base na presença de um erro acumulativo no processo de conversão dos dados do sistema de aquisição do Respirômetro Anaeróbio a dados a serem utilizados no simulador. Por razões de segurança do equipamento, os bioreatores são despressurizados no limite de 70 mmHg, e, portanto, deve-se obter um sinal equivalente contínuo (Figura 5.7) que possui um erro intrínseco acumulado. Este erro é desprezível para a análise dos sinais de pressão, porém no observador de estados, devido à abordagem diferencial do erro, este se amplifica no sinal estimado de concentração de biomassa. Para minimizar este erro, assim como a oscilação devido à diferenciação de erros dos sinais elétricos e o off-set ao final da batelada, é conveniente incluir um termo integrador no observador de estados.

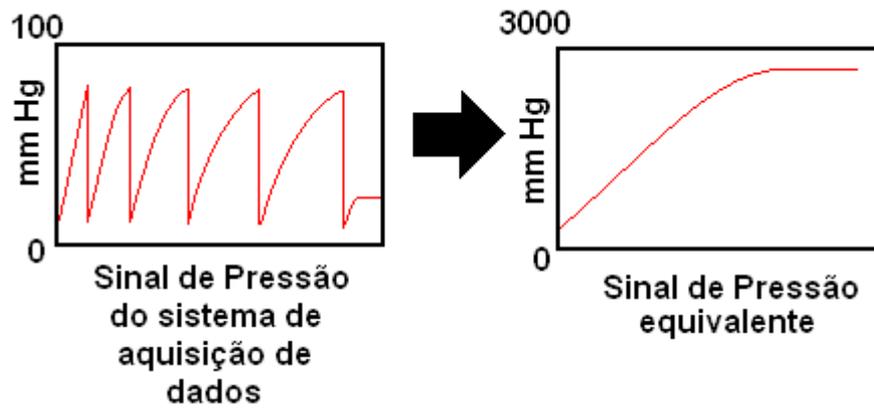


Figura 5.7. Conversão de sinal de pressão que provêm do sistema de aquisição de dados.

O comportamento da evolução do substrato no tempo é apresentado na Figura 5.8 para o valor real, o valor simulado e os valores estimados.

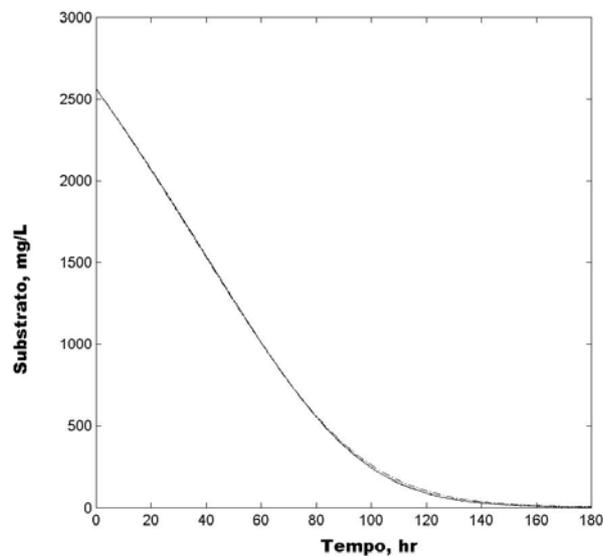


Figura 5.8. Gráficos comparativos da evolução do substrato no tempo. — Bioreator real; — — Bioreator simulado; — · — Sensor por software, bioreator real; · · · Sensor por software, bioreator simulado.

Observa-se na Figura 5.8 uma ótima concordância dos valores para substrato a partir dos bioreatores real e simulado em relação aos valores obtidos pelos observadores. Neste caso, o ruído não é amplificado de forma significativa.

3.2.1- Análise de sensibilidade paramétrica do sensor por software

A escolha dos parâmetros do observador de estados é fundamental na estabilidade e convergência deste. As condições estabelecidas no projeto do observador nas Equações (3.33) e (3.35) garantem a sua estabilidade, porém não a sua convergência. Visando analisar este último aspecto, concentrações de biomassa estimadas (sinais 5 e 7, figura 5.5), em valores extremos dos parâmetros  $K_o$  e  $q$ , são comparadas com os dados provenientes de biomassa do bioreator simulado (sinal 1, figura 5.5). Estes resultados são apresentados na figura 5.9.

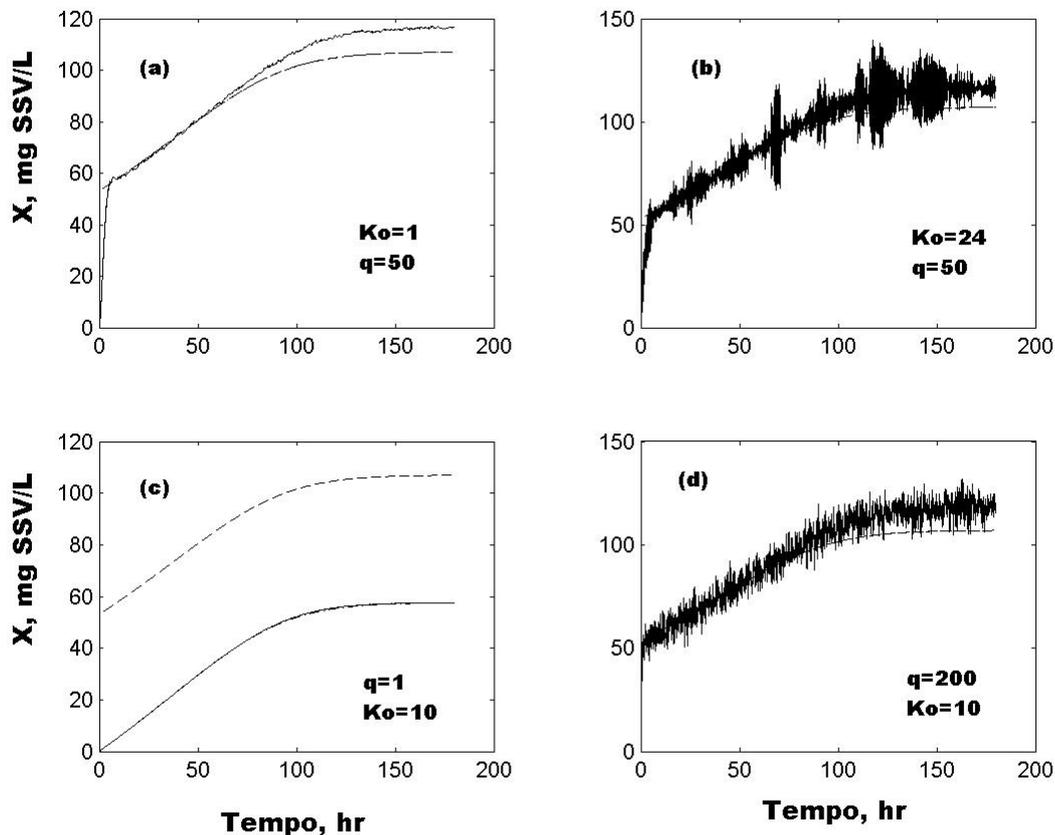


Figura 5.9. Análise de sensibilidade dos parâmetros do estimador de estados. -- Bioreator simulado; - · - Sensor por software, bioreator simulado; — Sensor por software, bioreator real.

Conforme a figura 5.9 (a), uma diminuição do parâmetro  $K_o$  em relação ao valor utilizado ( $K_o=10$ ), não influencia o desempenho do observador sob a abordagem de simulação. Neste caso, diminui o ruído da variável biomassa

observada a partir dos dados experimentais. Um incremento do parâmetro, Figura 5.9 (b), gera uma forte amplificação do ruído no estimador que utiliza dados experimentais de pressão.

A variação do parâmetro  $q$  em relação ao valor utilizado ( $q=50$ ), é apresentada nas figuras 5.9 (c) e 5.9 (d). Valores menores do parâmetro conduzem à não convergência dos observadores de estado. Da mesma forma que no caso anterior, valores maiores de  $q$  amplificam o ruído em relação ao estimador que utiliza dados experimentais de pressão.

## **6. CONCLUSÕES E SUGESTÕES**

Neste trabalho foi desenvolvido um sensor por software para a determinação da concentração de biomassa em bioreatores anaeróbios e foi validado, sob duas abordagens, experimental e de simulação.

Foi desenvolvido um equipamento, denominado Respirômetro Anaeróbio, para a realização de ensaios de digestão anaeróbia. A semi-automação do equipamento permitiu a eliminação da interferência do pH.

Foram realizados ensaios de digestão anaeróbia para a obtenção dos parâmetros cinéticos do modelo de Monod. O valor da taxa de crescimento específica e a constante de saturação encontram-se em valores de ordem de grandeza similares a valores de culturas metanogênicas citadas pela literatura.

O observador de estados foi validado por duas vias, através de dados experimentais de pressão e por meio de dados simulados de substrato. O observador de estados, que utiliza dados simulados, foi capaz de prever adequadamente o comportamento da concentração de biomassa no período de duração da batelada. Por outro lado, o observador de estados que utiliza dados experimentais de pressão, apresenta um comportamento adequado em baixas concentrações de biomassa, porém, em altas concentrações, o observador apresentou um desvio do valor medido.

A análise de sensibilidade demonstrou que valores maiores dos parâmetros,  $K_0$  e  $q$ , do observador de estados, em relação aos valores inicialmente escolhidos para a sua validação, pioram o seu desempenho. Valores menores podem conduzir à não convergência do estado estimado.

A biblioteca desenvolvida em ambiente de trabalho Simulink demonstrou ser uma efetiva e poderosa ferramenta com aplicação promissora na validação de dados obtidos experimentalmente, para obtenção dos parâmetros ótimos do observador de estados e para realização de projetos de biorreatores virtuais que visem estudos de modelagem de reatores de biodigestão.

Como sugestões para trabalhos futuros, recomenda-se a validação do observador de estados para reatores de leito fixo, leito fluidizado ou reatores anaeróbios de fluxo ascendente (UASB), que são os esquemas mais utilizados em escala de operação industrial.

Sugere-se, para a continuação deste trabalho, a implementação do sensor por software no sistema de gerenciamento do Respirômetro Anaeróbio e, a subsequente avaliação de substratos mais complexos, visando estudar o desempenho do sensor por software a partir das etapas de acidogêneses e hidrólises respectivamente, isto possibilitaria a sua utilização em condições generalizadas do tratamento anaeróbio.

Sugere-se, ainda, a inclusão de um termo integrador no observador de estados, visando eliminar o off-set ao final do processo da batelada.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION. **Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater**. 20.ed. Washington, 1998.

ASSIS, Adilson José de; MACIEL Filho, Rubens. **Soft Sensors Development for on-line Bioreactor State Estimation**. Computers and Chemical Engineering, v. 24, p.1099 -1103, 2000.

AUBRUN, C. et al. **Software Sensor Design for COD Estimation in an Anaerobic Fluidized Bed Reactor**. Water Science Technology, v. 43, n. 7, p. 115-120., 2001.

BERNARD, O. et al. **Advanced Monitoring and Control of Anaerobic Wastewater Treatment Plant: Software Sensors and Controller for an Anaerobic Digester**. Water Science Technology, v. 43, n. 7, p. 175-182, 2001.

BOAVENTURA, K. M. et al. **State Observers for Biological Wastewater Nitrogen Removal Process in a Sequential Batch Reactor**. Bioresource Technology, v. 79, p. 1-14, 2001.

CHÉRU, A. **Software Sensors in Bioprocess Engineering**. Journal of Biotechnology, v. 52, p. 193-199, 1997.

CHOI, Dong-Jin; PARK, Heek Yung. **A Hybrid Artificial Neural Networks as a Software Sensor for Optimal Control of a Wastewater Treatment Process**. Wat. Res, v. 35, n. 16, p. 3959-3697, 2001.

DOCHAIN, D. **Design of Adaptive Controllers for Non-Linear Stirred Tank Bioreactors: Extension to the MIMO Situation**. Journal of Process Control, v. 1, n. 1, p.41 – 48, 1991.

EMMANOULIDES, C.; PETROU, L. **Identification and Control of Anaerobic Digesters Using Adaptive, on-line Trained Neural Networks**. Computers Chemical Engineering, v. 21, n. 1, p. 113-143, 1997.

GRADY, C. P. Leslie; DAIGGER, Glen T; LIM, Henry C. **Biological Wastewater Treatment**. 2.ed. New York. Marcel Dekker, 1999.

HARMAND, J; STEYER, J.P. **Evaluation of Multiple Modeling Approaches for Anaerobic Digestion Process**. Waste and Wastewater Conference, abstracts, p. 489-491, 2001.

HARMAND, J; MANH, A.G.; STEYER, J. P. **Identification and Disturbance Accommodating Control of a Fluidized Bed Anaerobic Reactor**. Bioprocess Engineering, vol. 23, n. 2, p. 177-185, 2000.

HARTNETT, Thomas. **Instrumentation and Control of Bioprocess**. In: LYDERSEN, Bjorn K; D'ELIA, Nancy A; NELSON, Kim L. Bioprocess Engineering. John Wiley & Sons: New York. 1994. cap 8.

HORIUCHI, Jun-ichi. et al. **Modeling of pH Response In Continuous Anaerobic Acidogenesis By An Artificial Neural Network**. Biochemical Engineering Journal, v. 9, p. 199–204, 2001.

KARAMA, A. et al. **Hybrid Neural Modelling of an Anaerobic Digester with Respect to Biological Constraints**. Water Science Technology, v. 45, n. 7, p.1-8, 2001.

LUCCARINI, L. et al. **Soft Sensors For Control of Nitrogen and Phosphorus Removal from Wastewater by Neural Networks**. Water Science Technology, v. 45, n.4 – 5, p. 101-107, 2002.

OGATA, Katsuhiko. **Análise de Sistemas de Controle no Espaço de Estados**. In: Engenharia de Controle Moderno. 2. ed. Prentice Hall do Brasil: Rio de Janeiro, 1993. cap 9.

PERRY, Robert H; GREEN, Dow W. **Chemical Engineer's Handbook**. 7<sup>th</sup> ed. New York. Mc-Graw Hill Companies, 1997. cap 24.CD-ROM.

PUÑAL, A; et al. **Advanced Monitoring and Control of Anaerobic Wastewater Treatment Plants: Diagnosis and Supervision by a Fuzzy-Based Expert System**. Water Science Technology Vol 43, n. 7, p. 191–198, 2001.

RENARD, P. et al. **Adaptive Control of Anaerobic Digestion Process - A Pilot Scale Application**. Biotechnology and Bioengineering. v.31, p. 287-294, 1986.

SCHINK, B. **Anaerobic Digestion: Concepts, Limits and Perspectives**. Water Science Technology, v. 45, n. 10, p. 1-8, 2001.

SHIMIZU, Kazuyuki. **A Tutorial Review on Bioprocess Systems Engineering**. Computers Chemical Engineering, v. 20, n. 6/7, p. 915-941, 1996.

STEPHANOPOULOS, Gregory; SAN, Ka-Yiu. **Studies on on-line Bioreactor Identification. I.Theory**. Biotechnology and Bioengineering, v. XXVI, p. 1176-1188, 1984.

STEYER J. P. et al. **Hybrid Fuzzy Neural Network for Diagnosis – Application to the Anaerobic Treatment of Wine Distillery Wastewater in a Fluidized Bed Reactor**. Water Science Technology, v. 36, n. 6-7, p. 209-217, 1997.

STEYER, J. P. et al. **Anaerobic Treatment of Sulphate Rich Wastewater: Process Modeling and Control**, In: Environmental Technologies To Treat Sulfur Pollution. IWA Publishing, 2000. cap 6, p. 207-235.

STEYER, J. P.; GENOVESI, A; HARMAND, J. **Advanced Monitoring and Control of Anaerobic Wastewater Treatment Plants: Fault Detection and Isolation**. Water Science Technology, v. 47, n. 7, p. 183-190, 2001.

YANG, S. T.; OKOS, M. R. **Kinetic Study and Mathematical Modeling of Methanogenesis of Acetate Using Pure Cultures of Methanogens**. . Biotechnology and Bioengineering, v. 30, p. 661 – 667, 1987.

ZHANG, T; GUAY, M. **Adaptive Nonlinear Observers of Microbial Growth Process**. Journal of Process Control, v.12, p.633-643, 2002.

ZHAO, Y. **Studies on Modelling and Control of Continuous Biotechnical Processes**. PhD. Thesis. Norwegian University of Science and Technology, Norway, 1996.

**APÊNDICE A - Projeto do observador de estados**

O modelo matemático que descreve a produção de biomassa e o consumo de substrato, no processo anaeróbio, num bioreator em batelada é dado pelas equações A.1 e A.2, segundo:

$$\dot{x} = \frac{\mu_m S}{K + S} x \quad \text{A. 1}$$

$$\dot{s} = -\frac{\mu_m S}{Y(K + S)} x \quad \text{A. 2}$$

onde

$\dot{x}$  = Taxa instantânea de crescimento celular;

$\dot{s}$  = Taxa instantânea de consumo de substrato;

$x$  = Concentração de biomassa;

$s$  = Concentração de substrato;

$\mu_m$  = Taxa máxima de crescimento de microorganismos;

$K$  = Constante de saturação;

$Y$  = Rendimento biomassa/substrato.

As variáveis estimadas, de biomassa e concentração, através de um observador de estados baseado na diferença do erro medido na concentração de substrato, podem ser expressas de forma análoga as equações A.1 e A.2 como mostram as equações A.3 e A.4:

$$\dot{\hat{x}} = \frac{\mu_m S}{K + S} \hat{x} + K_x e_s, \text{ com } \hat{x}(0) \geq 0 \quad \text{A. 3}$$

$$\dot{\hat{s}} = -\frac{\mu_m S}{Y(K + S)} \hat{x} + K_s e_s, \text{ com } \hat{s}(0) \geq 0 \quad \text{A. 4}$$

Os erros entre as variáveis medidas e estimadas são dados pelas equações A.6 e A.7 como:

$$e_s = s - \hat{s} \quad \text{A. 5}$$

$$e_x = x - \hat{x} \quad \text{A. 6}$$

onde

$\hat{x}$   
 $\dot{\hat{x}}$  = Taxa instantânea de crescimento celular estimado;

$\hat{s}$   
 $\dot{\hat{s}}$  = Taxa instantânea de consumo de substrato estimada;

$\hat{x}$   
 $\hat{x}$  = Concentração de biomassa estimada;

$\hat{s}$   
 $\hat{s}$  = Concentração de substrato estimado;

$e_s$  = Erro do estimado com base em substrato;

$e_x$  = Erro do estimador com base em biomassa.

A dinâmica do erro, esta dada como a derivada das equações A.5 e A.6, portanto, auxiliando-se das equações A.1, A.2, A.3 e A.4, expressa-se dita dinâmica segundo as equações A.7 e A.8 como:

$$\dot{e}_x = \dot{x} - \dot{\hat{x}} = \frac{\mu_m S}{K + S} e_x - K_x e_s \quad \text{A. 7}$$

$$\dot{e}_s = \dot{s} - \dot{s} = -\frac{\mu_m S}{Y(K+S)} e_x - K_s e_s \quad \text{A. 8}$$

Ou matricialmente através da equação A.9 como:

$$\begin{bmatrix} \dot{e}_x \\ \dot{e}_s \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \frac{\mu_m S}{K+S} & -K_x \\ \frac{\mu_m S}{Y(K+S)} & -K_s \end{bmatrix} \begin{bmatrix} e_x \\ e_s \end{bmatrix} \quad \text{A. 9}$$

Para analisar a estabilidade do erro, utiliza-se a teoria de estabilidade de Lyapunov segundo o teorema a seguir (Ogatha, 1993).

Teorema: considere o sistema descrito pela equação A.10

$$\dot{e}_{xs} = Ae \quad \text{A. 10}$$

Onde  $e_{xs}$  é um vetor de estado (vetor de dimensão n) e A é uma matriz de coeficientes constantes não singular de nxn. Uma condição necessária e suficiente para que o estado de equilíbrio  $e_{xs}=0$  seja assintoticamente estável em geral, é que dada quaisquer matriz Q simétrica real positiva definida, exista uma matriz F simétrica real positiva definida, tal que a equação A.11 seja válida.

$$A^T F + FA = -Q, \quad \text{A. 11}$$

E a função escalar  $e^T Ae$  é uma função de Liapunov para este sistema.

Portanto, definindo Q como a matriz identidade (matriz simétrica real positiva definida), o sistema descrito pela equação A.9 é assintoticamente estável se existe a matriz F real simétrica positiva definida tal que:

$$\begin{bmatrix} \frac{\mu_m S}{K+S} & -\frac{\mu_m S}{Y(K+S)} \\ -K_x & -K_s \end{bmatrix} \begin{bmatrix} F_{11} & F_{12} \\ F_{12} & F_{22} \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} F_{11} & F_{12} \\ F_{12} & F_{22} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \frac{\mu_m S}{K+S} & -K_x \\ -\frac{\mu_m S}{Y(K+S)} & -K_s \end{bmatrix} = -\begin{bmatrix} 1 & 0 \\ 0 & 1 \end{bmatrix} \quad \text{A. 12}$$

Assim, resolvendo o sistema matricial dado pela equação A.12 para  $F_{11}$ ,  $F_{12}$  e  $F_{22}$ , obtém-se um sistema de equações lineares segundo a expressão A.13

$$\begin{bmatrix} \frac{2\mu_m S}{K+S} & -\frac{2\mu_m S}{Y(K+S)} & 0 \\ -K_x & \frac{\mu_m S}{K+S} - K_s & -\frac{\mu_m S}{Y(K+S)} \\ 0 & -2K_x & -2K_s \end{bmatrix} \begin{bmatrix} F_{11} \\ F_{12} \\ F_{22} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} -1 \\ 0 \\ -1 \end{bmatrix} \quad \text{A. 13}$$

A partir da equação A.13 os valores da matriz  $F$  são dados pelas equações A.14, A.15 e A.16 como:

$$F_{11} = -\frac{1}{2} \frac{\mu_m S [Y(K+S)(YK_s + K_x) - \mu_m S] - K_s^2 Y^2 (K+S)^2}{\mu_m S Y [\mu_m S - K_s K - K_s S] [K_x + K_s Y]} \quad \text{A. 14}$$

$$F_{12} = -\frac{1}{2} \frac{K_x K_s Y [K^2 + 2KS + S^2] - \mu_m^2 S^2}{\mu_m S [\mu_m S - K_s K - K_s S] [K_x + K_s Y]} \quad \text{A. 15}$$

$$F_{22} = -\frac{1}{2} \frac{K_x^2 Y [K+S]^2 - [K_s Y \mu_m S + K_x \mu_m S] [K+S] + \mu_m^2 S^2 Y}{\mu_m S [\mu_m S - K_s K - K_s S] [K_x + K_s Y]} \quad \text{A. 16}$$

A matriz  $F$ , real simétrica, é definida positiva, se seus menores principais são maiores que zero, portanto deve-se cumprir as inequações A.17 e A.18 segundo:

$$F_{11} > 0 \quad \text{A. 17}$$

$$\det \begin{vmatrix} F_{11} & F_{12} \\ F_{12} & F_{22} \end{vmatrix} > 0 \quad \text{A. 18}$$

A resolução das inequações A.17 e A.18 conduzem a obtenção dos valores de  $K_x$  e  $K_s$  nos quais o observador é assintoticamente estável.

Para o primeiro menor principal da matriz  $F$  dado inequação A.17 tem-se que:

$$F_{11} > 0$$

$$-\frac{1}{2} \frac{\mu_m S [Y(K+S)(YK_s + K_x) - \mu_m S] - K_s^2 Y^2 (K+S)^2}{\mu_m SY [\mu_m S - K_s K - K_s S] [K_x + K_s Y]} > 0 \quad \text{A. 19}$$

Arranjando, a inequação A.19 se transforma na inequação A.20, segundo:

$$-\frac{1}{2} \left[ \frac{\frac{K+S}{\mu_m S - K_s (K+S)} - \frac{YK_s^2 (K+S)^2}{\mu_m S [\mu_m S - K_s (K+S)] [K_x + K_s Y]}}{\frac{\mu_m S}{Y [\mu_m S - K_s (K+S)] [K_x + K_s Y]}} \right] > 0 \quad \text{A. 20}$$

Define-se um parâmetro  $K_s$  de projeto do observador segundo a equação A.21, como:

$$K_s = \frac{\mu_m S}{K+S} + K_0; \text{ com } K_0 > 0 \quad \text{A. 21}$$

Substituindo a equação A.21 na inequação A.20 e simplificando, obtém-se a inequação A.22, segundo:

$$\frac{1}{K_0} \left[ 1 - \frac{Y^2 [\mu_m S + K_0 (K+S)]^2 + \mu_m^2 S^2}{\mu_m SY [K_x (K+S) + \mu_m SY + K_0 Y (K+S)]} \right] > 0 \quad \text{A. 22}$$

Na equação A.21 o valor de  $K_0$  definiu-se maior que zero, portanto a inequação A.22 pode ser expressa conforme a inequação A.23:

$$\frac{Y^2 [\mu_m S + K_0 (K+S)]^2 + \mu_m^2 S^2}{\mu_m SY [K_x (K+S) + \mu_m SY + K_0 Y (K+S)]} < 1 \quad \text{A. 23}$$

A inequação A.21 é válida conforme as inequações A.24 e A.25, segundo:

$$Y^2 [\mu_m S + K_0 (K+S)]^2 + \mu_m^2 S^2 < \mu_m SY [K_x (K+S) + \mu_m SY + K_0 Y (K+S)] \quad \text{A. 24}$$

$$\mu_m SY [K_x (K+S) + \mu_m SY + K_0 Y (K+S)] < 0 \quad \text{A. 25}$$

Colocando em evidencia o valor de  $K_x$  nas inequações expressas conforme A.24 e A.25 obtém-se as inequações A.26 e A.27, segundo:

$$K_x > YK_0 \left[ 1 + \frac{K+S}{\mu_m S} \right] + \frac{\mu_m S}{Y(K+S)} \quad \text{A. 26}$$

$$K_x < -\frac{\mu_m SY}{K+S} - YK_0 \quad \text{A. 27}$$

As inequações A.26 e A.27 fornecem as condições necessárias para que o primeiro menor principal da matriz  $P$  dado pela equação A.17 seja positivo.

Para o segundo menor principal da matriz  $F$  dado pela inequação A.A.18 tem-se que:

$$\det \begin{vmatrix} F_{11} & F_{12} \\ F_{12} & F_{22} \end{vmatrix} > 0$$

$$-\frac{1}{4} \left[ \frac{Y^2 K_0^2 [K+S]^2 + [K_x Y(K+S) - \mu_m S]^2}{\mu_m SY K_0^2 [K_x(K+S) + \mu_m SY + K_0 Y(K+S)]} \right] > 0 \quad \text{A. 28}$$

Na inequação expressa por A.28, o numerador sempre será um termo positivo, portanto, esta é válida se ou somente se o denominador é negativo segundo a inequação A.29:

$$\mu_m SY K_0^2 [K_x(K+S) + \mu_m SY + K_0 Y(K+S)] < 0 \quad \text{A. 29}$$

pelas características do sistema, cumpre-se que  $\mu_m SY K_0^2 \geq 0$ , assim a inequação A.29 se reduz para a expressão A.30 como:

$$K_x(K+S) + \mu_m SY + K_0 Y(K+S) < 0 \quad \text{A. 30}$$

Colocando em evidencia o valor de  $K_x$  na inequação expressa conforme A.30 e obtém-se:

$$K_x < -\frac{\mu_m SY}{K+S} - YK_0 \quad \text{A. 31}$$

A inequação A.31 fornece a condição necessária para que o segundo menor principal da matriz  $F$  dado pela equação A.18 seja positivo.

Analisando as condições de positividade dos menores principais da matriz  $F$ , dita matriz é positiva definida quando são válidas as inequações A.27 ou A.31 (que é a mesma expressão), portanto deduz-se que a positividade dos menores principais se cumpre somente para:

$$K_x < -\frac{\mu_m SY}{K + S} - YK_0 \quad \text{A. 32}$$

Definindo uma constante  $q > 1$ , a inequação A.32 pode ser expressa por meio de uma igualdade segundo a equação A.33 como:

$$K_x = q \left[ -\frac{\mu_m SY}{K + S} - YK_0 \right] \quad \text{A. 33}$$

Assim, as inequações A.21 e A.33, proporcionam as condições suficientes e necessárias que garantem a estabilidade do erro através do tempo. Os valores dos parâmetros  $K_0$  e  $q$  são valores de projeto do observador a serem ajustados.

## APÊNDICE B - Método de estimação de parâmetros cinéticos

A determinação dos valores dos parâmetros cinéticos, segundo o modelo de Monod, para culturas em processos em batelada, utilizando o modelo diferencial dado pelas equações, 3.21, 3.22 e 3.23, envolve um método numérico ou gráfico para diferenciar os dados experimentais. Este método geralmente conduz a imprecisões nos dados obtidos.

Um método alternativo, sugerido por Yang et al., 1987, utiliza um modelo integral para a comparação direta com os dados usados, a partir das equações que descrevem o processo anaeróbio segundo a expressão B.1:

$$-\frac{dS}{dt} = \frac{1}{Y_{x/s}} \frac{dX}{dt} = \frac{1}{Y_{m/s}} \frac{dM}{dt} = \frac{\mu_m S}{Y_{x/s}(K+S)} X \quad \text{B. 1}$$

A partir da igualdades anteriores, com os rendimentos de biomassa por unidade de substrato  $Y_{x/s}$  e produto por unidade de substrato  $Y_{m/s}$ , constantes, as equações integradas B.2 e B.3 são obtidas:

$$X = X_0 + Y_{x/s} (S_0 - S) \quad \text{B. 2}$$

$$M = M_0 + Y_{m/s} (S_0 - S) \quad \text{B. 3}$$

Reescrevendo-se, as equações B.2 e B.3 as concentrações de biomassa e substrato são expressas em função da concentração de produto, como mostram as equações B.4 e B.5:

$$X = X_0 + \frac{Y_{x/s}(M - M_0)}{Y_{m/s}} \quad \text{B. 4}$$

$$S = \frac{Y_{m/s}S_0 - (M - M_0)}{Y_{m/s}} \quad \text{B. 5}$$

A partir da equação B.1 obtém-se uma relação entre o produto formado e a biomassa consumida, segundo a equação B.6

$$\frac{1}{Y_{m/s}} \frac{dM}{dt} = \frac{\mu_m S}{Y_{x/s}(K + S)} X \quad \text{B. 6}$$

E, substituindo as equações B.4 e B.5 na equação anterior obtém-se B.7:

$$\frac{1}{Y_{m/s}} \frac{d(M - M_0)}{dt} = \frac{\mu_m \left[ Y_{m/s}S_0 - (M - M_0) \right]}{Y_{m/s} Y_{x/s} \left[ K + \frac{Y_{m/s}S_0 - (M - M_0)}{Y_{m/s}} \right]} \left[ X_0 + \frac{Y_{x/s}(M - M_0)}{Y_{m/s}} \right] \quad \text{B. 7}$$

Referendo o diferencial da concentração de produto a um estado inicial, como mostra a equação B.8:

$$\frac{dM}{dt} = \frac{d(M - M_0)}{dt} \quad \text{B. 8}$$

Definindo uma variável de desvio  $\bar{M} = M - M_0$  da concentração de produto em relação a um valor inicial, a equação B.7 pode-se representar pela equação B.9:

$$\mu_m dt = \frac{K + \left( S_0 - \frac{\bar{M}}{Y_{m/s}} \right)}{Y_{m/s} \left( S_0 - \frac{\bar{M}}{Y_{m/s}} \right) \left( \frac{X_0}{Y_{x/s}} + \frac{\bar{M}}{Y_{m/s}} \right)} d\bar{M} \quad \text{B. 9}$$

A equação B.9 é uma relação diferencial entre a variação da concentração de produto formado e o tempo. Esta equação integra-se com as condições de contorno B.10 e B.11:

$$\bar{M} = 0 \quad \text{em } t = 0 \quad \text{B. 10}$$

$$\bar{M} = \bar{M} \quad \text{em } t = t \quad \text{B. 11}$$

Obtendo-se:

$$\begin{aligned} \mu_m t = & \frac{-Y_{x/s} K \ln(\bar{M} - S_0 Y_{m/s}) + Y_{x/s} S_0 \ln(\bar{M} Y_{x/s} + X_0 Y_{m/s})}{Y_{x/s} S_0 + X_0} \\ & + \frac{X_0 \ln(\bar{M} Y_{x/s} + X_0 Y_{m/s}) + Y_{x/s} K \ln(\bar{M} Y_{x/s} + X_0 Y_{m/s})}{Y_{x/s} S_0 + X_0} \\ & + \frac{Y_{x/s} K \ln(-S_0 Y_{m/s}) - Y_{x/s} S_0 \ln(X_0 Y_{m/s}) - X_0 \ln(X_0 Y_{m/s}) - Y_{x/s} K \ln(X_0 Y_{m/s})}{Y_{x/s} S_0 + X_0} \end{aligned} \quad \text{B. 12}$$

Reescrevendo-se a Equação B.12, obtém-se:

$$\mu_m t = \frac{Y_{x/s} K}{Y_{x/s} S_0 + X_0} \ln \left( \frac{-S_0 Y_{x/s} \bar{M} - S_0 X_0 Y_{m/s}}{X_0 \bar{M} - S_0 Y_p X_0} \right) + \ln \frac{\bar{M} Y_{x/s} + X_0 Y_{m/s}}{X_0 Y_{m/s}} \quad \text{B. 13}$$

A equação B.13 permite o ajuste do modelo não linear a partir de dados experimentais da concentração de produto formado por unidade de fase líquida em relação ao tempo. Os valores dos rendimentos biomassa por unidade de substrato e produto por unidade de substrato consideram-se conhecidos, assim como os valores iniciais das concentrações de biomassa, substrato e produto. O ajuste do modelo não linear define os valores dos parâmetros cinéticos da taxa de crescimento máxima  $\mu_m$  e da constante de saturação  $K$

## APÊNDICE C- Biblioteca Simulink/Bioreator

Na ferramenta Simulink®, do Matlab®, foram criadas uma serie de bibliotecas para a realização da validação do sensor por software num ambiente virtual.

A biblioteca, esta composta por três blocos de trabalho, os quais são apresentados a seguir:

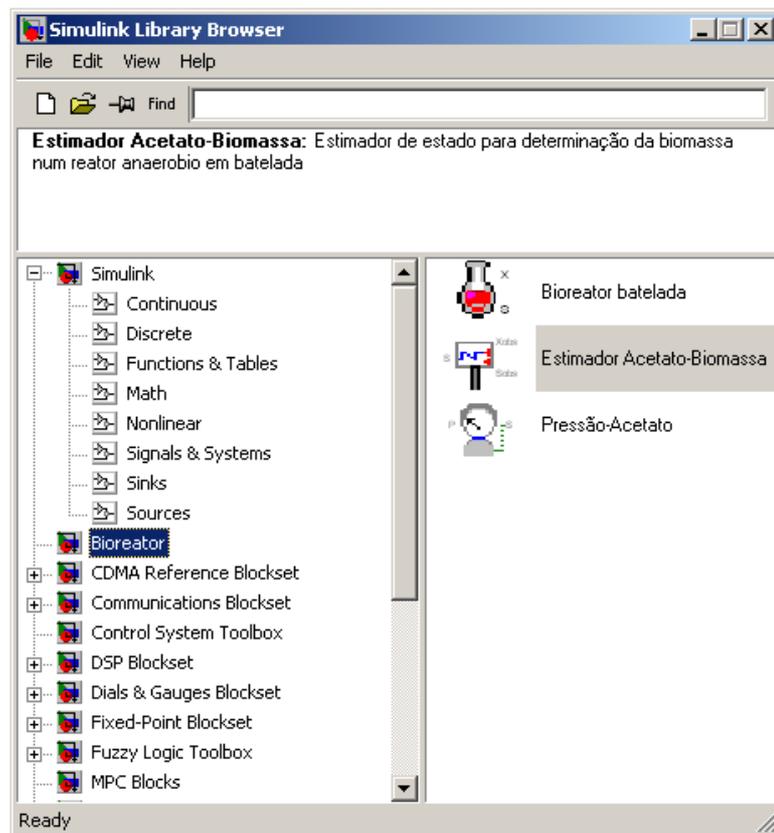


Figura A.C. 1. Biblioteca Simulink/Bioreator

O bloco de trabalho, Simulink/Bioreator/Bioreator Batelada, permite a simulação de um processo anaeróbio em batelada, a partir do conhecimento da cinética segundo o modelo de Monod e um parâmetro de rendimento de biomassa por unidade de substrato. Os valores de saída do bloco consistem de dados de concentração de biomassa e concentração de substrato em função do tempo. As condições iniciais de concentração devem ser conhecidas. Existe liberdade no uso de unidades.

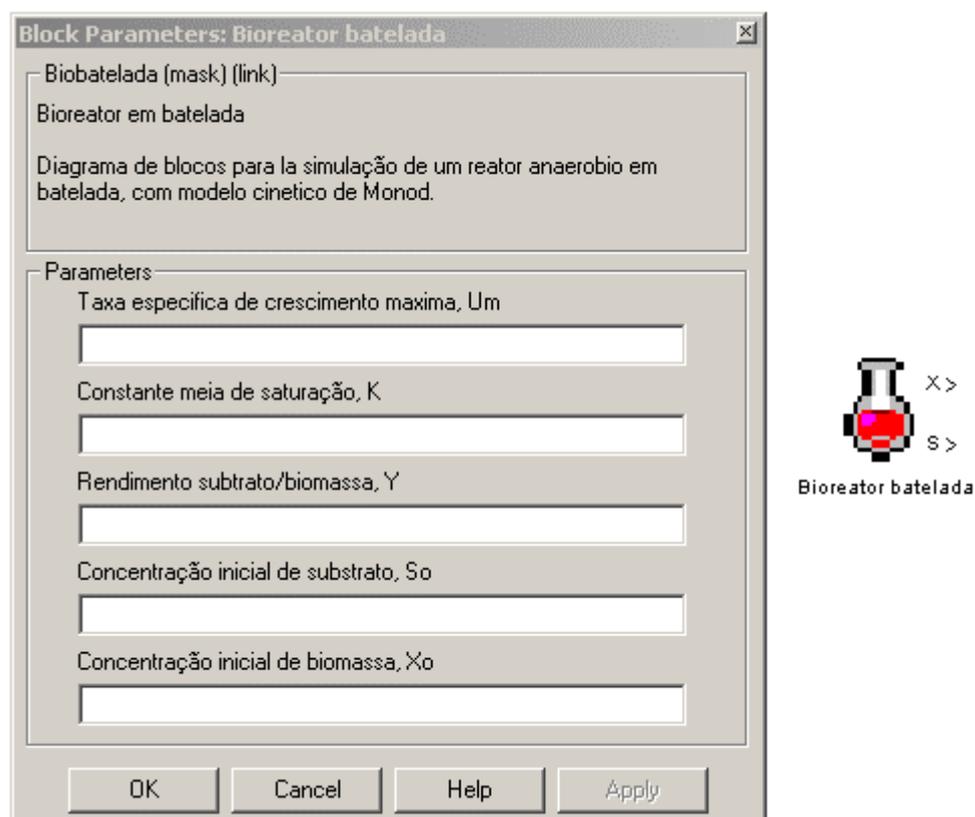


Figura A.C. 2. Bloco de trabalho, Simulink/Bioreator/Bioreator Batelada

O bloco de trabalho, Simulink/Bioreator/Pressão-Acetato, permite a obtenção de dados de concentração de substrato (acetato), em um processo anaeróbio em batelada, a partir dos dados de pressão do gás metano gerado. Um parâmetro de rendimento de metano por unidade de substrato é requerido para a obtenção dos valores de substrato, assim como a temperatura do sistema e a relação e os volumes das fases líquida e sólida. Os valores de saída do bloco consistem de dados de concentração de substrato em função do tempo. A condição inicial de concentração de substrato deve ser conhecida. Existe liberdade no uso de unidades.

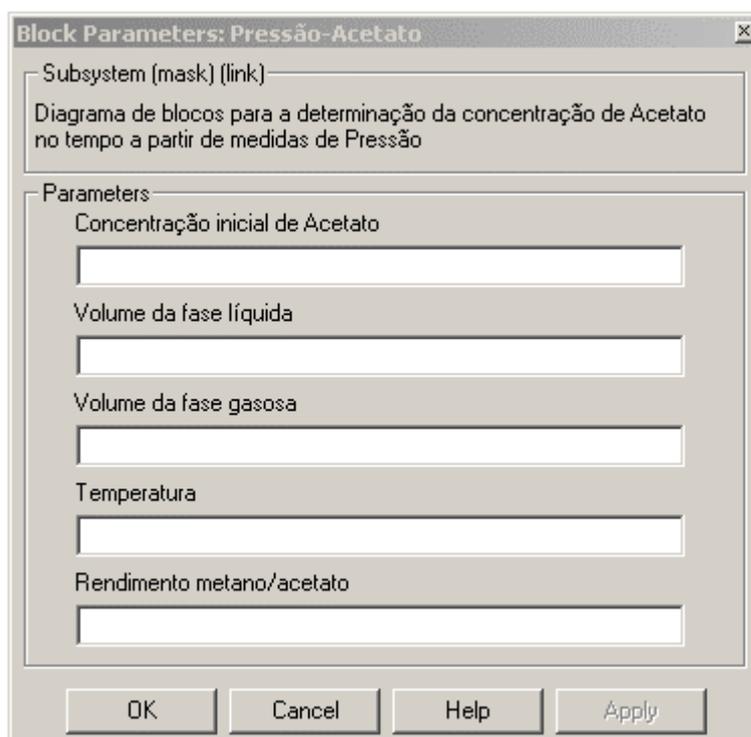


Figura A.C. 3. Bloco de trabalho, Simulink/Bioreator/Pressão-Acetato

O bloco de trabalho, Simulink/Bioreator/Estimador Acetato-Biomassa, permite a obtenção de dados de concentração de substrato (acetato), é um observador de estados de um processo anaeróbio em batelada, que permite a partir dos dados de substrato medidos no bioreator, estimar valores de biomassa observada e substrato observado. A sua estrutura interna é baseada no projeto de observador desenvolvido no Apêndice A. Dois parâmetros do observador são requeridos para a obtenção dos valores estimados. Os valores de saída do bloco consistem de dados de concentrações de biomassa estimada e substrato estimada em função do tempo. As condições iniciais estimadas devem ser conhecidas.

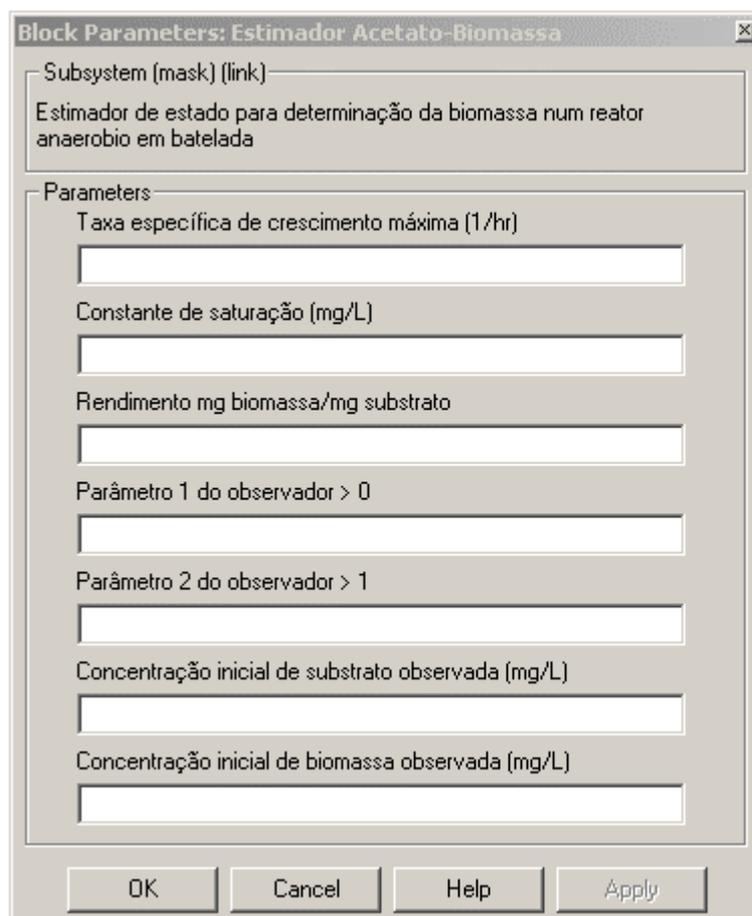


Figura A.C 4. Simulink/Bioreator/Estimador Acetato-Biomassa