

Investigación sobre la Medida y Caracterización de Olor en Estaciones Depuradoras de Aguas Residuales. Protocolo de Actuaciones

Las fuentes de olor, su dispersión y la respuesta humana que estas generan dependen de una gran variedad de factores, por lo que determinar el grado de contaminación que provocan y la molestia ocasionada es muy complejo. Con el objetivo de profundizar en el análisis de la problemática de los malos olores en las EDARs y su impacto medioambiental, en el presente trabajo se realiza un estudio avanzado de los diferentes métodos y técnicas de medida y detección de olor. Se realiza el análisis combinado de métodos sensoriales y físico-químicos para la caracterización, diagnóstico y seguimiento de la generación del olor. Se propone un protocolo de actuaciones para la evaluación rápida y el control eficiente de las instalaciones. Todo ello sobre la base del estudio multidisciplinar realizado en la EDARi de la Fábrica de Helados de San Vicente del Raspeig, Alicante, España

M. Calzada, E. Campos y D. Zarzo Departamento de I +D + i, Sadyt – Valoriza. M. Ruiz y D. Prats, Inst. Univ. del Agua y Ciencias Medioambientales Campus San Vicente.

Research study on the measurement and characterisation of odours at WWTPs. Protocol of procedures

The sources of odours, their dispersion and human response to them depend on a wide variety of factors. Therefore, determining the degree of pollution they cause and the nuisance created is very complex. With the objective of a deeper analysis of the problem of foul odours at WWTPs and their environmental impact, this research project entails an advanced study of the different odour detection and measurement methods and techniques. A combined analysis is carried out of sensory and physicochemical methods for the characterisation, diagnosis and monitoring of the generation of the odour. A protocol of procedures is proposed for the rapid evaluation and efficient control of facilities. All this is done on the basis of a multi-disciplinary study carried out at the WWTP of the Fábrica de Helados de San Vicente del Raspeig (San Vicente del Raspeig Ice Cream Factory) in Alicante, Spain.

M. Calzada, E. Campos and D. Zarzo Department of R&D&i, Sadyt – Valoriza. M. Ruiz and D. Prats, Institute of Water and Environmental Sciences, Univ. of Alicante, Campus San Vicente.

Introducción

La actividad humana y la del propio medio natural hacen que estemos permanentemente expuestos a estímulos olfativos de todo tipo. Los procesos de tratamiento de aguas residuales son un claro ejemplo de la incidencia que tienen determinadas actividades en la generación de olores. Se ha avanzado mucho en la metodología de estudio de esta problemática (McGinley & McGinley, 2000; Aitken et al, 1992) y existen dos planteamientos para su análisis: la olfatometría, como parte de los métodos sensoriales, y el análisis estructural de los compuestos, como parte de los métodos químico-físicos (Nicolai & Pohl, 2005). En esta investigación hemos apostado por el análisis combinado de las dos.

El estudio se llevó a cabo entre marzo de 2011 y junio de 2012 en la EDARi de la Fábrica de Helados Alacant y sus alrededores, que en ocasiones puntuales ha llegado a provocar las quejas de los vecinos por malos olores. Tiene una producción aproximada de 430 m³/día de agua tratada durante la temporada fabril. El proceso se lleva a cabo dentro de dos edificios contiguos, la nave de pretratamiento y la nave principal, realizándose básicamente el tratamiento con flotador por aire disuelto (DAF), biorreactor de membranas (MBR) soterrado (no techado), línea de tratamiento de fangos y almacenamiento de lodos en tolva. Cuenta con sistema de desodorización por carbón activo y captación por rejilla. (Figura 1)

Metodología experimental

Para la toma de muestras y mediciones *in situ*, se seleccionaron varios puntos en el interior de la planta y se tomaron medidas en el entorno más cercano. Para el estudio sensorial se utilizó el Nasal Ranger® (olfatometría dinámica de campo) y el análisis de muestras con modelización (olfatometría dinámica de laboratorio). Para el estudio químico-físico se utilizaron: la cromatografía de gases, los analizadores portátiles, la nariz electrónica y el medidor de compuestos orgánicos volátiles (COVs).

Métodos sensoriales

El estudio olfatométrico se realizó siguiendo la metodología de las normas UNE-EN 13725 (AENOR, 2004) y VDI 3940 (VDI, 2003). Para la evaluación de resultados, dado que en España no existe normativa vigente, se utilizaron distintos criterios como: la Normativa Holandesa (Ner, 2004), el Anteproyecto

Introduction

Human activity and the natural environment itself cause us to be permanently exposed to olfactory stimuli of all kinds. Wastewater treatment processes are a clear example of the effect of certain activities on odour generation. Great progress has been made in the study methodology of this problem (McGinley & McGinley, 2000; Aitken et al, 1992) and there are two analysis approaches: the olfactometry approach, which belongs to the group of sensory methods, and structural analysis of compounds, which belongs to the area of physicochemical methods (Nicolai & Pohl, 2005). In this study, we have opted for a combination of the two analysis approaches.

The study was carried out between March 2011 and June 2012 at the Fábrica de Helados Alacant WWTP and its surrounding areas, a facility that has on occasions provoked complaints of foul odours from neighbours. The plant has an approximate output of 430 m³/day of treated water during the manufacturing season. The process takes place in two adjacent buildings, the pre-treatment building and the main building. The treatment is basically carried out with a dissolved air floatation (DAF) unit, underground (unroofed) membrane bioreactor (MBR), sludge treatment line and sludge storage hopper. The facility has an activated carbon odour control system with a grid for air collection. (Figure 1)

Experimental method

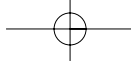
Several locations inside the plant were selected for sample taking and *in situ* measurements. Measurements were also taken in nearby surrounding areas. For the sensory study, the Nasal Ranger® (dynamic field olfactometry) and the analysis of samples with modelling (dynamic laboratory olfactometry) were used. For the physicochemical study, the following tools were used: gas chromatography, portable analysers, the electronic nose, and the volatile organic compounds (VOCs) meter.

Sensory methods

The olfactometry study was carried out using methodology compliant with the UNE-EN 13725 (AENOR, 2004) and VDI 3940 (VDI, 2003) standards. For results evaluation, given that currently there is no legislation in force in Spain,



Figura 1. EDARi de la Fábrica de Helados Alacant: vista de proceso / Figure 1. Fábrica de Helados Alacant WWTP: view of process.



de Ley Catalana (Generalitat de Catalunya, 2010) y el protocolo FIDO de Socioingeniería (Cid-Montañés et al, 2008).

El olfatómetro de campo Nasal Ranger® es un instrumento portátil que permite evaluar la intensidad de los olores ambientales mediante la técnica de "Dilución hasta el Umbral" (Nasal Ranger®, 2011). Para el análisis en laboratorio de medidas de emisión, siguiendo la UNE-EN 13725, se identifican los principales focos y se toman las muestras con sondas y túnel de viento (Labaqua, S.A., 2011), la técnica utiliza el olfato humano como sistema de detección y un modelo matemático de dispersión, AERMOD; para reproducir el comportamiento en la atmósfera (EPA, 2004). Para el estudio en los alrededores se realizan las mediciones mediante percepciones en campo de panelistas calibrados, siguiendo la norma VDI 3940. Posteriormente se elabora el mapa de porcentaje de ocurrencia de olor con el programa SURFER.

Métodos químico-físicos

Con la cromatografía de gases se identifican los compuestos representativos y su concentración, empleando técnicas de muestreo discontinuo y de captación activa. (Kleeberg et al, 2005; AENOR, 1991). El sistema portátil de monitorización en continuo de alta precisión está constituido por el analizador Serinus 57 que mide azufre total reducido, TRS, y el analizador Serinus 44 que mide óxidos de nitrógeno (NO_x) y amoníaco (NH₃), ambos de ECOTECH. Los equipos trabajan en continuo y permiten observar la evolución en el tiempo de los compuestos así como su comportamiento ante diferentes eventos.

La nariz electrónica es un dispositivo que funciona a través de unos sensores electroquímicos. El modelo E-Nose Mk4 BMS2, consta de seis sensores para distintos grupos de compuestos además de un sensor de temperatura y otro de humedad. Se ha calibrado para las condiciones particulares de la EDARi y permite obtener unidades de olor en tiempo real y contrastar sus resultados con los de la olfatometría dinámica. El medidor PhoCheck TIGER es un detector de gas portátil que utiliza la revolucionaria tecnología de foto-ionización (PID) para detectar una amplia gama de COV's. Todas las lecturas de los sensores son medidas en tiempo real y los niveles de alarma se ajustan manualmente.

Resultados y discusión

Con el Nasal Ranger® se realizaron 330 controles y 1974 lecturas en 6 puntos dentro de la planta (1. Pretratamiento, 2. Tanque de lodos, 3. Centrifugado (parado y en marcha), 4. Biológico, 5. Flotador por aire disuelto (DAF), 6. Biorreactor de membranas (MBR)). Se realizaron además 20 controles y 120 lecturas en 4 puntos de los alrededores. Los mapas de olores característicos, reflejan los valores de dilución hasta el umbral (D/T) y la correspondiente Unidad de Olor Europea (UO_e/m³) (Figuras 2 y 3). La campaña para el análisis en laboratorio contempló mediciones a la salida del sistema de desodorización, en el reactor biológico y en las puertas de acceso a las naves, como potenciales focos de emisión. El análisis de las muestras y la modelización condujeron a los resultados que se muestran en la figura 4.



Figura 2. Olfatometría de campo con el Nasal Ranger®, mediciones in situ por panelistas calibrados de SADYT / Figure 2. Field Olfactometry with the Nasal Ranger®, in situ measurements with SADYT calibrated panellists.

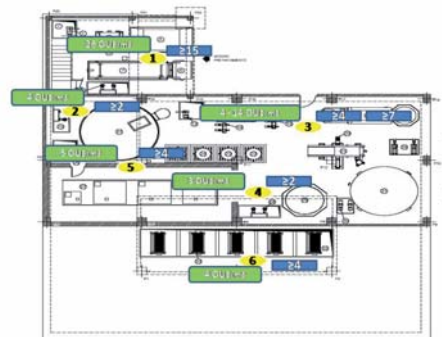
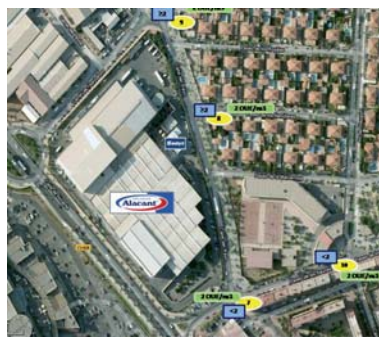


Figura 3. Izquierda: mapa de inmisión olores en el interior de la EDARi Helados Alacant; derecha: mapa de inmisión olores en los alrededores residenciales / Figure 3. Left: map of odour immissions within the Helados Alacant IWWTP; Right: map of odour immissions in the surrounding residential areas.

different criteria were used, including: the Dutch Standard (Ner, 2004), the Catalan Draft Bill (Generalitat de Catalunya, 2010) and the FIDO de Socioingeniería protocol (Cid-Montañés et al, 2008).

The Nasal Ranger® olfactometer is a portable device that enables the evaluation of the intensity of ambient odours by means of "Dilution-to-Threshold" (Nasal Ranger®, 2011) technology. For the laboratory analysis of emission measurements, in accordance with the UNE-EN 13725 standard, the main sources were identified and samples were taken with probes and wind tunnel (Labaqua, S.A., 2011). The technique uses the human nose as a detection system and a mathematical dispersion model, AERMOD, to simulate odour dispersion in the atmosphere (EPA, 2004). For the study of the surrounding areas of the IWWTP, measurements were taken through perceptions in the field of calibrated panellists in accordance with the VDI 3940 standard. Subsequently, an odour occurrence percentage map was drawn up using the SURFER program.

Physicochemical methods

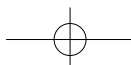
Gas chromatography enabled the identification of the main compounds and their concentration, using discontinuous sampling and active collection techniques. (Kleeberg et al, 2005; AENOR, 1991). The portable, high-pressure continuous monitoring system is made up of the Serinus 57 analyzer, which measures total reduced sulphur (TRS) and the Serinus 44 analyzer, which measures nitrogen oxides (NO_x) and ammonia. Both units are manufactured by ECOTECH.

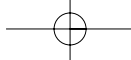
The electronic nose is a device that functions by means of electrochemical sensors. The E-Nose Mk4 BMS2 has six sensors for different groups of compounds, in addition to a temperature sensor and a humidity sensor. It was calibrated for the specific conditions of the IWWTP and enables odour units to be obtained in real time and results to be cross-checked with those of dynamic olfactometry. The PhoCheck TIGER is a portable gas detector that uses revolutionary photo ionisation detection (PID) technology to detect a wide range of VOCs. All sensor readings are real time measurements and alarm levels are manually adjusted.

Results and discussion

330 controls and 1974 readings were taken with the Nasal Ranger® at 6 points inside the plant (1. Pre-treatment 2. Sludge tank 3. Centrifugation (idle and in operation) 4. Biological treatment 5. Dissolved air floatation (DAF) unit 6. Membrane bioreactor (MBR)). In addition, 20 controls were carried out and 120 readings taken at 4 locations in the surrounding areas of the plant. The characteristic odour maps show the dilution-to-threshold (D/T) values and the corresponding European Odour Unit (UO_e/m³) (Figures 2 and 3).

The laboratory analysis used measurements taken at the outlet of the odour control system, the bioreactor and the entrance doors to the





Desodorización / Odour removal

Desodorización / Odour removal

Para la campaña en campo se definió un área de estudio de 1,4 km x 1 km, con una malla de 80 puntos y un tiempo de 26 semanas. En la figura 5 se representan los diferentes niveles de porcentaje de tiempo de ocurrencia de olor a EDAR_i en la zona, considerando el número total de medidas realizadas. En ningún punto de la malla el tiempo de percepción fue superior al 10%.

Los resultados con los diferentes métodos sensoriales demostraron que, a pesar de encontrarse eventuales niveles de olor fuertes en pretratamiento y centrifugado (ver figura 3), y episodios puntuales en la descarga de la tolva de fangos o el MBR, los niveles de inmisión en los alrededores pueden considerarse “no desagradables” y cumplen con todas las normativas consideradas (ver figuras 4 y 5).

Simultáneamente a los estudios anteriores, para el análisis cromatográfico de gases se tomaron de 2 a 5 muestras mensuales. Los resultados reflejaron la aparición de dos compuestos olorosos con mayores concentraciones, el limoneno principalmente en el pretratamiento y el indol principalmente en el MBR y en condiciones de mal funcionamiento. En la tabla 1 se indican los valores medios resultantes del muestreo realizado.

Con el sistema portátil de monitorización en continuo se pudo comprobar la evolución de las concentraciones de TRS, NO_x y NH₃, y que la aparición de concentraciones elevadas estaba directamente relacionada con los momentos de la descarga de la tolva de fangos. Las mediciones con la nariz electrónica mostraron una tendencia similar a la registrada con el Nasal Ranger® y su ventaja de trabajo en continuo sirvió como aviso instantáneo de alarma. Se realizaron 480 mediciones de COVs registrándose las mayores emisiones en la zona de pretratamiento y durante las descargas puntuales de la tolva de fangos, en el exterior las concentraciones se comportaron muy bajas o indetectables. A pesar de estos resultados se comprobó, mediante el contraste de ambos métodos, que no existe relación evidente entre la presencia de COV's y la detección olfatométrica.

Investigación actual en desarrollo

Como parte de esta investigación se realiza además un estudio comparado a escala piloto del comportamiento de diferentes tecnologías de desodorización (tratamiento por vía química, vía biológica, adsorción por carbón activo y ozonización) con el objetivo de determinar tratamiento adecuado, eficiencia de eliminación, optimización técnico económica y posible combinación entre ellas. Los resultados y experiencias obtenidas serán dados a conocer en futuras publicaciones. (Figura 6)

Conclusiones y propuesta de protocolo

Con la utilización combinada de métodos de detección en este estudio, se han logrado la caracterización físico-química y sensorial del olor que genera la EDAR_i Helados Alacant, la identificación de los procesos que lo provocan y la evaluación de su incidencia en el entorno. Lo cual ha propiciado el diagnóstico y mejora de su proceso de producción e impacto social. En base a la experiencia desarrollada con los diferentes equipos implicados proponemos el siguiente protocolo de actuaciones para la evaluación y control eficiente de los olores de una EDAR en explotación:



Figura 4. Modelización de las inmisiones EDAR_i Helados Alacant. UNE-EN 13725 / Figure 4. Modelling of immissions at the Helados Alacant IWWTP. UNE-EN 13725



Figura 5. Mapa de porcentaje de tiempo de ocurrencia de olor de EDAR_i Helados Alacant VDI-3940 / Figure 5. Map of the percentage of odour occurrence period at the Helados Alacant IWWTP VDI-3940

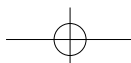
buildings, which were regarded as potential emission sources. Sample analysis and modelling gave rise to the results shown in Figure 4.

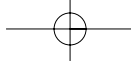
For the field campaign, a study area of 1.4 km x 1 km was defined, with a grid of 80 points and a time scale of 26 weeks. Figure 5 shows the different percentage levels of the odour occurrence period in the surrounding area of the WWTP, taking account of the total number of measurements taken. At no point of the grid did the perception period exceed 10%.

The results with the different sensory methods demonstrate that, despite the occasional observance of strong odour levels in pre-treatment and centrifugation (see Figure 3), and specific cases at the location of the unloading of the sludge hopper and in the MBR, emission levels in the surrounding areas can be considered as “not unpleasant” and in compliance with all standards considered (see Figures 4 and 5). At the same time as the above studies took place, 2 to 5 samples per month were taken for chromatographic gas analysis. The results reflect the appearance of two

Tabla 1. Muestras y resultados de la cromatografía de gases de la zona de pretratamiento / Table 1. Samplings and results from gas chromatography in the pre-treatment area

Compuesto / Compound	Metil mercaptano / Methyl mercaptan	Disulfuro de carbon / Carbon disulphide	Dimetil disulfuro / Dimethyl disulphide	Etilbenceno / Ethylbenzene	m,p-xileno / m,p-xylene	o-xileno / o-xylene	Limoneno / Limonene	Indol / Indole
Valor medio (ppb, v/v) / Average value (ppb, v/v)	2.75	148	30.6	40.9	140	86.5	825	1205





- Evaluación de la planta y su entorno, para seleccionar los puntos de medida de emisión e inmisión de olor, mediante la percepción simple y teniendo en cuenta el grado de molestia
- Caracterización sensorial y físico-química simultánea. Sensorial, mediante el olfatómetro de campo Nasal Ranger. Físico-química, mediante sistema portátil de monitorización en continuo.
- Contraste de resultados y definición de las actividades/episodios críticos o molestos siguiendo los criterios, recomendaciones y normativas vigentes.
- Toma de medidas de corrección y propuesta de mejoras de funcionamiento.
- Elaboración de un plan de control y seguimiento con apoyo del NasalRanger® y la Nariz Electrónica.

Referencias

- AENOR (1991). UNE 77202. Calidad del aire. Determinación de compuestos de azufre en la atmósfera. Equipo de toma de muestras.
- AENOR (2004). UNE-EN 13725. Calidad del aire. Determinación de la concentración de olor por olfatometría dinámica.
- Aitken, M.D. y Okun, M.F. 1992. Quantification of wastewater odors by the affected public. *Water Environment Research*. 64, pp 720-727
- Generalitat de Catalunya, 2010. Avantprojecte de llei de qualitat odorífera. <http://www20.gencat.cat/docs/dmah/Home/Ambits%20dactuacio/Atmosfera/Contaminacio%20odorifera/Avantprojecte%20de%20llei/avantprojecte.pdf> (acceso 13/07/2012)
- Cid-Montañez J.F., Jorba R., Tomás R., 2008. Effectiveness of field olfactometry and neighbor control to reduce odor annoyance from biosolids and MSW composting. Proceedings WEF/ A&WMA Odors and Air Emissions 2008 Conference, pp 331-344, Phoenix (Arizona, USA)
- EPA, U. S. Environmental Protection Agency, 2004. AERMOD: description of model formulation. EPA-454/R-03-004. http://www.epa.gov/scram001/7thconf/aermod/aermod_mfd.pdf (acceso 27/07/2012)
- Kleeberg K.K., Liu Y., Jans M., Schlegelmilch M., Streese J., Stegmann R., 2005. Development of a simple and sensitive method for the characterization of odorous waste gas emissions by means of solid-phase microextraction (SPME) and GC-MS/olfactometry. Hamburg University, Germany
- Martínez J.V., Suárez C., Valor-Herencia I., Cortada C., 2004. Una Norma española para medir el olor: UNE-EN-13725. *Ingeniería química*. 412, pp 111-116. <http://www.infoambiental.es/html/files/pdf/amb/iq/412/11ARTICULO-AB.pdf> (acceso 14/08/2012)
- Labaqua, S.A., 2011. Estudio de olores en el Campello. Informe 1.074.403, Túnel de viento pp 83 – 105, Alicante, España. <http://www.elcampello.es/upload/ficheros/medioambiente/ultimo-estudio-labaqua-pag-83-101.pdf> (acceso 07/06/2012)
- McGinley C.M., McGinley M.A., 2000. Field Odour Monitoring and Enforcement Presented at: the 22nd Hawaii Water Environment Association Conference Honolulu, Hawaii: 6-7 June.
- Nasal Ranger®, 2011. <http://www.nasalranger.com/> (acceso 02/08/2012)
- Nicolai R., Pohl, S., 2005. Understanding Livestock Odors. College of Agriculture & Biological Sciences. South Dakota State University. USA. <http://www.sdstate.edu/abe/research/structures/upload/FS925-A.pdf>, (acceso 22/08/2012)
- Ner (Netherlands Emission Guidelines for Air), 2004. NL Agency, Ministry of Infrastructure and Environment. <http://www.infomil.nl/english/subjects/air/netherlands-emission/> (acceso 19/06/2012)
- VDI, 2003. Bestimmung von Geruchsstoffimmissionen durch Begehungen - Bestimmung der Immissionshäufigkeit von erkennbaren Gerüchen - Rastermessung, Berichtigung zur Richtlinie Blatt 1, Deutschland. (Measurement of odour impact by field inspection - Measurement of the impact frequency of recognizable odours - Grid measurement, Corrigendum concerning guideline Part 1, Germany).

http://www.vdi.de/401.0.html?L=1&tx_vdirili_pi2%5BshowUID%5D=89694 (acceso 22/08/2012)



Figura 6. Vista general de las plantas piloto de desodorización en la EDAR Helados Alacant / Figure 6. General view of the odour control pilot plants at the Helados Alacant WWTP

odorous compounds in high concentration; limonene, found mainly in pre-treatment, and indole, found mainly in the MBR, and in conditions where the MBR was malfunctioning. Table 1 shows the average values from the sampling carried out.

The portable continuous monitoring system enabled concentrations of TRS, NO_x and NH₃ to be studied and it was observed that high concentrations coincided with the unloading of the sludge hopper. Measurements with the electronic nose showed similar trends to those registered with the Nasal Ranger® and the advantage of its continuous operation was that it served as an instant alarm. 480 measurements of VOCs were recorded, with the highest emissions observed in the pre-treatment area and during the periodic unloading of the sludge hopper. Outside the plant, concentrations were found to be very low or undetectable. Despite these results, cross-checking of the two methods showed that there is no obvious relationship between the presence of VOCs and olfactometric detection.

Research currently underway

As part of this research project, a further comparative pilot-scale study is being carried out on the behaviour of different odour abatement technologies (chemical treatment, biological treatment, adsorption by activated carbon and ozonation) with the aim of determining appropriate treatment, removal efficiency, technical and economic optimisation, and the possible combination of such technologies. The results obtained and experiences will be revealed in future publications. (Figure 6)

Conclusions and protocol proposal

The use of combined detection methods in this study has enabled the physicochemical and sensory characterisation of the odour generated at the Helados Alacant WWTP, the identification of the processes that cause this odour and the evaluation of its impact on the surrounding area. This has given rise to a diagnosis and enhancement of the production process and an improvement in social impact.

Based on the results obtained, we propose the following protocol of procedures for efficient odour evaluation and control at an operative WWTP.

- Evaluation of the plant and its surrounding area in order to select the locations for the measurement of odour emission and immission, by means of simple perception and taking account of the degree of nuisance.
- Simultaneous sensory and physicochemical characterisation. Sensory characterisation by means of the Nasal Ranger field olfactometer. Physicochemical characterisation by means of the portable continuous monitoring system.
- Cross-checking of results and definition of critical or nuisance activities/episodes in accordance with criteria, recommendations and current legislation and standards.
- Taking of corrective measures and proposal of operational improvements.
- Drawing up of a control and monitoring plan with the support of the NasalRanger® and the Electronic Nose.

