



# Determinación y control de olores en la gestión de residuos orgánicos



**UNIVERSIDAD DE CÓRDOBA**  
FACULTAD DE CIENCIAS  
Departamento de Química  
Inorgánica  
e Ingeniería Química

Tesis Doctoral presentada por  
M<sup>a</sup> del Carmen Gutiérrez Martín

TITULO: *Determinación y control de olores en la gestión de residuos orgánicos*

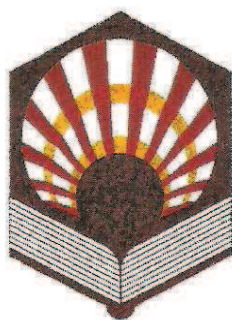
AUTOR: *María del Carmen Gutiérrez Martín*

---

© Edita: Servicio de Publicaciones de la Universidad de Córdoba. 2014  
Campus de Rabanales  
Ctra. Nacional IV, Km. 396 A  
14071 Córdoba

[www.uco.es/publicaciones](http://www.uco.es/publicaciones)  
[publicaciones@uco.es](mailto:publicaciones@uco.es)

---



**UNIVERSIDAD DE CÓRDOBA**  
**FACULTAD DE CIENCIAS**  
**Departamento de Química Inorgánica**  
**e Ingeniería Química**

**“Determinación y control de olores en la gestión de  
residuos orgánicos”**

---

***"Determination and Control of Odours in Organic Waste  
Management"***

Tesis Doctoral presentada por  
***M<sup>a</sup> del Carmen Gutiérrez Martín***  
Diciembre de 2013



## **TÍTULO DE LA TESIS: DETERMINACIÓN Y CONTROL DE OLORES EN LA GESTIÓN DE RESIDUOS ORGÁNICOS**

**DOCTORANDA: MARIA DEL CARMEN GUTIÉRREZ MARTÍN**

### **INFORME RAZONADO DE LOS DIRECTORES DE LA TESIS**

La Tesis Doctoral que se presenta es fruto de varios años de trabajo y se enmarca en una de las principales líneas de investigación del Grupo de Ingeniería Química de la UCO: el Compostaje de Residuos. A esta línea se incorporó M<sup>a</sup> Carmen Gutiérrez Martín, tras obtener su Licenciatura en Ciencias Ambientales, en enero de 2007, como contratada para el estudio de “Optimización y Control de Túneles de Compostaje” que financiaba el Ministerio de Medio Ambiente (Proyecto 400/2006/1-2.3) y poco después, en el estudio “Eliminación de Metales en Compost de Lodos y RSU”, financiado por el Centro Tecnológico LEIA, mediante una ayuda PROFIT. Su formación en el compostaje se simultaneó con estudios sobre producción de biodiesel y sobre biometanización de residuos orgánicos (que se han reflejado en su CV en varios trabajos publicados) hasta que, a mediados de 2009, accede a una Beca FPI asociada al Proyecto CTM2008-02714/tecnológico “Sistema monitorizado de eliminación de los compuestos olorosos en plantas de compostaje” y se dedica, desde entonces, intensivamente a este tema.

Es éste último Proyecto el que da lugar a la actual Tesis Doctoral, con la que la doctoranda se ha encargado de iniciar una nueva línea de trabajo, haciendo avanzar significativamente al Grupo de Investigación en el que se encuadra, en el estudio de la determinación y control de olores en procesos de compostaje y en otros procesos de gestión de residuos orgánicos. Como todo inicio de una nueva línea de investigación, no ha sido tarea fácil, pero la doctoranda la ha desarrollada muy satisfactoriamente. Así, tras un primer año de iniciación en el tema, adquisición y puesta a punto de un olfatómetro dinámico y definición de la estrategia de trabajo a seguir, en Junio de 2010 presentó su Proyecto de Tesis. Este proyecto se ha ido desarrollando en Córdoba y en otros centros de investigación y de gestión de residuos, nacionales y extranjeros; culminando, 3 años y medio después, en la actual Tesis Doctoral.

Los experimentos reflejados en la Tesis se han desarrollado entre 2009 y 2013, a escala de laboratorio, piloto e industrial, en colaboración con las principales empresas del sector de nuestra Comunidad, SADECO, RESUR-JAÉN, RECICLADOS MIJAS, BIOMASA PENINSULAR y BIOMASA DEL GUADALQUIVIR, con las que hemos firmado diversos Contratos de Colaboración para el desarrollo de Proyectos de I+D+i.

Estos estudios se han combinado con tres estancias, de 3 meses cada una, de la Doctoranda en Centros de prestigio internacional: en 2010, en el “Dipartimento de Chimica, Materiali ed Ingegneria Chimica, GIULIO NATTA” de la Universidad Politécnica de Milan, ITALIA, bajo la tutela de la profesora Saroni; en 2011, en el “Department of Environmental Sciences” de la University of Liège, BÉLGICA, bajo la tutela del profesor Jacques Nicolas y la profesora Anne-Claude Romain; en 2012, en los laboratorios de investigación de la empresa ODURNET SL, en Barcelona, ESPAÑA, dirigida por Anton van Harreveld, bajo la tutela directa de Estela Pagans.

Los resultados preliminares de la Tesis se han presentado en diversos **Congresos Internacionales** (14TH RAMIRAN CONFERENCE, Treatment and use of Organic Wastes in Agriculture, Lisboa-2010; 12th MEDITERRANEAN CONGRESS OF CHEMICAL ENGINEERING,

Barcelona-2011; ORBIT-2012 Global Assessment for organic sources and waste management, Rennes, Francia-2012; IAMAW 1st International Workshop on Valorization of Mediterranean Biowastes and Effluents, Santarem, Portugal-2012; ANQUE-ICCE2012 International Congress on Chemical Engineering, Sevilla-2012; 1st INTERNATIONAL CONGRESS on Water, Waste and Energy Management, Salamanca-2012 y 3rd MEDITERRANEAN WORKSHOP on Organic Waste Recovery, Biomass and Renewable Energy, Marrakech, Marruecos-2013) y en **Congresos Nacionales** (II Jornadas Red Española de Compostaje, Burgos-2010; I Congreso Científico de Investigadores en Formación, organizado por el CEIA3, Córdoba-2012; III Jornadas Red Española de Compostaje, Santiago de Compostela-2012; VII Congreso de Ciencia y Tecnología de los Alimentos, Córdoba-2013 y XXXIV Reunión Bienal de la Real Sociedad Española de Química, Santander-2013); precisamente, en el Congreso organizado por el Campus de Excelencia CEIA3, la Comunicación titulada “Determinación y control de olores en la gestión de los residuos municipales”, casi coincidente con el título de la Tesis que se presenta, fue reconocido con el **Premio a la mejor Comunicación en el área de Ingeniería y Tecnología**, 2012.

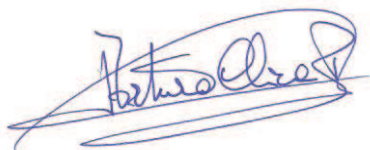
Así mismo, han dado lugar a diversos artículos científicos, alguno ya publicado (como “Compost pile monitoring using different approaches: GC-MS, E-NOSE and Dynamic Olfactometry”, **Waste and Biomass Valorization**, 4 (1) 1-11, 2013, o también, “Usual variables and odour concentration to evaluate composting process and odour impact”, **Environmental Technology**, DOI:10.1080/09593330.2013.846941) y otros actualmente en revisión, como “Dynamic olfactometry for monitoring the aerobic stabilisation of organic waste”, en **Waste Management**; “Odour in composting processes at pilot scale: monitoring and biofiltration”, en **Environmental Technology**; o “Dynamic Olfactometry to monitor the efficiency of an industrial biofilter”)

Además, fruto de sus primeros trabajos en compostaje, ha sido coautora de un **libro** titulado “La disminución del contenido metálico en el proceso de compostaje de residuos sólidos urbanos es factible” publicado por la Universidad Internacional de Andalucía, UNIA, premiado con el **1<sup>er</sup> Premio al mejor trabajo científico sobre tratamiento de RSU, 2009**, con ISBN: 978-84-7993-099-8 y 162 páginas en total.

Por todo ello, se autoriza la presentación de la Tesis Doctoral.

Córdoba, 5 de diciembre de 2013

Firma de los directores



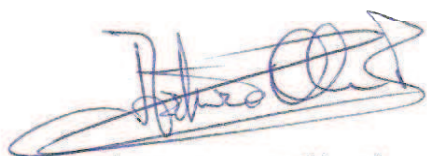
Fdo.: Arturo F. Chica Pérez



Fdo.: Mª de los Ángeles Martín Santos

***Determinación y control de olores en la gestión de residuos orgánicos***

LOS DIRECTORES,



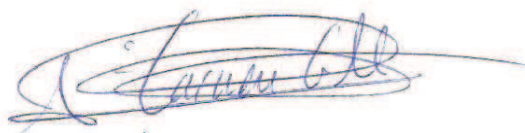
**Fdo.: Dr. Arturo F. Chica Pérez**  
Catedrático del Departamento de  
Química Inorgánica e Ingeniería Química,  
Área de Ingeniería Química, de la  
Universidad de Córdoba



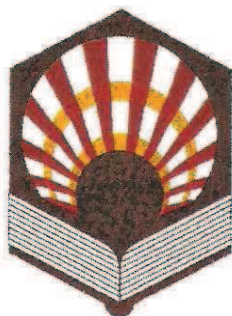
**Fdo.: Dr. María de los Ángeles Martín Santos**  
Profesora Titular del Departamento  
de Química Inorgánica e Ingeniería Química,  
Área de Ingeniería Química, de la  
Universidad de Córdoba

Trabajo presentado para aspirar  
al Grado de Doctor en Ciencias

EL DOCTORANDO,



**Fdo.: M<sup>a</sup> del Carmen Gutiérrez Martín**  
Licenciado en Ciencias Ambientales  
por la Universidad de Córdoba



**UNIVERSIDAD DE CÓRDOBA**  
**FACULTAD DE CIENCIAS**  
**Departamento de Química Inorgánica**  
**e Ingeniería Química**

Los Doctores: Arturo Chica Pérez, Catedrático de Ingeniería Química, y  
María de los Ángeles Martín Santos, Profesora Titular,

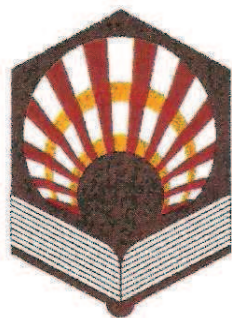
CERTIFICAN:

Que la Tesis Doctoral: *"Determinación y control de olores en la gestión de residuos orgánicos"* se ha realizado bajo nuestra dirección en los laboratorios de este departamento por el Licenciado en Ciencias Ambientales Dña. M<sup>a</sup> del Carmen Gutiérrez Martín y reúne los requisitos vigentes, por lo que autorizamos su presentación y posterior defensa pública.

Córdoba, 05 de Diciembre de 2013

Fdo.: Dr. Arturo F. Chica Pérez

Fdo.: Dr. María de los Ángeles Martín Santos



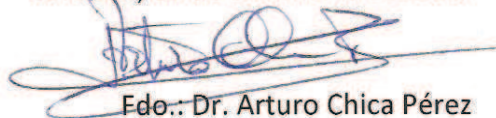
**UNIVERSIDAD DE CÓRDOBA**  
**FACULTAD DE CIENCIAS**  
**Departamento de Química Inorgánica**  
**e Ingeniería Química**

Dr. Arturo Chica Pérez, Director del Departamento de Química Inorgánica e Ingeniería Química, de la Universidad de Córdoba,

CERTIFICA:

Que la Tesis Doctoral titulada "***Determinación y control de olores en la gestión de residuos orgánicos***" se ha realizado en el Departamento de Química Inorgánica e Ingeniería Química de la Universidad de Córdoba, por el Licenciado en Ciencias Ambientales Dña. M<sup>a</sup> del Carmen Gutiérrez Martín y reúne los requisitos vigentes, por lo que autorizo su presentación y posterior defensa pública.

Córdoba, 05 de Diciembre de 2013



Edo.: Dr. Arturo Chica Pérez



Mediante la defensa de esta Memoria, se pretende optar a la obtención del Doctorado Europeo, habida cuenta que el Doctorando reúne los requisitos exigidos para tal mención:

1. Se cuenta con los informes favorables de dos doctores pertenecientes a Instituciones de reconocido prestigio de países europeos diferentes y diferentes al país en el que se ha realizado la estancia.
2. En el Tribunal que ha de evaluar la Tesis Doctoral, existe un miembro de un Centro de Enseñanza Superior o de Investigación de otro país europeo.
3. Parte de la defensa de la Tesis Doctoral se realizará en la lengua oficial de otro país europeo.
4. La doctoranda ha realizado una estancia de investigación de tres meses de duración en el Dipartimento di Chimica, Materiali ed Ingegneria Chimica "Giulio NATTA", Milano (Italy), gracias a la concesión de una ayuda para estancias en el extranjero asociada a una beca de Formación del Personal Investigador del Ministerio de Ciencia e Innovación del Gobierno de España.
5. La tesis consta de un artículo aceptado definitivamente en una revista con índice de impacto.

## RECONOCIMIENTO DE LOS APOYOS INSTITUCIONALES

El presente trabajo ha sido desarrollado en la UNIVERSIDAD DE CÓRDOBA, en el seno del Grupo Consolidado del Plan Andaluz de Investigación, Desarrollo e Innovación (PAIDI) “INGENIERÍA QUÍMICA (RNM-271)”.

El soporte económico para el desarrollo de las diferentes actividades vinculadas con este trabajo experimental proviene fundamentalmente de las siguientes fuentes:

- Beca del Programa de Formación de Personal Investigador (FPI) del Ministerio de Ciencia e Innovación con referencia BES-2009-012109, que se encuadra en el Proyecto de investigación titulado “Sistema Monitorizado de Eliminación de los compuestos olorosos en Plantas de Compostaje (Smell-Co) (CTM2008-02714)” (cofinanciado por el Fondo Social Europeo) y dirigido por el Prof. Dr. Arturo Chica Pérez.
- Las empresas Residuos Sólidos Urbanos de Jaén S.A, Biomasa del Guadalquivir S.A, Biomasa Peninsular S.A, mediante los siguientes contratos OTRI desarrollados durante el periodo 2009-2013:
  - o “Estudio del compostaje en túneles, en las plantas de recuperación y compostaje de Guadiel y de Sierra Sur”.
  - o “Proyecto de implantación de una planta piloto experimental de compostaje solar con sistema de control de emisiones y olores”.
  - o “Diseño de nuevas tecnologías para la aplicación de Bio-Agro-Insumos en la producción agrícola sostenible en Andalucía (NNTT ABIOAGRIN)”.
  - o “Estudio de viabilidad de implantación de sistemas de control de emisiones y olores en distintas tecnologías de compostaje”.

El desarrollo experimental de gran parte de este trabajo, se ha realizado gracias a la colaboración de la empresa municipal de Saneamientos de Córdoba, S.A (Sadeco).

## **Agradecimientos / Acknowledgements**

La defensa de esta Tesis Doctoral implica el punto y final a un periodo de investigación en el que he empleado todo mi esfuerzo y dedicación. En todo momento he estado rodeada de personas que de un modo u otro han contribuido a su realización y a las que les debo mi agradecimiento.

*A mis directores*

*D. Arturo F. Chica Pérez y Dña. M<sup>a</sup> Ángeles Martín Santos* por vuestra dedicación, esfuerzo y paciencia, haciendo posible no solo la realización de este trabajo sino la mejora de mi formación profesional y personal. A ti, *M<sup>a</sup> Ángeles*, no puedo agradecerte sólo tu labor como directora de tesis porque siempre te has portado conmigo como una compañera y amiga. Te agradezco tus consejos y tu apoyo en todo momento.

*A mi familia*

En especial a mis padres *José Manuel* y *M<sup>a</sup> Carmen*, a los que les agradezco su apoyo incondicional y su cariño. Agradezco la educación que he recibido de vosotros y vuestra labor como padres, no lo podíais haber hecho mejor. Del mismo modo, a mi hermana, *Rocío*, por ser una persona tan especial en mi vida.

A mi marido, *Antonio*, al que no tengo palabras para agradecerle su apoyo, cariño y comprensión durante este tiempo. Gracias por ser como eres, por demostrarme siempre lo importante que soy en tu vida, por reconfortarme en los momentos difíciles y por hacer aún más especiales los momentos buenos. Siempre me haces inmensamente feliz.

*A Antonio junior*, por haberte portado tan bien durante todo el embarazo y dejarme acabar este trabajo con tanta vitalidad. Espero que nazcas con una tesis debajo del brazo.

*A mis compañeros y amigos*

Agradezco a todos los miembros del Área de Ingeniería Química por hacerme sentir una más del grupo, se agradece pasar tantas horas en un ambiente tan cordial. Mi especial agradecimiento a *D. Antonio Martín Martín* por haber sido el mejor ejemplo a seguir en mi trayectoria profesional. Es un orgullo para mí haberle tenido como profesor durante la licenciatura y director de tesis de licenciatura.

Mi obligado agradecimiento a todas las personas que han participado en esta tesis como panelistas cualificados en olfatometría dinámica, por su trabajo desinteresado y no remunerado, que ha sido esencial para el desarrollo de esta investigación.

De una manera muy especial a mi compañera *Inma*, por ser como la madre de todos, por tu humor en todo momento, tu compañerismo, tus consejos, tus charlas y por tu forma de ser. Da gusto tropezarte en la vida con personas como tú. A mis compañeros de batalla *José Ángel, Aida, Marisa y Antonio*, os agradezco hacer muy ameno el día a día, hacer la tesis sin vosotros no hubiera sido igual.

Special thanks should be given to *Anne-Claude Romain* for her help during my research stay in the Department of Environmental Sciences, University of

Liège (Campus d`Arlon, Belgium). I am also grateful to others colleagues for their kindness, especially to *Gilles*.

Agradezco a todos los miembros de la empresa Odournet S.L, por su cariñoso recibimiento y trato durante mi estancia allí. En primer lugar e *Estel·la* y *Luciano*, os agradezco el esfuerzo y la dedicación en este trabajo además de los buenos momentos que hemos pasado juntos. A *Gareau*, por ser un compañero ideal durante esos muestreos desagradables y un tanto olorosos, te agradezco mucho tu ayuda. Finalmente, a *Rita* y a *Ángela*, me encantó trabajar con vosotras.

Me llevo no solo la sensación de haber trabajado mucho en compañía de todos vosotros, sino además, muchos buenos momentos vividos: viajes, congresos, comidas, desayunos...

Todo ello forma parte de una etapa de mi vida difícil de olvidar.

***ÍNDICE / INDEX***

---

	<b>Página/Page</b>
<b>RESUMEN Y OBJETIVOS / SUMMARY AND OBJECTIVES</b>	<b>1</b>
<b>INTRODUCCIÓN / INTRODUCTION</b>	<b>13</b>
<b>1. Problemática actual de la generación de residuos. Residuos orgánicos: tratamiento y valoración</b>	<b>13</b>
<b>2. Tratamiento de residuos orgánicos mediante compostaje</b>	<b>19</b>
2.1. Variables esenciales en el proceso de compostaje	20
2.2. Etapas del proceso de compostaje	24
2.2.1. Etapa mesófila	24
2.2.2. Etapa termófila	25
2.2.3. Etapa de enfriamiento y maduración	25
2.3. Sistemas de compostaje: Clasificación	26
2.3.1. Sistemas abiertos	27
2.3.1.1. Pilas o hileras con volteo	27
2.3.1.2. Pilas estáticas aireadas	28
2.3.2. Sistemas semi-cerrados	28
2.3.2.1. Trincheras o canales semi-cerrados	28
2.3.3. Sistemas cerrados	29
2.3.3.1. Túneles estáticos	29
2.3.3.2. Tambores o cilindros rotatorios	30
2.4. Principales materias primas empleadas en el proceso de compostaje	30
<b>3. Problemática de las emisiones de olor asociada a procesos de compostaje</b>	<b>32</b>
3.1. Evolución de la normativa vigente en cuanto a emisiones de olor	33

3.2. Conceptos básicos asociados al olor	36
3.3. Principales Compuestos Orgánicos Volátiles (COVs) asociados a procesos de compostaje	38
3.4. Técnicas de determinación de emisión de olor	40
3.4.1. Olfatometría dinámica	40
3.4.2. Cromatografía de gases-espectrometría de masas (CG-SM)	42
3.4.3. Nariz electrónica	42
3.5. Técnicas de tratamiento de emisión de olor	45
<b>4. Bibliografía</b>	<b>46</b>
 <b>MATERIALES Y MÉTODOS / MATERIALS AND METHODS</b>	
 <b>MATERIALES Y MÉTODOS PERTENECIENTES AL DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA QUÍMICA (UNIVERSIDAD DE CÓRDOBA)</b>	
<b>1. Introducción</b>	<b>53</b>
<b>2. Recolección de muestras</b>	<b>53</b>
2.1. Recolección de muestras sólidas	53
2.2. Recolección de muestras gaseosas	54
2.2.1. Campana Lindvall	54
2.2.2. Sampling Device Standard	54
2.2.3. Bolsas de Nalophan™	54
<b>3. Caracterización de muestras</b>	<b>55</b>
3.1. Caracterización de muestras sólidas	55
3.1.1. pH	56
3.1.2. Conductividad	56



3.1.3. Sólidos Volátiles (SV)	56
3.1.4. Carbono Orgánico Oxidable (C <sub>COX</sub> )	58
3.1.5. Carbono Orgánico Total (C <sub>COT</sub> )	59
3.1.6. Nitrógeno Total Kjeldahl (N <sub>NTK</sub> )	59
3.1.7. Nitrógeno amoniacal (N <sub>NH4+</sub> )	61
3.1.8. Fósforo total (PP <sub>2</sub> O <sub>5</sub> )	62
3.1.9. Determinación de metales pesados mediante absorción atómica	63
3.1.10. Determinación de variables respirométricas mediante respirometría	65
3.2. Caracterización de muestras gaseosas	69
3.2.1. Olfatometría dinámica	69
<b>4. Bibliografía</b>	<b>79</b>
<b>5. ANEXO I</b>	
<b>MATERIALES Y MÉTODOS PERTENECIENTES AL DEPARTMENT OF ENVIRONMENTAL SCIENCES (UNIVERSITY OF LIÈGE, CAMPUS D`ARLON)</b>	<b>81</b>
1. Introducción	81
2. Recogida de muestras gaseosas	82
2.1. Bolsas Tedlar <sup>®</sup> y sistema de llenado	82
2.2. Tubos Tenax TA	82
3. Análisis de muestras gaseosas	83
3.1. Nariz electrónica	83
3.1.1. Análisis estadístico	84
3.2. Olfatómetro dinámico	85
3.3. Cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas (CG-MS)	86
3.3.1. Identificación de compuestos	87
4. Bibliografía	87
<b>MATERIALES Y MÉTODOS PERTENECIENTES A LA EMPRESA ODOURNET SL</b>	<b>89</b>
1. Introducción	89
2. Recogida de muestras gaseosas	91
3. Análisis de muestras gaseosas	93
3.1. Olfatometría dinámica	93

3.2. Cromatografía de gases- espectrometría de masas (GC-TOFMS)	95
<b>4. Bibliografía</b>	<b>96</b>
<b>BLOQUE I / SECTION I</b>	
<b>COMPOSTAJE EN PILAS: EMISIONES DE OLOR ASOCIADAS AL PROCESO</b>	<b>97</b>
<b>1. Introducción</b>	<b>97</b>
<b>2. Control y seguimiento del compostaje en pilas: minimización de las emisiones de olor</b>	<b>98</b>
<b>3. Determinación de emisiones de olor en pilas de compostaje</b>	<b>100</b>
<b>4. Inmisiones de olor de plantas de gestión de residuos: impacto y métodos de evaluación</b>	<b>101</b>
4.1. Modelos de dispersión de olor	102
4.2. Inspecciones de campo	105
4.3. Olfatómetro de campo	106
<b>5. Bibliografía</b>	<b>107</b>
<b>6. Artículos incluidos en el Bloque I</b>	<b>111</b>
6.1. Breve descripción del artículo <i>“Dynamic olfactometry for monitoring the aerobic stabilization of organic waste”</i>	111
6.1.1. Dynamic olfactometry for monitoring the aerobic stabilization of organic waste	113
6.2. Breve descripción del artículo <i>“Usual variables and odour concentration to evaluate composting process and odour impact”</i>	137
6.2.2. Usual variables and odour concentration to evaluate composting process and odour impact	139
6.3. Breve descripción del artículo <i>“Compost pile monitoring using different approaches: GC-MS, e-nose and dynamic olfactometry”</i>	169

6.3.3. Compost pile monitoring using different approaches: GC-MS, e-nose and dynamic olfactometry	171
------------------------------------------------------------------------------------------------------	-----

## **BLOQUE II / SECTION II**

### **TRATAMIENTO Y CONTROL DE OLORES 199**

#### **1. Introducción 199**

#### **2. Métodos de eliminación de olor 199**

##### 2.1. Métodos físicos 200

###### 2.1.1. Dilución 200

###### 2.1.2. Adsorción 200

##### 2.2. Métodos químicos 201

###### 2.2.1. Lavadores o Scrubbers 201

###### 2.2.2. Oxidación 203

###### 2.2.3. Neutralización 204

##### 2.3. Métodos biológicos 204

###### 2.3.1. Bioscrubbers 204

###### 2.3.2. Biofiltración 205

#### **3. Bibliografía 209**

#### **4. Artículos incluidos en el Bloque II 213**

##### 4.1. Breve descripción del artículo "Odour in composting processes at pilot scale: monitoring and biofiltration" 213

###### 4.1.1. Odour in composting processes at pilot scale: monitoring and biofiltration 215

##### 4.2. Breve descripción del artículo "*Dynamic Olfactometry to monitor the efficiency of an industrial biofilter*" 239

4.2.1. Dynamic olfactometry and GC-TOFMS to monitor the efficiency of an industrial biofilter	241
<b>CONCLUSIONES / CONCLUSIONS</b>	<b>271</b>
<b>NOMENCLATURA / NOMENCLATURE</b>	<b>279</b>
<b>PRODUCCIÓN CIENTÍFICA DE LA TESIS DOCTORAL / SCIENTIFIC PRODUCTION OF THE PhD THESIS</b>	<b>283</b>

***RESUMEN Y OBJETIVOS / SUMMARY AND OBJECTIVES***

---

## **RESUMEN Y OBJETIVOS**

Actualmente la contaminación atmosférica supone una amenaza significativa para la salud pública y el medio ambiente. Dicha contaminación ha sido una de las principales preocupaciones en Europa, por lo que se ha desarrollado un amplio marco normativo sobre calidad del aire. Sin embargo, en cuanto a la contaminación odorífera la normativa es ampliamente difusa, siendo los entes locales los que, finalmente, se ven enfrentados a las protestas sociales por problemas de olores.

El compostaje es una de las principales formas de tratamiento y reciclado de residuos orgánicos, que se impone frente a la incineración o el destino a vertedero, anteriormente utilizados de manera más común, lo cual se pone de manifiesto en el incremento de instalaciones de compostaje. Si bien, se ha producido un gran desarrollo tecnológico que ha favorecido la implantación de sistemas de compostaje cerrados junto a sistemas de biofiltración que permiten un mejor control del proceso y la minimización de emisiones, actualmente siguen predominando los sistemas de compostaje abiertos debido al menor coste de inversión requerido. El principal problema asociado a este tipo de sistemas de compostaje es la gran cantidad de emisiones de olor que se emiten a la atmósfera de manera incontrolada. Además, se podrían enumerar otras desventajas como una menor capacidad de control del proceso, la influencia de la climatología, el requerimiento de mayores tiempos para la obtención de un producto de calidad, etc.

En la presente memoria se recogen los resultados obtenidos en el estudio de las emisiones y olores procedentes de instalaciones de gestión de residuos orgánicos mediante el proceso de compostaje, llevado a cabo mediante diferentes tecnologías. Por otra parte, se ha evaluado el funcionamiento y la eficacia de biofiltros como sistemas de

eliminación de compuestos orgánicos volátiles (COVs) y olores tanto a escala piloto como industrial.

Este objetivo general se ha concretado en los siguientes objetivos específicos:

- Estudio de las emisiones de olor durante el proceso compostaje en sistemas abiertos (pilas) y en sistemas cerrados (túneles), utilizando dos tipos de residuos municipales biodegradables.
- Estudio de la viabilidad de utilizar la medida de emisión de olor como variable de seguimiento del proceso de compostaje.
- Estudio de las condiciones de biofiltración de olor y de COVs a escala piloto e industrial, para un mejor control de ambas emisiones.

Así, se ha diseñado la experimentación con el objeto de evaluar las emisiones de olor durante el proceso de compostaje llevado a cabo en sistemas abiertos a escala industrial (en concreto, en pilas con volteo) y realizar, paralelamente, un seguimiento del proceso mediante variables físico-químicas y respirométricas. El estudio se ha llevado a cabo en la planta de gestión de residuos municipales de Córdoba, que dispone de un sistema de recogida selectiva y realiza el compostaje en pilas de la fracción orgánica de residuos sólidos urbanos (FORSU) y de lodos procedentes de la estación depuradora de aguas residuales (EDAR) de dicha ciudad, con pilas de ambos tipos de residuos.

Los resultados obtenidos han demostrado que la olfatometría dinámica es una técnica capaz de medir la emisión de olor y utilizar ésta como variable de monitorización del proceso de compostaje, de forma autónoma o complementaria a las variables fisicoquímicas y respirométricas ya establecidas para dicho propósito. Además, esta técnica proporciona una información fundamental en la determinación de la estabilidad y la madurez del producto final.

Una vez comprobada la validez de la olfatometría dinámica y en consonancia con el impacto odorífero que causa la gestión de residuos orgánicos y las protestas de la sociedad afectada, se ha realizado una evaluación global de las emisiones de olor asociadas al proceso de compostaje desarrollado en dicha planta. El objetivo perseguido ha sido estimar el impacto odorífero del proceso de compostaje sobre núcleos poblacionales cercanos. Para ello, se ha utilizado un modelo de dispersión que ha permitido estimar el impacto odorífero bajo diferentes condiciones meteorológicas y en diferentes situaciones geográficas. Debido a que en la mayoría de los casos coexisten varios focos de emisión y en ocasiones no son focos puntualizados, evaluar el impacto odorífero de una actividad puntual suele ser bastante complicado. De ahí, la importancia de este estudio en el que la olfatometría dinámica y un modelo de dispersión sencillo permiten obtener una primera estimación de impacto de olor que mostrará la necesidad o no de realizar estudios más detallados con la utilización de modelos más complejos y costosos.

Con objeto de profundizar en la evaluación de emisiones de olor generadas en el proceso de compostaje en pilas a escala industrial, en colaboración con el Department of Environmental Sciences, University of Liège, Campus d`Arlon (Bélgica), se ha realizado un estudio de dichas emisiones durante el compostaje en pilas de restos vegetales. El estudio se ha llevado a cabo con la utilización de tres técnicas: cromatografía de gases-espectrometría de masas (GC-MS), olfatometría dinámica y nariz electrónica. La olfatometría dinámica permite determinar la concentración de olor ( $ou_E/m^3$ ) de una muestra, la GC-MS identifica los compuestos químicos volátiles que componen dicha muestra y, finalmente, los sensores que constituyen la nariz electrónica muestran mayor sensibilidad a una determinada familia de compuestos químicos. La utilización del



programa estadístico de Análisis de Componentes Principales (ACP) ha facilitado el tratamiento y la interpretación del gran volumen de datos recogidos por la nariz electrónica.

La realización de este estudio ha demostrado que la utilización de estas técnicas de manera simultánea aporta información complementaria de gran interés para comprender con mayor claridad la evolución de las emisiones de olor durante el proceso de compostaje.

A continuación, con objeto de estudiar las emisiones de olor generadas durante el proceso de compostaje en túneles y la eficacia de la biofiltración en la eliminación de las mismas, se han realizado dos estudios al respecto, a escala piloto e industrial.

En primer lugar, se ha estudiado el proceso de compostaje a escala piloto con la utilización de un respirómetro comercial unido a dos biofiltros de diferente composición, compost maduro y poda vegetal (*Populus*), respectivamente. Con este estudio se ha perseguido un doble objetivo: realizar una simulación del proceso de compostaje en túneles a escala industrial y comprobar la eficacia de los biofiltros en la eliminación de olor de las emisiones generadas durante dicho proceso. La olfatometría dinámica ha sido, una vez más, la técnica de seguimiento utilizada para el seguimiento de las emisiones de olor.

Los resultados obtenidos en este estudio pueden ser extrapolados a escala industrial con la finalidad de optimizar las distintas variables que intervienen en el proceso de compostaje, mejorar la calidad del producto final y minimizar las emisiones de olor generadas durante el proceso, minimizando así la carga odorífera a la que se someten los sistemas de eliminación de olor, generalmente asociados a estos sistemas de compostaje. Por otro lado, en el estudio del comportamiento de los biofiltros se han

obtenido elevadas eficacias de eliminación de olor, estando éstas notablemente afectadas por el contenido en humedad del material que los constituye.

Finalmente, en colaboración con la empresa Odournet S.L se ha evaluado el funcionamiento de un biofiltro industrial. El seguimiento de las emisiones de olor se ha realizado de manera simultánea con la utilización de olfatometría dinámica y cromatografía de gases-espectrometría de masas (GC-TOFMS). Los resultados de este estudio ponen de manifiesto la importancia de utilizar ambas técnicas de manera complementaria.

Debido a la gran cantidad de información obtenida mediante GC-TOFMS, se ha llevado a cabo un análisis de componentes principales que ha permitido determinar la influencia de cada una de las familias de COVs estudiadas en la variabilidad de la muestra. Finalmente, se ha conseguido predecir la concentración de olor de una muestra a partir de su composición química, seleccionando aquellos compuestos con límites de detección más bajos (del orden de ppb). Para ello, se ha utilizado una regresión de mínimos cuadrados parciales.

La determinación de problemas reales a escala industrial con la utilización de técnicas novedosas, como GC-TOFMS, permite buscar estrategias de actuación para la minimización de emisiones de olor. Dichas medidas, tanto preventivas como correctoras, reducirían el posible impacto sobre trabajadores y habitantes de poblaciones cercanas.



## **SUMMARY AND OBJECTIVES**

Today, air pollution is a significant threat to public health and the environment. Because air pollution is a major concern in Europe, a comprehensive policy framework on air quality has been developed. However, the regulations on odoriferous pollutants are very vague and local authorities are often forced to deal with complaints by members of the public arising from problems related to odour emissions.

Composting is one of the main processes used to treat and recycle organic waste, and has now become more common than incineration or landfilling, as reflected in the increasing number of composting facilities. While technological developments have favoured the implementation of closed composting systems equipped with biofiltration systems that allow for a better control of the process and minimize emissions, open composting systems continue to be more widespread due to their lower cost. However, the main problem associated with open composting systems is the large amount of odour emissions that are let into the atmosphere in an uncontrolled manner. These systems also have other disadvantages such as the difficulties involved in controlling the process, the effect of weather conditions, and the longer times needed to obtain a quality product, among others.

This report summarizes the results obtained in the study of emissions and odours produced by organic waste management facilities during the composting process using different technologies. Moreover, the study evaluates the performance and effectiveness of biofilters in removing volatile organic compounds (VOCs) and odours at both pilot and industrial scale.

This general objective has resulted in the following specific objectives:

- Study odour emissions during the composting process in open systems (piles or windrow composting) and closed systems (tunnels) using two types of biodegradable municipal waste.
- Study the feasibility of using odour emission measurements as a variable for monitoring the composting process.
- Study the conditions for the biofiltration of odours and VOCs at pilot and industrial scale to improve the control of both types of emissions.

To achieve these objectives, experiments were designed to evaluate odour emissions during the composting process in open systems at industrial scale (specifically, turned windrows), while simultaneously monitoring the process by means of physicochemical and respirometric variables. The study was performed at the municipal waste management plant of Cordoba, which is equipped with a separate collection system. Composting is carried out at the plant in windrows composed of the organic fraction of municipal solid waste (OFMSW) and sludge from the municipal wastewater treatment plant (MWTP), with windrows of both types of waste.

The results of the study demonstrate that dynamic olfactometry is a suitable technique for measuring odour emissions and that these emissions can be used as a variable to monitor the composting process either separately or in conjunction with the physicochemical and respirometric variables previously established for this purpose. Moreover, this technique provides important information for determining the stability and maturity of the final product.

After verifying the validity of dynamic olfactometry, and taking into account the odour impact caused by organic waste management and complaints by members of the public that are affected by the odour, an overall assessment was made of the odour

emissions generated by the composting process at the plant. The aim was to assess the odour impact of the composting process on nearby populations. To do so, a dispersion model was used to assess odour impact under different weather conditions and in different geographical locations. Given that several odour emissions may coexist and on occasion come from different sources, assessing the odour impact of a specific activity is usually a complex process. Hence the importance of this study using dynamic olfactometry and a simple dispersion model to obtain an initial estimate of odour impact, which can indicate whether or not it is necessary to conduct more in-depth studies using more complex and costly models.

In order to further analyse odour emissions generated in the process of windrow composting at industrial scale, a study of these emissions during windrow composting of plant debris was performed in collaboration with the Department of Environmental Sciences, University of Liège, Campus d'Arlon (Belgium). The study was conducted using three techniques: gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS), dynamic olfactometry and an electronic nose. Dynamic olfactometry permits measuring the odour concentration ( $ou_E/m^3$ ) of a sample, GC-MS identifies the volatile chemical compounds that comprise the sample, and finally the sensors of the electronic nose show greater sensitivity to a particular family of chemical compounds. Principal component analysis (PCA) software was used to process and interpret the large amount of data gathered by the electronic nose.

The study has shown that the simultaneous use of these techniques provides additional information of interest for understanding the evolution of odour emissions during the composting process.

In order to examine odour emissions generated during the tunnel composting process and the effectiveness of biofiltration in removing these odours, two studies were then performed at pilot and industrial scale.

First, the composting process was studied at pilot scale using a commercial respirometer connected to two biofilters of different composition: mature compost and plant prunings (*Populus*), respectively. The study pursued a twofold objective: to simulate the tunnel composting process at industrial scale and test the effectiveness of biofilters in removing the odour emissions generated during the process. Dynamic olfactometry was again used to monitor the odour emissions.

The results obtained in this study can be extrapolated at industrial scale to optimize the different variables involved in the composting process, improve the quality of the final product, and reduce the odour emissions generated during the process, thus minimizing the odoriferous load to which the odour removal systems are subjected; systems which are generally associated with composting. Furthermore, the study of the performance of the biofilters showed high odour removal efficiencies, and that such efficiencies are largely influenced by the moisture content of the material used.

Finally, in collaboration with the Odournet SL company, the operation of an industrial biofilter was evaluated. The odour emissions were monitored simultaneously with the use of dynamic olfactometry and gas chromatography-time of flight mass spectrometry (GC-TOFMS). The results obtained show the importance of using both techniques in a complementary manner.

Due to the large amount of information obtained through GC-TOFMS, a principal components analysis (PCA) was carried out. PCA allowed the determination of the influence of each VOCs family studied over the sample variability. Additionally, the odour

concentration of each sample was predicted from its chemical composition by selecting those VOCs with low detection limit (ppb). A partial least-squares (PLS) regression was used to reach this purpose

The evaluation of real problems at industrial scale through innovative techniques such as GC-TOFMS makes it possible to search for strategies to minimize odour emissions. These preventive and corrective strategies might reduce the potential impact on workers and inhabitants of surrounding areas.





## ***INTRODUCCIÓN / INTRODUCTION***

---

## **1. Problemática actual de la generación de residuos. Residuos orgánicos:**

### **tratamiento y valorización**

En un contexto europeo en el que la generación de residuos se encuentra en continuo incremento y en el que la actividad económica vinculada a la gestión de los mismos cobra cada vez mayor importancia, el Sexto Programa Comunitario en Materia de Medio Ambiente promueve la revisión de la legislación sobre residuos, la distinción clara entre residuos y no residuos y el desarrollo de medidas de prevención y gestión de residuos, además del establecimiento de objetivos. En el mismo sentido, la Comunicación de la Comisión de 27 de Mayo de 2003, “Hacia una estrategia para la prevención y el reciclado de residuos”; instaba a avanzar en su revisión.

Todo ello, lleva a la promulgación de la Directiva 2008/98/CE del Parlamento Europeo y del Consejo, de 19 de noviembre de 2008, sobre los residuos y por la que se derogan determinadas Directivas que son integradas en una única norma «Directiva marco de residuos». Esta Directiva proporciona el marco jurídico de la Unión Europea para la gestión de residuos y presta especial importancia a la prevención, es decir, al conjunto de medidas adoptadas antes de que un producto se convierta en residuo, con el objetivo de reducir tanto la cantidad y el contenido en sustancias peligrosas como los impactos adversos sobre la salud humana y el medio ambiente.

Esta Directiva se transpone al ordenamiento jurídico interno a través de la Ley 22/2011, de 28 de Julio, de residuos y suelos contaminados, que sustituye a la anterior vigente Ley 10/1998, de 21 de abril, de residuos. Esta nueva Ley promueve la implantación de medidas de prevención, la reutilización y el reciclado de los residuos y aspira a aumentar la transparencia y la eficacia ambiental y económica de las actividades

de gestión de residuos. Finalmente, incide en la reducción de emisiones de gases de efecto invernadero asociadas a este sector.

En España, de forma similar a otros países europeos, se ha producido un incremento en la generación de residuos. Con ello, se ha conseguido una mayor sensibilización de las administraciones, los sectores económicos y la sociedad que han dado lugar a un incremento de las infraestructuras para el tratamiento de los residuos, aunque no en todos los casos con el rendimiento esperado, así como, la consolidación de un sector empresarial especializado en la gestión de residuos (PNIR, 2008-2015). El sector industrial generó en España 50,5 millones de toneladas de residuos durante el año 2010, de las cuales 1,4 millones corresponden a la categoría de residuos peligrosos, según la Encuesta de Generación de Residuos en la Industria. De la cifra total de residuos, 31,7 millones de toneladas se generaron en industrias extractivas, 16,5 millones de toneladas en industrias manufactureras y 2,3 millones de toneladas en el sector energético. En cuanto a los residuos peligrosos, 0,8 millones de toneladas se generaron en el sector siderúrgico y otros productos metálicos y no metálicos y 0,4 millones en las industrias químicas y del caucho.

Los residuos no peligrosos alcanzaron los 49,1 millones de toneladas. La mayor parte de éstos correspondieron a los residuos minerales (36,9 millones de toneladas) y a los de la combustión (4,1 millones de toneladas). En la tabla 1.1 se detallan los residuos generados por el sector industrial en España en el año 2010, clasificados por tipos. A nivel de Andalucía, se generaron 2,7 millones de toneladas de residuos no peligrosos (5,5 % del total) y 92 mil toneladas (6,6 % del total) (INE 2012).

**Tabla 1.1.** Residuos generados por el sector industrial en 2010. Unidad: miles de toneladas

<b>Residuos generados</b>	<b>No peligrosos</b>	<b>Peligrosos</b>	<b>Total</b>
<b>Total</b>	<b>49.157,4</b>	<b>1.393,9</b>	<b>50.551,3</b>
01.1 - Disolventes usados	0,0	110,9	110,9
01.2 - Residuos ácidos, alcalinos o salinos	108,8	325,7	434,5
01.3 - Aceites usados	0,0	80,9	80,9
01.4+02.+03.1 - Residuos químicos	119,7	386,9	506,6
03.3 - Lodos y residuos líquidos procedentes del tratamiento de residuos	494,3	32,4	526,7
05 - Residuos sanitarios y biológicos	1,5	1,4	2,9
06 - Residuos metálicos	2011,1	0,0	2011,1
07.1 - Residuos de vidrio	163,1	0,4	163,5
07.2 - Residuos de papel y cartón	886,1	0,0	886,1
07.3 - Residuos de caucho	32,3	0,0	32,3
07.4 - Residuos de plástico	216,6	0,0	216,6
07.5 - Residuos de madera	537,9	1,5	539,4
07.6 - Residuos textiles	68,6	0,0	68,6
07.7 - Residuos que contienen PCB	0,0	6,3	6,3
08 - Equipos desechados	4,5	15,8	20,3
09 - Residuos animales y vegetales	1.947,7	0,0	2.109,3
10 - Residuos corrientes mezclados	1.171,9	12,6	1.216,1
11 - Lodos comunes	311,5	0,0	311,5
12 - Residuos minerales (no incluye 12.4 y 12.8)	36.867,7	51,6	36.919,3
12.4 - Residuos de la combustión	4.128,9	358,0	4.486,9
12.8+13 - Residuos solidificados y vitrificados	49,7	1,1	50,8

Dentro de una generalizada problemática sobre la producción de residuos, el tratamiento y valorización de los residuos orgánicos tiene una especial relevancia. Los residuos orgánicos son englobados en las categorías 09, 10 y 11 (Tabla 1.1) correspondientes a residuos animales y vegetales, residuos corrientes mezclados y lodos comunes, respectivamente. La tabla 1.2 muestra en qué tipos de residuos no peligrosos se clasifican cada una de estas categorías y los tipos de tratamientos a los que son sometidos. Entre las operaciones de recuperación indicadas se incluyen operaciones de

regeneración, reciclado y compostaje y se excluyen las operaciones de recuperación energética (INE, 2012).

**Tabla 1.2.** Tipos de gestión aplicada a residuos orgánicos no peligrosos. Unidades: toneladas

	Recuperación	Vertido	Incineración	Total
09.1. Residuos animales y de productos alimenticios mezclados	2.552.984	156.194	288.687	2.997.865
09.2. Residuos vegetales	558.474	81.858	16.863	657.195
09.3. Purín y estiércol	243.058	21.485	0	264.543
10.1. Residuos domésticos y similares	3.271	9.316.354	2.493.615	11.813.240
10.2. Materiales mezclado e indiferenciados	19.609	1.006.516	0	1.026.125
10.3. Residuos de separación	2.405.086	5.001.835	248.452	7.655.373
11. Lodos comunes	1.162.396	190.046	72.257	1.424.699

Tanto desde el punto de vista agrícola, medioambiental como del de recuperación de suelos, hay tres conceptos básicos que incitan a la reutilización de residuos orgánicos y derivados. Éstos son:

- Evitar la pérdida de recursos y de energía.
- Mejorar las propiedades del suelo, tanto físicas, como químicas y biológicas.
- Favorecer la vida, especialmente el desarrollo de la cubierta vegetal y el mantenimiento de la productividad de los suelos.

Con el objetivo prioritario de reducir el vertido de residuos biodegradables, surge el Real Decreto 1481/2001 que regula la eliminación de residuos mediante depósito en vertedero. Estimula la prevención en la generación de residuos así como la valorización

de los mismos e incluye cláusulas para reducir el vertido de residuos orgánicos, con objeto de evitar el daño causado por la difusión en el medio ambiente de productos de su descomposición (gases de vertedero, olores y lixiviados). Propone alternativas para la gestión de estos residuos, destacando como una de las más viables el compostaje. Acorde a la directiva 1999/31/CE, el Real Decreto 1481/2001 clasifica los vertederos, según la tipología de residuos, en vertederos para residuos peligrosos, para residuos no peligrosos y para residuos inertes.

Los procesos más ampliamente utilizados para el tratamiento de residuos orgánicos son los procesos biológicos, por los que se entiende la biometanización (proceso anaerobio) y el compostaje (proceso aerobio).

La **biometanización**, también conocida como digestión anaerobia, es un proceso biológico acelerado artificialmente, que tiene lugar en condiciones muy pobres de oxígeno o en su ausencia total, sobre sustratos orgánicos. Como resultado se obtiene una mezcla de gases constituida mayoritariamente por metano y dióxido de carbono y una corriente líquida donde se encuentran los componentes más difíciles de degradar, la mayor parte del nitrógeno y fósforo, así como diversos componentes minerales. La riqueza del biogás producido depende del material digerido y de las condiciones de operación.

El **compostaje** es un proceso biológico aerobio (con presencia de oxígeno) que, bajo condiciones de ventilación, humedad y temperatura controladas, transforma los residuos orgánicos degradables en un material estable e higienizado llamado compost, que se puede utilizar como enmienda orgánica. El proceso de compostaje imita la transformación de la materia orgánica en la naturaleza, y permite homogenizar los

materiales, reducir su masa y su volumen e higienizarlos. Este tratamiento favorece el retorno de la materia orgánica al suelo y su reinserción en los ciclos naturales.

Actualmente, en Europa están siendo implantados los procesos de tratamiento Mecánico-Biológicos, en los que el residuo es tratado mediante combinación de una separación mecánica y un tratamiento biológico. Estos procesos suelen estar constituidos por tres etapas: una **etapa mecánica** de reducción del tamaño del residuo y separación de materiales reciclables, una **etapa biológica** de biometanización o compostaje del residuo y una **etapa de bio-estabilización** en la que se segregan los diferentes productos para diferentes aplicaciones. Los principales objetivos de la utilización de estos métodos son:

- Extraer de los residuos iniciales los materiales impropios voluminosos o que pueden generar problemas en los procesos posteriores,
- Separar y recuperar los residuos valorizables,
- Preparación y acondicionamiento de los residuos para el tratamiento biológico posterior y, finalmente, estabilizar la materia orgánica. En el caso de la biometanización, obtener biogás que puede tener un aprovechamiento energético,
- Acondicionar los flujos de salida de los procesos para su destino final o valorización,
- A consecuencia de los dos puntos anteriores, disminuir el rechazo saliente de planta y su biodegradabilidad (Ministerio de Agricultura, Alimentación y Medio Ambiente, 2013).



## 2. Tratamiento de residuos orgánicos mediante compostaje

El compostaje es una tecnología muy versátil y adecuada para el tratamiento de residuos orgánicos tanto en distintos entornos socioeconómicos como en diferentes ubicaciones geográficas. A pesar de la amplia gama de tecnologías, desde el simple compostaje doméstico hasta los sistemas de alta tecnología centralizados pueden llevarse a cabo de una forma relativamente simple. Además, este tratamiento tiene una elevada aceptación social en comparación con otras tecnologías, como la incineración o el depósito en vertedero. Aún así, puede observarse en la Tabla 2.1 que actualmente en España una gran cantidad de residuos siguen siendo incinerados o dirigidos a vertedero.

**Tabla 2.1.** Cantidad de residuos urbanos tratados según tipo de instalación, 2011

Instalaciones de Tratamiento y eliminación	Nº centros	Entrada (tonelada/año)
Instalaciones de clasificación de envases	93	654.544
Instalaciones de triaje y compostaje	4	579.709
Instalaciones de compostaje de F. orgánica recogida selectivamente	45	722.831
Instalaciones de triaje y compostaje	62	7.699.833
Instalaciones de triaje, biometanización y compostaje	22	2.848.994
Instalaciones de incineración *	10	2.208.963
Vertederos **	140	14.628.946

\*,\*\* Las cantidades que entran en las instalaciones de incineración y vertido llevan incorporada las cantidades provenientes del rechazo de las plantas de tratamiento.

Cabe destacar, que la eficacia del proceso de compostaje en la obtención de un compost de alta calidad que respete los estándares y que sea apto para la venta y uso, está especialmente condicionada por la separación en origen de los residuos biodegradables. La separación en origen permite obtener una materia prima limpia, de

alta calidad para el compostaje y, por lo tanto, la perspectiva de un producto final no contaminado. La calidad del compost está estrechamente relacionada a su estabilidad y madurez, las cuales no pueden ser determinadas por una simple variable (Bernal et al., 2009). Diversas variables como la temperatura, la pérdida de materia orgánica, la relación C/N, capacidad de intercambio catiónico, el índice de humidificación y el índice de germinación de semilla, han sido propuestos por diversos autores para evaluar la estabilidad del compost. A pesar de todos los métodos descritos para determinar el grado de madurez y estabilidad del compost, no puede ser utilizado un único método de manera universal a todos los compost debido a la variación del material y de la tecnología empleada para el desarrollo del proceso de compostaje (Benito et al., 2003; Ko et al., 2008 y Chang y Chen, 2010).

### **2.1. Variables esenciales en el proceso de compostaje**

El compostaje es un proceso microbiológico por lo que es de vital importancia comprender los factores que afectan a la vida de los microorganismos en el compost. Las variables fisicoquímicas que deben ser consideradas son humedad, oxígeno, temperatura, pH, contenido en materia orgánica, contenido en nitrógeno y fósforo, relación C/N y actividad microbiológica. Este conjunto de variables permiten determinar la sucesión de etapas características del proceso de compostaje.

**Humedad:** Durante la fase activa del compostaje, el contenido en humedad decrece de un 56% a un 38%, produciéndose la mayor reducción durante los seis primeros días, debido fundamentalmente a los procesos de volteo y aireación del material y a la elevación de la temperatura. Durante la mayor parte de la fase activa del proceso, el contenido de humedad debe de mantenerse próximo al 45% (Said-Pullicino et al., 2007).

Según el Real Decreto 824/2005, para que el compost final pueda ser comercializado como enmienda orgánica, debe tener un contenido mínimo de humedad entre 30-40%. Dicho criterio se modifica en el recientemente publicado Real Decreto 506/2013, en el cual se establece que el contenido en humedad debe ser inferior al 40%.

**Oxígeno:** El compostaje es un proceso aerobio, por lo que la presencia de oxígeno en el material es un aspecto fundamental. De hecho, el desarrollo de condiciones de anaerobiosis en el material no solo ralentiza el proceso de compostaje, sino que además tienen lugar riesgos asociados a la generación de sustancias que causan mal olor.

**Temperatura:** La temperatura es un factor clave para el desarrollo del proceso de compostaje que determina los sucesivos intervalos de tiempo en los que se producen cambios durante el proceso (Gallardo et al., 2007). La evolución de la temperatura viene dada por el calor generado debido a la actividad microbológica y el balance energético dado mediante procesos de conducción, convección y radiación.

**pH:** La importancia del pH radica en que condiciona las familias de microorganismos que actúan en cada etapa del proceso de compostaje, ya que determina la solubilidad y disponibilidad de nutrientes. El proceso de compostaje se caracteriza por una etapa inicial de pH ácido debido a la presencia de ácidos orgánicos de cadena corta, presentes en el residuo sólido, y generados por degradación biológica en esta fase inicial. Una acidificación excesiva podría inhibir la actividad microbológica (Beck-Friis et al., 2001). Tras esta etapa inicial, caracterizada por la generación de elevadas emisiones de olor, se produce una progresiva basificación debido al consumo de compuestos ácidos y la consecuente generación de amoníaco y ácidos orgánicos volátiles.

**Conductividad eléctrica:** Indica la salinidad de un compost y aporta información sobre su aptitud para ser utilizado en suelos agrícolas, debiendo ser su conductividad no superior a 2 mS/cm, para no provocar toxicidad a las plantas. El proceso de compostaje se caracteriza por una progresiva disminución de la conductividad debido a la pérdida de sales por lixiviación.

**Materia orgánica:** A lo largo del compostaje el contenido en materia orgánica (MO) debe ir disminuyendo, en más o menos proporción, en función del desarrollo del proceso pero también del tipo de material orgánico y de su degradabilidad. El compost u otros materiales orgánicos con pretensión de ser aplicados al suelo deben presentar contenidos destacables de materia orgánica pero, paralelamente, un elevado porcentaje de ésta debe ser resistente a la descomposición biológica. Según el Real Decreto 506/2013, el contenido mínimo en materia orgánica del compost varía en función del origen del mismo, siendo, a modo de ejemplo, de un 40% en compost vegetal y un 35% en compost de estiércol. El contenido en materia orgánica de un compost es importante debido a que influye sobre sus propiedades físicas. Sin embargo, a pesar de la trascendencia de los niveles de MO, es indispensable conocer además su estabilidad (López et al., 2010).

**Relación C/N:** La relación inicial C/N es uno de los factores más importantes que influyen la calidad del compost. En general, se consideran ideales para el compostaje relaciones C/N iniciales comprendidas entre 25-30, aunque depende de la materia prima utilizada. Diversos estudios obtienen mayor cantidad de compost con valores iniciales de la relación C/N inferiores (Zhu, 2007; Ogunwande et al., 2008 and Kumar et al., 2010), aunque también se ven incrementadas las pérdidas de nitrógeno, fundamentalmente, en forma de gas amonio.

**Contenido en nitrógeno y fósforo:** La determinación del contenido en nitrógeno y fósforo de un material orgánico, así como, de las diferentes formas químicas en que se presentan, está relacionado con el origen del material, con el tratamiento recibido y con su posible uso. En el compostaje de materiales orgánicos se pretende estabilizar la materia orgánica a la vez que conservar al máximo el nitrógeno y el fósforo iniciales, ya que su contenido es importante en la valoración y uso del compost y su pérdida puede generar problemas ambientales importantes. La pérdida de compuestos nitrogenados en forma amoniacal, es una fuente importante de emisiones olorosas en el proceso de compostaje.

**Índices respirométricos:** La estabilidad de un proceso de compostaje viene determinada por la actividad microbiológica, entre el resto de variables mencionadas anteriormente. Dicha actividad puede ser definida por los índices respirométricos. El índice de respiración de un biosólido viene definido por el oxígeno consumido o el dióxido de carbono producido por la actividad microbiológica, en condiciones aerobias, y puede ser medido mediante diferentes técnicas respirométricas. Entre estas técnicas se pueden diferenciar: técnicas **estáticas en fase líquida** (Chica et al., 2003) en las que la muestra se suspende en agua y se determina el oxígeno disuelto, **técnicas estáticas en fase sólida** (Gea et al., 2004) en las que la muestra se introduce en un sistema cerrado en el que el consumo de oxígeno se mide mediante el decrecimiento de la presión parcial del mismo y técnicas dinámicas en fase sólida (Adani et al., 2004; 2006) en las que se hace pasar aire a través de la muestra, situada en un sistema, y el consumo de oxígeno se mide como la diferencia entre la concentración de oxígeno a la entrada y salida del sistema.

**Contenido en metales:** La acumulación de metales pesados en el suelo tiene importantes consecuencias en la cadena alimenticia, la toxicidad en las plantas y los procesos microbiológicos del suelo, siendo fundamental controlar el contenido en metales pesados de las enmiendas o compost que se aplican al suelo.

Los metales pesados son ampliamente utilizados en la industria y en la construcción por lo que son transferidos a residuos orgánicos. Hay gran variedad de fuentes que transfieren metales pesados a los residuos sólidos urbanos o a lodos de depuradora como baterías, plásticos, pinturas y disolventes, así como, productos cosméticos y medicinales. Además, durante el compostaje el contenido en metales pesados se incrementa debido a la degradación microbiológica de la materia orgánica y la pérdida de sólidos volátiles. Los metales que suelen encontrarse en el compost a niveles elevados son zinc, cobre, níquel, cadmio, plomo, cromo y mercurio (Smith, 2009).

## **2.2. Etapas del proceso de compostaje**

El proceso de compostaje se caracteriza por evolucionar a través de las siguientes etapas (Moreno y Moral, 2008):

### *2.2.1. Etapa mesófila*

Es la etapa más dinámica del proceso de compostaje, en la cual se produce un acusado incremento de la temperatura (de 10 a 40°C), así como, la degradación de los compuestos orgánicos más simples y de fácil degradación (azúcares y aminoácidos) como consecuencia de la actuación de bacterias y hongos mesófilos y termotolerantes. A su vez, se produce una disminución del pH, debido a la descomposición de lípidos y glúcidos en ácidos orgánicos y las proteínas en aminoácidos. En esta etapa la relación C/N es de

especial importancia ya que el carbono es el aporte energético de los microorganismos y el nitrógeno es esencial para la síntesis de nuevas moléculas. Como resultado del elevado incremento de la actividad microbiana, la descomposición de compuestos orgánicos y la disminución del pH, también se produce un fuerte incremento de las emisiones de olor generadas durante el proceso.

### *2.2.2. Etapa termófila*

Se caracteriza por desarrollarse bajo elevadas temperaturas (45-60°C) que permiten únicamente la proliferación de bacterias termófilas, inhibiendo la actividad de bacterias mesófilas, hongos y levaduras. El decrecimiento de la actividad microbiana hace que el incremento de la temperatura no sea tan pronunciado como en la etapa anterior. La degradación de los ácidos obtenidos en la etapa anterior provoca el incremento del pH pasando desde 5,5 hasta 7,5, con la consiguiente alcalinización. En esta etapa se alcanzan las mayores emisiones de olor generadas durante el proceso de compostaje.

### *2.2.3. Etapa de enfriamiento y maduración*

Se produce una disminución de la temperatura hasta temperatura ambiente. Es la etapa en la que el material se encuentra más estable y humidificado, por lo que proliferan de nuevo la comunidad mesófila de la fase inicial, hongos y actinomicetos capaces de degradar compuestos complejos. Estas bacterias realizan actividades importantes en la maduración del compost como la oxidación de la materia orgánica, hidrógeno, amonio, nitrito y sulfuros, fijación del nitrógeno, reducción de sulfatos, producción de exopolisacáridos y producción de nitritos a partir de amonio, bajo condiciones heterotróficas. Como consecuencia de esta actividad microbiológica, en esta etapa

decrecen de manera acusada las emisiones de olor y el compost va adquiriendo un aspecto similar al de un suelo, además ya no debemos reconocer los residuos iniciales.

### **2.3. Sistemas de compostaje: Clasificación**

La selección del sistema de compostaje más adecuado depende de una amplia relación de criterios a evaluar entre los que se puede destacar, costes de inversión, superficie requerida, control de la aireación y de olores, el clima de la zona, dificultades constatadas y capacidad de tratamiento.

La clasificación más común de las diferentes tecnologías empleadas en procesos de compostaje, se realiza en base al aislamiento del material a compostar con respecto al exterior, diferenciándose así: sistemas abiertos, semi-cerrados y cerrados.

Debido a que la aireación del material a compostar gobierna sobre muchos de los aspectos de operación del sistema de compostaje, cabe destacar que la aireación puede darse de forma pasiva o mediante aireación forzada.

La *aireación pasiva o natural* se lleva a cabo por difusión molecular, viento y convección térmica. La difusión molecular se produce siempre que haya una diferencia de concentración de un componente entre dos medios, transfiriéndose en este caso oxígeno desde el ambiente al material compostable y dióxido de carbono en sentido inverso. Este proceso se produce de manera constante para corregir los desequilibrios entre ambos medios (Haug, 1993). Con respecto al viento, únicamente hay observaciones empíricas de operarios de planta de que en periodos de más viento se favorece la transferencia de oxígeno (Rynk y Richard, 2004). Finalmente, la convección térmica es, probablemente, la principal responsable de la aireación pasiva y consiste en que el calor generado durante la



fermentación libera gases de la masa de compostaje creando un vacío que hace que el aire fresco penetre (Lynch y Cherry, 1996). La mayoría de los sistemas de compostaje en los que se lleva a cabo la aireación pasiva implican, normalmente, una agitación o volteo periódico de los materiales.

La *aireación forzada* consiste en un suministro mecánico de aire que puede llevarse a cabo mediante la utilización de soplantes, que hacen pasar aire a través del material, o mediante aspiración absorbiendo el aire a través de los materiales del exterior. El aporte de aire puede ser continuo o intermitente, aunque se reduce la fluctuación de temperatura y oxígeno de la masa a compostar cuando se ventila de manera continuada.

### *2.3.1. Sistemas abiertos*

En general, los sistemas abiertos comportan un menor coste económico y tienen un manejo e instalación más sencillos, con la desventaja de la influencia del clima, propagación de olores e invasión de insectos y roedores.

#### *2.3.1.1. Pilas o hileras con volteo*

Esta técnica se caracteriza por remover de forma periódica la pila con la finalidad de homogeneizar la mezcla, su temperatura, controlar su humedad y aumentar la porosidad de la pila, evitando condiciones de anaerobiosis en el interior de la misma. La frecuencia del volteo necesaria, viene condicionada por el tipo de material, la humedad y la rapidez con la que se pretende realizar el proceso. Al tratarse de un sistema discontinuo, se producen oscilaciones en los niveles de humedad, oxígeno y temperatura, desfavorables para el desarrollo de las reacciones de actividad microbológica. Esto hace que el proceso

sea lento y se requieran largos periodos para conseguir adecuados niveles de estabilización.

### *2.3.1.2. Pilas estáticas aireadas*

En este sistema, los materiales se colocan sobre un conjunto de tubos perforados conectados a un sistema que aspira o insufla aire a través de la pila. El aporte de oxígeno a la pila permite enfriar la pila y eliminar vapor de agua, CO<sub>2</sub> y otros productos de descomposición. Los componentes de una pila estática aireada incluyen: una red de distribución de aire, una capa base de un material poroso, el material a compostar, una capa externa de material estable (compost maduro) y un sistema de control y suministro de aire. Una vez se constituye la pila, no se toca, en general, hasta que la etapa activa de compostaje se haya completado. Por este motivo, al constituir la pila deben ser adecuadamente mezclados.

### *2.3.2. Sistemas semi-cerrados*

En estos sistemas, el proceso se lleva a cabo en una nave cubierta y cerrada que dispone de un sistema de extracción del aire interior de la nave hacia el exterior. Este aire suele ser conducido y tratado en un biofiltro. El sistema más conocido es el de las trincheras o calles en las que el material se coloca en muretes longitudinales y son volteados por distintos procedimientos.

#### *2.3.2.1. Trincheras o canales semi-cerrados*

El proceso de compostaje se desarrolla en una serie de canales abiertos que permiten la circulación, por encima, de una máquina volteadora de la pila de compostaje y que la hace avanzar unos 3-4 metros cada vez. El material fresco llega a través de unas

cintas transportadoras. Esta disposición permite realizar un seguimiento de la humedad, el nivel de oxígeno y la temperatura con las mejoras que supone el volteo periódico con riego simultáneo y la posibilidad de airear de manera selectiva en función de las necesidades del material acorde a su madurez.

### *2.3.3. Sistemas cerrados*

Los sistemas cerrados conllevan una infraestructura más complicada y costosa que los sistemas abiertos, al tener que realizar una instalación cerrada y emplear una maquinaria quizá más compleja, siendo más ventajosos medioambientalmente, ya que permiten controlar el proceso y las emisiones generadas durante el mismo. Además, permiten acortar, en muchos casos, el periodo de compostaje.

#### *2.3.3.1. Túneles estáticos*

Un túnel estático es un contenedor de hormigón u otros materiales en el que se introduce el material a compostar llenando unos dos tercios de la altura del túnel. Disponen de un sistema de aireación forzada, normalmente a través de ranuras en el suelo, de sondas de temperatura, de humedad y del nivel de oxígeno; recogida de gases y de lixiviados; y sistema de riego. Suelen ser utilizados para llevar a cabo la primera etapa del compostaje que es la más enérgica de la fermentación y en la que se requiere mayor aporte de oxígeno y agua, también en ella, la generación de gases y olores es más elevada.

### *2.3.3.2. Tambores o cilindros rotatorios*

Consisten en cilindros de pequeño diámetro pero de gran longitud, dispuestos de manera horizontal con una ligera inclinación. Giran en torno a su eje principal permitiendo el volteo del material en su interior de forma continua o intermitente.

Cuando el cilindro funciona de manera continuada, el material suele ser introducido por un lado del cilindro mediante cintas transportadoras y el compost ya fermentado se recoge por el lado opuesto. Si el sistema funciona en discontinuo, la carga de material se efectúa por lotes y el tiempo de residencia y la temperatura pueden ser controlados y registrados en continuo. Dependiendo del diseño, estos sistemas permiten controlar temperatura de la masa, tiempo de proceso, volteos e inyección y extracción de aire (Canaleta, 2005).

Las principales ventajas de utilizar este tipo de sistemas son el elevado grado de control y la flexibilidad del proceso debido a la posibilidad de tratamiento de diferentes materias primas con diferentes necesidades de agua y aire. La principal desventaja es el elevado coste de la inversión inicial en comparación con otras tecnologías.

## **2.4. Principales materias primas empleadas en el proceso de compostaje**

Son muy diversos los materiales orgánicos que son biodegradables y, por lo tanto, pueden ser empleados en el proceso de compostaje. Debido a que la naturaleza y características de estos residuos son muy diversas, en la mayoría de los casos, el compostaje de la mezcla de diferentes residuos es más eficiente que si dichos residuos se compostan de forma individualizada. Las materias primas más comúnmente utilizadas en el proceso de compostaje son, la fracción orgánica de los residuos sólidos urbanos

(FORSU) y lodos de depuradora de aguas residuales. Sin embargo, en la actualidad se emplean muy diversos materiales entre los que podemos destacar:

- **Restos de cosecha:** son más empleados los restos vegetales jóvenes, como hojas, frutos y tubérculos, por ser más ricos en nitrógeno. Entre los restos de cosecha pobres en nitrógeno podemos destacar malas hierbas, siegas de césped, hojas, restos de poda, etc. El principal inconveniente de estos residuos es su alto contenido en material lignocelulósico, el cual es difícilmente degradado por los microorganismos por lo que se requiere de largos periodos de compostaje.

- **Restos animales:** Restos de mataderos y estiércol animal. Destaca el estiércol de vaca, aunque otros de gran interés son la gallinaza, conejina o sirle, estiércol de caballo, de oveja y los purines. Actualmente, la aplicación en suelos de abonos o enmiendas procedentes de restos animales viene regulada por el Reglamento (CE) nº 1069/2009 sobre subproductos animales.

- **Plantas y algas marinas:** Anualmente se recogen en las playas grandes cantidades de fanerógamas marinas como Posidonia oceánica, que pueden emplearse como materia prima para la fabricación de compost ya que son compuestos ricos en N, P, C, oligoelementos y biocompuestos cuyo aprovechamiento en agricultura, como fertilizante verde, puede ser de gran interés. También pueden emplearse numerosas especies de algas marinas, ricas en agentes antibacterianos y antifúngicos y fertilizantes para la fabricación de compost.

### **3. Problemática de las emisiones de olor asociada a procesos de compostaje**

A pesar de las indudables ventajas del proceso de compostaje, también tiene asociadas algunas desventajas. Entre ellas, cabe destacar la generación de emisiones de compuestos volátiles, asociadas generalmente a malos olores, en cuyo estudio se centra este trabajo. Indudablemente, un control adecuado de las emisiones generadas en el proceso de compostaje, es una de las tareas más difíciles de llevar a cabo. En algunos casos, costosos rediseños de instalaciones han sido necesarios para solventar problemas de olor y mejorar la relación con poblaciones vecinas. En otros casos, numerosas instalaciones han sido cerradas debido a su generación de olor.

El proceso de compostaje requiere de la actividad microbiana para una efectiva degradación de la materia orgánica y poder formar un producto final relativamente estable.

Tanto los residuos orgánicos, que están colonizados por una abundante y variada flora microbiana, como el propio sistema de compostaje, son claros focos emisores potenciales de microorganismos. Por tanto, su manejo, y en especial, las operaciones que implican agitación o movimiento del material, originarán la liberación de parte de los microorganismos al aire, bien de forma individual, formando agregados, o adheridos a restos orgánicos de los residuos. Así, las principales actividades generadoras de bioaerosoles serán el transporte y descarga de los residuos, las operaciones de trituración, el volteo en las pilas de compostaje y, por último, el cribado del compost maduro.

Por otro lado, los fenómenos de descomposición de la materia son los que más contribuyen a la generación de emisiones de olores intensos, concentrándose los puntos

de origen principalmente en las áreas de recepción, acopio y trituración; en la zona de compostaje, especialmente durante la fase termofílica y operaciones de removilización. Los lixiviados generados durante el proceso también generan gran cantidad de emisiones de olor, siendo el principal foco emisor las áreas de almacenamiento.

De este modo, tan pronto como se produzca la recepción de la materia en la planta de compostaje se producirán emisiones de COVs (butanona, hexanona, etc.) a los que acompañarán compuestos sulfurados, de olor intenso, formados principalmente en condiciones anaerobias debido a una aireación insuficiente y/o incompleta, mientras que los procesos de degradación incompletos, producirán emisiones de alcoholes, cetonas, ésteres y ácidos grasos.

### **3.1. Evolución de la normativa vigente en cuanto a emisiones de olor**

Pese a la existencia de previas directivas europeas que evalúan y gestionan la calidad del aire, es la *Directiva 96/61/CE DEL CONSEJO, de 24 de Septiembre de 1996, relativa a la prevención y al control integrado de la contaminación (IPPC)*, la primera en establecer la obligatoriedad de inclusión en el proyecto básico de las medidas para prevenir o corregir la contaminación odorífera, además de la cuantificación de las emisiones previstas y tecnologías de tratamiento para minimización. Esta directiva es traspuesta al ordenamiento jurídico español mediante la *Ley 16/2002*.

También cabe mencionar el *Reglamento RAMINP Decreto 2414/1961, de 30 de noviembre, de Actividades Molestas, Insalubres, Nocivas y Peligrosas*. En su artículo 3, se definen las actividades molestas como aquellas que “constituyan una incomodidad por los ruidos o vibraciones que produzcan o por los humos, gases, olores, nieblas, polvos en suspensión o sustancias que eliminen”. En dicho artículo, se da la referencia de una

distancia mínima de 2 km a núcleo habitado, que ha sido un criterio generalizado para la implantación de infraestructuras ambientales de relevancia, así como numerosa jurisprudencia en casos de conflictos de origen ambiental por emisiones u olores.

El desarrollo tecnológico y social hace obsoletas muchas de las medidas que propone el RAMINP, aunque también existen lagunas muy importantes en problemáticas específicas, como la de los olores, aquí tratada.

La normativa es pues extremadamente difusa, siendo al final los entes locales los que se ven más frecuentemente enfrentados al problema derivado de las protestas de tipo social por olores.

En España, hasta una época relativamente reciente, debido al bajo número de infraestructuras locales y su relativo alojamiento de zonas pobladas, la presión ciudadana y social debida a las emisiones y olores venía siendo baja. Sin embargo, en la última década se combinan el aumento de instalaciones de tratamiento de residuos, el desarrollo urbanístico que se aproxima a instalaciones existentes y el aumento del nivel y calidad de vida, lo que produce frecuentes protestas y reclamaciones de la población (Sironi et al., 2007).

A estos factores, debe añadirse la subjetividad del olor y, por lo tanto, la dificultad de su determinación y control junto con la ausencia de una técnica contrastada para analizar este problema. Ante esta problemática, en la Unión Europea el comité TE-264 sobre "Calidad del aire", elabora la norma EN-13725 publicada en 2003, cuya versión española es publicada en 2004, que establece la Olfatometría Dinámica como la técnica para determinar la concentración de olor, en términos de unidades de olor Europeas por metro cúbico ( $ou_E/m^3$ ).



Finalmente, en España surge la Ley 34/2007 sobre Calidad del Aire y Protección de la atmósfera, que regulará los niveles de calidad del aire, tanto del aire ambiente urbano como de emisiones industriales. Sin embargo, esta ley no impone restricciones referentes a emisiones de olor.

A nivel de comunidades autónomas, resaltar la existencia de un borrador del anteproyecto de ley de la Generalitat de Cataluña de 2005 contra la contaminación odorífera, cuyo carácter es básicamente preventivo sobre las actividades potencialmente generadoras de contaminación odorífera. En este sentido la Ley fija valor objetivo de inmisión de olor a alcanzar por las actividades en las áreas que requieren más protección contra el olor, como zonas residenciales, mediante el uso de la mejor tecnología disponible y la aplicación de buenas prácticas de gestión, o bien con la implantación de medidas correctoras.

Por su parte, Andalucía publica el Decreto 239/2011 por el que regula la calidad del medioambiente atmosférico y se crea el Registro de Sistemas de Evaluación de la Calidad del Aire de Andalucía (Martínez et al., 2003). En este decreto, se menciona la norma europea EN 13725 y se define el olor haciendo mención de sus características: concentración, intensidad, carácter y tono hedónico. Además, el artículo 19 menciona que personas o entidades titulares de actividades que generen emisiones de olor molestas, previamente o iniciada la actividad, pueden ser requeridas para evaluar la incidencia, afectación e impacto generados en su entorno. En estos supuestos, el órgano competente podrá requerir a los titulares de las instalaciones un estudio en el que se identifiquen y cuantifiquen las sustancias generadoras de olor y se implanten medidas correctoras.

### 3.2. Conceptos básicos asociados al olor

El ciclo de percepción del olor comienza en la emisión de una determinada sustancia o mezcla de sustancias que son transportadas y diluidas en el aire (transmisión), dando lugar a una situación de inmisión. Finalmente, son inhaladas por la respiración mediante el sistema olfativo, a través del cual el cerebro genera una respuesta que es la sensación de olor. Un ser humano tiene alrededor de 10-25 millones de células olfativas aunque la sensibilidad al olor varía ampliamente entre los individuos de modo que, los seres humanos perciben olores y sensaciones muy diferentes y ante los mismos compuestos pueden resultar agradables o molestos (Bidlingmaier y Müsken, 2007).

El **olor** puede ser definido como la sensación resultante de la recepción de un estímulo por el sistema sensorial olfativo. La manera en que es evaluada la respuesta humana a un olor depende de la propiedad sensorial particular que se está midiendo, incluyendo la *Concentración, Intensidad, Carácter y Tono Hedónico*.

La **concentración de olor**, definida por la norma EN-13725 como el número de unidades de olor por metro cúbico en condiciones normales ( $ou_E/m^3$ ). Una unidad de olor europea es la cantidad de sustancia(s) olorosa(s) que, cuando se evapora  $1m^3$  de gas neutro en condiciones normales, origina una respuesta fisiológica de un panel (umbral de detección) equivalente al que origina una Masa de Referencia Europea (MORE) evaporada en  $1m^3$  de un gas neutro en condiciones normales.

Sin embargo, la concentración de olor no da mucha información sobre el grado en que el olor es molesto, es la **intensidad de olor** la que permite determinar la fuerza con la que se percibe la sensación de olor.

La relación entre la intensidad de olor ( $I$ ) y la concentración ( $C$ ), viene dada por la ley de Stevens:

$$I_{\text{percibida}} = k \cdot C^n$$

Donde:

$I$  es la intensidad del olor expresada en ppm de n-butanol

$C$  es la concentración de olor expresada en número de diluciones

$k$  y  $n$  son constantes que varían para un olor específico o mezcla de olores.  $n$  varía aproximadamente entre 0,2 y 0,8, dependiendo de la sustancia olorosa; es una variable crítica como indicador de la efectividad relativa de la dilución para el control de un determinado olor.

A modo de ejemplo, para una sustancia con un valor de  $n$  de 0,2, cuando se produce una disminución de su concentración de diez veces, su intensidad disminuye tan solo un factor de 1,6.

Por otro lado, el **carácter o calidad de un olor** es aquella propiedad que identifica un olor y lo diferencia de otros olores con la misma intensidad. La calidad de un olor es caracterizada mediante un método conocido como escalado multidimensional o perfilado. St. Croix Sensory (1999) divide los caracteres de un olor en ocho categorías: floral, afrutado, vegetal, medicinal, químico, olor a pescado, olor ofensivo y olor a tierra húmeda.

Finalmente, el **tono hedónico** es la propiedad de un olor relativa a su agrado o desagrado, es decir, es un juicio de categoría del placer o no-placer relativo del olor.

Además de estas propiedades intrínsecas de los olores, hay otros parámetros relacionados con el olor de cierta importancia como la persistencia o la frecuencia con la que se detecta un olor.

### **3.3. Principales Compuestos Orgánicos Volátiles (COVs) asociados a procesos de compostaje**

Los olores que se generan en plantas de tratamiento aerobio de residuos se deben principalmente a la emisión de COVs. Esta emisión está vinculada sobre todo a las fases iniciales del proceso de compostaje aunque comienzan en la fase de recepción de residuos. El conocimiento de los COVs que puedan contribuir al olor de un ambiente laboral, puede ayudar a evitar su generación en el proceso productivo mediante un control o neutralización de los mismos.

En la tabla 3.3.1, se muestran algunos de los COVs más representativos generados durante el proceso de compostaje (Gallego et al., 2012).

**Tabla 3.3.1.** Algunos COVs asociados al proceso de compostaje

<b>Familias de compuestos químicos</b>	<b>Compuestos</b>
Hidrocarburos alifáticos	n-Decano
Hidrocarburos aromáticos	Tolueno
Alcoholes	Etanol Isopropanol 1-Metoxi-2-Propanol 2-Butanol
Cetonas	Metiletilcetona
Ésteres	Acetato de etilo Propionato de etilo
Aldehídos	Acetaldehído
Ácidos	Ácido acético Ácido hexanoico
Terpenos	$\alpha$ -Pinoeno $\beta$ -Pinoeno Limoneno $\beta$ -Mirceno

A pesar de las emisiones olorosas y desagradables generadas en este tipo de actividades, en la mayoría de los casos los compuestos orgánicos analizados se encuentran por debajo de los valores límite ambientales recomendados por el Instituto Nacional de Seguridad e Higiene en el Trabajo (INSTH) para ambientes de trabajo.

Por otro lado, cabe mencionar la generación de compuestos de azufre de olor intenso como ácido sulfhídrico, metanotiol o sulfuro de dimetilo (Prieto, 2008). Los procesos de compostaje, llevan asociada la descomposición de proteínas y otras sustancias orgánicas que generan una serie de compuestos de nitrógeno que son volátiles

y olorosos, destacando el amoníaco como uno de los más importantes (Pagans et al., 2005).

### **3.4. Técnicas de determinación de emisión de olor**

Actualmente, los métodos empleados en la determinación de emisión de olor pueden ser clasificados en métodos químico-físicos y métodos sensoriales.

Dentro de los métodos químico-físicos se incluyen cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas (CG-SM), FID, sensores piezoeléctricos (narices electrónicas), tubos colorimétricos, etc. Como métodos sensoriales cabe mencionar la olfatometría dinámica, Nasal Ranger®, psicometría, etc.

Los métodos químico-físicos son adecuados cuando se conoce cuál es el compuesto que genera los olores o cuando se pretende vigilar las emisiones de unas determinadas instalaciones en continuo para controlar la presencia de escapes de gases asociados a los compuestos olorosos. Este tipo de métodos son, en la actualidad, poco específicos o poco sensitivos.

Aunque es una técnica relativamente novedosa, la olfatometría se presenta como el estándar futuro en la medición de los olores mientras que no se perfeccionen otros dispositivos de medición de olores tales como las “narices electrónicas”.

#### *3.4.1. Olfatometría dinámica*

La olfatometría dinámica es una técnica sensorial establecida por la norma europea EN 13725 para la determinación de la concentración de olor expresada en términos de unidades de olor Europeas por metro cúbico ( $ou_E/m^3$ ), en condiciones normales (Capelli et al., 2009). Esta técnica emplea un panel de expertos como elemento sensor,

previamente calibrados con n-butanol (60 ppm), que deben tener una capacidad olfativa que detecte entre 20-80 ppm de dicha sustancia y con una desviación estándar inferior a 2,3. El olfatómetro, con capacidad de realizar diluciones precisas y eficientes, ofrece al panel mezclas de aire oloroso con gas neutro (aire limpio), en una amplia gama de proporciones. El número de veces que la corriente olorosa es diluida con aire limpio es denominado factor de dilución. Cuando el panelista detecta de forma acertada dos diluciones consecutivas de la muestra olorosa, a la mayor dilución detectada se le denomina umbral de detección también conocido como un ITE (Individual Threshold Estimate). Cuando el 50% de los panelistas percibe el olor de la corriente gaseosa, se dice que se ha alcanzado el umbral de detección para el factor de dilución correspondiente ( $ED_{50}$ ). El factor de dilución al cual el 50% de los panelistas han detectado el olor, se corresponde con la concentración de olor ( $ou_E/m^3$ ) de dicha muestra. Esta concentración de olor es calculada como la media geométrica de al menos 8 ITE's de cada uno de los panelistas.

El olfatómetro consta de un software que programa de manera automática las series de diluciones a las que se exponen los panelistas, calcula la cualificación de los panelistas, dispone de una base de datos de los panelistas y de los resultados obtenidos y permite el cálculo de resultados en términos de concentración de olor ( $ou_E/m^3$ ).

Acorde a la normativa, las muestras deben ser analizadas en un periodo inferior a 30 horas tras el muestreo y el análisis se debe de llevar a cabo en una habitación con un adecuado sistema de ventilación, con una temperatura próxima a 25°C, una concentración de CO<sub>2</sub> inferior a 1500 ppm y libre de cualquier tipo de olor.

### 3.4.2. *Cromatografía de gases-espectrometría de masas (CG-SM)*

Esta técnica es una de las más frecuentemente utilizadas en el estudio de las emisiones de olor desde hace varias décadas (Van Langenhove et al., 1985; Schiffman et al., 2001; Yan et al., 2011), ya que nos aporta información, cualitativa y cuantitativa, acerca de la composición química de las emisiones gaseosas. La combinación de ambas técnicas permite la separación e identificación de mezclas muy complejas. Sin embargo es un método costoso, que requiere de tiempo para el análisis de muestras, sobre todo si es utilizado como un análisis rutinario. Otro inconveniente es, que no nos permite determinar los compuestos clave del aroma ya que estos compuestos no coinciden con aquellos de mayor concentración.

La fracción volátil de la muestra suele ser retenida en tubos de acero inoxidable en cuyo interior se sitúa un material adsorbente de variada composición en el cual quedan capturados los compuestos orgánicos volátiles (COVs). Entre estos materiales podemos destacar carboxen-polydimethyl-siloxane (Supelco, Bellefonte, PA) o Tenax TA. Posteriormente, los COVs serán desorbidos mediante desorción térmica para la determinación de los diferentes compuestos químicos. A partir del cromatograma obtenido, la espectrometría de masas permite la identificación y cuantificación de muchos de los compuestos de la muestra.

### 3.4.3. *Nariz electrónica*

Otro método, cada vez más utilizado en el seguimiento y la determinación de olores es la nariz electrónica. Actualmente, están siendo desarrolladas para una amplia variedad de campos tales como tecnología de los alimentos (El Barbri et al., 2007), industria farmacéutica y médica (Santonico et al., 2012), así como, en plantas de gestión de



residuos sólidos y aguas residuales (Nicolas et al., 2006; Litarru, 2007; Delgado-Rodríguez et al., 2012). El principal problema asociado a la evaluación continua de olores en el medio ambiente viene dado por la variedad de olores que pueden proceder de un único foco emisor lo que puede complicar su reconocimiento, teniendo en cuenta que suelen estar presentes varios focos de emisión en un área determinada. Para su aplicación ambiental, las narices electrónicas deben ser capaces no solo de calificar los olores, sino también de cuantificar la concentración de olor (Guy et al., 2004).

Aunque existe una amplia variedad de modelos, tanto comerciales como caseros, todas ellas constan de cuatro partes bien diferenciadas:

- Célula de captación, formada por un determinado número de sensores químicos o de gas, que posibilitan la traducción de la señal. La temperatura y la humedad se encuentran controladas. Los sensores son fabricados para que sean más sensibles a la detección de determinados compuestos químicos gaseosos. Los sensores más ampliamente utilizados son los óxidos metálicos semiconductores (MOS).
- Elemento de adquisición de señal y conversión a formato digital.
- Elemento de procesado, que se encuadra dentro del ámbito del aprendizaje automático de la nariz electrónica.
- Elemento de presentación de resultados, constituido por una pantalla LCD en su versión más elemental.

Cada sensor detecta y cuantifica determinados compuestos químicos y envía una señal electrónica al ordenador. Un programa de ordenador reconoce el patrón de señales generadas por el conjunto de sensores. La selectividad de los sensores se determina por la detección de material, la temperatura y la geometría del sensor. En esencia, son

sensores químicos que cambian su resistencia con la presencia de compuestos gaseosos. Las señales obtenidas a partir de estos sensores están relacionadas con la composición del gas medido y se deben comparar con los patrones previamente almacenados a través de los que, mediante un reconocimiento estadístico, las mezclas gaseosas se pueden distinguir como la suma de gases simples a través de la comparación con dicho patrón.

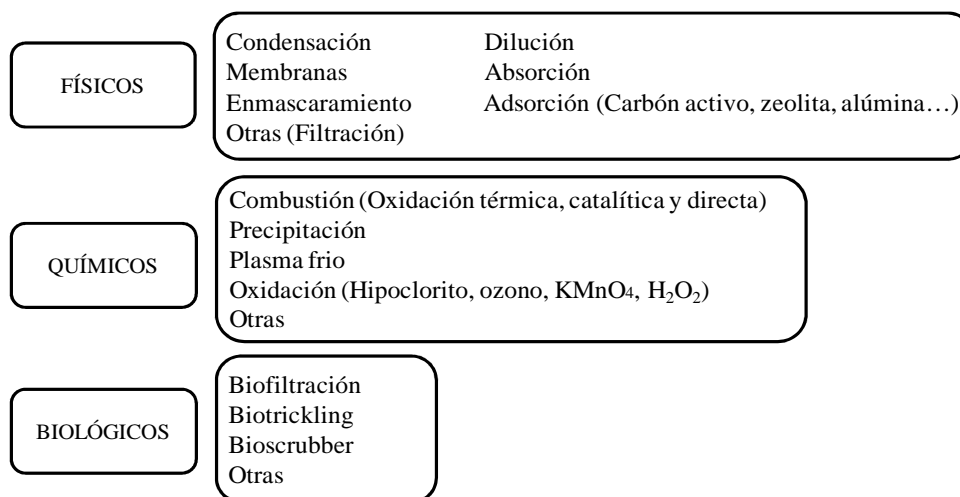
La nariz electrónica no constituye en modo alguno una técnica separativa, como lo es la cromatografía de gases, sino un sistema de detección de grupos de compuestos que produce una reacción positiva con los sensores de la célula de captación; de aquí que no tengan especificidad, si bien pueden ser útiles en aquellos casos de detección de moléculas odoríferas en que no sea imperativa esta característica. La respuesta de los sensores se compara con las señales de los sensores medidas previamente y clasificadas con arreglo a unas técnicas de reconocimiento de patrones. Esta tecnología posibilita la identificación in situ de sustancias problema y con ello la monitorización de olores en determinados casos, dependiendo todo ello de la sensibilidad de los sensores.

La optimización del funcionamiento de una nariz electrónica requiere de una serie de decisiones y medidas en función de la aplicación para la que vaya a ser utilizada. En primer lugar, se debe elegir el número y la tipología de sensores en función de los compuestos químicos que se deseen determinar y de las condiciones de funcionamiento. Además se requiere de una planificación del número de mediciones y duración y determinar los métodos de elaboración de datos (algoritmos para reconocer y cuantificar el olor) (Lavine, 1999). Finalmente, el paso fundamental para el correcto uso de una nariz electrónica es la calibración del instrumento y la creación de una base de datos completa que permita el reconocimiento de olores de un foco emisor concreto.

### 3.5. Técnicas de tratamiento de emisión de olor

A pesar de la amplia variedad de tratamientos existentes para eliminar emisiones de olor, el primer método que permite controlar el olor es no producirlo, es decir, minimizar la generación de olor mediante una optimización del proceso a través de parámetros de control.

Las tecnologías existentes para el tratamiento de emisiones de olor, pueden ser clasificadas en tres grandes bloques: físicas, químicas y biológicas. La figura 3.5.1 recoge las diferentes técnicas englobadas en cada uno de estos bloques.



**Figura 3.5.1.** Sistemas de tratamiento de emisiones de olor

Entre los diferentes tipos de tratamiento de olor, los tratamientos biológicos son los más ampliamente extendidos. Desde finales de 1970, estas técnicas tuvieron un importante desarrollo debido a la extensa investigación llevada a cabo sobre la biodegradabilidad microbiológica de los compuestos orgánicos volátiles (COVs), demostrando que una amplia variedad de bacterias, hongos e, incluso, microalgas son capaces de degradar los compuestos más olorosos. A este desarrollo científico, se debe

añadir que los procesos biológicos han ido sustituyendo a los sistemas de tratamiento físico-químicos, ya que suponen una reducción de requerimientos energéticos y químicos y de costosos materiales adsorbentes. Finalmente, destacar que los tratamientos biológicos permiten que los contaminantes sean finalmente convertidos, a presión y temperatura ambiente, en compuestos inocuos como dióxido de carbono, agua y biomasa (Kennes et al., 2009).

#### **4. Bibliografía**

Adani F., Confalonieri R., Tambone F., 2004. Dynamic respiration index as a descriptor of the biological stability of organic wastes. *J. Environ. Qual.* 33, 1866–1876.

Adani F., Ubbiali C., Generini P., 2006. The determination of biological stability of composts using the dynamic respiration index: the results of experience after two years. *Waste Manage.* 26, 41–48.

Beck-Friis B., Smars S., Jönsson H., Kirchmann H., 2001. Gaseous emissions of carbon dioxide, ammonia and nitrous oxide from organic household waste in a compost reactor under different temperature regimes. *J. Agr. Eng. Res.* 78, 423–430.

Benito M., Masaguer A., Moliner A., Arrigo N., Palma R.M., 2003. Chemical and microbiological parameters for the characterization of the stability and maturity of pruning waste compost. *Biol. Fertil. Soils* 37, 184–189.

Bernal M.P., Albuquerque J.A., Moral R., 2009. Composting of animal manures and chemical criteria of compost maturity assessment. *A rev. Bioresour. Technol.* 100, 5444–5453.

Bidlingmaier, W., Müsken, J. 2007. Odour emissions from composting plants Chapter 11. En: Diaz, L.F., M. De Bertoldi, M., Bidlingmaier, W., Stentiford, E. (Eds.). *Waste Management Series Elsevier, Volume 8 (Compost Science and Technology)*, pp. 215-324.

Borrador Anteproyecto de ley contra la contaminación atmosférica, 2005. Generalitat de Catalunya.

Canaleta A., 2005. Planta de compostaje del parque de tecnologías ambientales de Mallorca. Sistemas dinámicos cerrados. II Congreso sobre residuos biodegradables y Compost. 20-21 octubre, ISRCER. Sevilla.

Capelli L., Sironi S., Del Rosso R., Cétola P., 2009. Predicting odour emissions from wastewater treatment plants by means of odour emission factors. *Water Res.* 43, 1977-1985.

Chang J.I., Chen Y.J., 2010. Effects of bulking agents on food waste composting. *Bioresour. Technol.* 101, 5917–5924.

Chica A.F., Mohedo J.J., Martín M.A., Martín A., 2003. Determination of the stability of MSW compost using a respirometric technique. *Compost Sci. Util.* 12, 119-129.

Decreto 239/2011, de 12 de Julio, por el que se regula la calidad del medio ambiente atmosférico y se crea el Registro de Sistemas de Evaluación de la Calidad del Aire en Andalucía.

Decreto 2414/1961, de 30 de noviembre, por el que se aprueba el Reglamento de actividades molestas, insalubres, nocivas y peligrosas.

Delgado-Rodríguez M., Ruiz-Montoya M., Giraldez I., López R., Madejón E., Díaz M.J., 2012. Use of electronic nose and GC-MS in detection and monitoring some VOC. *Atmos. Environ.* 51, 278-285.

Directiva 2008/98/CE del Parlamento Europeo y del Consejo, de 19 de noviembre de 2008, sobre los residuos y por la que se derogan determinadas directivas. *Diario Oficial de la Unión Europea* L 312, 3-30.

Directiva 1999/31/CE del consejo, de 26 de abril de 1999, relativa al vertido de residuos

Directiva 96/61/CE DEL CONSEJO, de 24 de Septiembre de 1996, relativa a la prevención y al control integrado de la contaminación (IPPC).

El Barbri N., Amari A., Vinaixa M., Bouchikhi B., Correig X., Llobet E., 2007. Building of a metal oxide gas sensor-based electronic nose to assess the freshness of sardines under cold storage. *Sensor. Actuat. B –Chem.* 128, 235–244.

EN 13725 (2003). Air Quality - Determination of Odour Concentration by Dynamic Olfactometry. Comité Européen de Normalisation, Brussels

Gallardo A., Bovea M.D., Contreras R., Lapeña L., Ingelmo F., Molina M.J., 2007. Production of Compost with Woodchips and Stabilized Sludge from Urban Wastewater Treatment Plants. Influence of Temperature on the Composting Process. 11th International Congress of Projects Engineering. Agroforestry Engineering Department, Lugo (Spain). 26-28 September. I.S.B.N. 978-84-690-8134-1 (In Spanish).

Gallego E., Roca F.J., Sánchez G., Esplugas P., 2012. Determinación de COV en el ambiente interior de una planta TMB y su contribución a las unidades de olor y la calidad del aire. *Residuos* 129, 14-19.

Gea T., Barrena R., Artola A., Sánchez A., 2004. Monitoring the biological activity of the composting process: oxygen uptake rate (OUR), respirometric index (RI), and respiratory quotient (RQ). *Biotechnol. Bioeng.* 88, 520–527.

Guy C., Giasson F., and Purenne P. 2004. Automated electronic nose network for measuring industrial odours. *VDI-Berichte* 1850, 431–439.

Haug R.T., 1993. *The Practical Handbook of Compost Engineering*. Lewis Publishers, Florida.

INE, Instituto Nacional de Estadística, 2012. Encuesta sobre el Medio Ambiente en la Industria. Resultados relativos a la Generación de Residuos en la Industria. Año 2010. [www.ine.es](http://www.ine.es).

Kennes C., Rene E. R., and Veiga M. C., 2009. Bioprocesses for air pollution control. *J. Chem. Technol.* 84, 1419-1436.

Ko H.J., Kim K.Y., Kim H.T., Kim C.N., Umeda M., 2008. Evaluation of maturity parameters and heavy metal contents in composts made from animal manure. *Waste Manage.* 28, 813–820.

Kumar M., Ou Yan L., Lin J.G., 2010. Co-composting of green waste and food waste at low C/N ratio. *Waste Manage.* 30, 602-609.

Lavine B.K., 1999. Clustering and classification of analytical data. In: Robert, A. Meyers (Ed.), *Encyclopedia of Analytical Chemistry*.

Ley 22/2011, de 28 de Julio, de residuos y suelos contaminados (BOE 181 de 29 de julio de 2011).

Ley 16/2002, de 1 de Julio, sobre prevención y control integrado de la contaminación. BOE núm. 157.

Ley 34/2007, de 15 de noviembre, de calidad del aire y protección de la atmósfera. BOE núm. 275.

Littarru P., 2007. Environmental odours assessment from waste treatment plants: Dynamic olfactometry in combination with sensorial analysers “electronic noses”. *Waste Manage.* 27, 302-309.

López, M., Huerta-Pujol, O., Martínez-Farré, F.X., Soliva, M. 2010. Approaching compost stability from Klason lignin modified method: Chemical stability degree for OM and N quality assessment. *Resour. Conserv. Recy.* 55, 171-181.

Lynch N. y Cherry R., 1996. Design of passively aerated compost pile: vertical air velocities between pipes. En: de Beltoldi M., Sequi P., Lemmes B., Papi T. (Eds). pp: 973-982. *The sciences of composting*. Blackie Academic & Professional, London. UK.

Martínez J.V., Cortada C., Muñoz F., Valor I., Suárez C., 2003. Legislación sobre contaminación ambiental por olores; Ingeniería Química.

Ministerio de Agricultura, Alimentación y Medio Ambiente, 2013.  
<http://www.magrama.gob.es/es/calidad-y-evaluacion-ambiental/temas/prevencion-y-gestion-residuos/flujos/domesticos/gestion/sistema-tratamiento/>

Moreno J. y Moral R., 2008. Compostaje. Mundi- presa libros, S.A (Ed.) ISBN: 9788484763468.

Nicolas J., Romain A-C., Ledent C., 2006. The electronic nose as a warning device of the odour emergence in a compost hall. Sensor. Actuat. B –Chem 116, 95-99.

Ogunwande G.A., Osunade K.O., Adekalu K.O., Ogunjimi L.A.O., 2008. Nitrogen loss in chicken litter compost as affected by carbon to nitrogen ratio and turning frequency. Bioresour. Technol. 99, 7495–7503.

Pagans E., Font X., Sánchez A., 2005. Biofiltration for ammonia removal from composting exhaust gases. Chem. Eng. J. 113, 105-110.

Plan Nacional Integrado de Residuos (PNIR) 2008-2015, de 26 de febrero. BOE núm. 49.

Prieto R., 2008. Evaluación de contaminantes químicos en plantas de recuperación y tratamiento de residuos sólidos urbanos. IX Congreso Andaluz de Seguridad y Salud Laboral.

Real Decreto 506/2013, de 28 de junio, sobre productos fertilizantes. BOE núm. 164. Sec. I. Pág.51175.

Real Decreto 824/2005, de 8 de Julio, sobre productos fertilizantes. BOE núm. 171. Pág.25636.



Real Decreto 1481/2001, de 27 de diciembre, por el que se regula la eliminación de residuos mediante depósito en vertedero. BOE núm. 25. Pág. 3509.

Reglamento (CE) nº 1069/2009 del parlamento europeo y del consejo, de 21 de octubre de 2009 por el que se establecen las normas sanitarias aplicables a los subproductos animales y los productos derivados no destinados al consumo humano y por el que se deroga el reglamento (CE) nº 1774/2002.

Rynk R., y Richard T., 2004. Sistemas de producción comercial de compost. En: Stofella P. (Eds). Utilización de compost en sistemas de cultivo hortícola, pp. 51-93. Mundi-Prensa. Madrid.

Said-Pullicino D., Erriquens F. G., Gigliotti G., 2007. Changes in the chemical characteristics of water-extractable organic matter during composting and their influence on compost stability and maturity. *Bioresour Technol.* 98, 1822-1831.

Santonico M, Pennazza G., Capuano R., Falconi C., Vink T.J., Knobel H.H., Van der Schee M.P., Sterk P.J, Montuschi P., D'Amico A., 2012. Electronic noses calibration procedure in the context of a multicentre medical study. *Sensor. Actuat B- Chem.*, 173,555-561.

Schiffman S. S., Bennett J. L., Raymer J. H., 2001. Quantification of odors and odorants from swine operations in North Carolina. *Agr. Forest. Meteorol.* 108, 213-240.

Sironi S., Capelli L., Céntola P., Del Rosso R., Il Grande M., 2007. Continuous monitoring of odours from a composting plant using electronic noses. *Waste Manage.* 27, 389-397.

Smith S.R., 2009. A critical review of the bioavailability and impacts of heavy metals in municipal solid waste composts compared to sewage sludge. *Environmental International* 35, 142-156.

St. Croix Sensory, 1999. En: [http://www.fivesenses.com/Research\\_OdorParameters.cfm](http://www.fivesenses.com/Research_OdorParameters.cfm)

Van Langenhove H., Roelstraete K., Schamp N., Houtmeyers J., 1985. GC-MS identification of odorous volatiles in wastewater. *Water Res.* 19, 597-603.

Yan Z., Zhang Y., Yu J., Yuan H., Yang M., 2011. Identification of odorous compounds in reclaimed water using FPA combined with sensory GC-MS. *J. Environ. Sci.* 23, 1600-1604.

Zhu N., 2006. Composting of high moisture content swine manure with corncob in a pilot-scale aerated static bin system. *Bioresour. Technol.* 97, 1870–1875.

***MATERIALES Y MÉTODOS / MATERIALS AND METHODS***

---

***MATERIALES Y MÉTODOS PERTENECIENTES AL  
DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA QUÍMICA  
(UNIVERSIDAD DE CÓRDOBA)***

---

## **1. Introducción**

En este trabajo de investigación, los estudios a escala industrial se han llevado a cabo en una planta de tratamiento de residuos urbanos de Andalucía. Dicha planta desarrolla una recogida selectiva de los residuos urbanos con la finalidad de separar residuos orgánicos e inorgánicos. El objetivo de este estudio ha sido evaluar el impacto oloroso que supone el compostaje en pilas de la fracción orgánica. Dicha fracción orgánica está compuesta por un 62% de materia orgánica, un 13% de vidrio, un 6% de plástico, un 15% de cartón y un 4% de otros materiales.

Además del compostaje de la fracción orgánica de residuos sólidos urbanos (FORSU), esta planta realiza el compostaje en pilas de lodos de depuradora. Previamente al compostaje, los lodos son sometidos a un secado parcial y son mezclados con poda vegetal, procedente de zonas colindantes, en una relación en peso 2:1 lodo-poda vegetal; dicha poda sirve de estructurante del lodo facilitando la oxigenación del material y evitando la compactación y, por lo tanto, procesos de anaerobiosis que desencadenan malos olores.

## **2. Recolección de muestras**

### **2.1. Recolección de muestras sólidas**

Las muestras sólidas, es decir, FORSU o lodos de depuradora, han sido recogidas en la planta de tratamiento al mismo tiempo que se ha realizado la toma de muestras gaseosas, con la finalidad de evaluar las emisiones de olor asociadas a dicho residuo en el momento de muestreo.

## 2.2. Recolección de muestras gaseosas

### 2.2.1. Campana Lindvall

La campana Lindvall es una estructura de acero inoxidable ( $1\text{m}^2$ ) que se utiliza para tomar muestras gaseosas procedentes de una superficie sólida o líquida. Su superficie se encuentra dividida en ductos, de  $0,0167\text{ m}^2$  de sección, por los cuales se hace circular aire con el uso de un ventilador dotado de un filtro de carbón activo para evitar aporte de olor externo, con el objetivo de impregnarlo del olor de la superficie. El aire recorre una distancia total de 6 metros con una velocidad media de  $0,1125\text{ m/s}$ . El caudal de aire empleado fue de  $1,9 \cdot 10^{-3}\text{ Nm}^3/\text{s}$  y se hace circular durante unos 5 minutos para asegurar la impregnación del mismo.

### 2.2.2. Sampling Device Standard

Consiste en un contenedor de PVC que permite albergar una bolsa de 8 litros de capacidad en la cual se recoge la muestra gaseosa. La bolsa se conecta al foco emisor a través de una sonda por la cual entra el aire impregnado de olor cuando se activa el sistema de vacío, provocando el llenado de la bolsa.

### 2.2.3. Bolsas de Nalophan<sup>TM</sup>

La normativa EN-13725:2003 considera adecuados solo determinados materiales para el contenedor de muestras olorosas o bolsas; entre ellos se encuentra el Nalophan<sup>TM</sup>, utilizado a lo largo de este estudio de investigación, aunque también son considerados adecuados:

- Copolímero de tetrafluoroetileno hexafluoropropileno (FEP);
- Fluoruro de polivinilo (PVF, Tedlar<sup>TM</sup>);

- Polietilentereftalato (PET, Nalophan NA<sup>TM</sup>).

### 3. Caracterización de muestras

#### 3.1. Caracterización de muestras sólidas

Las muestras de FORSU y lodos de depuradora se sometieron a una caracterización físico-química de acuerdo a “the US Department of Agriculture and the US Composting Council (2002)”. Las variables analizadas fueron humedad (%), pH, conductividad ( $\mu\text{S}/\text{cm}$ ), carbono orgánico soluble total (%  $C_{\text{COT}}$ ), carbono orgánico oxidable (%  $C_{\text{COX}}$ ), sólidos volátiles (% SV), nitrógeno total Kjeldahl (%  $N_{\text{NTK}}$ ), contenido en nitrógeno amoniacal (%  $N_{\text{NH}_4^+}$ ), contenido en fósforo (%  $P_{\text{P}_2\text{O}_5}$ ), contenido en metales (mg/kg de Pb, Ni, Cu, Cd, Cr y Zn).

La actividad microbiológica de la materia orgánica fue determinada a partir de las variables respirométricas Velocidad Específica de Consumo de Oxígeno (VECO,  $\text{mgO}_2 \cdot \text{gSV}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$ ) y Consumo Acumulado de Oxígeno durante 20h ( $\text{CAO}_{20}$ ,  $\text{mgO}_2 \cdot \text{gSV}^{-1}$ ).

Para la determinación de todas estas variables, a excepción de las variables respirométricas, se utiliza la materia prima seca y triturada.

La **humedad** de la materia prima se determina por diferencia de pesada tras un proceso de secado en una estufa de desecación a 60°C. Tras el secado se procede a la trituración para homogeneizar la muestra. Este material seco y triturado es el que se utiliza para determinar el resto de variables fisicoquímicas.

El **pH**, la **conductividad** y el  $C_{\text{COT}}$  se determinan a partir de una dilución del material (seco y triturado) en agua destilada en una relación 1:25 (p/p). La mezcla se mantiene en agitación (100 r.p.m) en un agitador durante 1 hora y, posteriormente, se deja reposar

durante 30 min. Finalmente, la muestra se microfiltra con un filtro de microporo (50 micras) obteniendo la parte soluble del residuo orgánico, la cual es analizada. El resto de variables ( $C_{COX}$ ,  $SV$ ,  $N_{NTK}$ ,  $N_{NH_4^+}$  y  $P_{P_2O_5}$ ) son analizadas directamente a la muestra sólida seca y triturada.

### *3.1.1. pH*

Para la determinación del pH se ha utilizado un pHmetro "Crison" modelo pH-Meter GLP 21<sup>+</sup>, que dispone de un electrodo de vidrio que se sumerge en la muestra que va a ser analizada. Dispone de lectura digitalizada y requiere una calibración diaria mediante la utilización de tres diluciones tampón de pH 4,01; 7,00 y 9,21.

### *3.1.2. Conductividad*

La conductividad ha sido determinada con la utilización de un conductímetro modelo micro CM 2200, que dispone de dos electrodos de vidrio los cuales se sumergen en la muestra que va a ser analizada. Uno de ellos determina la temperatura, ya que la conductividad de un líquido depende de la temperatura el mismo, y el otro realiza la medida de la conductividad. Dispone de una pantalla digital que muestra la conductividad expresada en mS/cm ó  $\mu S/cm$ . Requiere de una calibración previa a la realización de la medida para la cual se utiliza una muestra patrón de KCl 0,01 molar con una conductividad de 1413  $\mu S/cm$  a 24°C.

### *3.1.3. Sólidos Volátiles (SV)*

Consiste en determinar la materia orgánica de la muestra mediante la calcinación de la misma. Para ello, se pesa un volumen de muestra en un crisol de porcelana, previamente pesado y se introduce en una estufa a 100°C durante 24h para eliminar la



humedad. Este proceso permite determinar los sólidos totales (ST) de la muestra (minerales y volátiles u orgánicos). El cálculo de los sólidos totales se realiza mediante la siguiente fórmula:

$$\% ST = \frac{(A - B)}{m} \cdot 100$$

Siendo:

$A$  = Peso de la muestra después de salir de la estufa más el peso del crisol (g).

$B$  = Peso del crisol de porcelana (g).

$m$  = Masa inicial de muestra (g).

La muestra seca es calcinada en un horno a 550°C hasta peso constante. Las cenizas que quedan en el crisol se corresponden con los sólidos minerales (SM) de la muestra. La siguiente fórmula permite expresar los resultados en porcentaje:

$$\% SM = \frac{(C - D)}{m} \cdot 100$$

Siendo:

$C$  = Peso de la muestra calcinada más el peso del crisol (g).

$D$  = Peso del crisol de porcelana (g).

$m$  = Masa inicial de muestra (g).

Finalmente, los sólidos volátiles (SV) se calculan mediante la diferencia entre los sólidos totales y los sólidos minerales:

$$\% SV = \% ST - \% SM$$

Siendo:

ST = Sólidos totales (mg/kg).

SM = Sólidos minerales (mg/kg).

#### 3.1.4. Carbono Orgánico Oxidable ( $C_{COX}$ )

Este método permite la determinación del carbono orgánico oxidable que contiene una muestra. La muestra se oxida en medio ácido con la adición del oxidante dicromato ( $K_2Cr_2O_7$ ) de concentración conocida y ácido sulfúrico ( $H_2SO_4$ ) comercial. La oxidación se realiza en un digestor a  $160^\circ C$  durante 2 horas. Tras el periodo de digestión, la muestra se diluye en un matraz aforado de 250mL de los cuales 20mL son utilizados para valorar el exceso de dicromato que no ha reaccionado. La valoración se realiza con la sal de Mohr ( $Fe (NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 7H_2O$ ) o FAS (sulfato ferroso amónico), también de concentración conocida y Ferroína como indicador. Por diferencia se determina la cantidad de dicromato consumido en reaccionar con la muestra. Se realiza un ensayo en blanco para determinar la cantidad total de dicromato añadida, el cual contiene todos los reactivos menos la muestra.

El  $C_{COX}$  se determina aplicando la siguiente ecuación:

$$\% C_{COX} = \frac{(E - F) \cdot N_{FAS} \cdot 0,003 \cdot 250}{20 \cdot m} \cdot 100$$

Siendo:

A = Volumen de FAS gastados en valorar el blanco (mL).

B = Volumen de FAS gastados en valorar la muestra (mL).

$N_{FAS}$  = Normalidad del FAS.

m = peso de la muestra.

### 3.1.5. Carbono Orgánico Total ( $C_{COT}$ )

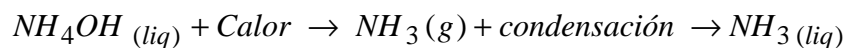
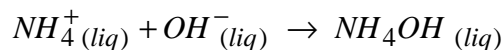
Este método permite la determinación del carbono soluble tanto orgánico como inorgánico que contiene la muestra. Dicha determinación se realizó con un analizador de carbono Shimadzu modelo  $TOC-V_{CSH}$  basado en la oxidación catalítica del carbono total ( $C_{CT}$ ) presente en la muestra a  $CO_2$ , el cual se detecta por espectrometría de infrarrojos. Dicha oxidación se realiza en un horno relleno con un catalizador de platino depositado sobre partículas de alúmina, junto con el gas portador que actúa como oxidante (oxígeno N50). A su vez, para la determinación del carbono inorgánico ( $C_{CI}$ ), la muestra, en fase de vapor, se hace burbujear junto al oxígeno N50 por una dilución de ácido fosfórico al 20%, de modo que solo la fracción de  $CO_2$  correspondiente al  $C_{CI}$  llega al detector espectrofotométrico de infrarrojos, permitiendo su cuantificación.

El  $C_{COT}$  presente en la muestra puede ser calculado por diferencia entre el  $C_{CT}$  y el  $C_{CI}$ .

### 3.1.6. Nitrógeno Total Kjeldahl ( $N_{NTK}$ )

Este análisis permite la determinación del nitrógeno orgánico y amoniacal de la muestra. Para ello, la muestra ( $\approx 1g$ ) se somete a digestión durante 3 horas a  $350^\circ C$ , en presencia de ácido sulfúrico y de catalizador Kjeldahl (Cu-Se). Tras la digestión, la muestra se destila en presencia de NaOH al 35% hasta  $pH \approx 9,5$ . El destilado se recoge en una dilución con  $H_2SO_4$  ( $\approx 0,1N$ ) en exceso. Una vez finalizada la destilación, el exceso de

sulfúrico que no ha sido neutralizado se valora frente a una disolución de NaOH ( $\approx 0,1N$ ) en presencia de naranja de metilo como indicador. Las reacciones que se llevan a cabo



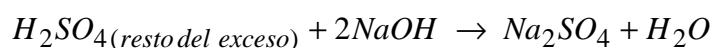
son:

- Proceso de digestión: formación de  $NH_4^+$ .
- Proceso de destilación:

El nitrógeno amoniacal es recogido en la disolución de ácido sulfúrico de concentración conocida donde se produce la siguiente reacción:



- Proceso de valoración:



La fórmula para el cálculo del nitrógeno total Kjeldahl es la siguiente:

$$\% N_{NTK} = \frac{[(V_{H_2SO_4} \cdot N_{H_2SO_4}) - (V_{NaOH} \cdot N_{NaOH})] \cdot 14 \cdot 0,1}{m}$$

Donde:

$V_{H_2SO_4}$  = Volumen de ácido sulfúrico en el que se recoge el destilado (mL).

$N_{H_2SO_4}$  = Normalidad del ácido sulfúrico en el que se recoge el destilado.

$V_{NaOH}$  = Volumen de NaOH gastado en la valoración (mL).

$N_{NaOH}$  = Normalidad del NaOH utilizado en la valoración.

$m$  = Masa de muestra (g).

### 3.1.7. Nitrógeno amoniacal ( $N_{NH_4^+}$ )

Para la determinación del nitrógeno amoniacal, se pesa una cantidad determinada de muestra la cual es tratada en el destilador Kjeldahl, sin que previamente la muestra haya sido sometida a digestión. En el destilador, se añade la cantidad de NaOH al 35% necesaria para llevar el pH a 9,5, liberándose en forma de gas el  $NH_3$  que contiene la muestra. Se destila mediante arrastre de vapor, recogiendo el destilado sobre un volumen en exceso de ácido sulfúrico ( $\approx 0,1N$ ), al que se le han añadido unas gotas de naranja de metilo. Una vez finalizada la destilación (200 mL), el exceso de ácido que no ha sido neutralizado por el amoníaco liberado se valora frente a una disolución de NaOH ( $\approx 0,1N$ ) hasta viraje del indicador.

La fórmula para el cálculo del nitrógeno total Kjeldahl es la siguiente:

$$\% N_{NH_4^+} = \frac{(V_{H_2SO_4} \cdot N_{H_2SO_4} - V_{NaOH} \cdot N_{NaOH})}{m} \cdot 0,1 \cdot 14$$

Siendo:

$V_{H_2SO_4}$  = Volumen de ácido sulfúrico añadido al erlenmeyer en la destilación (mL).

$N_{H_2SO_4}$  = Normalidad del ácido sulfúrico añadido al erlenmeyer en la destilación.

$V_{\text{NaOH}}$  = Volumen de NaOH gastado en la valoración (mL).

$N_{\text{NaOH}}$  = Normalidad del NaOH utilizado en la valoración.

m = Masa de muestra (g).

### 3.1.8. Fósforo total ( $\text{PP}_2\text{O}_5$ )

La determinación del fósforo se ha llevado a cabo mediante el método gravimétrico. El procedimiento consiste en someter una determina cantidad de muestra ( $\approx 1\text{g}$ ) a digestión a  $350^\circ\text{C}$  durante 3 horas, en presencia de ácidos fuertes (5mL de ácido nítrico y 25mL de ácido sulfúrico) que permitan solubilizar el fosfórico. Cuando el bloque de digestión ha alcanzado unos  $150^\circ\text{C}$ , se añaden 3g de nitrato potásico. Tras la digestión, las muestras se dejan enfriar y se añaden 150mL de agua destilada, sometiendo la muestra de nuevo a digestión a  $110^\circ\text{C}$  durante 10 minutos. Paralelamente, se realizan ensayos en blanco, es decir, en ausencia de muestra.

Acabada la digestión, las muestras se dejan enfriar y se transfieren a un matraz aforado de 250mL filtrando con embudo y papel de filtro. Se pipetea una alícuota de 25mL del filtrado y se lleva a un vaso de precipitado de 250mL al cual se adicionan 100mL de agua destilada y 50mL de reactivo de quimiociaco, el cual permite la formación de un precipitado (fosfomolibdato de quinoleína) a altas temperaturas.

Las muestras se calientan en una placa calefactora a  $100^\circ\text{C}$ , calentando durante 1 minuto a partir de que se produzca la ebullición. Las muestras deben de estar agitadas durante el calentamiento y el posterior enfriamiento.

A continuación, la mezcla se filtra con filtro microporo, previamente pesado, y un sistema de vacío. Los filtros se desecan en un horno a  $250^\circ\text{C}$  durante 30 minutos (o en

estufa a 150°C durante toda la noche), se enfrían en desecador y se pesan los filtros con el precipitado de fosfomolibdato de quinoleína. Para el cálculo de  $PP_2O_5$  se aplica la siguiente ecuación:

$$\% P_2O_5 = \frac{(M - B) \cdot 3,207}{P/10}$$

Siendo:

M = peso, en gramos, del precipitado de fosfomolibdato de quinoleína (peso del filtro con el residuo).

B = peso, en gramos, del precipitado del ensayo en blanco.

P = peso, en gramos, de la muestra contenida en una alícuota de 25mL.

### *3.1.9. Determinación de metales pesados mediante absorción atómica*

El contenido en metales pesados se determina mediante la técnica de absorción atómica, también conocida como espectrofotometría de llama. Se utilizó un espectrofotómetro modelo AAnalyst 100/300 (Perkin-Elmer) que se puede observar en la figura 3.1.9.1:



**Figura 3.1.9.1.** Espectrofotómetro de absorción atómica

Está compuesto por un ordenador con un software específico, el espectrofotómetro y el suministro de gases (acetileno y aire sintético) como combustibles de la llama. La proporción de cada uno de estos combustibles varía dependiendo del metal que se va a analizar.

Para la realización del análisis, la muestra se somete a una etapa de digestión previa mediante el siguiente procedimiento:

Se coloca aproximadamente 1 gramo de muestra en un crisol de porcelana y se calcina en un horno a 550°C durante 1 hora. Tras dejar enfriar, se añaden 10mL de ácido clorhídrico (37% de riqueza). Las muestras se llevan a sequedad en una placa calefactora a 150°C. Finalmente, se añaden 20mL de ácido clorhídrico (2N). El contenido de los crisoles se lleva a un matraz aforado de 100mL mediante filtrado, con la ayuda de un embudo y papel de filtro, y la disolución filtrada se lleva al volumen de 100mL con agua ultra-pura obteniendo la disolución que será analizada.

Los metales analizados fueron Cobre (Cu), Cadmio (Cd), Cromo (Cr), Plomo (Pb), Niquel (Ni) y Zinc (Zn) cuya concentración se determina en ppm (mg/L).

Tras la digestión, el análisis de la muestra comienza con su nebulización, de manera que las partículas más pequeñas pasan al mechero donde se atomizan totalmente a altas temperaturas, el resto es drenado a un depósito de almacenaje. Una vez la muestra está atomizada, se incide con un haz de luz procedente de una lámpara. Se utiliza una lámpara, con una longitud de onda específica, para cada uno de los metales que se analiza. Parte del haz de luz será absorbido por un determinado metal y el resto llega al detector. El software calcula la diferencia entre el haz de luz emitido y el que,



posteriormente, ha llegado al detector siendo la absorción función de la concentración de metal presente en la muestra.

Antes del análisis de cada uno de los metales, se elabora una recta patrón con diluciones del metal en diferente concentración. Dichas diluciones son preparadas a partir de patrones comerciales de 1000 ppm de concentración. En el análisis de la muestra, el software compara la señal de la muestra con respecto a la recta patrón creada, de tal manera que a esa señal le corresponde una determinada concentración.

### *3.1.10. Determinación de variables respirométricas mediante respirometría.*

La actividad microbiológica de las muestras orgánicas se ha determinado con la utilización de un respirómetro SOUR diseñado y construido por el departamento de Ingeniería Química durante el proyecto RNM-271, en el periodo 2003/2004, y fue patentado (P2004-02908) (figura 3.1.10.1). Permite determinar **la Velocidad Específica de Consumo de Oxígeno** (VECO,  $\text{mgO}_2 \cdot \text{gSV}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$ ) y el **Consumo Acumulado de Oxígeno** (CAO,  $\text{mgO}_2 \cdot \text{gSV}^{-1}$ ). De acuerdo a la clasificación de la IWA (International Water Association), se trata de un respirómetro LSS donde la concentración de oxígeno se mide con un sensor de oxígeno disuelto en fase líquida (L) y no se produce alimentación de gas (S) ni de líquido (S) durante la medida.

El sistema consiste en un baño termostático donde se introducen dos matraces Erlenmeyer o reactores biológicos (1L de capacidad cada uno), en los cuales se lleva a cabo el proceso. En dichos matraces, se introduce una cantidad de muestra determinada, de 1 a 4 gramos dependiendo de la actividad de la misma, junto con una serie de micronutrientes que favorezcan la actividad microbiológica (10mL de sulfato de magnesio ( $\text{MgSO}_4$ ), 10mL de cloruro de hierro ( $\text{FeCl}_3$ ) y 10mL cloruro de calcio ( $\text{CaCl}_2$ )) y un tampón

fosfato que permite tamponar el medio a pH 7,2. Se añade 1g de tiourea con la finalidad de inhibir el proceso de nitrificación, bloqueando el consumo de oxígeno por parte de las bacterias nitrificantes y, de esta manera, atribuir todo el consumo de oxígeno a la oxidación del carbono. Finalmente, se enrasa con agua destilada hasta 1L. Durante el tiempo de medida, las muestras se mantuvieron agitadas de manera constante a 300 rpm.



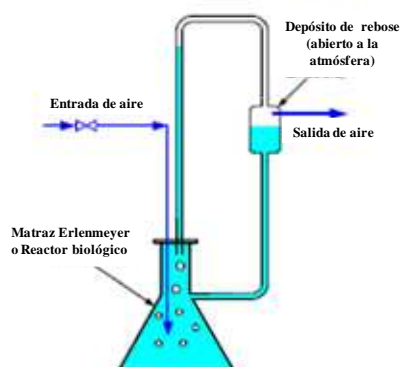
**Figura 3.1.10.1.** Respirómetro SOUR

En cada reactor son introducidos un electrodo *Mettler*, modelo IMPRO-6000, que permite medir la concentración de oxígeno disuelto, y unos difusores de aire que permiten mantener la concentración de oxígeno disuelto entre 6,8 y 7 mg O<sub>2</sub>/L, quedando cada matraz cerrado herméticamente. La fuente de aire fue una red de aire comprimido del laboratorio controlada por el accionamiento de dos electroválvulas. Cuando se produce la inyección de aire en el matraz (entre 100 y 300 L/h), el líquido que ocupa todo el volumen del recipiente y el gas sobrante rebosan por el orificio superior y son conducidos a través de un tubo a un depósito auxiliar situado en la parte superior del matraz. Cuando se detiene la aireación, caen de nuevo al matraz por acción de la

gravedad hasta su llenado. Aún así, el recipiente puede considerarse hermético ya que la difusión del oxígeno que pueda producirse en el depósito de rebose, a través de los tubos es prácticamente nula (figura 3.1.10.2).

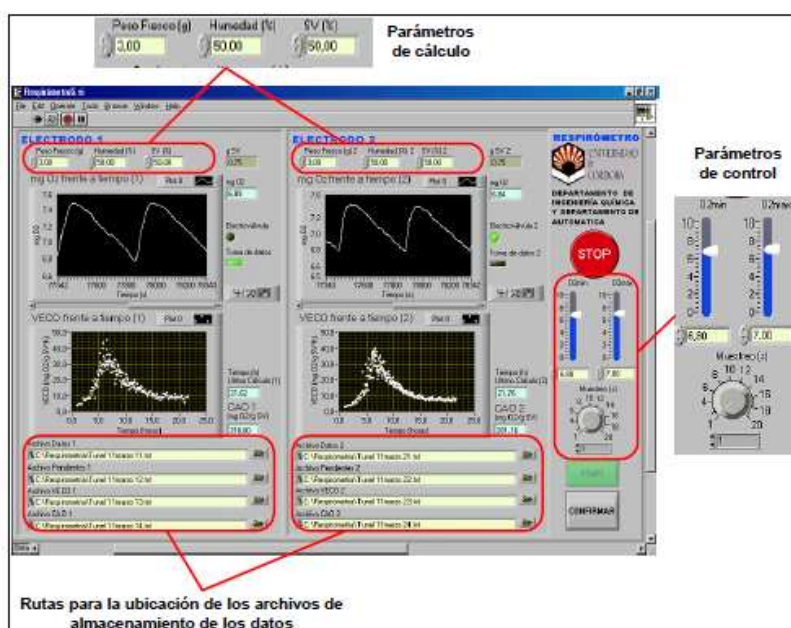
Por otro lado, el respirómetro dispone de un módulo de acondicionamiento de señal (Mettler, modelo 4200) que permite transformar la señal en forma de corriente, que nos proporcionan los electrodos de oxígeno, a señal en tensión que es la que admite la tarjeta de adquisición de datos .

Como se mencionó anteriormente, el funcionamiento discontinuo del respirómetro gira en torno a dos consignas, la concentración máxima y mínima de oxígeno establecidas (6,8-7,0 mg O<sub>2</sub>/L), considerando un ciclo el tiempo que transcurre desde el valor máximo al mínimo. Durante este periodo, el software recoge los datos de concentración de oxígeno disuelto frente al tiempo, que suelen venir representados por la recta de pendiente negativa. El valor absoluto de dicha pendiente se corresponde con un valor de VECO (mg O<sub>2</sub>·gSV<sup>-1</sup>·h<sup>-1</sup>).



**Figura 3.1.10.2.** Sistema de rebose (Dios, 2008)

La serie de ciclos transcurre durante unas 20 horas, resultando una curva típica como la que se muestra en la figura 3.1.10.3. Mediante el cálculo de la integral del área bajo la curva se obtiene otro dato de interés, el Consumo Acumulado de Oxígeno a las 20 horas ( $CAO_{20}$ ,  $mg\ O_2 \cdot gSV^{-1}$ ) si bien, el consumo acumulado podría ser calculado a cualquier tiempo durante el transcurso del experimento.



**Figura 3.1.10.3.** Pantalla donde se programan las condiciones del ensayo y se recogen los resultados durante el transcurso del mismo (Dios, 2008).

Como puede observarse en la figura 3.1.10.3, la pantalla recoge la información procedente de cada uno de los reactores en dos columnas similares. Al inicio del experimento es necesario introducir datos sobre la muestra introducida en cada reactor (peso (g), humedad (%) y sólidos volátiles (%)). Las gráficas superiores de cada columna recogen la evolución del contenido en oxígeno disuelto ( $mg\ O_2$ ), que, como se comentó anteriormente, da lugar a rectas decrecientes de pendiente negativa, cuyo valor absoluto se corresponde con una VECO ( $mg\ O_2 \cdot gSV^{-1} \cdot h^{-1}$ ). El valor de cada una de las VECO ( $mg\ O_2 \cdot gSV^{-1} \cdot h^{-1}$ ) calculadas se recoge en la gráfica inferior. Dichas gráficas, muestran la

evolución típica de esta variable durante un proceso de degradación de la materia orgánica.

En la parte inferior de cada columna, se muestran las cuatro rutas en las que son recogidos los datos que se generan durante el ensayo:

1. Concentración de oxígeno frente al tiempo, durante la fase de consumo de oxígeno de cada ciclo.

2. Pendiente de la curva concentración de oxígeno frente al tiempo, calculada al final de la fase de consumo de oxígeno de cada ciclo.

3. VECO frente al tiempo, calculada al final de la fase de consumo de oxígeno de cada ciclo.

4. CAO frente al tiempo, calculada al final de la fase de consumo de oxígeno de cada ciclo.

## **3.2. Caracterización de muestras gaseosas.**

### *3.2.1. Olfatometría dinámica*

La Norma EN-13725:2003 establece la olfatometría dinámica como el método estándar para determinar la concentración de olor de una muestra, expresada en unidades de olor Europeas por metro cúbico ( $ou_E/m^3$ ). El olfatómetro utilizado fue un olfatómetro T08 de TO-Series, desarrollado a principios del año 2000 por la compañía *Ecoma*, actualmente denominada Odournet GmbH (figura 3.2.1.1).



**Figura 3.2.1.1.** Olfatómetro dinámico

El olfatómetro se encuentra totalmente automatizado y dispone de un software especializado que permite exponer a un grupo de panelistas a una serie de diluciones de la muestra ( $2^2 \leq x \leq 2^{16}$ ), cuya concentración de olor se pretende determinar. Este olfatómetro permite la medida de olor de cuatro panelistas, simultáneamente en puertos separados.

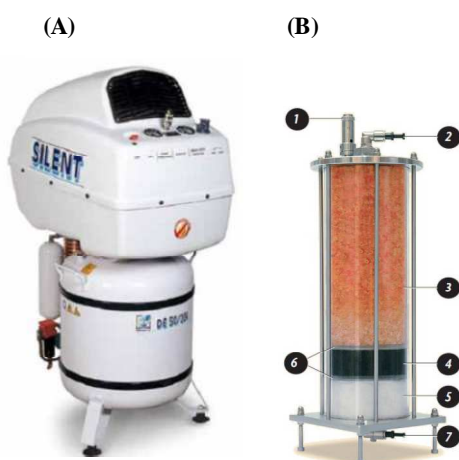
Esta técnica se basa en el método Si/No que consiste en que los panelistas pulsen el botón que indica “Si” cuando han percibido el olor de la muestra. El momento en el cual el panelista pulsa el botón de manera acertada en dos series consecutivas es conocido como ITE (Individual Threshold Estimate), es decir, el límite de detección individual. La media geométrica de los ITE’s de un grupo de panelistas es tomada como la concentración de olor ( $ou_E/m^3$ ) de la muestra. Esta concentración de olor es calculada de forma automática por el software que, a su vez, permite calcular la concentración detectada por cada uno de los panelistas y crear una base de datos con los resultados obtenidos en cada medida.

*Conservación de muestras:* Las muestras deben ser analizadas en un periodo inferior a 30 horas desde que fueron tomadas. Durante este tiempo, las muestras deben ser almacenadas en un lugar donde las fluctuaciones de luz y temperatura no sean muy acentuadas, no debiéndose superar los 25°C.

*Panelistas:* Para que una persona sea apta para la realización de medidas de olor debe someterse a un proceso de evaluación. Dicha evaluación consiste en tres secciones de olfatometría realizadas en días alternos, en las que utiliza un material de referencia que consiste en n-butanol (CAS-Nr.71-36-3) disuelto en nitrógeno, con una incertidumbre de  $\pm 5$ . En este estudio de investigación, se ha utilizado como material de referencia n-butanol disuelto en nitrógeno con una concentración de 65 ppm y una incertidumbre de  $\pm 3,3$ . Se requiere de al menos 8 ITE's por sección realizada, dichos ITE's expresados en  $\text{ou}_E/\text{m}^3$  deben expresarse en  $\mu\text{mol}/\text{mol}$  o ppb y aplicarle logaritmos ( $\log_{10}$ ). A los resultados obtenidos se les calcula la media y la desviación típica. Un panelista cualificado es aquel para el cual los resultados muestran una media comprendida entre 20 y 80 ppb y una desviación típica inferior a 2,3.

*Análisis de muestras:* Para que el análisis olfatométrico pueda llevarse a cabo, se requiere de una habitación de ventilación adecuada y cuya entrada de aire disponga de un filtro de carbón activo que permita mantener la habitación libre de olor. La temperatura debe mantenerse por debajo de 25°C y el nivel de dióxido de carbono ( $\text{CO}_2$ ) por debajo de una concentración de 1500 ppm.

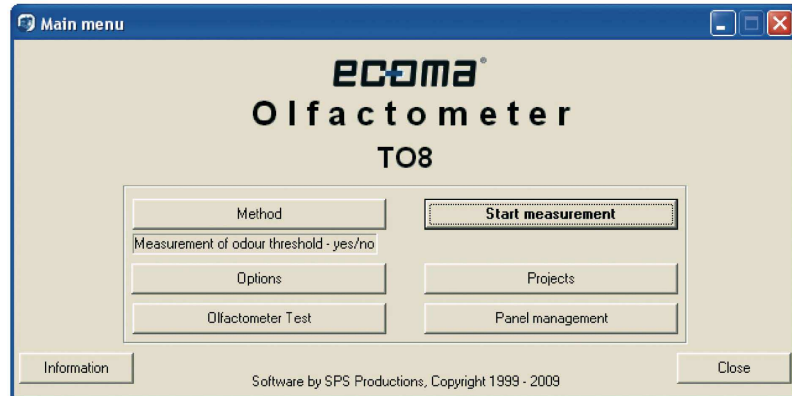
El olfatómetro dispone de un compresor (figura 3.2.1.2A) que le suministra el aire necesario para la dilución de las muestras de olor, que debe operar entre 4 y 5 bares de presión. El compresor debe encenderse siempre antes de encender el olfatómetro. El aire procedente del compresor se hace pasar por un filtro (figura 3.2.1.2B) que permite eliminar humedad, compuestos orgánicos y partículas del aire antes de llegar al olfatómetro.



**Figura 3.2.1.2. (A) Compresor de aire (B) Filtro de aire constituido por : (1) Válvula de limitación de presión, (2) Orificio de entrada de aire, (3) gel de sílice, (4) carbón activo, (5) fibra de algodón, (6) filtro extra-fino y (7) salida de aire hacia el olfatómetro**

Posteriormente, se conectan el olfatómetro y el ordenador y se establece conexión entre ambos, de manera que aparece el menú principal que se muestra en la figura 3.2.1.3.

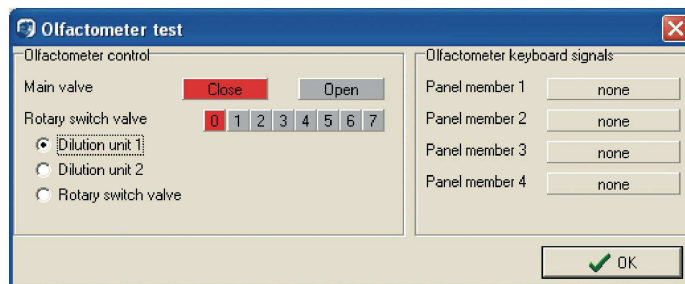




**Figura 3.2.1.3.** Menú principal del software del olfatómetro dinámico

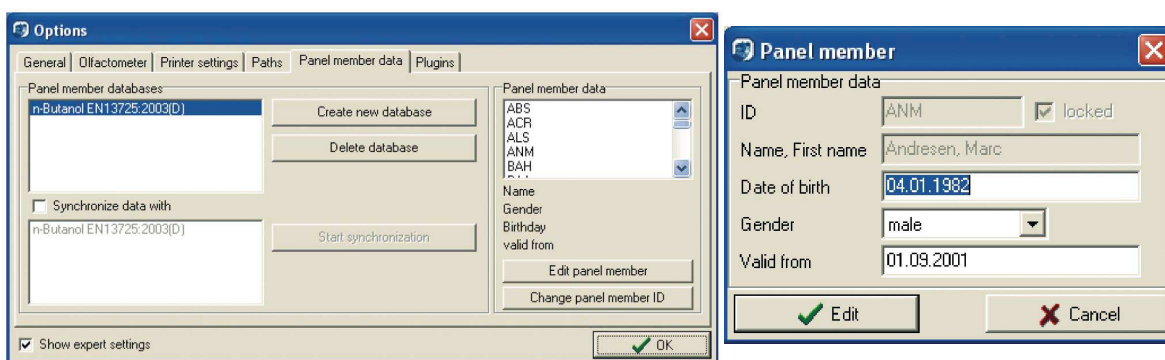
Entre las diferentes opciones que se muestran en el menú principal podemos destacar:

**Olfactometer Test:** Permite comprobar que todos los puertos de olor funcionan adecuadamente ante la respuesta de cada uno de los panelistas, si todos los puertos funcionan adecuadamente el icono “none” se cambia por “yes”. También permite realizar diluciones concretas de la muestra de manera manual (Figura 3.2.1.4) realizando combinaciones de los números del 0 al 7 en las unidades de dilución 1 y 2.



**Figura 3.2.1.4.** Test de funcionamiento del olfatómetro dinámico

**Panel management:** Permite introducir nuevos miembros como panelistas los cuales van siendo almacenados en una base de datos (figura 3.2.1.5). La creación de nuevos miembros se puede hacer pulsando “Edit panel member” de manera que aparece la ventana “Panel member” en la que se recogen los datos del panelista y se le asigna un código identificativo (ID) compuesto por las dos primeras letras del apellido y la primera letra del nombre.



**Figura 3.2.1.5.** Base de datos de los miembros del panel: crear y seleccionar

**Projects:** Permite crear proyectos o secciones, que permiten clasificar las muestras que van siendo analizadas.

**Start measurement:** Es la opción del menú principal que permite comenzar a realizar una medida olfatométrica. Contiene una serie de pestañas en las cuales se va introduciendo toda la información referente a la medida que se va a realizar. La primera pestaña “Project data” permite seleccionar el proyecto en el cual los datos van a ser almacenados y requiere introducir el lugar en el cual se va a realizar la medida y la temperatura a la que se encuentra (figura 3.2.1.5).

Measurement of odour threshold - yes/no

Project data | Panel members | Data of sample | Dilution series

All inputs concerning the project have to be done on this page.

Project data

Name of project: Test project, 01234

Place of measurement: Hongiseed

Breathing time (ms): 2200

Blanks: 5

Flushing time between rounds (s): 5

Flushing time after sample (s): 20

Temp. of odour room: [empty]

Presentation cycles: 0 Only for Intensity and Hedonic tone

Buttons: Cancel, Manual flushing, Start measurement

Footer: [Test project, 01234] (29.09.2009).dmf | Test project, 01234 | 29.09.2009

Figura 3.2.1.5. Información sobre el proyecto

Measurement of odour threshold - yes/no

Project data | Panel members | Data of sample | Dilution series

Panel members

Panel members at olfactometer

Panelist at Pos. 1: ANM

Panelist at Pos. 2: *not assigned*

Panelist at Pos. 3: *not assigned*

Panelist at Pos. 4: *not assigned*

Operator: *not assigned*

Previous panel teams

- 1: G&J, HAM2, HAM, KLN
- 2: G&J, ...
- 3: G&J, HAM2, HAM, KLN
- 4: BED, ...
- 5: ALS, ...

The assigned panellists 1-4 set up a new team (Panel team: 1).

Panel Team 1: Panelist 1, Panelist 2, Panelist 3, Panelist 4, Sequences: 0, Activate panel team

Panel Team 2: Panelist 1, Panelist 2, Panelist 3, Panelist 4, Sequences: 0, Activate panel team

Panel Team 3: Panelist 1, Panelist 2, Panelist 3, Panelist 4, Sequences: 0, Activate panel team

Panel Team 4: Panelist 1, Panelist 2, Panelist 3, Panelist 4, Sequences: 0, Activate panel team

Buttons: Cancel, Manual flushing, Start measurement

Footer: actual.dmf | Test project, 01234

Figura 3.2.1.6. Selección de los miembros del panel

La pestaña “*Panel members*” te permite seleccionar al grupo de panelistas que participan en la medida y la posición en la que se encuentra cada uno de ellos (figura 3.2.1.6). Los miembros del panel se pueden seleccionar uno a uno pulsando sobre “*not assigned*” o bien, se puede seleccionar un panel previamente formado pulsando el desplegable que aparece junto a “*previous panel teams*”.

La pestaña “*Data of sample*” permite introducir todos los datos informativos sobre la muestra: el nombre de la muestra, el lugar donde fue tomada la muestra e indicar si se ha realizado algún tipo de pre-dilución durante el muestreo o en el laboratorio (figura 3.2.1.7).

The screenshot shows a software window titled "Measurement of odour threshold - yes/no". It has four tabs: "Project data", "Panel members", "Data of sample" (which is active), and "Dilution series". Below the tabs, there is a note: "All inputs concerning the sample have to be done on this page. Please put in lowest presented concentration in this row of dilutions (starting step)".

The "Data of sample" section contains the following fields:

- Name of the sample: testgas
- Place of sampling: (empty)
- Time of sampling end: 23.09.2009, 09:04:56
- Date: 23.09.2009
- Time: 09:20:17
- File name of sample?: [Test project, 01234] testgas (23.09.2009).dmf
- Save date in filename:

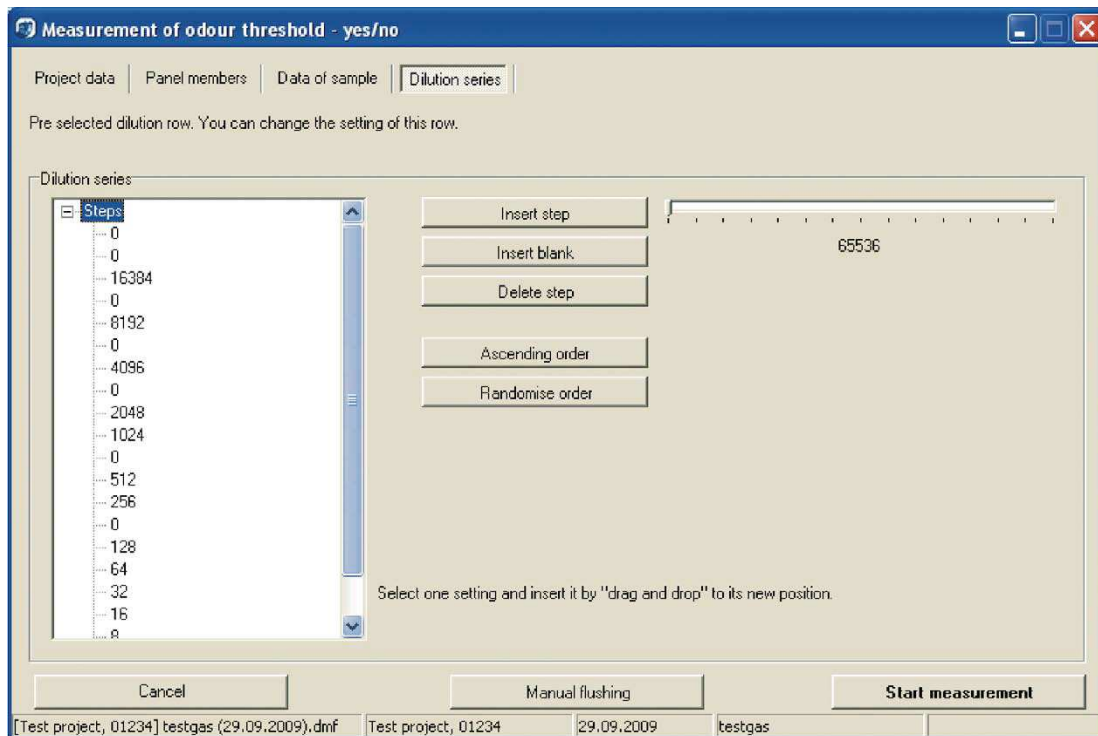
The "Pre-Dilution" section has three checkboxes, all set to "1":

- during sampling: 1
- in the laboratory: 1

At the bottom, there is a "Start step" progress bar with a "Selected starting step" value of 16384. Below the progress bar are three buttons: "Cancel", "Manual flushing", and "Start measurement".

**Figura 3.2.1.7.** Datos informativos de la muestra

Finalmente, la pestaña “*Dilution series*” permite elegir las series de diluciones a las que los panelistas van a ser expuestos durante la medida siempre y cuando se encuentren ordenadas desde mayor a menor dilución, pudiendo intercalar el número de blancos (muestra sin olor) que se estime oportuno (figura 3.2.1.8).

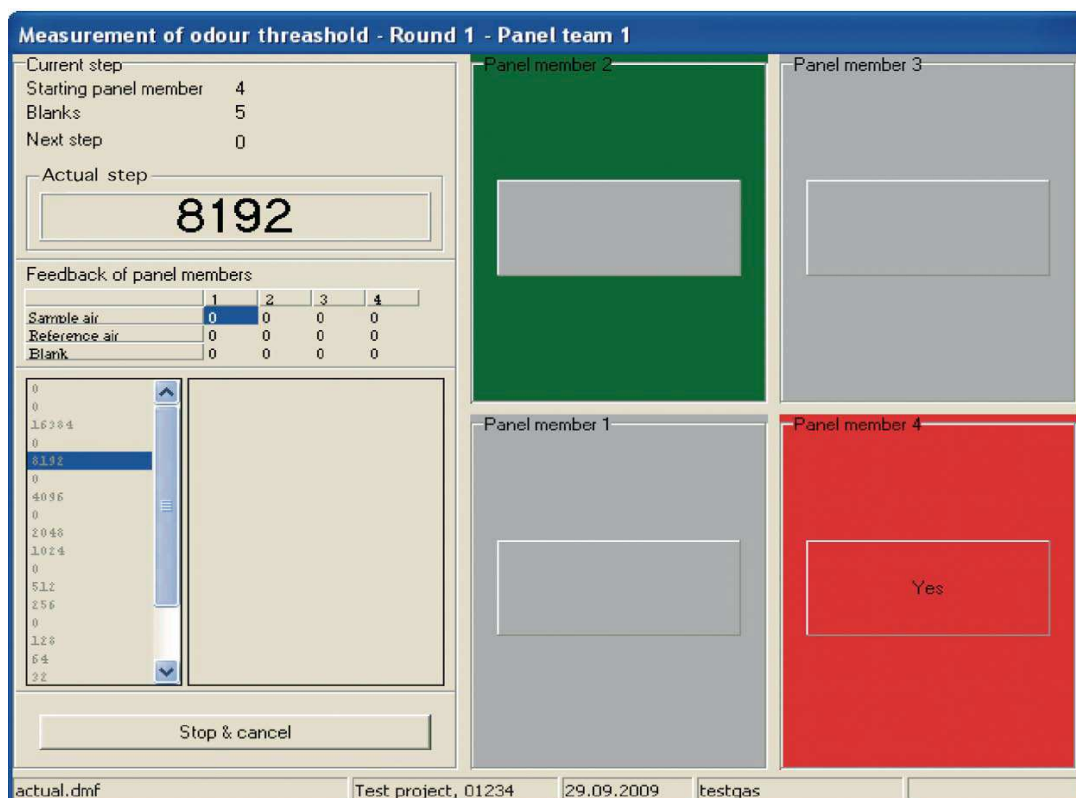


**Figura 3.2.1.8.** Selección de la serie de diluciones que se aplican a la muestra

En cualquiera de las pestañas anteriores, se encuentra una pestaña denominada “*Manual flushing*” que te permite limpiar los conductos del olfatómetro por los que circula el aire, siempre que se considere necesario. Dicha función se realiza de manera automática después del análisis de cada muestra.

Una vez introducidos los datos requeridos en cada una de las ventanas anteriores, comienza la medida olfatométrica pulsando “*Start measurement*” y aparece la pantalla que se muestra en la figura 3.2.1.9, donde puede observarse la serie de diluciones, previamente seleccionadas, a las que se expone el panel y se muestra subrayada la dilución que van a percibir los miembros del panel. Además, dicha pantalla muestra cuatro rectángulos uno para cada panelista, coloreados en función del tipo de muestra que estén percibiendo: el color rojo indica que el miembro del panel está siendo sometido a una dilución de la muestra olorosa, el verde indica que el panelista está percibiendo aire de referencia o un blanco (ambas muestras sin olor) y el gris muestra

que no sale ningún tipo de aire por el puerto de muestreo. En el interior de cada rectángulo aparece otro de menor tamaño que indica cuándo el panelista ha pulsado el botón de “Yes”.



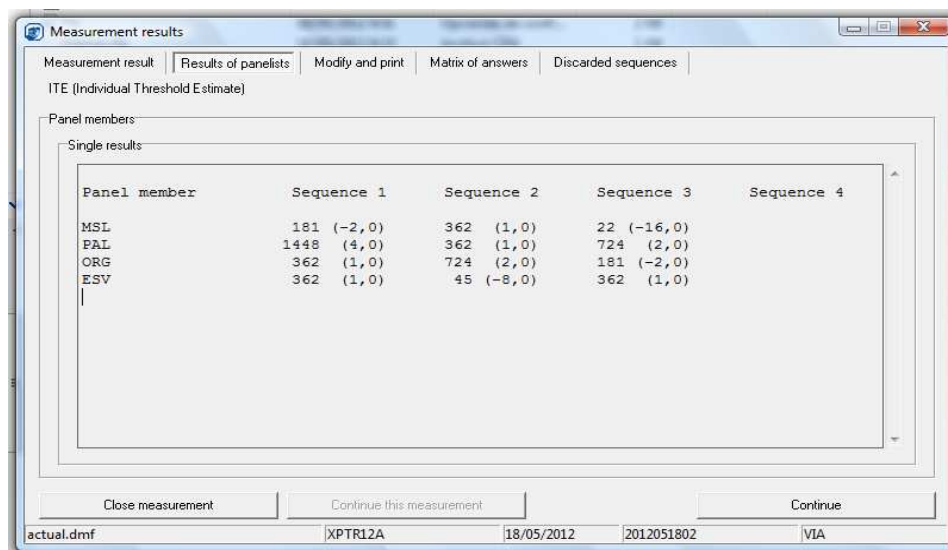
**Figura 3.2.1.9.** Pantalla de seguimiento del análisis de una muestra olorosa

El olfatómetro selecciona de manera aleatoria el primer miembro que va a ser sometido a la dilución de olor o blanco correspondiente. Un dispositivo luminoso en cada puerto de olor indica al panelista su turno para evaluar el olor del aire.

Cada vez que finaliza una secuencia, la pantalla muestra una ventana (figura 3.2.1.10) con los resultados que se han obtenido para cada uno de los panelistas. Se puede observar como aparecen los resultados de concentración de olor, expresada en términos de dilución, en cada secuencia para cada uno de los panelistas. Junto al valor de concentración aparece el valor de  $\Delta Z$  que es el cociente entre una estimación del umbral

individual ( $Z_{EUI}$ ) y la media geométrica ( $\bar{Z}_{EUI}$ ) de todas las estimaciones del umbral individual en una medida. El parámetro  $\Delta Z$  debe cumplir que  $-5 \leq \Delta Z \leq 5$ .

El anexo I, muestra el documento que genera el olfatómetro con la concentración de olor ( $ou_E/m^3$ ) de la muestra analizada. En dicho documento aparece detallada toda la información sobre la muestra, el muestreo, el operador y los panelistas.



The screenshot shows a software window titled "Measurement results" with a menu bar containing "Measurement result", "Results of panelists", "Modify and print", "Matrix of answers", and "Discarded sequences". Below the menu bar, it says "ITE (Individual Threshold Estimate)". Under "Panel members", there is a section for "Single results" containing a table with the following data:

Panel member	Sequence 1	Sequence 2	Sequence 3	Sequence 4
MSL	181 (-2, 0)	362 (1, 0)	22 (-16, 0)	
PAL	1448 (4, 0)	362 (1, 0)	724 (2, 0)	
ORG	362 (1, 0)	724 (2, 0)	181 (-2, 0)	
ESV	362 (1, 0)	45 (-8, 0)	362 (1, 0)	

At the bottom of the window, there are three buttons: "Close measurement", "Continue this measurement", and "Continue". The status bar at the very bottom shows: "actual.dmf", "XPTR12A", "18/05/2012", "2012051802", and "VIA".

**Figura 3.2.1.10.** Resultados de concentración de olor en cada secuencia realizada

#### 4. Bibliografía

Dios M., 2008. Estudio y desarrollo de técnicas respirométricas para el control de la estabilidad del compost. Tesis doctoral. En: <http://helvia.uco.es/xmlui/handle/10396/366>

EN 13725, 2003. Air Quality e Determination of Odor Concentration by Dynamic Olfactometry. European Committee for Standardization, Brussels.

Grupo de investigación RNM-271 Ingeniería química, 2007. Universidad de Córdoba. Patente de un Respirómetro automatizado en Fase Líquida; P2004-02908. Publication No. ES2283171 A1.

IWA, Task Group on Respirometry in control of the activated sludge Process. 2002.  
Respirometry in Control of the activated Sludge Process: Benchmarking control Strategies. 191 pp.  
TJ International (Ltd), Pad stow, Cornwall, UK.

The US Department of Agriculture and The US Composting Council, *Test Methods for the Examination of Composting and Compost (TMECC)*. Edaphos International. Houston. USA, 2002.



***ANEXO I***

---

## Measurement report according DIN EN 13725:2003 and AS 4323.2

Laboratory Universidad de Cordoba  
Area de Ingenieria Quimica, Campus Rabanales  
Edificio Marie Curie (C3) Planta Baja  
Ctra, N-IV, Km, 396  
ES-14071 Cordoba

**Sample** 20120313pila forsu 11

Project Name Operator Mary  
GUM

Sampling Time 14/03/2012 12:47:50  
Place  
Pre-Dilution none

Measurement Place planta piloto  
Time of measurement 14/03/2012 12:51:28 - 14/03/2012 12:56:47  
Temperature of odour room  
Olfactometer TO8 (Serial number: EO.8088)  
Last Calibration 26/01/2010  
Pre-Dilution none

Presentation method Limit  
Presentation time 2,2s  
Request method Yes / No  
Sequences / discarded 3 / 0

**Measurement result**

$Z_{ite,pan}$  1625  
 $c_{od}$  1625  $OU_E/m^3$  (32,1 dB) (\*1)

Panel members	Round 1	$\Delta Z$	Round 2	$\Delta Z$	Round 3	$\Delta Z$
BEI	724	-2,2	1448	-1,1	1448	-1,1
SEA	2896	1,8	2896	1,8	2896	1,8
AIG	724	-2,2	1448	-1,1	724	-2,2
DIM	1448	-1,1	2896	1,8	2896	1,8

Panel members	Err. ref. air	Err. blanks
BEI	0	1 / 5
SEA	0	0 / 5
AIG	1	0 / 5
DIM	0	0 / 5

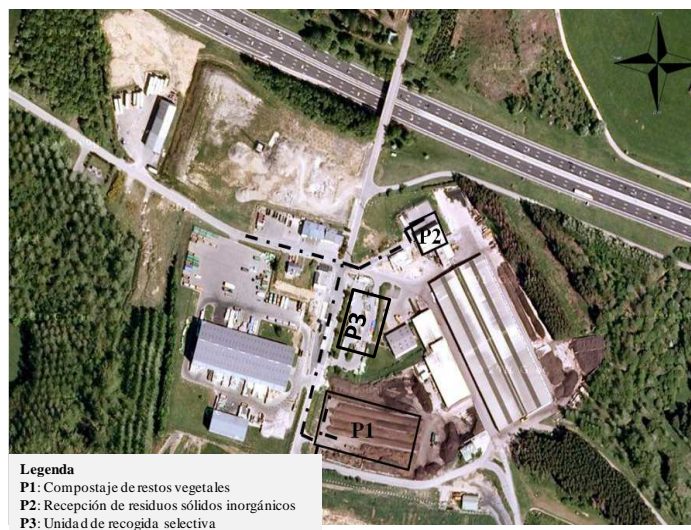
(\*1) Unit in  $OU_E/m^3$  only valid, if traceability to European Reference Odour Mass (EROM) is proved.

***MATERIALES Y MÉTODOS PERTENECIENTES AL  
DEPARTMENT OF ENVIRONMENTAL SCIENCES  
(UNIVERSITY OF LIÈGE, CAMPUS D`ARLON, BELGIUM)***

---

## 1. Introducción

En colaboración con el Department of Environmental Sciences, University of Liège (Campus d'Arlon), se ha llevado a cabo un estudio de investigación basado en el seguimiento de las emisiones de olor procedentes de una planta de gestión de residuos, perteneciente al municipio *Habay* situado en la zona Valona de Bélgica (Figura 1.1).



**Figura 1.1.** Planta de gestión de residuos del municipio de Habay (sur de Bélgica)

Como puede observarse en la figura 1.1, dicha planta consiste en una zona de compostaje donde se tratan residuos vegetales (P1), una unidad de recepción de residuos sólidos inorgánicos (P2) y una unidad de recogida selectiva de residuos (papel, cartón, vidrio, material eléctrico, etc) (P3).

Este estudio se centró en la evaluación de las emisiones de olor del proceso de compostaje de restos vegetales (P1). Esta zona consiste, generalmente, en una serie de hileras de compost, entre 6-8, cada una de ellas con diferentes estados de madurez. La aireación del material se realiza mediante volteo periódico y su contenido en humedad se mantiene mediante irrigación.

La campaña de muestreo se realizó durante un periodo de dos meses, con la utilización de tres técnicas analíticas: Olfatometría dinámica, cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas (CG-SM) y nariz electrónica.

## **2. Recogida de muestras gaseosas**

### **2.1. Bolsas Tedlar<sup>®</sup> y sistema de llenado**

El proceso de muestreo consistió en la recogida de muestras gaseosas en bolsas Tedlar<sup>®</sup> (polivinilo fluoride). Para la toma de muestra, las bolsas son introducidas en un contenedor el cual se conecta a una bomba de vacío por la parte superior, mediante un tubo de Teflón<sup>®</sup> (PTFE, politetrafluoroetileno). La bomba crea un ambiente de presión negativa dentro del contenedor que permite el llenado de la bolsa con aire precedente del foco emisor, en este caso, las pilas de compostaje.



**Figura 2.1.1.** Bolsas Tedlar<sup>®</sup> y sistema de llenado

### **2.2. Tubos Tenax TA**

La toma de muestras, para la determinación de compuestos orgánicos volátiles (COVs) mediante GC-MS, se realiza mediante la utilización de unos tubos rellenos de material adsorbente (Tenax TA) en los cuales los COVs son retenidos. El proceso de

adsorción se lleva a cabo con la utilización de una bomba de aire calibrada (modelo Gilian® Gilair 3SC) a un caudal establecido y durante el tiempo que se estime oportuno (figura 2.2.1). Los tubos Tenax TA se conectan a la bomba mediante un conducto de Teflón®.

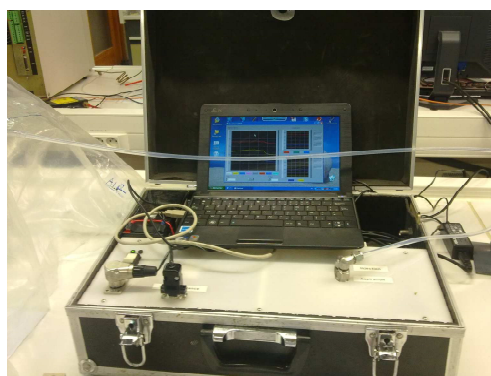


**Figura 2.2.1.** Tubos Tenax TA y bomba de vacío modelo Gilian® Gilair 3SC

### 3. Análisis de muestras gaseosas

#### 3.1. Nariz electrónica

Se trata de una nariz electrónica portátil (Figura 3.1.1), fabricada por el Department of Environmental Sciences, University of Liège, Campus d`Arlon (Nicolas et al., 2006).



**Figura 3.1.1.** Nariz Electrónica portátil

Consiste en una cámara en la que se encuentran los sensores, un sistema de batería y un pequeño ordenador. Los seis sensores MOS empleados son de la marca Figaro® y

cada uno de ellos tiene mayor sensibilidad a una determinada familia de compuestos químicos (tabla 3.1.1). La cámara en la que se encuentran los sensores, se encuentra termostataada (60°C) por una resistencia calefactora y la humedad relativa también es controlada y registrada. El aire procedente del foco emisor llega a la cámara de sensores mediante la acción de una bomba que permite la absorción de aire a flujo constante (200 mL/min).

**Tabla 3.1.1.** Sensores Figaro® basados en semiconductores de óxido de metal

<b>Modelo de sensor</b>	<b>Descripción</b>
<b>TGS822</b>	Alta sensibilidad a alcoholes y otros disolventes orgánicos volátiles.
<b>TGS2620</b>	Alta sensibilidad a hidrógeno, alcoholes y otros disolventes orgánicos volátiles
<b>TGS2180</b>	Alta sensibilidad al vapor de agua
<b>TGS842</b>	Alta sensibilidad al gas natural y al metano
<b>TGS2610</b>	Alta sensibilidad al gas procedente de petróleo licuado (por ejemplo, propano y butano)
<b>TGS880</b>	Alta sensibilidad a alcoholes

Un software específico permite la adquisición de la señal procedente de los sensores. La conductancia eléctrica (S) de los sensores es grabada cada 15 segundos en la memoria local y se monitoriza en la pantalla del ordenador a tiempo real. Los datos pueden ser descargados a una memoria externa para el procesamiento de los mismos.

### *3.1.1. Análisis estadístico*

Los datos procedentes de la nariz electrónica fueron analizados mediante métodos de análisis multivariante utilizando dos programas estadísticos (Statistica® y Matlab®). Para ello, se consideró la conductancia eléctrica (S) normalizada del sensor. La

normalización se realizó mediante la raíz cuadrada de la suma de cuadrados de los valores de conductancia eléctrica de todos los sensores.

A través de estos programas se realizó un Análisis de Componentes Principales (ACP) que consiste en una técnica de síntesis de la información o reducción de la dimensión (número de variables). Es decir, ante un banco de datos con muchas variables, el objetivo es reducirlas a un número menor perdiendo la menor cantidad de información posible. Los nuevos componentes principales o factores serán una combinación lineal de las variables originales, y además serán independientes entre sí.

### **3.2. Olfatómetro dinámico**

Para determinar la concentración de olor ( $ou_E/m^3$ ) de las muestras se utilizó la olfatometría dinámica como técnica sensorial mediante el uso del olfatómetro Odile, fabricado por la empresa Odotech (Canadá). Este olfatómetro se encuentra en un laboratorio mantenido a una temperatura  $25\pm 3^\circ C$  y libre de olor, como indica la normativa europea EN 13725:2003. Los requisitos de calidad de funcionamiento del olfatómetro, el muestreo del material a caracterizar mediante esta técnica, así como, los requisitos en cuanto a los miembros del panel, se basan en dicha normativa.

El funcionamiento del olfatómetro Odile es similar al del olfatómetro T08 fabricado por Odournet Gmbh. Sin embargo, dispone de seis zonas para evaluar las muestras, en lugar de las cuatro zonas que tiene el olfatómetro T08. Además, dispone de un sistema de elección triangular, es decir, tres puertos de olor en los que el panelista se expone secuencialmente a una mayor concentración de olor siendo el factor de dilución de 1,58 veces menor en cada secuencia. El panelista tiene la opción de evaluar la detección de la



muestra con tres opciones: Sí (con certeza), Sí (sin certeza) o No. Sólo se consideran válidas aquellas respuestas en las que se marque el Sí (con certeza).

Este olfatómetro destaca por permitir realizar un rango de dilución de la muestra olorosa muy elevado (de 1 a 2.000.000).

### **3.3. Cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas (CG-SM)**

El análisis de COVs se realizó con la utilización de un módulo de desorción térmica (TD, Unity, Markes International) acoplado a un CG-SM (Thermo).

El módulo de desorción extrae los COVs del material adsorbente (Tenax TA) contenido en los tubos de muestreo. Durante la desorción térmica se realizó una división de flujo (split 1:5) en el tubo adsorbente. El gas transportador empleado fue Helio (He).



**Figura 3.3.1.** Módulo de desorción térmica acoplado a un cromatógrafo de gases- espectrómetro de masas (CG-SM)

La columna cromatográfica modelo CP-sil 8 CB MS (5% fenil y 95% dimetilpolisiloxano) tiene una longitud de 50 m, un diámetro interno de 0,25 mm y un grosor de 0,4  $\mu\text{m}$ . La rampa de temperatura utilizada durante el análisis fue: una temperatura inicial de 38°C durante 7 minutos y, posteriormente, un incremento de 5°C/min hasta alcanzar una temperatura final de 200°C. Una vez alcanzada dicha

temperatura, el tiempo de análisis de la muestra transcurre durante 30 minutos. El modo de adquisición del espectrómetro de masas fue *fullscan* en un rango de masas de 33 a 300 unidades de masa atómica (uma).

### *3.3.1. Identificación de compuestos*

Los compuestos fueron identificados comparando el espectro de masas obtenido con el espectro de masas de la base de datos NIST (National Institute of Standards and Technology, United States). Para ello se utilizó el software Xcallibur; el software AMDIS fue también usado para confirmar dicha identificación. Además, los tiempos de retención de los compuestos obtenidos se compararon con los tiempos de retención de dichos compuestos previamente identificados. La concentración de sustancias fue evaluada a partir de una calibración externa que fue llevada a cabo con el uso de Tolueno, acorde a la ISO 16000-6 y la NIOSH guidelines (Method 2549) para la clasificación de COVs. Se ha llevado a cabo un análisis semi-cuantitativo.

## **4. Bibliografía**

ISO 16000-6:2011. Indoor air- Part 6: Determination of volatile organic compounds in indoor and test chamber air by active sampling on Tenax TA sorbent, thermal desorption and gas chromatography using MS or MS-FID.

Nicolas J., Romain A-C., Ledent C., 2006. The electronic nose as a warning device of the odour emergence in a compost hall. *Sensor Actuat B-Chem.* 116, 95-99.

NIOSH guideline, 1996. Method núm. 2549: VOC screening using multibed thermal desorption sorbent tubes, GC-MS.



***MATERIALES Y MÉTODOS PERTENECIENTES A LA EMPRESA  
ODOURNET S.L. (BARCELONA)***

---

## 1. Introducción

En colaboración con la empresa Odournet S.L, se ha llevado a cabo un estudio de investigación enfocado en el estudio de la eficacia de un biofiltro industrial en la eliminación de olores generados durante la gestión de residuos urbanos. El estudio se llevó a cabo en una planta de gestión de residuos situada en el municipio de Vacarisses (Barcelona) (Figura 1.1).



**Figura 1.1.** Planta de gestión de residuos del municipio de Vacarisses (Barcelona)

Se trata de un centro de tratamiento de residuos constituido por diversas áreas de actividad, que son básicamente: área de pre-tratamiento de la fracción resto, área de estabilización de la materia orgánica (MO), área de afino de MO y un área de desodorización.

El proceso de descomposición de la MO tiene lugar en una única nave-reactor totalmente cerrada, de unos 10.000 m<sup>2</sup>, donde el material es introducido a través de cintas transportadoras y volteado, en función de su grado de madurez, de manera

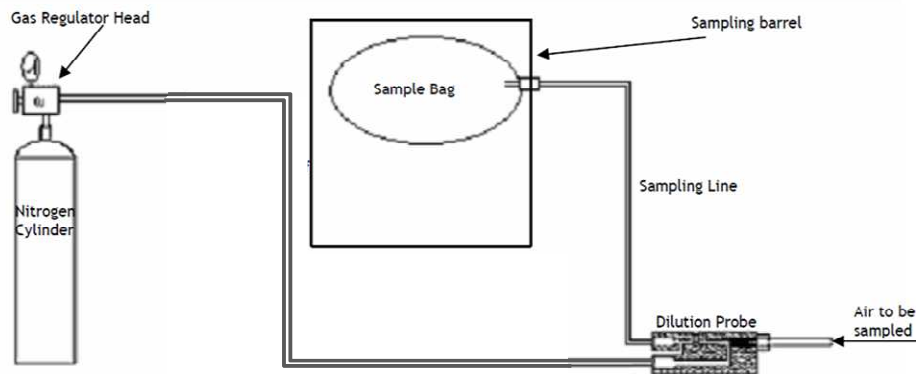
remota, a medida que avanza el proceso de descomposición. La nave consta de 6 zonas en las que el material tiene diferente grado de madurez.

Dentro de la nave se impulsan 130.000 m<sup>3</sup>/h de aire procedentes de otras zonas de la planta (pre tratamiento) que, a la vez, son aspirados de la misma hacia los sistemas de desodorización. Para airear el material, dicho caudal se aspira por succión a través de la solera y del aire ambiente de la nave. La succión de aire se realiza mediante 4 ventiladores, con una capacidad máxima de 26.500 m<sup>3</sup>/h cada uno, que operan de manera intermitente y automática para ventilar las diferentes zonas de la nave según las necesidades del proceso. Asimismo, a través de 2 ventiladores con una capacidad máxima de 30.000 m<sup>3</sup>/h de aire, se aspira el aire ambiente de la nave de manera continua.

Los 6 ventiladores se regulan de forma automática para que siempre se aspiren 130.000 m<sup>3</sup>/h. Este caudal es pretratado mediante dos lavadores químicos, en paralelo, que utilizan una solución ácida para la eliminación del NH<sub>3</sub> y, posteriormente, dirigido hacia una nave común. A esta misma nave también se conducen las emisiones olorosas generadas durante las diferentes actividades de la planta (recepción, afino, etc.) para un posterior tratamiento por biofiltración. El aire contaminado procedente de la nave, se hace pasar por cuatro humidificadores que conducen las emisiones de olor hacia un filtro biológico de brezo que consta de cuatro módulos independientes. El aire tratado por el biofiltro, a un caudal de aproximadamente 240.000 m<sup>3</sup>/h, sale al exterior a través de una chimenea de unos 24,5 m de altura y 2,4 m de diámetro.

## 2. Recogida de muestras gaseosas

Para evaluar la eficacia del biofiltro en la eliminación de olores generados en la gestión de residuos urbanos, se ha realizado una campaña de recogida de muestras gaseosas durante dos meses. Las muestras fueron recogidas en la salida de los humidificadores, correspondientes a las entradas de aire en el biofiltro, y en la salida de la chimenea, es decir, en la salida del biofiltro. En la figura 2.1, se puede observar el equipo necesario para la toma de muestra.



**Figura 2.1.** Sistema de muestreo

El muestreo consiste en el llenado de la bolsa inodora con el aire contaminado procedente del foco emisor. En este caso, el muestreo se ha realizado en fuentes puntuales (humidificadores y chimenea) por lo que se necesita introducir la sonda en el interior del conducto por donde circula el aire que se pretende muestrear.

En condiciones de humedad elevadas, como es el caso de estudio, las muestras deben ser pre-diluidas en el momento en que son introducidas en las bolsas, de esta forma se evitan condensaciones en el interior de las mismas que conllevarían alteraciones en el olor de la muestra. En este caso, la pre-dilución se ha realizado con nitrógeno

(comercializado por *Abelló Linde*), como puede observarse en la figura 2.1, mediante el uso de la sonda de dilución “GSP dilution probe” de la empresa Odournet GmbH. Las bolsas utilizadas son de Nalophan® con una capacidad de 8L.

Durante el muestreo, se realizan una serie de medidas que servirán para calcular la concentración de olor de la muestra. En general, los datos que se recogen durante el muestreo son:

- La temperatura de la muestra y del ambiente, las cuales han sido determinadas con el uso de termómetro Testo modelo 925 que se muestra en la figura 2.2.



**Figura 2.2.** Termómetro Testo 925

- La presión atmosférica, medida con el uso de barómetro Testo modelo 511 (figura 2.3).



**Figura 2.3.** Barómetro Testo 511

- La humedad relativa de la muestra y del ambiente calculadas a partir de la temperatura de bulbo seco y bulbo húmedo de la muestra.



- La sección del conducto donde se mide la muestra.
- La velocidad del flujo de aire de la tubería, determinada mediante la utilización de un pitot tipo L, acorde a la norma internacional ISO 3966.

La toma de muestra para una posterior determinación de COVs mediante cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas (GC-TOFMS), se ha realizado con la utilización un dispositivo, denominado Easy-VOC™, comercializado por International Market Ltd (figura 2.4). Se trata de una bomba de muestreo que permite introducir un volumen de muestra pequeño (50-500mL) en los tubos adsorbentes para su posterior análisis.



**Figura 2.4.** Dispositivo Easy-VOC™

### 3. Análisis de muestras gaseosas

#### 3.1. Olfatometría dinámica

La caracterización de muestras para determinar su concentración de olor ( $ou_E/m^3$ ), se ha llevado a cabo mediante la utilización olfatómetro que pertenece al laboratorio olfatométrico, acreditado por ENAC, de la empresa Odounet S.L. Se trata de un respirómetro T08S comercializado por Odournet GmbH cuyo funcionamiento es similar al del olfatómetro T08 descrito en *el apartado 3.2.1 de M&M pertenecientes al departamento de Ingeniería Química (Universidad de Córdoba)*. Sin embargo, dispone de dimensiones reducidas y menor peso para su fácil transporte.

El laboratorio olfatométrico de Odournet S.L dispone de las características adecuadas para que la medida olfatométrica sea llevada a cabo acorde a la normativa EN-13725:

- Dispone de un sistema de ventilación que permite mantener el laboratorio ventilado con concentraciones de CO<sub>2</sub> inferiores a 1500 ppm y un sistema de aire acondicionado que permite mantener una temperatura de 25±3°C. El control de la temperatura y del CO<sub>2</sub> del laboratorio son controlados por un detector de calidad del aire (CO<sub>2</sub>), modelo BZ25 (TROTEC) que se muestra en la figura 3.1.1.



**Figura 3.1.1.** Detector de calidad de aire (CO<sub>2</sub>)

El olfatómetro dinámico dispone de un rango de dilución comprendido entre  $2^2 \leq x \leq 2^{16}$ . Cuando las muestras contaminadas tienen una concentración de olor muy elevada y los panelistas detectan la mayor dilución que es posible realizar con el olfatómetro dinámico, se requiere de una pre-dilución de la muestra. Para ello, se ha utilizado un dispositivo denominado EPD (figura 3.1.2) suministrado por Odournet S.L, que permite diluir las muestras 1:10 y 1:100 veces.

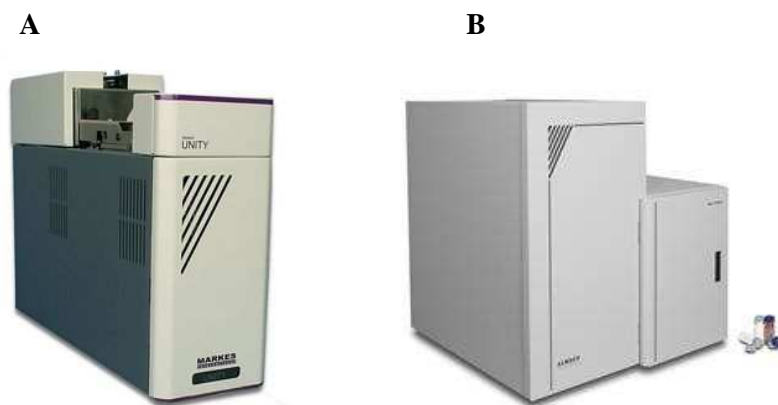


**Figura 3.1.2.** Dispositivo de dilución EPD

### 3.2. Cromatografía de gases-espectrometría de masas con analizador TOF

#### (GC-TOFMS)

La desorción de los VOCs retenidos en el tubo adsorbente se realizó empleando un modulo de desorción térmica TD, Unity2, Markes International (Figura 3.2.1A).



**Figura 3.2.1. (A)**Módulo de desorción TD, Unity2, Makes International. **(B)** GC-TOFMS, BenchTOF-dx, Almsco International

Este modulo de desorción se encuentra acoplado a un cromatógrafo de gases y espectrómetro de masas, modelo BenchTOF-dx, suministrado por Almsco International

(figura 3.2.1B). Durante la etapa de desorción el tubo se calienta a 300°C durante 8 minutos. Durante el muestreo se mantuvo la trampa interna fría, a una temperatura aproximadamente de 10°C. En el proceso de desorción, la temperatura se eleva rápidamente a 320°C. Se aplicó un split de 30:1, utilizando como gas transportador Helio (99,9999% pureza).

La columna cromatográfica (DB-624) empleada tiene una longitud de 60m, un diámetro interno de 0,25mm y un grosor de capa de 1,40µm. Las condiciones de análisis del cromatógrafo de gases fueron: temperatura inicial 40°C (5min), rampa de temperatura de 5°C/min hasta una temperatura final de 230°C (mantenida durante 5min). El rango de masas fue de 33 a 330 unidades de masa atómica (uma).

La identificación de compuestos se realizó por comparación del espectro de masas obtenido con un espectro de referencia de la base de datos NIST2011 (National Institute of Standards and Technology, United States) y con el uso del software TargetView (Almsco International). Para la cuantificación de COVs, se realizó la calibración con una sustancia patrón, preparada con la dilución de Tolueno-d8 (Neochema, GER) en metanol. Se realizó un análisis semi-cuantitativo.

#### **4. Bibliografía**

ISO 3966:1977 Measurement of fluid flow in closed conduits -- Velocity area method using Pitot static tubes.

***BLOQUE I. COMPOSTAJE EN PILAS: EMISIONES DE OLOR  
ASOCIADAS AL PROCESO***

***SECTION I. COMPOSTING IN PILES: ODOUR EMISSIONS  
ASSOCIATED TO THE PROCESS***

---

## COMPOSTAJE EN PILAS: EMISIONES DE OLOR ASOCIADAS AL PROCESO

### 1. Introducción

A partir de la revolución industrial, se observó un acusado aumento del número de plantas de compostaje que se fueron estableciendo, debido a una mayor generación de residuos y a la necesidad de tratarlos y reutilizarlos con el propósito de una mejora de la salud, el medioambiente, el uso del suelo y los recursos, asociado, todo ello, a un mayor beneficio económico (Wilson, 2007). Desde 1960, gran cantidad de modelos y herramientas ingenieriles se aplicaron con la finalidad de ayudar a las agencias de gestión de residuos municipales a mejorar la planificación y el seguimiento de los procesos de gestión de residuos (Chang et al., 2011). Entre 1970 y mediados de 1980, las actuaciones en este sector estuvieron enfocadas al control de los residuos con la finalidad de minimizar la existencia de vertederos y la incineración (Henry et al., 2006). Actualmente, en casi todas las plantas se lleva a cabo un reciclado de la materia orgánica mediante la realización del proceso de compostaje.

A pesar de la gran diversidad de plantas de gestión de residuos instaladas en la actualidad, la mayoría de ellas establecen sistemas de compostaje abiertos ya que suponen una menor inversión económica inicial. En España, el sistema con mayor predominio instalado en plantas de compostaje es el sistema abierto en pilas dinámicas volteadas también denominado “windrows” (44%), seguido del sistema cerrado bajo cubierta como el compostaje en reactor o trinchera (27%) tras el que se sitúa el de túneles (24%) (Álvarez de la Puente, 2007).

Numerosos estudios, destacan los beneficios medioambientales que supone la mejora de la calidad del suelo debido al uso de compost, incluyendo la adición de materia

orgánica, electrolitos y nutrientes al suelo, la reducción de necesidad del uso de fertilizantes y pesticidas, la mejora de la estructura, densidad y porosidad del suelo, lo cual incrementa la capacidad de retención del agua y disminuye la erosión y, finalmente, el aumento de almacenamiento de carbono en el suelo, reduciendo el calentamiento global (ROU, 2007; Favoino and Hogg, 2008; Martínez-Blanco et al., 2009). Sin embargo, el proceso de compostaje también provoca impactos negativos sobre el medioambiente como, las emisiones de CO<sub>2</sub> debido al combustible fósil usado en el transporte y en equipos de tratamiento y las emisiones de metano (CH<sub>4</sub>), óxido nitroso (N<sub>2</sub>O) y amonio (NH<sub>3</sub>) generados por procesos de metanogénesis y desnitrificación, en caso de que se desarrollen situaciones de anaerobiosis, generando malos olores y gases efecto invernadero adicionales (Boldrin et al., 2009; Edwards and Williams, 2011).

### **2. Control y seguimiento del compostaje en pilas: minimización de las emisiones de olor**

Aunque muchas de las emisiones de olor asociadas al proceso de compostaje se generan durante el transporte, también son responsables de su generación las actividades de recepción y almacenamiento de los residuos. Dichas emisiones, debidas fundamentalmente a la descomposición de la materia orgánica, dependen del sistema utilizado para llevar a cabo el proceso, incrementándose si el proceso se realiza al aire libre.

Teniendo en cuenta que el compostaje en pilas supone un mayor impacto oloroso que si el proceso se desarrolla en estructuras cerradas, el control y seguimiento del proceso son fundamentales para minimizar al máximo dichas emisiones.

Considerando como punto de partida la recepción del material en la planta de tratamientos de residuos sólidos urbanos (RSU), el material debe ser sometido a triaje primario y secundario permitiendo separar la materia orgánica que, posteriormente, va a ser tratada mediante compostaje. Para realizar un proceso de compostaje en pilas adecuado, en primer lugar, se debe tener en cuenta el tamaño de la pila para la cual se recomienda una altura menor de 2,7 metros y sin limitación en cuanto a su longitud. El material compostable se debe apilar sin que se comprima excesivamente para favorecer la aireación del mismo.

Por otro lado, los montones o pilas deben ser aireados por volteo dependiendo la frecuencia de los mismos, del tipo de material, de la humedad y de la rapidez con la que se desea que se realice el proceso; para establecer esta frecuencia se puede realizar un control de la temperatura de la pila o bien determinarse a través de un control de emisión de malos olores.

Con la finalidad de minimizar y controlar la emisión de gases, Amlinger et al. (2008) propone diferentes medidas de actuación; para la minimización de emisiones de  $\text{NH}_3$  y  $\text{N}_2\text{O}$  sugiere que el material tenga una relación C/N comprendida entre 25 y 35, previniendo las limitaciones de descomposición asociadas a relaciones C/N superiores. También recomienda la adición de un 10% de compost maduro al inicio del proceso para asegurar una formación temprana de sustancias húmicas. Existen otras metodologías aunque algo más costosas como la inyección supletoria de aire en el material, aplicables, por ejemplo, en situaciones en las que se den condiciones de anaerobiosis y, por lo tanto, emisiones de metano; de esta forma se facilitaría la transferencia de oxígeno, promoviendo así la actividad microbiológica (Saer et al., 2013) y evitando la emisión de malos olores.



### **3. Determinación de emisiones de olor en pilas de compostaje**

En España, la crisis actual junto con la escasez de normativa existente que regule o establezca límites con respecto a las emisiones de olor, hacen que las inversiones económicas en el proceso de compostaje no se encuentren enfocadas a minimizar o controlar las emisiones de gases, altamente olorosas en la mayoría de los casos.

Por otro lado, el aumento poblacional causa el crecimiento de núcleos urbanos que se aproximan a plantas de gestión de residuos, situadas anteriormente a las afueras de la ciudad lejos de la población, lo que supone un incremento de las molestias por malos olores fundamentalmente.

El compostaje en pilas es considerado un foco de emisión de olor pasivo. Diversos tipos de muestreadores son utilizados para la toma de muestras gaseosas procedentes de focos de emisión pasivos. Suelen consistir en estructuras de acero inoxidable que disponen de una cavidad en la que un flujo constante de aire, suministrado por un ventilador, se pone en contacto con la superficie del foco oloroso permitiendo recoger muestras impregnadas de olor. Pueden ser sistemas con ventilación automatizada o que bien, permiten la adaptación de un sistema de ventilación. Entre la variedad de muestreadores existentes se puede destacar la campana Lindvall fabricada por Odournet GmbH.

Posteriormente, las muestras recogidas del foco emisor, pilas de compostaje en el caso de estudio, se caracterizan mediante olfatometría dinámica para determinar su concentración de olor, expresada en unidades de olor Europeas por metro cúbico ( $ou_E/m^3$ ). Sin embargo, para determinar las emisiones de olor de un foco no es suficiente la medida de la concentración de olor, es necesario determinar la tasa de emisión de olor,

conocida por el término “Odour Emission Rate” (OER), la cual se mide en  $ou_E/s$ . Para un foco puntual, la tasa de emisión se calcula multiplicando la concentración de olor ( $ou_E/m^3$ ) por el flujo de aire ( $m^3/s$ ), normalizado a  $20^\circ C$ , que es la temperatura de referencia según la norma Europea EN 13725:2003.

Cuando la emisión proviene de un área determinada, como una planta de gestión de residuos, en lugar de un foco puntualizado, se requiere del cálculo de la tasa de emisión específica, conocida por el término Specific Odour Emission Rate (SOER), la cual se mide en  $ou_E/s \cdot m^2$ . La tasa de emisión de olor específica se calcula como el producto de la concentración de olor ( $ou_E/m^3$ ) y el flujo de aire neutro introducido en el muestreador ( $m^3/s$ ) y dividido entre el área del muestreador ( $m^2$ ). Finalmente, la tasa de emisión de olor (OER) se obtiene del producto de la tasa de emisión específica (SOER) por la superficie del área de emisión ( $m^2$ ) (Sironi et al., 2006).

Con la finalidad de determinar el impacto de estas emisiones de olor sobre poblaciones colindantes, las tasas de emisión de olor previamente calculadas son utilizadas para simular procesos de dispersión de olor y determinar las inmisiones que afectan a dichas zonas urbanizadas.

#### **4. Inmisiones de olor de plantas de gestión de residuos: impacto y métodos de evaluación**

El impacto de las inmisiones de olor sobre zonas colindantes puede ser evaluado mediante la aplicación de modelos de dispersión ya que permiten simular las inmisiones de olor que pueden llegar a perturbar zonas urbanizadas colindantes. Estos modelos pueden ser utilizados de manera complementaria a la utilización de narices electrónicas, olfatómetros de campo o bien, a la realización de inspecciones de campo con personas

cualificadas olfativamente (panelistas), previamente seleccionadas mediante el criterio propuesto por el proceso de olfatometría dinámica (EN 13725, 2003).

#### **4.1. Modelos de dispersión de olor**

Los modelos de dispersión de olor permiten simular el transporte y la difusión de olor en la atmósfera a partir de un determinado foco o área de emisión con la finalidad de prevenir y cuantificar del impacto ambiental atmosférico. Una de las principales ventajas del uso de estos modelos es que pueden ser utilizados para predecir el impacto oloroso de cualquier instalación antes de su implantación.

En la aplicación de un modelo de dispersión deben ser integrados todos aquellos elementos que inciden en la calidad del aire como, condicionantes atmosféricos, localización de focos emisores e intensidad de los mismos, situación del receptor/es, así como, la topografía, orografía, etc. Cuanta más información sea considerada para realizar la simulación, mayor fiabilidad tendrán los resultados obtenidos.

Su principal desventaja es la gran variedad de factores que intervienen en la dispersión del olor entre los que cabe destacar, el peso molecular de los compuestos olorosos, la temperatura y humedad del aire ambiente, reacciones químicas que puedan producirse entre compuestos, topografía del terreno, caudales de aire, etc.

Los modelos más sencillos se basan en algoritmos de conservación, transporte y deposición de partículas, considerando que las condiciones son similares en la totalidad del área estudiada. Modelos más complejos dividen el espacio en celdas tridimensionales y en cada una se consideran unas condiciones particulares de manera que en el paso del contaminante de una celda a otra puede sufrir transformaciones en función del cambio de condiciones. Estos modelos son dinámicos y requieren de mayores conocimientos

meteorológicos, por lo que resultan más complicados de aplicar siendo más precisos en sus estimaciones aunque también mucho más costosos.

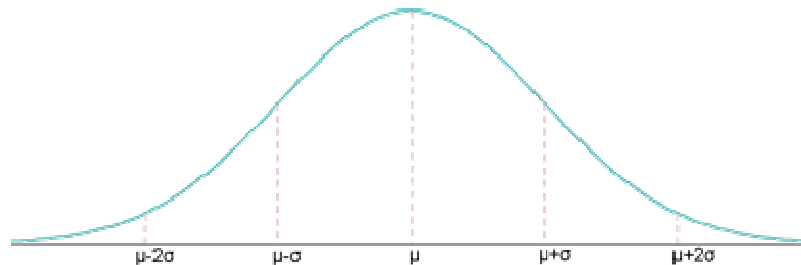
En función de las hipótesis y algoritmos en los que se fundamentan, los modelos de dispersión pueden ser clasificados en:

### **Modelo gaussiano**

Se basa en la fórmula de distribución de Gauss (eq. 4.1.1) y emplea cálculos relativamente sencillos para estimar las concentraciones que se encuentran lejos del centro de la pluma, asumiendo una distribución gaussiana (figura 4.1.1).

$$f(X) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} e^{-\frac{1}{2}\left(\frac{x-\mu}{\sigma}\right)^2} \quad eq.(4.1.1)$$

Donde una variable aleatoria continua, **X**, sigue una distribución normal de media  $\mu$  y desviación típica  $\sigma$ .



**Figura 4.1.1.** Campana de Gauss

La variable (X) puede tomar cualquier valor real, es decir,  $(-\infty, +\infty)$ , es simétrica respecto a la media  $\mu$  y alcanza su máximo en dicha media.

Este modelo contempla datos meteorológicos comunes para toda el área de estudio y considera los efectos de la topografía, edificios, etc. Pierde su eficacia para la modelización de contaminantes reactivos y a largas distancias (superiores a 50 km).

### ***Modelo euleriano***

En este tipo de modelos, el comportamiento de compuestos químicos se analiza en relación con un sistema fijo de coordenadas, analizando la evolución a lo largo del espacio a través de algoritmos de conservación de masa y calor y de las transformaciones químicas que puedan sufrir. Es recomendado para contaminantes reactivos y situaciones complejas por su precisión aunque son también bastante costosos.

### ***Modelo lagrangiano***

Analiza el comportamiento de los compuestos químicos desde un sistema de referencia que acompaña el movimiento de la masa gaseosa. Se trata de un modelo complejo y costoso recomendado para situaciones en las que intervengan sustancias altamente peligrosas.

Entre los modelos anteriores, los más ampliamente utilizados son los modelos gaussianos y uno de los más conocidos es el modelo CALPUFF, utilizado actualmente para la evaluación de emisiones de olor por gran cantidad de autores (Capelli et al., 2011; Vieira de Melo et al., 2012).

CALPUFF ha sido recomendado por la Agencia de protección medioambiental como uno de los modelos más adecuados para describir el transporte de emisiones de contaminantes y para aquellos casos en los que las inspecciones de campo son complejas y requieren mucho tiempo (EPA, 2005). Es un modelo de dispersión atmosférica no estacionario muy adecuado para la simulación de dispersión de olores (Sironi et al., 2010). Requiere información orográfica, meteorológica y datos de emisión que suelen estar

basados en los resultados de análisis olfatométricos (Wang et al., 2006). Como se mencionó anteriormente, para la caracterización del olor de un foco emisor se debe evaluar la OER ( $ou_E/s$ ). De manera complementaria, el modelo requiere información sobre el foco de emisión como coordenadas geográficas, altura, geometría y tiempos de operación.

Los resultados obtenidos mediante la simulación suelen describirse en mapas en los cuales se representan líneas isopletas de concentración de olor coincidentes con el percentil 98. De acuerdo a la definición de percentil 98, los valores de estas concentraciones de olor representan la concentración de olor ( $ou_E/m^3$ ) que es excedida durante el 2% de las horas en un año (Ranzato et al., 2012).

#### **4.2. Inspecciones de campo**

Las inspecciones de campo están reguladas por la normativa alemana VDI 3940 (2006); dichas inspecciones comienzan con una visita al área de interés por un grupo de panelistas, en la cual se identifican los focos de olor y se realiza una campaña de toma de muestras para familiarizar a los panelistas con el olor de cada foco emisor. La zona de inspección se selecciona teniendo en cuenta la dirección de vientos predominante. Dicha zona es dividida en lo que se denomina una **malla de mediciones**, dividida a su vez, en celdas cuadradas definidas por puntos de medida situados, como mínimo, a 250 m de distancia. Cada punto de muestreo es visitado por un panelista de manera uniforme a lo largo del tiempo, acorde a un calendario establecido que distribuye las visitas a cada punto a distintas horas del día, con la finalidad de tener en cuenta las diferentes condiciones meteorológicas. En cada punto, los panelistas realizan series de percepciones olfativas durante 10 minutos registrando a cada minuto su estimación de la intensidad del

olor y reflejando estos datos en un formulario. A partir de los resultados obtenidos, se calcula la frecuencia de olor definida como el número de respuestas positivas dividido por el número total de muestras. Los resultados de las medidas positivas permiten, mediante cálculos ulteriores, obtener los valores de concentración de olor ( $ou_E/m^3$ ).

También puede ser aplicado el **método del penacho** mediante la cual los panelistas se sitúan a sotavento del foco emisor, a una distancia tal que no se perciban olores, y van avanzando hacia éste deteniéndose en los puntos previamente determinados. El objetivo de este método es determinar la distancia al foco en la cual detectan olor el 50% de los panelistas. La concentración de olor así detectada corresponde, por definición, a 1  $ou_E/m^3$ .

Finalmente, se aplican modelos de dispersión para calcular el valor de la emisión del foco emisor y los niveles de inmisión en el entorno.

### 4.3. Olfatómetro de campo

La olfatometría de campo es una herramienta que puede emplearse para el control en línea de actividades molestas o para la verificación del cumplimiento de los estándares de calidad ambiental en los perímetros de las instalaciones emisoras de olores o bien en las propias comunidades afectadas (receptores).

La olfatometría de campo se basa en la olfatometría dinámica, aunque con la particularidad de que se aplica a medidas de inmisión en campo con la intervención de olfatómetros calibrados de acuerdo con lo que establece la norma UNE 13725-2003. Son utilizados para medir in situ y a tiempo real el nivel de olor, su frecuencia y duración. En España, el más utilizado es el olfatómetro de campo Nasal Ranger (Figura 4.3.1).

El olfatómetro de campo Nasal Ranger permite crear una serie calibrada de diluciones discretas mediante la mezcla del olor ambiental con aire libre de olor (filtro de carbón activo). La olfatometría de campo define cada nivel discreto de dilución como el cociente "Dilución hasta el Umbral", es decir, el cociente entre el volumen de aire filtrado y el volumen de aire oloroso necesario para que el olor ambiental no se detecte (perciba).



**Figura 4.3.1.** Olfatómetro de campo

## 5. Bibliografía

Álvarez de la Puente J.M., 2007. Estudio de mercado de los compost urbanos en España. Cap. 3, pag.9 (<http://perso.wanadoo.es>).

Amlinger F., Peyr S., Cuhls C., 2008. Greenhouse gas emissions from composting and mechanical biological treatment. Waste Manag. Res. 26, 47-60.

Boldrin A., Andersen J., Møller J., Christensen T., 2009. Composting and compost utilization: accounting of greenhouse gases and global warming contributions. Waste Manage. Res. 27, 800-812.

Capelli L., Sironi S., Del Rosso R., Céntola P., Rossi A., Austeri C., 2011. Odour impact assessment in urban areas: case study of the city of Terni. Procedia Environ. Sci. 4, 151–157.

Chang N.B., Pires A., Martinho G., 2011. Empowering systems analysis for solid waste management: challenges, trends and perspectives. Crit. Rev. Environ. Sci. Technol. 41, 1449–1530.



Edwards D., Williams C., 2011. Method for Estimating Greenhouse Gas Emission Reductions from Compost from Commercial Organic Waste.

[http://www.arb.ca.gov/cc/protocols/localgov/pubs/compost\\_method.pdf](http://www.arb.ca.gov/cc/protocols/localgov/pubs/compost_method.pdf).

EN 13725, 2003. Air Quality e Determination of Odor Concentration by Dynamic Olfactometry. European Committee for Standardization, Brussels.

EPA, November 9, 2005. Revision to the Guideline on Air Quality Models: Adoption of a Preferred General Purpose (Flat and Complex Terrain) Dispersion Model and Other Revisions; Final Rule. 40 CFR Part 51. Federal Register, vol. 70. No. 216, Rules and Regulations.

Favoino E., Hogg D., 2008. The potential role of compost in reducing greenhouse gases. Waste Manag. Res. 26, 61-69.

Guideline VDI 3940:2006. Determination of Odorants in Ambient Air by Field Inspections. Dusseldorf 1993 (German/English).

Henry R.K., Yongsheng Z., Jun, D., 2006. Municipal solid waste management challenges in developing countries – Kenyan case study. Waste Manage. 26, 92–100.

Martínez-Blanco J., Muñoz P., Anton A., Rieradevall J., 2009. Life cycle assessment of the use of compost from municipal organic waste for fertilization of tomato crops. Resour. Conserv. Recycl. 53, 340-351.

Ranzato L., Barausse A., Mantovani A., Pittarello A., Benzo M., Palmeri L., 2012 A comparison of methods for the assessment of odor impacts on air quality: Field inspection (VDI 3940) and the air dispersion model CALPUFF. Atmos. Environ. 61, 570-579.

ROU, 2007. Life Cycle Inventory and Life Cycle Assessment for Windrow Composting Systems. From Recycled Organic Unit, The University of New South Wales, Sidney. from: <http://www.recycledorganics.com/publications/reports/lca/lca.htm>.

Saer A., Lansing S., Davitt N.H., Graves R.E., 2013. Life cycle assessment of a food waste composting system: environmental impact hotspots. *J. Clean. Prod.*, 234-244.

Sironi S., Capelli L., Céntola P., Del Rosso R., Il Grande M., 2006. Odour emission factors for the prediction of odour emissions from plants for the mechanical and biological treatment of MSW. *Atmos. Environ.* 40, 7632-7643.

Sironi S., Capelli L., Céntola P., Del Rosso R., Pierucci S., 2010. Odour impact assessment by means of dynamic olfactometry, dispersion modelling and social participation. *Atmos. Environ.* 44, 354-360.

Vieira de Melo A. M., Santos J. M., Mavroidis I., Costa Reis Junior N., 2012. Modelling of odour dispersion around a pig farm building complex using AERMOD and CALPUFF. Comparison with wind tunnel results. *Build. Environ.* 56, 8-20.

Wang L., Parker D.B., Parnell C.B., Lacey R.E., Shaw B.W., 2006. Comparison of CALPUFF and ISCST3 models for predicting downwind odor and source emission rates, *Atmos. Environ.* 40, 4663-4669.

Wilson D.C., 2007. Development drivers for waste management. *Waste. Manage. Res.* 25, 198-207.



## 6. Artículos incluidos en el Bloque I

### 6.1. Breve descripción del artículo *“Dynamic olfactometry for monitoring the aerobic stabilization of organic waste”*

Este trabajo se basa en el seguimiento del proceso de compostaje de la fracción orgánica de residuos sólidos urbanos (FORSU), realizado en pilas y a escala industrial. Esta actividad lleva asociadas elevadas emisiones de olor que no son tratadas.

La olfatometría dinámica es la técnica que permite determinar la concentración de olor ( $ou_E/m^3$ ) de muestras gaseosas. Así, el objetivo de este estudio ha sido demostrar la viabilidad de la olfatometría dinámica como técnica de seguimiento del proceso de compostaje. Para validar la aplicación de esta técnica, se ha realizado una determinación paralela de las variables físico-químicas tradicionalmente evaluadas, así como de las variables respirométricas propias del proceso, con la finalidad de determinar la existencia de correlaciones entre la concentración de olor y dichas variables. La viabilidad de esta técnica para el seguimiento del compostaje ha quedado demostrada en este estudio, estableciéndose correlaciones entre la concentración de olor ( $ou_E/m^3$ ) y las variables respirométricas SOUR ( $mg\ O_2/gSV \cdot h$ ) y OD<sub>20</sub> ( $mg\ O_2/gSV$ ), así como con la relación  $C_{TOC}/N_{NH_4^+}$ . Las mayores emisiones de olor cuantificadas se generaron durante los primeros 24 días del compostaje, correspondientes a la etapa hidrolítica de mayor actividad microbológica.



***6.1.1. Dynamic olfactometry for monitoring the aerobic stabilization of organic waste***

---



## DYNAMIC OLFACOMETRY FOR MONITORING THE AEROBIC STABILIZATION OF ORGANIC WASTE

M.C. Gutiérrez, M.A. Martín\*, A.F. Chica.

Departamento de Química Inorgánica e Ingeniería Química, Facultad de Ciencias, Universidad de Córdoba, Campus Universitario de Rabanales, Edificio C-3, Ctra. Madrid-Cádiz, km 396, 14071-Córdoba, Spain. \* Corresponding author: Phone: +34 957 212273; fax: +34 957 218625; e-mail address: iq2masam@uco.es

*(Received 18 November 2013, Under Review)*

### Abstract

In this study, the evolution of odour concentration ( $ou_E/m^3_{STP}$ ) emitted during the pile composting of the organic fraction of municipal solid waste (OFMSW) was monitored by dynamic olfactometry. Physical-chemical variables as well as the respirometric variables, which have traditionally been used to monitor the process as well as to determine the quality of the final product, were also analysed. The aim of this work was to determine the relationship between odour and traditional variables to determine if dynamic olfactometry is a feasible and adequate technique for monitoring an aerobic stabilisation process (composting). The results showed that the decrease of odour concentration, total organic carbon and respirometric variables was similar (around 96, 96 y 98 % respectively). The highest odour emission ( $5224 ou_E/m^3$ ) was reached in parallel with the highest microbiological activity (SOUR and  $OD_{20}$  values of  $25 mgO_2/gVS \cdot h$  and  $70 mgO_2/gVS$ , respectively).

The validity of monitoring the odour emissions during composting, in combination with traditional and respirometric variables, was revealed in this work through the adequate correlation obtained between them.

**Keywords:** Dynamic olfactometry; odour concentration; composting; organic matter stability.

**Abbreviations:**

OFMSW = Organic fraction of municipal solid waste; NMOC = Non-methane organic compounds; SOUR = Specific oxygen uptake rate; OD<sub>20</sub> = Cumulative oxygen demand at 20 hours; RI = Respiration index; DRI = Dynamic respiration index.

**1. INTRODUCTION**

The generation of municipal and industrial solid waste can be highly problematic if the waste is not treated properly. One of the most effective methods for treating and recycling this waste is composting. The composting process permits different types of organic waste to be transformed into quality compost that can be used as fertiliser for the conservation of soil fertility, the production of high-quality crops and environmental preservation.

However, one of the major drawbacks to this process is that it releases odours even in the best of cases (Bruno et al., 2007). The major odour emissions, including volatile organic compounds (VOCs), occur from the reception step and during the turning over of the compost piles for the aerobic biological treatment (Delgado-Rodriguez et al., 2012).

Composting can be performed in a closed system such as tunnel composting or in an open system such as pile composting. Although the infrastructure costs of closed



systems are higher, they permit controlling liquid, solid and odorous emissions and thus preserve the health of workers. On the other hand, open piles require less infrastructure, but generate highly odorous emissions. Composting involves the biological aerobic degradation of organic matter which produces gas emissions composed primarily of CO<sub>2</sub>, with trace amounts of methane and non-methane organic compounds (NMOC) such as nitride, sulphide, hydrocarbons, alcohols, ketenes, esters and aromatic compounds. Some of these compounds emit odours that are annoying for the population (Pagans et al., 2006; Sironi et al., 2006), whereas other compounds can be toxic for humans (Caro and Gallego, 2009).

The reference method used to establish the concentration, intensity and quality of odour is known as dynamic olfactometry (European Norm EN 13725, 2003). This method measures the total odour impact in terms of European odour units per cubic meter (ou<sub>E</sub>/m<sup>3</sup>), but does not identify the specific chemicals responsible for the odour. This method consolidated high standards of repeatability and reproducibility that make them reliable at the presence of emissions with relevant concentrations (Littarru, 2007). Specifically, Romain et al. (2008) also reported the usefulness of dynamic olfactometry as sensorial technique to measure odours emitted from landfill areas.

Compost quality is closely related to its stability and maturity, which cannot be established by a single variable (Bernal et al., 2009). Traditionally, the quality and maturity of compost has been established by a combination of variables such as volatile solids (VS%), total organic carbon (C<sub>TOC</sub>%), oxidisable organic carbon (OXC%), total Kjeldahl nitrogen (N<sub>TKN</sub>%), ammoniacal nitrogen (N<sub>NH<sub>4</sub><sup>+</sup></sub>%), pH, conductivity (μS/cm) and phosphorous content (P-P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>%) (Ciavatta et al., 1993; Said-Pullicino et al., 2007). Respirometric variables such as the specific oxygen uptake rate (SOUR, mgO<sub>2</sub>/gVS·h) and

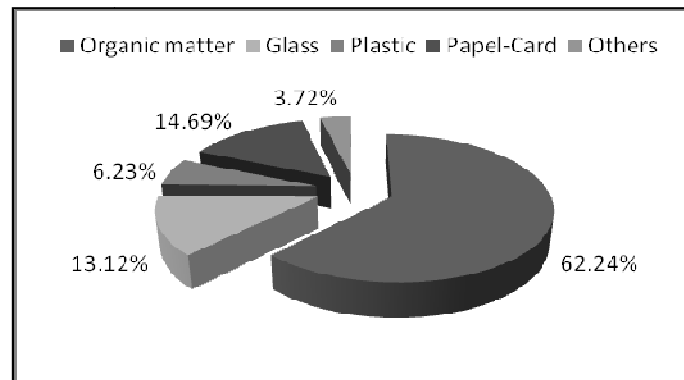
cumulative oxygen demand at 20 hours ( $OD_{20}$ , mg  $O_2$ /gVS) have also been used to monitor the composting process (Scaglia et al., 2007).

This work focuses primarily on the study of the variables  $N-N_{TKN}$ ,  $C_{TOC}$ ,  $C_{TOC}/N_{TKN}$  ratio, pH and the respirometric variables mentioned above, as well as odour emissions generated during the composting process. The aim was to study whether the measurement of these odorous emissions by dynamic olfactometry can be used either as a single variable or in combination with other variables for monitoring and controlling the composting process, and thus reduce analytical costs.

## **2. MATERIALS AND METHODS**

Odour emissions were monitored through dynamic olfactometry and the physical-chemical variables were characterised at the Saneamientos de Córdoba S.A. waste treatment plant. The plant is in charge of processing the organic fraction of municipal solid waste (OFMSW) from the city of Cordoba (Spain), which is composted in compost piles. Although, dynamic olfactometry was used to monitor odour emissions from OFMSW in this research study, this method is useful to determine the odour emissions from all kind of odorous substrates and processes. The waste is sorted to separate the OFMSW and the inorganic fraction, with each fraction subsequently undergoing a different treatment process. The OFMSW is separated manually from the voluminous matter, and then fed into a trommel tube to remove particles higher than 80 mm in diameter. An electromagnet is used to remove most of the ferrous materials, immediately after which the aluminium is eliminated by a Foucault current. The resulting matter is transported by a tripper conveyor belt to form compost piles. The compost piles are approximately 50 metres long, 2 metres high and 3 metres wide and take the shape of a

triangular polygon. The OFMSW used in the composting process was characterised as shown in Figure 1.



**Figure 1.** Characterization of the organic fraction of municipal solid waste

In this work, three compost piles composed of the same raw matter (OFMSW) were studied during the composting process. The piles were monitored on consecutive days at different stages of the composting process in order to correlate the data. The monitoring time of each pile is shown in Table 1.

**Table 1.** Monitoring time in each compost pile

Monitoring time (days)	0	15	24	48	81	112	136	169	189	212	239
Pile 1	■	■	■			■			■		■
Pile 2	■	■		■			■			■	■
Pile 3	■	■			■			■			■

The results were evaluated considering that only one pile was monitored during the different stages of the composting process. Moreover, the piles underwent a similar turning and wetting treatment.

## **2.1. Physical-chemical analysis**

Solid samples were taken from each composting pile and subjected to physical-chemical analyses. The following analyses were performed in the solid fraction: moisture (%), organic matter (OM %), oxidisable organic carbon (OXC %), nitrogen content (as N-Kjeldahl %), ammoniacal nitrogen (N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup> %) and phosphorous content (P-P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> %). In the aqueous extract, the analyses were total organic carbon (C<sub>TOC</sub> %), pH and conductivity (μS/cm). The aqueous extracts were prepared from solid sample and water at a mixing ratio 1:25 w/w, respectively. The sample was shaken at 100 rpm for 1 hour and the settlement time was fixed at 30 minutes. Finally, the sample was subjected to filtration to eliminate the solids. The analyses were carried out following the methodology proposed by the US Department of Agriculture and the US Composting Council (2002). These variables were analysed in triplicate.

## **2.2. Analysis of biological activity**

Biological activity can be determined using the Respiration Index (RI, mg O<sub>2</sub>/ g organic matter·h). The RI measures the oxygen uptake rate and is usually used to determine compost stability (Gea et al., 2004; Barrena et al., 2005). The respirometer used in this work was designed and built in 2003-2004 with funding from project REN 2002-02602. This respirometer has been patented (Publication No. ES2283171 A1 of 16 October 2007).

The respirometer consisted of a thermostated bath and two 1-L Erlenmeyers. The content of the Erlenmeyers was magnetically stirred at 300 rpm and two oximeters monitored the oxygen content, which was maintained between 6.8-7.0 mg·L<sup>-1</sup> through the injection of compressed air. The shredded samples of compost (≈1 g) were diluted in

a buffer medium containing nutrients. Oxygen concentration was measured and registered continuously by a data acquisition system.

The parameters determined were the specific oxygen uptake rate (SOUR  $\text{mgO}_2/\text{gVS}\cdot\text{h}$ ) and the accumulated oxygen demand at 20 hours ( $\text{OD}_{20} \text{mgO}_2/\text{gVS}$ ), both of which are the result of microbial respiration due to the degradation of organic matter. To prevent oxygen uptake due to the activity of nitrifying bacteria, thiourea was added as a nitrification inhibitor in all the experiments. Each sample was analysed in duplicate.

### 2.3. Odour sample collection

A stainless steel sampler ( $1 \text{ m}^2$  covered surface area) was used (Fig. 2a) to monitor the piles. The sampler had an inlet duct through which air was forced by means of a turbine equipped with an active carbon filter to remove the odour from the air drawn from outside.

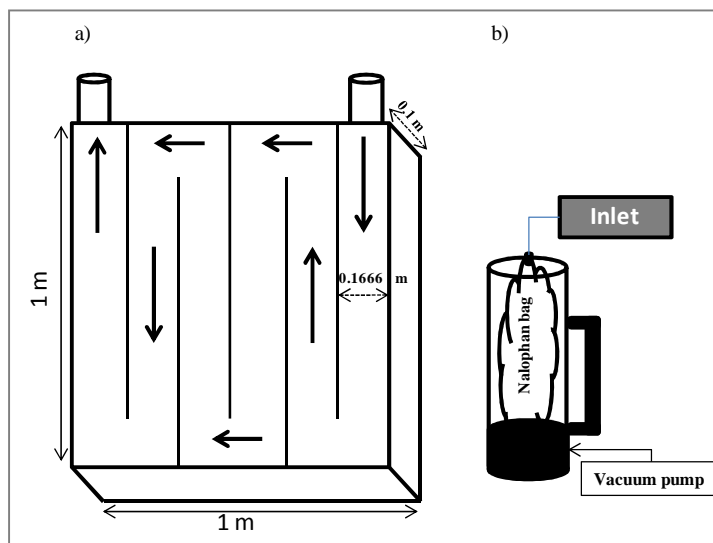
In order to increase air contact time with the OFMSW and impregnate it with the odour, air was circulated through six ducts (Section= $0.0167 \text{ m}^2$ ), in which the total area of the sampler was divided. The air sample was taken after 5 minutes of contact time. The total distance travelled by the air inside the sampler was 6 m. Air velocity was determined in each of the ducts, with a mean value of  $0.1125 \text{ m/s}$ .

The Reynolds number (eq. (1)) shows that, on average, the air flows through the sampler in a laminar regime ( $\text{Re}=898$ ). The Reynolds number has been calculated by the following expression:

$$\text{Re} = (D \cdot \rho \cdot u) / \mu \quad (\text{eq. 1})$$

where  $Re$  is the Reynolds number,  $D$  is the equivalent diameter of the duct (Vian et al., 1961),  $u$  is the mean air velocity,  $\rho$  is the air density (25°C) and  $\mu$  is the dynamic viscosity of the air.

The average rate of air flowing through the ducts was calculated taking into account the mean air velocity and the section of the ducts, obtaining a value of  $1.9 \cdot 10^{-3} \text{ m}^3_{STP}/s$  (STP, standard temperature and pressure).



**Figure 2. (a) Stainless steel sampler, (b) standard sampling device (Gutiérrez et al., 2013)**

The outlet air was collected with a standard sampling device consisting of a vacuum container which evacuates the air by a vacuum pump. The sample Nalophan™ bags inside the device had a capacity of 8 L (Fig. 2b). The filling time of an 8 L bag was 60 seconds.

#### 2.4. Olfactometry analysis

Dynamic olfactometry is the most widely used method to quantify odour emitted from the source. According to European Norm EN 13725 (2003), dynamic olfactometry is the reference method to establish the concentration, intensity and quality of the odour. It is a sensorial technique to determine the odour concentration of an odorous air sample

using selected panellists. This method measures the total odour impact in terms of European odour units per cubic meter ( $ou_E/m^3$ ) and represents the number of dilutions with neutral air that are necessary to bring the concentration of the sample to the panel members. The odour concentration is calculated as the geometric mean of the odour threshold values of each panellist, multiplied by a factor that depends on the olfactometer dilution step factor.

We used the T08 ECOMA GmbH olfactometer model, which is based on the 'Yes/No' method. The instrument allows up to four panellists to take measurements simultaneously at separate stations. Each station is equipped with a stainless steel sniffing port and a push-button for "yes" (odour threshold). The measuring range of this olfactometer starts from a maximum dilution factor of 1:64.000, with a dilution step factor of 2 (Capelli et al., 2009). All of the measurements were analysed within 30 h after sampling under olfactometry laboratory conditions (25°C and 1atm).

The odour concentration results obtained in this study are the arithmetic mean of odour concentration of three samples taken in different areas of the compost piles. All odour concentration data are expressed in standard temperature and pressure (0°C and 1 am).

### **3. RESULTS AND DISCUSSION**

#### **3.1 Characterisation of the evolution variables of the process**

The physicochemical characterisation of the initial and final OFMSW of the composting process was studied in this work and is shown in Table 2. The table also shows the overall variation of these variables during the process.

After determining these variables, we focused on the variables that are most relevant to the quality of the compost, as well as the respirometric variables (SOUR and OD<sub>20</sub>), as they are indicative of the maturity of the product and its relationship to odour emissions.

As shown in Table 2, the variables C<sub>TOC</sub>, C<sub>TOC</sub>/N<sub>NH4+</sub> ratio and the respirometric variables (SOUR, OD<sub>20</sub>) decrease significantly and in a similar manner to the odour concentration during the composting process.

**Table 2.** Physical-Chemical characterization of initial and final OFMSW (mean value of 3 replicates and standard deviation)

Variable	OF-MSW		
	Initial (0 days)	Final (239 days)	Variation (%)
ou <sub>E</sub> /m <sup>3</sup> <sub>STP</sub>	431 ± 179	13 ± 2	- 96.98
Conductivity (µS/cm)	2,845 ± 120	951 ± 10	- 66.57
pH	5.70	8.15	-
Moisture (% w/w)	64.0 ± 8.8	27.6 ± 1.5	- 57.0
C <sub>TOC</sub> (%)	5.58 ± 1.00	0.22 ± 0.01	- 96.15
VS <sub>dry</sub> (%)	75.0 ± 1.0	30.5 ± 1.0	- 59.33
OXC (% dry matter)	35.7 ± 3.1	17.6 ± 1.3	- 50.57
N-NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> (% dry matter)	0.26 ± 0.02	0.28 ± 0.03	+ 7.69
N <sub>TKN</sub> (% dry matter)	2.46 ± 0.35	1.29 ± 0.24	- 47.56
C <sub>OXC</sub> / N <sub>TKN</sub>	14.7	13.6	- 7.48
C <sub>TOC</sub> /N <sub>NH4+</sub>	15.94	0.77	- 95.17
P-P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> (% dry matter)	0.49 ± 0.04	1.48 ± 0.06	+ 202.04
SOUR* (mgO <sub>2</sub> /gVS <sub>dry</sub> ·h)	46 ± 5	0.6 ± 0.2	- 98.70
OD <sub>20</sub> * (mgO <sub>2</sub> /gVS <sub>dry</sub> )	312 ± 10	4.71 ± 1.1	- 98.49

\* Mean value of 2 replicates and standard deviation



The behaviour of pH plays an important role in the composting process as its variation affects the evolution of many other variables which influence the odour emissions. The odour emissions were significantly higher when pH was acidic.

It should be noted that although the moisture content decreases in a similar manner to the odour concentration, this variable is an extrinsic factor of the process that essentially depends on how the waste is treated and managed at the MSW treatment plant, as well as the environmental conditions to which the piles are exposed. In fact, moisture content must be adjusted initially and maintained at 40%-60% during the process, since it is considered optimal for composting (Haug, 1993).

Composting is one of the main biological treatments used to stabilise the biodegradable organic matter of solid waste. The application of these biological treatments to some organic matter does not always achieve the expected results as this matter does not meet the biological requirements such as a suitable C/N ratio or pH to be successfully composted (Barrena et al., 2006). The initial C/N ratio is one of the most important factors affecting the composting process and compost quality (Gao et al., 2010). Most studies are currently based on chemically-measured carbon and nitrogen contents. However, some organic waste can be composed of recalcitrant carbon fractions that are not bioavailable. For this reason, Puyuelo et al. (2011) proposed measuring the C/N ratio using biological methods for determining carbon. Following in this line, we propose determining the fraction of easily biodegradable carbon, which is extracted from solid compost with water ( $C_{TOC}$ ). Ammoniacal nitrogen is also the biodegradable fraction of the total nitrogen concentration. Hence, the C/N ratio has been calculated as the  $C_{TOC}/N_{NH_4^+}$  ratio.

Although the decrease in  $N_{TKN}$  is not as marked as that of the above variables, it must be considered given that its transformation into ammoniacal nitrogen contributes considerably to the odorous emissions generated during the process.

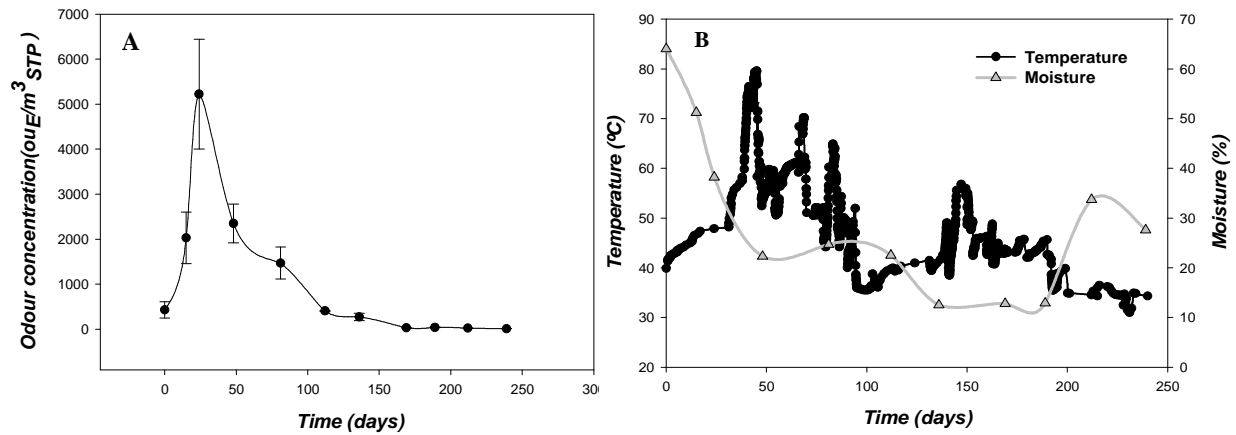
The decrease in SOUR and  $OD_{20}$  with composting indicates a decrease in microbiological activity and a trend to obtain established compost. Guo et al. (2012) describe this evolution of both variables as a typical behaviour of the composting process.

### **3.2. Evolution of the composting process**

Dynamic olfactometry is a sensitive method that directly provides a global olfactory perception. We have used this technique to monitor odour emissions emanating from compost piles. The proposed quantification method permits factors to be measured independently such as the character of the emission, which is related to the psychological response of the person detecting the odour or hedonic tone (the relative pleasantness and unpleasantness of the odours detected). The use of a suitable sampler increases the reproducibility in the results. In line with Krzymien et al. (1999), our experiment revealed that maximum odour concentrations are released mainly during the first 2-3 weeks of the composting process; achieving  $5224 \text{ ou}_E/\text{m}^3_{STP}$  on 24 days of composting from  $430 \text{ ou}_E/\text{m}^3_{STP}$  obtained in this raw matter.

This high odour concentration is due to enhanced biological activity which occurs during the first stage of the composting process. Consequently, the emission of some amount of odorous volatile compounds such as alcohols, esters, ketenes and limonene contained in the main portion are produced (Schlegelmilch et al., 2005). The following results show that the odour concentration decreased with composting time (Fig. 3a). We

monitored the odour concentration until values lower than the detection limit of dynamic olfactometry ( $< 30 \text{ ou}_E/\text{m}^3_{\text{STP}}$ ) were obtained.



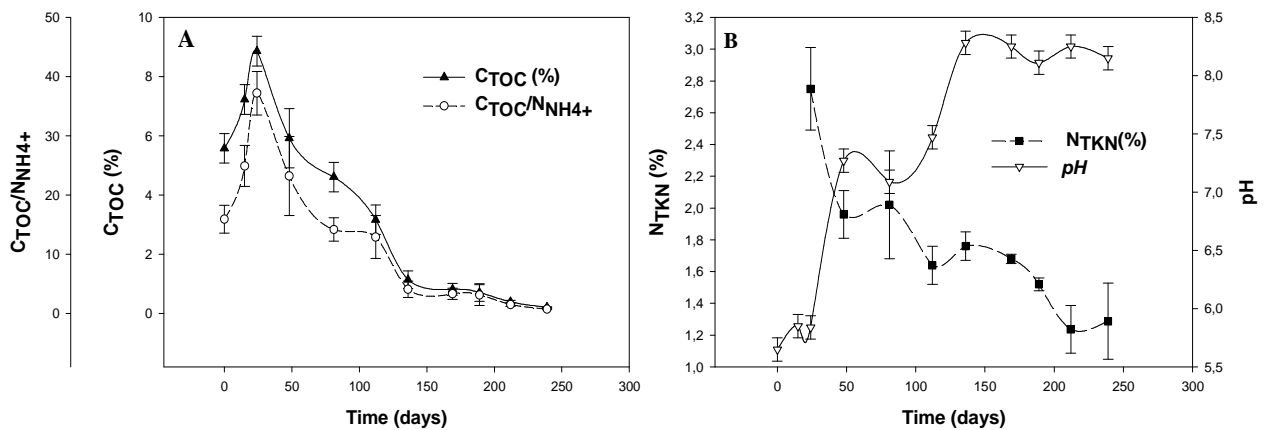
**Figure 3.** (A) Evolution of odour concentration with composting process time and (B) evolution of temperature and moisture of compost pile during composting process time (mean value of 3 replicates and standard deviation)

Traditionally, this variable has not been used to assess and monitor the composting process and compost quality. It is therefore important to demonstrate that the variable is valid by comparing the results obtained with the physical-chemical variables used as monitoring variables and to control the process.

Temperature and moisture content of compost were monitored during composting process time. Their evolutions were plotted in figure 3b.

Figure 4a shows the evolution of the  $C_{\text{TOC}}$  and the  $C_{\text{TOC}}/N_{\text{NH}_4^+}$  ratio during composting time. As can be seen, there is a parallel decrease in both variables. This decrease is characteristic of the biological degradation of organic matter which has reached a maximum as a result of the increase in biodegradable carbon due to the microbiological hydrolysis of organic matter. Most authors such as Bernal et al. (1998) or

Raj et al. (2011) studied the C/N ratio using oxidisable organic carbon (OXC). In this work, we considered the use of  $C_{TOC}$  to be more suitable as it only quantifies the organic matter readily available for the microorganisms since it can be extracted with water and is capable of being biodegraded, while VS and OXC are variables that do not discriminate between biodegradable and non-biodegradable organic matter. According to Benito et al. (2003), the loss of organic matter increases with composting time due to the greater availability of easily biodegradable substances to microbes. Therefore, it can be observed as the variation in the  $C_{TOC}/N_{NH4+}$  ratio was mainly a consequence of the decrease of the  $C_{TOC}$ .



**Figure 4.** Evolution of  $C_{TOC}$  and  $C_{TOC}/N_{NH4+}$  ratio and evolution of  $N_{TKN}$  and pH with time (mean value of 3 replicates and standard deviation)

The total Kjeldahl nitrogen losses in the compost process were about 50% and below those usually observed during composting (Fig. 4b). Similar results were found by Paredes et al. (2000) when co-composting olive mill waste-water with solid organic wastes. The nitrogen quantified as NTK is the sum of the various forms of the nitrogen (organic and ammoniacal nitrogen). The nitrogen in the pile is lost in soluble form due to

leaching under different species depending on the degree of oxidation, and in the form of amine or ammonia in odorous emissions.

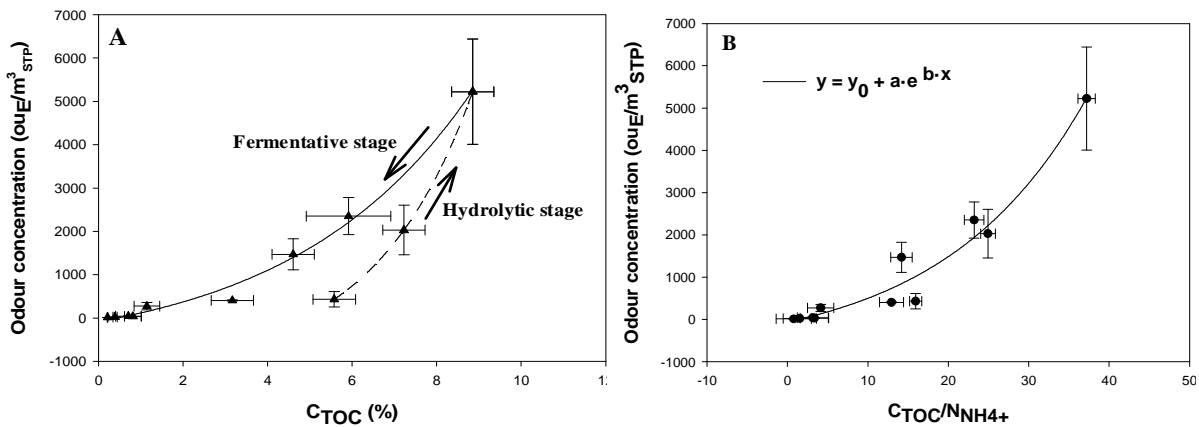
Among the nitrogen-based compounds released to the atmosphere, ammonia has received much attention because it can be easily identified from other composting odours and it often represents the main nitrogen gas emitted during composting (Cadena et al., 2009). In our study, relevant variations in ammoniacal nitrogen content in the substrate were not found.

On the other hand, a considerable increase in pH was obtained during the composting process with the pH becoming slightly alkaline at the end of the time studied. Khan et al. (2009) consider that pH is an important factor in controlling the composting process and affects the characteristics of the compost. The formation of organic acids during the first days of composting are the cause of low pH values and one of the causes for an increase in odour emissions emanating from the pile.

### **3.3. Odour and traditional significant variables**

During the composting process, the evaluation of traditional variables ( $N_{TKN}$ , OXC, pH, etc.) does not provide information about the odour emitted during the process. This study proposes the use of dynamic olfactometry in addition to those traditional variables which are frequently analysed. The establishment of relationships between these variables and odour emission was important in order to monitor the process. It might be necessary to substitute some of the more complex analytical techniques for olfactometry in the composting process whether these relationships are found.

One biological reaction is the formation of volatile organic acids that generate odour emissions which, as mentioned above, contribute to the total emissions. In order for these acids to be formed, an adequate moisture content and pH value are needed.



**Figure 5.** Odour concentration vs.  $C_{TOC}$  and  $C_{TOC}/N_{NH4+}$  ratio (mean value of 3 replicates and standard deviation)

The microbiological degradation of organic material requires an aqueous medium. For this reason, the determination of  $C_{TOC}$  is an appropriate measurement for evaluating the available organic matter. Some authors such as Puyuelo et al. (2011) propose that the respiratory quotient ( $CO_2$  produced from available organic matter) be used to quantify the extent of the available carbon in aerobic processes. While this method quantifies the aerobically biodegradable carbon, it does not quantify the carbon needed for the cell growth of the microbiota, whose activity determines the outcome of the analysis. Furthermore, the determination of the respiratory quotient requires a larger investment in terms of time and resources, which are not always available in these facilities where skilled labour is also scarce. Therefore, in comparative terms, determining  $C_{TOC}$  in aqueous extract is an easy and relatively reproducible measurement that can be used to control the quality of the compost.

As can be seen in Figure 5a, during the first hydrolytic stage of the pile (dotted line), both  $C_{\text{TOC}}$  content and odour concentration increase as a result of the increase in biodegradable carbon due to microbiological activity. Both variables then decrease progressively, indicating that there is a reduction in the biodegradable carbon content remaining in the pile, thus leading to a decrease in odour emissions. This evolution shows a clear relationship between both variables, so that in the last stages of the composting process, the low value of odorous emissions is indicative of the stabilisation of the organic matter.

To monitor the composting process, it is of interest to quantify the emissions throughout the process as this will also allow maximum emission peaks to be detected with a view to quantifying the environmental impact of the emissions. However, if the aim is to assess the quality of compost or determine the end of the process and optimise resources, it is only necessary to quantify emissions after two or three weeks of processing as this is the time when emissions begin to decline due to the stabilisation of the OFMSW components. Figure 5b shows the relationship of  $C_{\text{TOC}}/N_{\text{NH}_4^+}$  to the odour concentration emitted in the phase where these variables are reduced. As can be seen, the  $C_{\text{TOC}}/N_{\text{NH}_4^+}$  ratio behaves similar to  $C_{\text{TOC}}$  because this variable exerts more influence on the ratio as it decreases in a more marked manner. The final value of the odour emissions is practically asymptotic ( $13 \pm 2 \text{ ou}_E/\text{m}^3_{\text{STP}}$ ), and below the detection limit of  $30 \text{ ou}_E/\text{m}^3_{\text{STP}}$ . This value corresponds to a  $C_{\text{TOC}}/N_{\text{TKN}}$  ratio value of 0.77 consistent with a  $C_{\text{OXC}}/N_{\text{TKN}}$  value of 13.6, which is below the value of 20 proposed under the Spanish Royal Decree 824/2005 on fertilisers. This value indicates that the compost is practically stabilised. Due to the relationship found between odour concentration and  $C_{\text{TOC}}/N_{\text{NH}_4^+}$  ratio, a correlation

was established between both variables. Figure 5b shows the exponential correlation obtained, whose formula is given in equation (2):

$$y = y_0 + a \cdot e^{b \cdot x} \quad (eq.2)$$

where “y” is odour concentration, “x” is  $C_{TOC}/N_{NH4+}$  ratio and “y<sub>0</sub>”, “a” and “b” are the correlation coefficients. Their values were showed in table 3. As can be seen, the proposed correlation fits correctly with a r<sup>2</sup> value of 0.9583.

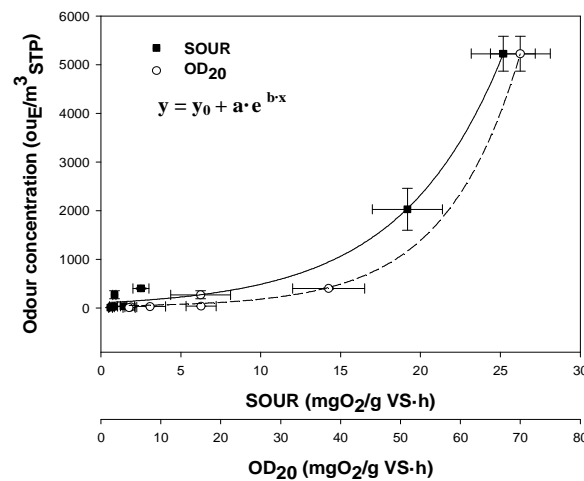
The use of respirometric variables is becoming increasingly widespread for quantifying the aerobic stability of a biosolid or waste water. According to Scaglia et al. (2011), odours depend on the biological stability of waste, measured by the dynamic respiration index (DRI) and a very good correlation was found between these parameters (ou<sub>E</sub> vs. DRI, r = 0.96, p < 0.001).

**Table 3.** Exponential correlation between odour concentration and SOUR, OD<sub>20</sub>,  $C_{TOC}/N_{NH4+}$  ratio and  $C_{OXC}/N_{TKN}$  ratio. The correlation coefficients obtained

	VARIABLES			
	SOUR	OD <sub>20</sub>	$C_{TOC}/N_{NH4+}$	$C_{OXC}/N_{TKN}$
$y=y_0+a \cdot e^{bx}$				
r <sup>2</sup>	0.9948	0.9983	0.9583	0.3292
y <sub>0</sub>	9	26	-793	2.82·10 <sup>6</sup>
a	100	19	735	-2.81·10 <sup>6</sup>
b	0.16	0.08	0.06	1.0·10 <sup>-4</sup>



The respirometric variables evaluated (SOUR and OD<sub>20</sub>) decrease in a parallel manner although they do so more slowly than the odour concentration. However, it should be noted that the detection limit of the dynamic olfactometer (30 ou<sub>E</sub>/m<sup>3</sup>) and the values of the respirometric variables corresponding to stabilised compost (SOUR < 1 mgO<sub>2</sub>/gVS·h; OD<sub>20</sub> < 5 mgO<sub>2</sub>/gVS) are reached at the same time, thus indicating that this technique can be used to determine the end of the composting process (Fig. 6).



**Figure 6.** Odour concentration vs. respirometric variables (mean value of 3 replicates and 2 replicates, respectively, and standard deviation)

Respirometric variables were also correlated with odour concentration according to the eq. (2), but substituting “x” in this case by the variable SOUR or OD<sub>20</sub>. Table 3 also shows the coefficients obtained in the correlations between odour concentration and SOUR and OD<sub>20</sub>, obtaining values of r<sup>2</sup> of 0.9948 and 0.9983, respectively. The variation in the respirometric variables during composting time is a consequence of the degradation of biodegradable organic matter. Therefore, a correlation between odour and C<sub>TOC</sub>/N<sub>NH4+</sub> ratio might exist. The similarity found between the correlations evaluated was given by the correlation coefficient “b”. As can be observed in Table 3, its values reached similar magnitude order, suggesting a similar behaviour. Furthermore, the values of the

coefficient “ $y_0$ ” were significantly similar in the correlation between odour concentration and the respirometric variables SOUR y  $OD_{20}$  (9 and 26  $ou_E/m^3$  respectively). Both  $y_0$  values were lower than the detection limit of dynamic olfactometry. Finally, the correlation found between odour concentration and  $C_{OXC}/N_{NTK}$  ratio was not adequate, which indicates the importance of the biodegradable forms of carbon and nitrogen.

#### **4. CONCLUSIONS**

If the composting process is performed correctly (moisture, pH, turning over, etc.), the highest odour emissions coincide with the highest microbiological hydrolysis of organic matter and ammoniacal nitrogen, which is achieved in the first 2-3 weeks. There is a close relationship among odour and traditional variables such as  $C_{TOC}/N_{NH4+}$  ratio and the respirometric variables, SOUR and  $OD_{20}$ , which was demonstrated with the good correlations obtained. The olfactometric detection limit and the compost respirometric stability are reached simultaneously. The results of this study show that dynamic olfactometry is a feasible, easy and adequate technique for monitoring and controlling the composting process as well as quantifying the quality of the final product.

#### **ACKNOWLEDGEMENTS**

The authors are very grateful to The Spanish Ministry of Science and Innovation for funding this research (Project CTM 2008-02714, Grant BES-2009-012109).

#### **REFERENCES**

Barrena R., Pagans E., Artola A., Vázquez F., Sánchez A., 2006. Co-composting of hair waste from the tanning industry with de-inking and municipal waste water sludges. *Biodegradation* 18, 257-268.

Barrena R., Vázquez. F., Gordillo M.A., Gea T., Sánchez A., 2005. Respirometric assays at fixed and process temperatures to monitor composting process. *Bioresource Technol.* 96, 1153-1159.

Benito M., Masaguer A., Moliner A., Arrigo N., Palma R.M., 2003. Chemical and microbiological parameters for the characterization of the stability and maturity of pruning waste compost. *Biol. Fertil. Solis.* 37, 184-189.

Bernal M.P., Albuquerque J.A., Moral R., 2009. Composting of animal manures and chemical criteria for compost maturity assessment. A review. *Bioresource Technol.* 100, 5444-5453.

Bernal M. P., Paredes C., Sanchew-Monedero M.A., Cegarra. J., 1998. Maturity and stability parameters of composts prepared with a wide range of organic wastes. *Bioresource Technol.* 63, 91-99.

Bruno P., Caselli M., de Gennaro G., Solito M., Tutino M., 2007. Monitoring of odor compounds produced by solid waste treatment plants with diffusive samplers. *Waste Manage.* 27, 539-544.

Cadena E., Colón J., Sánchez A., Font X., Artola A., 2009. A methodology to determine gaseous emissions in a composting plant. *Waste Manage.* 2799-2807.

Capelli L., Sironi S., Del Rosso R., Céntola P., 2009. Predicting odour emissions from wastewater treatment plants by means of odour emission factors. *Water Res.* 43, 1977-1985.

Caro J., Gallego. M., 2009. Environmental and biological monitoring of volatile organic compounds in the workplace. *Chemosphere* 77, 426-433.

Ciavatta C., Govi M., Pasotti L., Sequi P., 1993. Changes in organic matter during stabilization of compost from municipal solid wastes. *Bioresource Technol* 43, 141-145.

Delgado-Rodríguez M., Ruiz-Montoya M., Giraldez I., López R., Madejón E., Díaz M.J., 2012. Use of electronic nose and GC-MS in detection and monitoring some VOCs. *Atmos. Environ.* 51, 278-285.

EN 13725, 2003. Air Quality – Determination of Odour Concentration by Dynamic Olfactometry. Comité Européen de Normalisation, Brussels.

Gao M., Liang F., Yu A., Li B., Yang L., 2010. Evaluation of stability and maturity during forced-aeration composting of chicken manure and sawdust at different C/N ratios. *Chemosphere* 78, 614-619.

Gea T., Barrena R., Artola A., Sánchez A., 2004. Monitoring the biological activity of the composting process: oxygen uptake rate (OUR), respirometric index (RI) and respirometric quotient (RQ). *Biotechnol. Bioeng.* 88, 520-527.

Grupo de investigación RNM-271 Ingeniería química, 2007. Universidad de Córdoba. Patente de un Respirómetro automatizado en Fase Líquida;P2004-02908. Publication No. ES2283171 A1.

Guo R., Li G., Jiang T., Schuchardt F., Chen T., Zhao Y., Shen, Y., 2012. Effect of aeration rate, C/N ratio and Moisture content on the stability and maturity of compost. *Bioresource Technol.* 112, 171-178.

Gutiérrez M.C., Martín M.A., Chica A.F., 2013. Usual variables and odour concentration to evaluate composting process and odour impact. *Environ Technol.* (Accepted manuscript, in press, DOI: 10.1080/09593330.2013.846941).

Haug R.T., 1993. *The Practical Handbook of Compost Engineering*. Lewis Publishers, Boca Raton.

Khan E., Khaodhir S., Ruangrote D., 2009. Effects of moisture content and initial pH in composting process on heavy metal removal characteristics of grass clipping compost used for stormwater filtration. *Bioresource Technol.* 100, 4454-4461.

Krzymien M., Day M., Shaw K., Zaremba L., 1999. An investigation of odors and volatile organic compounds released during composting. *J. Air Waste Manage.* 49, 804-813.

Littarru P., 2007. Environmental odours assessment from waste treatment plants: Dynamic olfactometry in combination with sensorial analyzers "electronic noses". *Waste Manage.* 27, 302-309.

Pagans E., Font X., Sánchez A., 2006. Emission of volatile organic compounds from composting of different solid wastes. Abatement by biofiltration. *J. Hazard. Mat.* 131, 179-186.

Paredes C., Roig A., M.P., Sánchez-Monedero M.A., Cegarra J., 2000. Evolution of organic matter and nitrogen during co-composting of olive mill wastewater with solid organic wastes. *Biol. Fert. Soils* 32, 222-227.

Puyuelo B., Ponsá S., Gea T., Sánchez A., 2011. Determining C/N ratios for typical organic wastes using biodegradable fractions. *Chemosphere* 85, 653-659.

Raj Dev, Antil. R.S., 2011. Evaluation of maturity and stability parameters of composts prepared from agro-industrial wastes. *Bioresource Technol.* 102, 2868-2873.

Romain A-C, Delva J., Nicolas J., 2008. Complementary approaches to measure environmental odours emitted by landfill areas. *Sensor Actuat B-Chem* 131, 18-23.

Said-Pullicino D., Erriquens F. G., Gigliotti G., 2007. Changes in the chemical characteristics of water-extractable organic matter during composting and their influence on compost stability and maturity. *Bioresource Technol.* 98, 1822-1831.

Scaglia B., Erriquens F.G., Gigliotti G., Taccari M., Ciani M., Genevini P.L., Adani F., 2007. Precision determination for the specific oxygen uptake rate (SOUR) method used for biological stability evaluation of compost and biostabilized products. *Bioresource Technol.* 98, 706-713.

Scaglia B., Orzi. V., Artola A., Font X., Davoli E., Sanchez A., Adani F., 2011. Odours and volatile organic compounds emitted from municipal solid waste at different stage of decomposition and relationship with biological stability. *Bioresource Technol.* 102, 4638-4645.

Schlegelmilch M., Streese J., Biedermann W., Herold T., Stegmann R., 2005. Odour control at biowaste composting facilities. *Waste Manage.* 25, 917-927.

Sironi S., Capelli L., Céntola P., Del Rosso R., Grande M., 2006. Odour emission factors for the prediction of odour emission from plants for the mechanical and biological treatment of MSW. *Atmos. Environ.* 40. 7632-7643.

The US Department of Agriculture and The US Composting Council. 2002. Test Methods for the Examination of Composting and Compost (TMECC). Edaphos International. Houston. USA.

Vian A., Ocón J., Moreno S., Medina S., Martínez J.M., Gutiérrez L., 1961. Elementos de ingeniería química. Aguilar, S.A de ediciones.

## **6.2. Breve descripción del artículo *“Usual variables and odour concentration to evaluate composting process and odour impact”***

Una vez se ha demostrado, en el primer artículo del *“Bloque I”*, la viabilidad de la olfatometría dinámica como técnica de seguimiento del proceso de compostaje, este estudio se basa en la utilización de esta técnica en el seguimiento del proceso de compostaje en pilas de una planta de gestión de residuos para la evaluación del impacto odorífero. Dicha planta realiza el compostaje de dos materias primas: la fracción orgánica de residuos sólidos urbanos (FORSU) y lodos de depuradora de aguas residuales mezclados con poda vegetal en una relación másica (2:1), albergando un promedio de 15 pilas simultáneamente.

El objetivo de este estudio ha sido evaluar el impacto odorífero del proceso de compostaje en pilas, de esta planta. Así, aunque se han incluido diferentes condiciones meteorológicas y localizaciones geográficas, el estudio se ha centrado en la evaluación sobre el núcleo urbano más próximo.

La evaluación de las emisiones de olor mediante olfatometría dinámica y la posterior aplicación de un modelo de dispersión permitió estimar, de una manera simple y con bajo coste, el impacto odorífero de una determinada actividad sobre un núcleo poblacional. Un mayor conocimiento de las emisiones de olor de una determinada actividad permite llevar a cabo medidas correctivas si es necesario o, incluso, ampliar estudios como el que aquí se ha presentado, evaluando el impacto real con el uso de técnicas más complejas y costosas.





***6.2.2. Usual variables and odour concentration to  
evaluate composting process and odour impact***

---



Environmental technology xxx (2013) xxx-xxx

## USUAL VARIABLES AND ODOUR CONCENTRATION TO EVALUATE COMPOSTING PROCESS AND ODOUR IMPACT

M.C. Gutiérrez, M.A. Martín, A.F. Chica

University of Cordoba (Spain) – Department of Chemical Engineering. Campus Universitario de Rabanales. Carretera N-IV, km 396, Edificio Marie Curie, 14071 Córdoba. Spain

Phone: +34 957 218639; fax: +34 957 218625.

*(Received 18 April 2013; accepted 16 September 2013)*

### ABSTRACT

Organic waste management by means of composting produces unpleasant odours. The odour emissions of composting piles composed of the organic fraction of municipal solid waste (OFMSW) and sewage sludge were monitored and controlled by means of dynamic olfactometry. This technique is used to determine the odour concentration expressed in European odour units per cubic meters ( $ou_E/m^3$ ). To validate the technique, we analysed both respirometric variables and traditional variables such as Total Organic Carbon ( $C_{TOC}$ ) and pH during composting. Finally, a dispersion model was used to evaluate the impact of the odour emissions of the wastes on neighbouring areas, not finding any differences in the cases evaluated.

**KEYWORDS:** OFMSW, sewage sludge,  $C_{TOC}$ , respirometric variables, dispersion model.

### 1. INTRODUCTION

The use of different materials such as sewage sludge or the organic fraction of municipal solid waste (OFMSW) to produce amendments to enrich soils depleted due to

poor agricultural practices has become increasingly widespread. Ingelmo et al. [1] showed that the use of sewage sludge, organic municipal solid waste and other organic wastes to produce organic amendments such as compost is an efficient and financially-viable method to improve soil fertility. Moreover, compost is environmentally sustainable as it facilitates the removal of organic waste.

Composting is generally assumed to be a beneficial method for the stabilization of organic matter. During composting, pathogens are removed by the heat generated in the thermophilic phase, and the organic matter is turned into stabilizing humic substances through mineralization and humification, resulting in a significant decrease in volume.

Throughout the last decade and following Directive 91/271/EEC [2], sewage sludge has been increasingly used in Europe as an alternative to OFMSW to obtain compost. Composted sewage sludge is widely used in agriculture to fertilize soils in accordance with Directive 86/278/EC. Unlike OFMSW, however, sewage sludge has certain disadvantages, such as its high content in metals as described by several authors [3, 4]. Moreover, due to the high moisture content and low porosity of sewage sludge, bulking agents must be used during composting to absorb moisture, enhance aeration, and improve the quality of the end product [5].

In order for compost to be used safely in soils it must be stable and mature, which implies a high content in transformed organic matter and the absence of phytotoxins and pathogens. Traditionally, the degree of stability and maturity is determined by analysing physicochemical variables, such as organic matter content, pH and nitrogen content. More recently, respirometric variables such as the Specific Oxygen Uptake Rate (SOUR) and Oxygen Demand (OD) have been used to assess compost maturity and stability [6].

In spite of the well-known benefits of composting, odour emissions and volatile organic compounds are produced in varying degrees depending on the composting method used. In recent years, there has been a growing social and environmental awareness about the emission of aerosols and unpleasant odours due to their potential impact on the health and well-being of neighbouring areas. Several studies have been carried out on the odour emissions generated during organic waste management and treatment [7, 8, 9], and the impact of these odours on citizens.

Different methodologies are used to determine the impact of odours produced by specific industrial activities on nearby areas [10]. According to the German Directive VDI 3940 [11], the most frequently used methods are field inspections and simulations based on dispersion models. Chang and Hanna [12] showed that air dispersion modelling is a suitable tool for evaluating the behaviour of gases and aerosols released into the atmosphere. However, due to the large economic, public health, and environmental impacts often associated with the use of air quality model results, it is important that these models be properly evaluated. A comprehensive model evaluation method should make use of scientific assessments of the model's technical algorithms, statistical evaluations based on field or laboratory data, and operational evaluations by users in real-world applications. In their study, Ranzato et al. [13] compared field inspections and air dispersion models. According to the authors, the air dispersion model is a method that can be used predictively, although fugitive emissions are difficult to model reliably because of uncertainty regarding timing, location and emission rate. Field inspection takes into account the role of human perception, but unlike the dispersion model, it does not always characterize precisely the extent of the odour nuisance caused by a single source when further odours are present, because only the most unpleasant odour is

reported. The authors conclude that both assessment methods provide reasonable estimations of odour nuisance.

Currently, there is only one European olfactometry standard to measure odour concentration expressed in  $ou_E/m^3$ . The European standard EN 13725 [14] to determine odour concentration by means of dynamic olfactometry is a sensorial technique that allows the odour concentration ( $ou_E/m^3$ ) of an air sample to be determined. A selection of panellists sniffs the sample in various dilution levels in odourless air and they indicate if they smell the odour of the diluted sample or not.

The aim of this study is twofold. Firstly, we propose the use of dynamic olfactometry for monitoring and controlling a pile composting process in an OFMSW and sewage sludge treatment plant. The method is then compared against the evolution of respirometric variables and other physicochemical variables traditionally used to monitor the process.

The second aim of the study is to apply a simple dispersion model using the average odour emission rate generated during organic waste composting to estimate the odour nuisance caused by such emissions on nearby areas. This simple calculation permits determining if it is necessary to perform more expensive and complex evaluations of odour immissions.

## **2. MATERIALS AND METHODS**

We monitored the odour emissions and characterized the physicochemical properties of OFMSW and sewage sludge compost piles at a municipal treatment plant of Andalusia. The OFMSW at the plant is collected selectively in order to separate the

OFMSW and inorganic fraction for subsequent treatment. The OFMSW characterization showed an approximate composition of 62.24% of organic matter, 13.12% of glass, 6.23% of plastic, 14.69% paper-cardboard and 3.72% of other materials. The sewage sludge at the plant is mixed with plant trimmings from the south of Andalusia (2:1 ratio sewage sludge-plant trimmings) and composted in piles. The plant trimmings measure approximately 10-20 cm in length and are used as a bulking agent to prevent the sewage sludge from compacting and enable oxygenation.

The piles are of different sizes depending on their composition. The OFMSW piles are triangular in shape and approximately 50 metres long, 3 metres high and 3 metres wide. The sewage sludge piles are 2 metres high due to the density of the material and to prevent the compacting of sewage sludge and facilitate anaerobic conditions.

In this work, we study six piles during the composting process: three composed of OFMSW and three composed of sewage sludge. The piles were monitored on consecutive days at different stages of the composting process. Both the OFMSW and the sewage sludge piles were studied for a specific time depending on the results of the dynamic olfactometry analysis. Final monitoring time corresponded to an odour concentration of  $30 \text{ ou}_E/\text{m}^3_{\text{STP}}$ , which is the limit of detection of the olfactometer. The monitoring times of each pile are shown in Table 1.

**Table 1.** Monitoring time in OFMSW and sewage sludge piles

OFMSW pile											
Monitoring time (days)	0	15	24	48	81	112	136	169			
Pile 1											
Pile 2											
Pile 3											
Sewage sludge pile											
Monitoring time (days)	0	6	21	27	32	36	41	48	69	97	114
Pile 1											
Pile 2											
Pile 3											

Note: The shading indicates that the pile has been monitored in that day.

### 2.1. Physicochemical analysis

Solid samples were taken from each composting pile and subjected to physicochemical analyses. Moisture (%), oxidable organic carbon (% C<sub>oxc</sub>) and nitrogen content (as % N-Kjeldahl) were analysed in the solid fraction, while Total Organic Carbon (% C<sub>TOC</sub>) and pH were measured in the aqueous extract (1:25 ratio) following the methodology proposed by the US Department of Agriculture and the US Composting Council (2002) [15].

The heavy metal content of the compost piles, specifically copper, chromium, zinc nickel, lead and cadmium, was determined by a Perkin-Elmer AAnalyst 100/300 flame atomic absorption spectrometer. An air-acetylene mixture, whose proportion depends on the metal to be analysed, was used as a combustion fuel.

## **2.2. Analysis of biological activity**

Biological activity can be determined by the Respiration Index (RI,  $\text{mgO}_2/\text{g organic matter}\cdot\text{h}$ ). The RI measures the rate of oxygen consumption and is used to determine compost stability [16]. The respirometer used in this work has been patented [17].

The main parameters considered were Specific Oxygen Uptake Rate (SOUR  $\text{mgO}_2/\text{gVS}\cdot\text{h}$ ) and Cumulative Oxygen Demand after 20 hours ( $\text{OD}_{20}$   $\text{mgO}_2/\text{gVS}$ ), both of which are the result of microbiological respiration during organic matter degradation. Nitrification was inhibited with the addition of thiourea.

## **2.3. Collection of odour samples**

A stainless steel sampler ( $1 \text{ m}^2$  covered surface area) was used (Figure 1a) to monitor the piles. The sampler has an inlet duct through which air is forced by means of a turbine equipped with an active carbon filter to remove the odour from the air drawn from outside.

In order to increase air contact time with the OFMSW and impregnate it with the odour, air was circulated through six ducts (section= $0.0167 \text{ m}^2$ ) in which the total area of the sampler is divided. The total distance travelled by the air inside the sampler was 6 m. Air velocity was determined in each of the ducts, with a mean value of  $0.1125 \text{ m/s}$  ranging from  $0.6 \text{ m/s}$ - $0.1 \text{ m/s}$  as a result of air leakage due to the characteristics of the system.



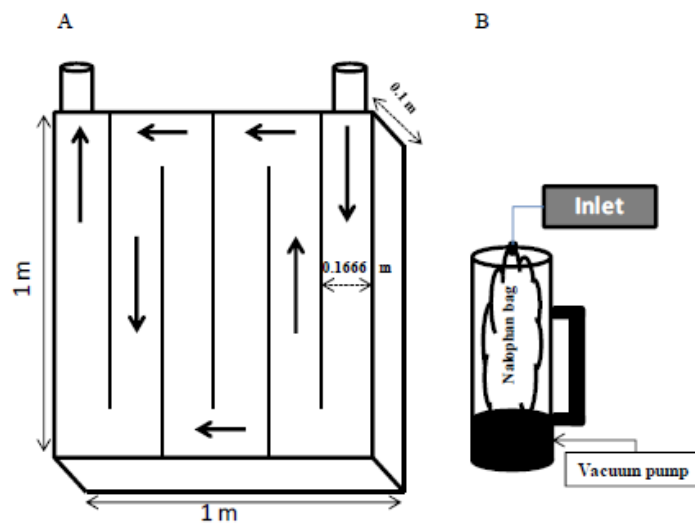
The Reynolds number (equation (1)) shows that, on average, the air flows through the sampler in a laminar regime ( $Re=898$ ). The Reynolds number was calculated by the following expression:

$$Re = (D \cdot \rho \cdot u) / \mu \quad (1)$$

where  $Re$  is the Reynolds number,  $D$  is the equivalent diameter of the duct [18],  $u$  is the mean air velocity,  $\rho$  is the air density (25°C) and  $\mu$  is the dynamic viscosity of the air.

The average rate of air flowing through the ducts is calculated taking into account the mean air velocity and the section of the ducts, obtaining a value of  $1.9 \cdot 10^{-3} \text{ m}^3_{\text{STP}}/\text{s}$  (STP, standard temperature and pressure).

The outlet air was collected with a standard sampling device consisting of a vacuum container, which evacuates the air by a vacuum pump. The sample Nalophan<sup>TM</sup> bags inside the device have a capacity of 8 L (Figure 1b).



**Figure 1. (a) Stainless steel sampler (b) The sampling device standard**

#### **2.4. Olfactometry analysis**

Dynamic olfactometry was used to quantify the odour emitted from the source. According to European Standard EN 13725 (2003) [14], dynamic olfactometry is the reference method to establish odour concentration. It is a sensorial technique that determines the odour concentration of an odorous air sample in terms of European odour units per cubic meter ( $ou_E/m^3$ ). The odour concentration is calculated as the geometric mean of the odour threshold values of each panellist, multiplied by a factor that depends on the olfactometer dilution step factor.

A T08 ECOMA GmbH olfactometer based on the 'Yes/No' method was used to measure odour concentration [19]. All measurements were analysed within 30 hours after sampling under olfactometry laboratory conditions (25°C and 1atm) and expressed as standard temperature and pressure (0°C and 1 atm).

The odour concentration results presented in this study are the arithmetic mean of the odour concentration of two samples taken from different parts of the pile. It is

assumed that the results obtained by dynamic olfactometry have a confidence level from half to double the value of the odour perception threshold concentration.

### ***2.5. Estimation of odour immissions during the composting process: Dispersion model***

In order to estimate the odour immissions generated by the MSW treatment plant during pile composting, it is necessary to calculate the average odour emission rate during the process [20]. The treatment plant has a surface area that permits housing approximately 15 composting piles. Two simulations were carried out under similar meteorological conditions. The first simulation was performed for 15 OFMSW composting piles at different stages of the composting process, while the second simulation was performed for piles composed of sewage sludge and plant trimmings.

Based on their geometry, we calculated that the OFMSW piles occupied a surface of approximately 250 m<sup>2</sup>, and that the odour concentration corresponded to the average odours emitted during 169 days of composting. Analogously, we calculated that the sewage sludge piles occupied a surface area of 180 m<sup>2</sup>, with an emission time of 114 days.

The meteorological data used in the study were recorded at the weather station of the city where the waste treatment plant is located. The station is located at an altitude of 90 metres and its geographic coordinates are 37°50'36''North, 4°50'31''West.

The following equation (2) was used to calculate the average odour emission rate (OER) for each case:

$$OER = SOER \cdot A \cdot N = \frac{Q_{air} \cdot \overline{ou}}{A_s} \cdot A \cdot N \quad (2)$$

where  $SOER$  is the source odour emission rate,  $A$  is the emission area in  $m^2$ ,  $N$  is the number of piles,  $Q_{air}$  is the air flow which circulates through the sampler in  $m^3 s^{-1}_{STP}$ ,  $\overline{ou}$  is the average odour concentration of the composting process expressed in  $ou/m^3$  units, and  $A_s$  is the sampler area in  $m^2$ .

A dispersion model was used to perform two separate simulations for both emission rates. Odour observations outdoors on locations around the emission source were not taken into account in the simulations.

The meteorological conditions considered in the model were wind velocity and the dispersion coefficients along the axes perpendicular to the wind direction. The reason for this is that the first hypothesis for the estimation is that in the wind direction, diffusion is negligible compared to the mass transfer, where the wind speed is constant and the odorous compound has no impact in the atmosphere.

Finally, the concentration of the most unpleasant odours perceived at ground level was calculated by the following expression (equation (3)):

$$C(x, y, 0) = \frac{2 \cdot OER}{\pi \cdot u \cdot \sigma_y \cdot \sigma_z} \exp\left(-\frac{y^2}{2\sigma_y^2}\right) \quad (3)$$

Where  $\overline{OER}$  is the maximum average odour emission rate ( $ou_E/\text{time}$ ),  $u'$  is the wind velocity (length/time) from 2.7 to 4.1 m/s in the geographic zone [21], and  $\sigma_y$  and  $\sigma_z$  are the Pasquill dispersion coefficients (length) [22].

### 3. RESULTS AND DISCUSSION

#### ***3.1. Overall evolution of the composting processes and characteristics of the final product in the OFMSW and sewage sludge piles***

Due to the variability of the final product obtained from the composting piles using different raw waste material (OFMSW and sewage sludge), a physicochemical characterization was performed of the variables that determine the evolution of the process, as well as the quality and stability of the resulting compost.

The values for the initial and final characterization, as well as the overall percentage variation of the variables are shown in Table 2. As can be seen, the respirometric variables ( $SOUR_{max}$ ,  $OD_{20}$ ) decrease in a very significant and similar way for both types of piles, thus indicating that the stabilization of both types of material is similar from a microbiological point of view.

**Table 2.** Final and initial physicochemical characterization of OFMSW and sewage sludge piles

Variable	OFMSW PILE			SEWAGE SLUDGE PILE		
	Initial	Final	Variation (%)	Initial	Final	Variation (%)
$ou_E/m^3_{STP}$	431 ± 179	33 ± 2	92	1170 ± 220	29 ± 1	98
OXC (% dry matter)	36 ± 3	18 ± 1	50	50 ± 1	25 ± 1	50
C <sub>TOC</sub> (%)	5.6 ± 1.0	0.8 ± 0.1	85	3.1 ± 0.3	1.0 ± 0.1	69
N <sub>TKN</sub> (% dry matter)	2.5 ± 0.4	1.7 ± 0.3	32	2.5 ± 0.1	1.7 ± 0.1	33
C <sub>(TOC)</sub> /N <sub>TKN</sub>	2.3	0.5	78	1.3	0.6	54
SOUR <sub>max</sub> (mgO <sub>2</sub> /gVS <sub>dry</sub> ·h)	46 ± 5	0.7 ± 0.2	98	38 ± 1.2	0.7 ± 0.2	98
OD <sub>20</sub> (mgO <sub>2</sub> /gVS <sub>dry</sub> )	312 ± 10	4.0 ± 0.1	98	287 ± 10	5 ± 1	98

It should also be noted that the percentage variation of these variables is very similar to that of the odour concentration. This could be due to the close relationship between aerobic microbial activity to decompose biodegradable organic matter and the resulting odour emissions.

Organic matter content is another very important variable in the composting process. It is expressed as Total Organic Carbon (C<sub>TOC</sub>), and is a measure of soluble carbon susceptible to degradation by microorganisms. As shown in Table 2, the OFMSW piles initially had a higher content of C<sub>TOC</sub> than the sewage sludge piles, thus indicating that C<sub>TOC</sub> degradation is easier in the initial stages of the process. The percentage variation is also higher in the OFMSW piles (85.3% and 68.7% for OFMSW and sewage sludge piles, respectively). However, these values do not indicate that the overall degradation of C<sub>TOC</sub> is lower in the sewage sludge piles since the final results of both types of piles are quite similar.

Hence, we can say that both piles reach microbiological and olfactometric stability, and that a considerable part of the biodegradable organic carbon is degraded.

It is also important to consider the initial content in organic matter content. This is expressed as oxidable organic carbon ( $C_{OXC}$ ) and quantifies the total organic matter (both biodegradable and non-biodegradable). As can be seen in Table 2, the  $C_{OXC}$  content in the sewage sludge piles is higher than OFMSW piles, although biodegradation is similar.

Nitrogen content is another important variable in the composting process, particularly with regard to odour emissions due to the formation of ammonia-nitrogen that is released into the atmosphere. This occurs mainly in the first stage of the process in which hydrolytic bacteria act and acid pH predominates.

As can be observed in Table 2, although the composition of both piles is quite different in terms of both initial and final nitrogen content, and the overall variation, they are very similar in terms of their global  $C_{OXC}$  biodegradability.

The evolution of heavy metal content during the composting process was also studied. As mentioned above, Council Directive 86/278/EEC [23] has imposed strong restrictions on the concentration of heavy metals in compost used in agricultural soils, particularly compost obtained from sewage sludge.

As shown in Table 3, the initial and final metal content of the OFMSW and sewage piles is significantly below the figures established under current legislation. However, this result is largely influenced by the low industrial activity in the region; a factor which conditions the composition of the sewage sludge and municipal waste.

**Table 3.** Initial and final metal content in OFMSW pile and sewage sludge pile

	<b>Cu</b>	<b>Cd</b>	<b>Cr</b>	<b>Ni</b>	<b>Pb</b>	<b>Zn</b>
<b>INITIAL OFMSW PILE</b>	20	2	36	12	5	66
<b>FINAL OFMSW PILE</b>	326	5	12	53	80	542
RD 824/2005 Compost A	70	0.7	70	25	45	200
RD 824/2005 Compost B	300	2	250	90	150	500
RD 824/2005 Compost C	400	3	300	150	200	1000
<b>INITIAL SEWAGE SLUDGE PILE</b>	313	6	44	41	72	372
<b>FINAL SEWAGE SLUDGE PILE</b>	334	3	13	35	81	463
D 86/278/EC minimum value	1000	20	-	300	750	2500
D 86/278/EC maximum value	1750	40	-	400	1200	4000

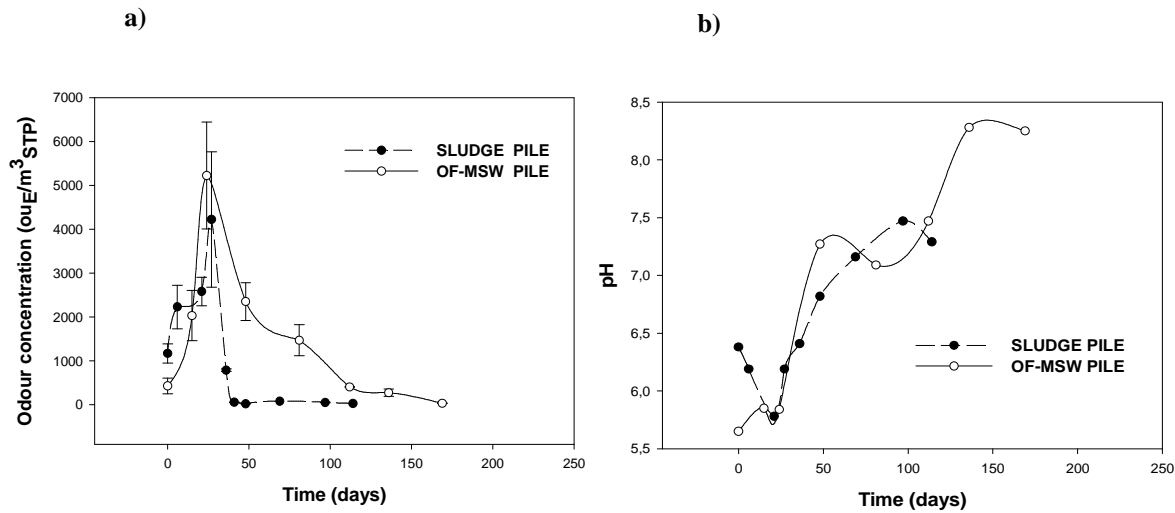
Different factors during the process such as organic matter degradation, pH, humidification, and the metal:humic substances ratio exert a significant influence on the final metal content of the compost [24].

### **3.2. Comparison of the evolution of the composting process in both types of piles**

In order to determine if there were similarities or differences between the OFMSW and sewage sludge composting processes, the most important control variables were monitored.

Considering that odour emissions can be influenced by different factors, such as material and wastewater composition, treatment methods and conditions (e.g. temperature, pH, retention time, etc.) [19], the results obtained are very significant. As can be observed in Figure 2a, during the initial stage of the composting process the odour concentration in both types of piles reaches a maximum value of  $5,220 \pm 1,220 \text{ ou}_E/\text{m}^3_{\text{STP}}$  and  $4,220 \pm 1,540 \text{ ou}_E/\text{m}^3_{\text{STP}}$  for the OFMSW and sewage sludge piles, respectively.





**Figure 2. (a)** Monitoring of odour concentration ( $ou_E/m^3_{STP}$ ). **(b)** Evolution of pH during composting process

Both values are very similar if a confidence level from half to double the value of the odour perception threshold is considered. According to Karnchanawong and Suriyanon [25], the highest odour emissions may also be related to the stage in which the temperature reaches its maximum value within the third to the fourth week of the composting process. This temperature is reached due to the acceleration of organic material degradation by microbiological activity.

It should be noted that the odour emissions from sewage sludge piles decrease quickly until reaching values of  $21 ou_E/m^3_{STP}$  in only 48 days of composting; a lower value than the dynamic olfactometry limit of detection. Nevertheless, the compostable material in the piles was transformed for a period of 114 days to slow down the hydrolysis of the organic matter, and reactivate the biological process and the emission of odours. As shown in the graph, the emission of odours was not significant.

Given that pH is one of the variables that most influences the evolution of other variables, such as odour, the evolution of both variables was compared in both types of piles.

Figure 2b shows a similar evolution and trend towards basic pH, which is characteristic of the composting process. As mentioned above, odour emissions follow a similar trend (Figure 2a). As both figures show, there is a close relationship between pH and odour emissions: when the pH of the composting material is acidic, odour emissions are higher in both types of piles during the first weeks of the process.

In practice, it is difficult to control pH levels during the composting process [26]. Hence, odour emissions during outdoor composting in piles associated to acid pH are difficult to control.

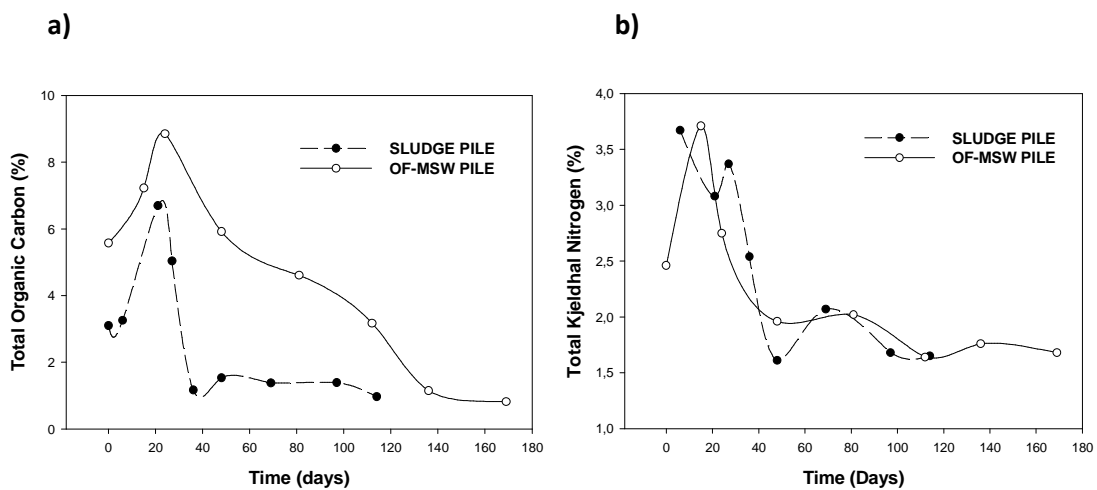
Moisture content is another variable that must be controlled in order to ensure that the composting process is performed properly. Although moisture content is an extrinsic factor which can be controlled by the waste treatment plant, it is a variable that must be taken into account throughout the composting process. To ensure proper composting, the moisture content should be 30% or higher to permit optimum microbial activity. According to RD 824/2005 [27], the moisture content of compost that is sold for use as a fertilizer must be 30%-40%. As can be seen in Figure 4, both types of piles undergo similar treatments at the plant. However, the moisture content remains below 30% after approximately 60 days of composting. Maintaining a higher moisture content might speed up the process, and permit obtaining good-quality compost in a shorter period of time, especially in OFMSW piles, and thus improve the overall process.

Regardless of the composition of the piles, high odour emissions in critical stages can be reduced by determining variables such as pH and moisture during the composting process. Moreover, odour emissions can be reduced during turning if the proper moisture content is maintained. Maintaining the proper moisture content enhances microbial activity, improves the evolution of the process, and increases pH levels, which in turn reduces the emission of unpleasant odours that can have adverse effects on nearby areas.

In this study, odour emissions have been correlated to organic matter in the form of  $C_{TOC}$  instead of Oxidable Organic Carbon ( $C_{OXC}$ ) given that  $C_{TOC}$  only quantifies the organic matter that is readily available for microorganisms, as it is water-extractable and susceptible to biodegradation.

Puyuelo et al. [28] proposed an approach to determine biodegradable organic carbon. As shown in Figure 3a, the organic matter content in both piles reaches a maximum value due to an increase in biodegradable carbon caused by the microbiological hydrolysis from organic matter, followed by a progressive decrease over time, which is characteristic of a biological degradation process. Hence, the content in  $C_{TOC}$  and the odour concentration evolve in a similar manner during the composting process. Although the overall percentage variations of  $C_{TOC}$  (85% and 69% in the OFMSW and sewage sludge piles, respectively) indicate that organic matter degradation is higher in the OFMSW piles, it is important to note that the initial content in the OFMSW piles is also higher. Although the initial content in organic matter, expressed as oxidable organic carbon ( $C_{OXC}$ ), is higher in the sewage sludge piles (Table 2), the OFMSW piles contain a higher amount of organic matter that is susceptible to degradation by microorganisms.

As Figure 3a shows,  $C_{TOC}$  degrades faster in the sewage sludge piles. This may be due to the fact that the composition of these piles is more homogeneous and the soluble carbon degrades quickly. In addition to this carbon, these piles also contain partially stabilized carbon which is slow and difficult to biodegrade (lignocellulosic material) or is simply not biodegradable. This could explain why this variable decreases only slightly or not at all in the sewage sludge piles from day 40 onwards of the composting process.



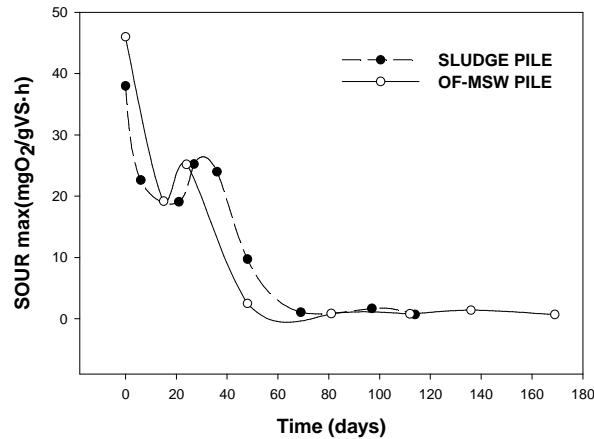
**Figure 3. (a)** Evolution of  $C_{TOC}$  during composting process. **(b)** Evolution of  $N_{TKN}$

Paredes et al. [29] described losses of around 50% of total nitrogen when co-composting olive mill wastewater with solid organic waste. In their study,  $N_{TKN}$  (Figure 3b), the total amount of the different forms of nitrogen, vanishes in both piles with an overall variation of approximately 30%. Similarly, in the study of Bustamante et al. [30], the highest nitrogen losses were observed throughout the bio-oxidative phase, being practically non-existent throughout the maturity phase. Minimizing N losses during composting is desirable as it increases the N concentration in the final product (and thus its agronomic and economic value), and decreases odour emissions and environmental

problems [31]. The use of fermenting tunnels during the first composting process would minimize the elevated odour emissions associated to the initial conditions of the process.

Finally, in order to determine the most important control variables to measure the odourous impact during stabilization, and begin the maturation process, the respirometric variables and odour concentration were compared, specifically  $SOUR_{max}$  and  $OD_{20}$ . In the final stage of the experiment, both variables reached values (169 and 114 days in OFMSW and sewage sludge piles, respectively) similar to those established by Lasaridi and Stentiford [32] for stabilized compost ( $SOUR_{max} < 1 \text{ mgO}_2/\text{gVS}\cdot\text{h}$ ;  $OD_{20} < 5 \text{ mgO}_2/\text{gVS}$ ). It is also worth mentioning that the odour concentrations in both types of piles reached a value close to the detection limit of the dynamic olfactometer ( $< 30 \text{ ou}_E/\text{m}^3_{STP}$ ).

During the composting process, the  $SOUR_{max}$  values evolved in a parallel manner in both types of piles and reached the values established for microbiologically stable piles (Figure 4). This variable is related to the odour concentration, and as shown in Figure 2, both variables show a practically identical elimination rate. Two stages can be clearly differentiated in both types of piles. The first stage is characterized by higher biological activity, with a marked decrease in odour concentration and  $SOUR_{max}$ , while in the second stage the odour concentration and  $SOUR_{max}$  decrease more slowly due to a lower availability of  $C_{TOC}$  in the piles.



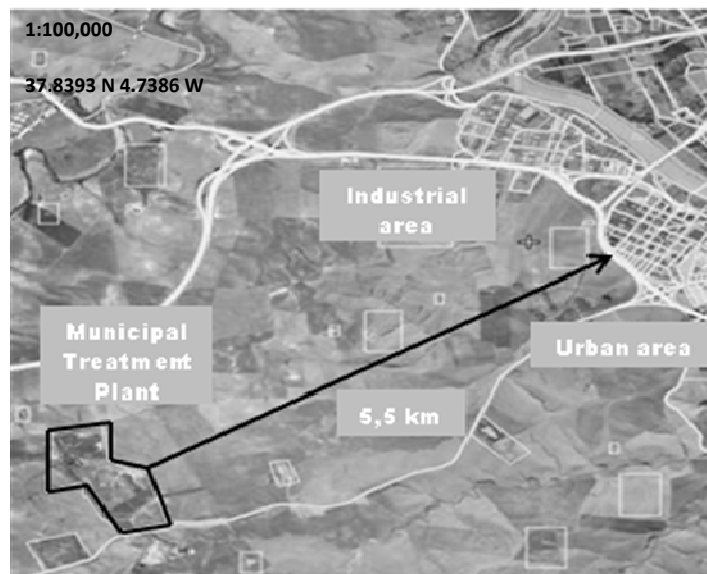
**Figure 4.** Evolution of  $SOUR_{max}$  in OFMSW pile and sewage sludge pile

### 3.3. Estimation of odour immissions

In order to estimate the spatial distribution of the polluting agents that emit the odour, we use a dispersion model of the agents which considers the emission source, meteorological conditions and land topography. The model, which is described in *paragraph 2.5 Materials and Methods*, permits estimating the immission concentration of polluting agents after their dispersion, and analysing the closest populated area as this is where nuisance odours can be perceived as being harmful.

The results of the analysis of the odour concentration curves of each type of pile (Figure 2a), show average concentrations of 1,527 and 1,123  $ou_E/m^3_{STP}$  for the OFMSW and sewage sludge piles, respectively. Using these concentrations, and the geometry data of the 15 piles, we calculated the average odour emission rates (equation 2), which were  $10.9 \cdot 10^3$   $ou_E/s$  and  $5.8 \cdot 10^3$   $ou_E/s$  for the OFMSW and sewage sludge piles, respectively. The dispersion of these odorous compounds at these rates and in the direction of the wind and nearby areas, finally impact on the ground.

Although there is currently no legislation on odour impact, the Regional Government of Catalonia (2005) has drafted a law on odour contamination where the percentile 98, which establishes that in areas located near waste management sites, the value must be  $3 \text{ ou/m}^3$  or lower to prevent odour impacts. This means that in areas located near a waste management plant, the maximum average level per hour of odour concentration permitted at ground level must be less than or equal to  $3 \text{ ou/m}^3_{\text{STP}}$  98% of yearly hours.



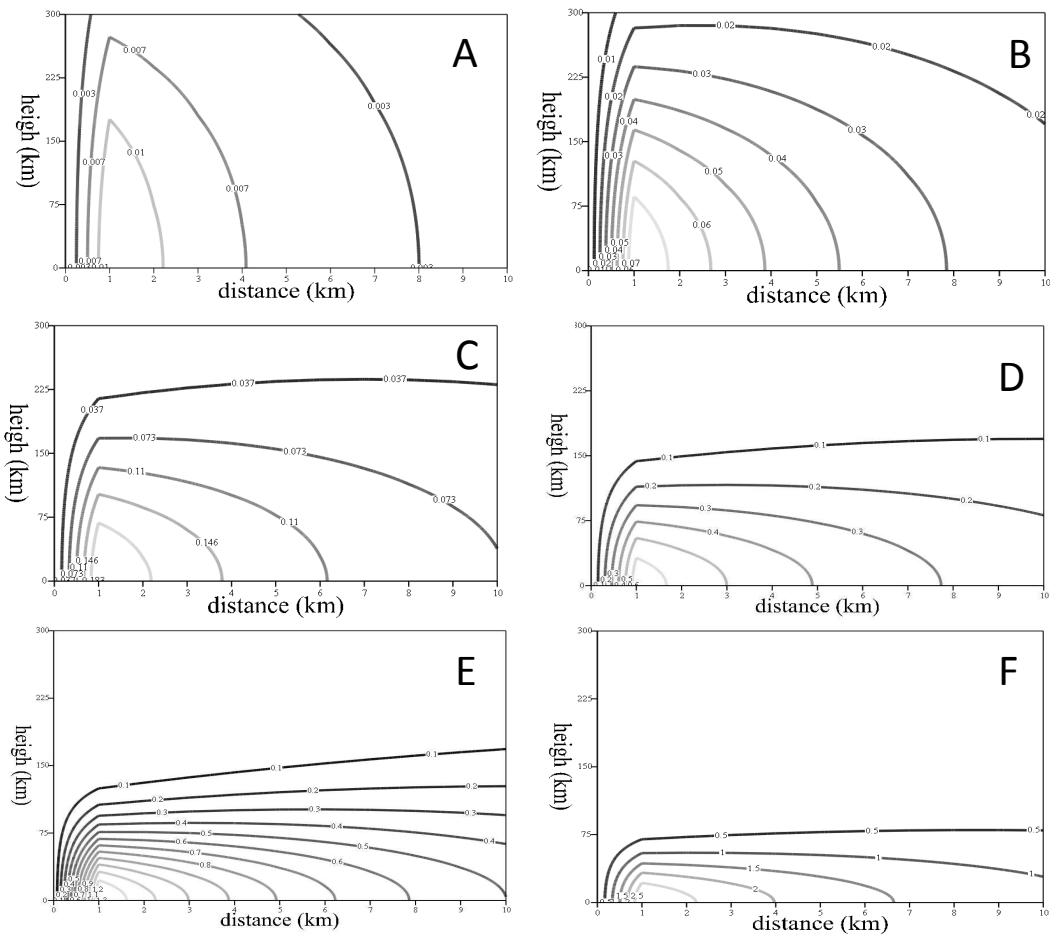
**Figure 5.** Geographic location of the composting plant

Under the prevalent meteorological conditions (slightly stable, type C according to Pasquill) [21,22], the model estimated odour concentrations of  $\leq 1 \text{ ou/m}^3$  for the OFMSW and sewage sludge piles, at a distance of 5.5 km, which is where the closest residential area is located (Figure 5) [33]. In this case, distances lower than 5.5 km were not considered relevant due to the absence of urban areas that might be perturbed. Given that the OFSMW piles generate the highest odour emissions, the simulation was performed with 15 OFMSW piles. The results of the simulation of the odour emissions

dispersion to the nearest urban area, under the different meteorological conditions according to Pasquill (type A, B, C, D, E and F) are illustrated in Figure 6. The numbered isopleths indicates the odour concentration value in ambient air at ground level in  $\text{ou}_E/\text{m}^3$ , which is constant on each isopleth. The dispersion of lateral odour concentration and the wind direction are also shown. Weather conditions are found a significant influence on the estimated concentration of odor immissions. For example, it can be observed that lateral dispersion is minimal for conditions D, E and F, and odorous compounds are mainly transported in the direction of the wind. This phenomenon leads to concentrations of about  $2 \text{ ou}_E/\text{m}^3$  in the most unfavorable conditions (type E and F).

Additional simulations were performed at lower wind velocities; a situation that occurs frequently in the study area. The minimum and most conservative wind velocity was established at 1 m/s. A wide study about the yearly averaged weather conditions would be necessary to ensure if the limit established by law for such activities did exceed or not.





**Figure 6.** Odour immission concentration: (a) extremely unstable, (b) moderately unstable, (c) slightly unstable, (d) neutral, (e) slightly stable and (f) moderately.

It is also remarkable that olfactory perception in humans perception can vary in degree depending on the compounds perceived and the sensitivity of the person involved. Our calculation suggests that the emission and perception of unpleasant odours in areas that are further away does not depend on the material of the compost pile given that a similar monitoring process was carried out for both types of piles. Likewise, it is important to note that due to the prevalent meteorological conditions, lateral dispersion is not as intense and odour concentrations are similar to those detected in the wind direction at the same distance from the emission source.

This study could be extended to include the olfactory perceptions of experts in dispersion models, and not only the emission source as we have done. However, one of the problems involved in olfactory perception is the co-existence of other activities in composting plants, such as sewage sludge dehydration that is subsequently composted, waste dumping, and moments of high odour emissions during turning, in which odorous compounds are released instantly into the atmosphere. Moreover, the perceived odours may not only be generated by the waste plant itself, but due to other industrial activities as well, thus contributing to the total odour concentration.

If the established concentration for OFMSW compost ( $3 \text{ ou/m}^3$ ) were perceived by a qualified person more than 2% of the year, and added to the odour impact caused by the other activities in the plant, the plant operations would have a strong odour impact on populations living nearby.

This estimation using compost odour emissions and odour dispersion models is a simple and cost-efficient way to predict the odourous impact on nearby populations. By knowing the meteorological conditions and using dynamic olfactometry methods, we can make an initial approach to the real odour impact a specific activity can cause on nearby areas. The use of expensive and complex dispersion models to accurately predict as many factors of odour impacts as possible from a waste treatment plant would be much more costly and difficult to implement.

#### **4. CONCLUSIONS**

The behaviour of two closely related variables, such as odour concentration and biodegradable organic matter, during composting show that dynamic olfactometry is a

valid technique to control organic waste management processes. The evolution of odours generated in OFMSW and sewage sludge follow a similar trend, while the highest biological activity takes place more rapidly in sewage sludge piles.

Dynamic olfactometry enables the composting process to be controlled and monitored as there is a close relationship between respirometric variables ( $SOUR_{max}$  and  $OD_{20}$ ) and other variables traditionally used to monitor composting processes, such as pH, organic matter and nitrogen content.

The quantification of odour emissions by dynamic olfactometry and the subsequent application of a dispersion model permit making an initial prediction of the odour impact on nearby populations. This is a simple and cost-effective method that provides useful information to estimate if the odour emission is due to a specific activity, and implement corrective measures if necessary, or verify the real impact by means of more complex and expensive techniques. In particular, the odour immissions caused by composting processes in both OFMSW and sewage sludge piles is practically identical and nearly reaches the acceptable limit values.

#### **ACKNOWLEDGEMENTS**

The authors are very grateful to The Spanish Ministry of Science and Innovation for funding project [CTM 2008-02714] and the PhD Grant [BES-2009-012109] of María del Carmen Gutiérrez Martín.

**REFERENCES**

- [1] Ingelmo F., Canet R., Ibañez MA., Pomares F., Gracia J., Use of MSW compost, dried sewage sludge and other wastes as partial substitutes for peat and soil. *Bioresour. Technol.* 1998;63:123-129.
- [2] Council Directive 91/271/EEC of 21 May 1991 concerning urban wastewater treatment, OJ L 135, 1991 May 30.
- [3] Smith SR., A critical review of the bioavailability and impacts of heavy metals in municipal solid waste composts compared to sewage sludge, *Environ. Int.* 2009;35:142-146.
- [4] Quan-Ying C., Ce-Hui M., Qi-Tang W., Qiao-Yun Z., Athanasios K., Concentration and speciation of heavy metals in six different sewage sludge-compost, *J. Hard. Mater.* 2007;147:1063-1072.
- [5] Yañez R., Alonso J.L., Díaz MJ., Influence of bulking agent on sewage sludge composting process, *Bioresour. Technol.* 2009;100:5827-5833.
- [6] Said-Pullicio D., Erriquens FG., Gicgliotti G., Changes in the chemical characteristics of water-extractable organic matter during composting and their influence on compost stability and maturity, *Bioresour. Technol.* 2007;98: 1822-1831.
- [7] HérouxM., Pagé T., Gélinas C., Guy C., Evaluating odour impacts from a landfilling and composting site: Involving citizens in the monitoring, *Water Sci. Technol.* 2004;50: 131-137.
- [8] Chen C., Kuo J. and Chung Y., Effect of matured compost as an inoculating agent on odour removal and maturation of vegetable and fruit waste compost. *Environ. Technol.* 2013;34: 313-320.
- [9] Hurst C., Longhurst P., Pollard S., Smith R., Jefferson B., Gronow J., Assessment of municipal waste compost as a daily cover material for odour control at landfill sites. *Environ. Pollut.* 2005;135: 171-177.
- [10] Romain A-C., Delva J., Nicolas J., Complementary approaches to measure environmental odours emitted by landfill areas. *Sensors Actuat B: Chem.* 2008;131: 18-23.

- [11] Guideline VDI:3940, 2006. Part 1. Measurement of Odor Impact by Field Inspection e Measurement of the Impact Frequency of Recognizable Odors Grid Measurement, vol. 1. VDI (Verein Deutsche Ingenieure), Handbuch Reinhaltung der Luft.
- [12] Chang JC., Hanna SR., Air quality model performance evaluation, Meteorol. Atmos. Phys. 2004;87: 167-196.
- [13] Ranzato L., Barausse A., Mantovani A., Pittarello A., Benzo M., Palmeri L., A comparison of methods for the assessment of odour impacts on air quality: Field inspection (VDI 3940) and the air dispersion model CALPUFF, Atmos. Environ. 2012;61:570-579.
- [14] EN 13725, 2003. Air Quality – Determination of Odour Concentration by Dynamic Olfactometry. Comité Européen de Normalisation, Brussels.
- [15] The US Department of Agriculture and The US Composting Council, Test Methods for the Examination of Composting and Compost (TMECC). Edaphos International. Houston. USA, 2002.
- [16] Barrena R., Vázquez F., Gordillo M.A., Gea T., Sánchez A., Respirometric assays at fixed and process temperatures to monitor composting process, Bioresour. Technol. 2005;96:1153-1159.
- [17] Grupo de investigación RNM-271 Ingeniería química, 2007. Universidad de Córdoba. Patente de un Respirómetro automatizado en Fase Líquida;P2004-02908. Publication No. ES2283171 A1.
- [18] Vian A., Ocón J., Moreno S., Medina S., Martínez JM., Gutiérrez L., Elementos de ingeniería química. Aguilar, S.A de ediciones, Bilbao, 1961.
- [19] Capelli L., Sironi S., Del Rosso R., Céntola P., Predicting odour emissions from wastewater treatment plants by means of odour emission factors, Water Res. 2009;43:1977-1985.
- [20] Capelli L., Sironi S., Rosso R., Céntola P., Rossi A., Austeri C., Odour impact assessment in urban areas:case study of the city of Terni. Procedia Environ. Sci. 2011;4:151–157.
- [21] <http://www.tutiempo.net/Estaciones/Aeropuerto-de-Cordoba/>

- [22] de Nevers N., Ingeniería y control de la contaminación del aire, Vol. 6, Mc Graw-Hill interamericana editores S.A., México, 1997.
- [23] CEC. Council of the European Communities. Council Directive of 12 June 1986 on the protection of the environment, and in particular of the soil, when sewage sludge is used in agriculture (86/278/EEC). Off. J. Eur. Communities L.1986;181:6–12.
- [24] García-Mina JM., Stability, solubility and maximum metal binding capacity in metal- humic complexes involving humic substances extracted from peat and organic compost. Org. Geochem. 2006;37:1960-1972.
- [25] Karnchanawong S. and Suriyanon N., Household organic waste composting using bins with different types of passive aeration, Resour. Conserv. Recy. 2011;55:548-553.
- [26] Pagans E., Barrena R., Font X., Sánchez A., Ammonia emissions from the composting of different organic waste. Dependency on process temperature, Chemosphere 2006;62:1534-1542.
- [27] Ministerio de la presidencia. Real Decreto 824/2005, de 8 de Julio, sobre productos fertilizantes. Boletín Oficial del Estado No. 171 (19/07/2005), Spain, p. 25636–25637 (in Spanish).
- [28] Puyuelo B., Ponsá S., Gea T., Sánchez A., Determining C/N ratios for typical organic wastes using biodegradable fractions, Chemosphere 2011;85:653-659.
- [29] C. Paredes, A. Roig, M.A. Sánchez-Monedero, J. Cegarra, Evolution of organic matter and nitrogen during co-composting of olive mill wastewater with solid organic wastes, Biol. Fert. Soils 2000;32:222-227.
- [30] M.A. Bustamante, C. Paredes, F.C. Marhuela-Egea, A. Pérez-Espinosa, M.P. Bernal, R. Moral, Co-composting of distillery wastes with animal manures: Carbon and nitrogen transformations in the evaluation of compost stability, Chemosphere 2008;72:551-557.
- [31] S. Lianghu, Z. Youcai, Chemical reduction of odour in fresh sewage sludge in the presence of ferric hydroxide, Environ. Technol. 2013;34:165-172.
- [32] Lasaridi, KE and Stentiford EI. A simple respirometric technique for assessing compost stability. Water Res. 1998;32:3717–3723.

[33] Available from: <http://wikimapia.org/10186965/es/Cuestadel-Lobat%C3%B3n> (Córdoba, Spain).

### **6.3. Breve descripción de artículo *“Compost pile monitoring using different approaches: GC-MS, e-nose and dynamic olfactometry”***

En este trabajo se ha realizado un seguimiento de las emisiones de olor generadas durante el compostaje de restos vegetales en pilas y a escala industrial. El seguimiento se ha realizado mediante la utilización de tres técnicas, cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas (CG-SM), nariz electrónica y olfatometría dinámica, obteniendo información complementaria que permita realizar una evaluación detallada de las emisiones del proceso. Las técnicas mencionadas aportan información muy diferente: la olfatometría dinámica permite determinar la concentración de olor ( $ou_E/m^3$ ), CG-SM permite determinar la composición química y la nariz electrónica determina la presencia de determinadas familias de compuestos olorosos en las muestras gaseosas.

Este estudio permitió determinar que la concentración de olor de una muestra no está correlacionada con la concentración de compuestos orgánicos volátiles (COVs) presentes en ella. Sin embargo, sí se observó dicha correlación con la concentración de familias de compuestos que tienen bajo límite de detección, es decir, cuyo olor se detecta a muy baja concentración, como por ejemplo la familia de los ácidos orgánicos.

La nariz electrónica permitió realizar un seguimiento de las emisiones a tiempo real y detectar periodos de mayor emisión de olor, como el que se produce en la manipulación de las pilas, en el volteo de las mismas.

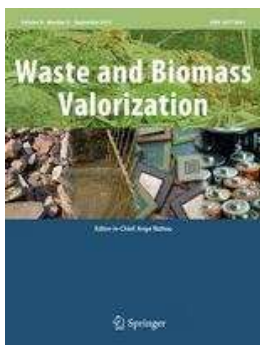
En resumen, tanto los picos de emisión, como las familias de compuestos que participan de forma relevante en la concentración de olor, así como la concentración de olor de la emisión global, se pueden determinar con la combinación de las tres técnicas utilizadas.





***6.3.3. Compost pile monitoring using different approaches: GC-MS, e-nose and dynamic olfactometry***

---



*Waste and Biomass Valorization* Vol.4, no.1 (March 2013) ISSN 1877-2641

**COMPOST PILE MONITORING USING DIFFERENT APPROACHES:**

**GC-MS, E-NOSE AND DYNAMIC OLFACTOMETRY**

M.C. Gutiérrez<sup>a</sup>, A.F.Chica<sup>a</sup>, M.A. Martín<sup>a</sup>, A.-C. Romain<sup>b</sup>

- a. University of Cordoba (Spain) – Department of Chemical Engineering. Campus Universitario de Rabanales. Carretera N-IV, km 396, Edificio Marie Curie, 14071 Córdoba. Spain  
E-mail address: [a12gumam@uco.es](mailto:a12gumam@uco.es); Telephone number: +34 957 25 85 86.
- b. University of Liège, Department of Environmental Sciences, Environmental Monitoring Research Group, Avenue de Longwy 185, B6700 Arlon, Belgium.  
E-mail address: [acromain@ulg.ac.be](mailto:acromain@ulg.ac.be); Telephone number: +32 63 23 08 59

Received: 7 December 2012 / Accepted: 8 April 2013

**ABSTRACT**

The evaluation of odour emissions associated to the composting process is complex because these emissions depend on several factors such as the raw material to be composted, the different stages of the composting process, meteorological conditions, and others. For this reason, the aim of this paper is to compare complementary approaches to monitor odours. The odour source selected for this study is green waste compost at different maturity stages. The study site is a composting facility located in the south of Belgium. The compared approaches were: a portable e-nose developed by the Environmental Monitoring Research team (Arlon, Belgium) to monitor odorous emissions from the composting piles; chemical analyses performed in the laboratory using a Gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS, manufactured by Thermo) to analyse volatile organic compounds (VOCs) which were collected on Tenax TA simultaneously to the in-situ e-nose measurements and olfactometric measurements to determine the odour

concentration ( $\text{ou}_E/\text{m}^3$ ) using the Odile olfactometer (Odotech). The portable e-nose was also used in the laboratory with compost odour samples collected in bags. The large numbers of data sets obtained were explored by statistical methods such as principal components analysis (PCA). The results obtained highlight the advantages of monitoring the composting process with these three approaches. Each approach gives different information about the composting process and the emissions generated. While the e-nose is capable of identifying some chemical family emissions and some activities such as turning steps, the GC-MS identifies each chemical compound emitted and dynamic olfactometry quantifies the odour concentration ( $\text{ou}_E/\text{m}^3$ ) in relationship with these emissions.

*KEYWORDS:* Composting, dynamic olfactometry, e-nose, VOCs, PCA, GC-MS

## 1 INTRODUCTION

In recent years, odours annoyances from different industrial sources have become a serious environmental concern, especially in the case of odour emissions from municipal solid waste (MSW) plants. The principal reason for the increase in odour complaints is that industrial plants are situated nearer to urban and residential areas [1]. The complexity of emissions and the subjectivity of the odour perception can partially explain the difficulties involved in determining regulation and control. Although odour legislation in the form of acts or regulations has been enacted in North American, Asian, Australasian and European jurisdictions [2], the current legislation does not cover certain aspects related to the control and regulation of odour emissions. For instance, the various techniques usually used to measure off-odours are not yet standardised. Currently, there is only one European olfactometry standard to measure the concentration of odour

expressed in  $\text{ou}_E/\text{m}^3$ . Hence, there is a great need to improve the usual techniques or to develop new ones to help lawmakers.

While composting is one of the most efficient ways to treat different kinds of organic wastes, it is always associated with off-odours and volatile organic compound (VOCs) emissions. Despite being present at trace level concentrations, most volatile compounds are malodorous and have very low odour thresholds, potentially resulting in odour impacts on nearby populations [3]. In addition to the potential for odours annoyance, volatile compound emissions from MSW can also have health impacts due to their toxic nature, and can also cause the corrosion of process equipment [4, 5].

Odours can be produced during the different stages of the process: reception, conveying, turning over, composting, and curing or storage. However, the major emissions of odours and VOCs occur from the reception step and during the turning over of the compost piles for the aerobic biological treatment [6]. Incomplete or insufficient aeration can produce sulphur compounds of intense odour, whereas incomplete aerobic degradation processes result in the emission of alcohols, ketones, esters and organic acids [7, 8]. The chemical composition of odour emissions depends on the waste materials, the level of decomposition and the type of handling [9]. The composting process can be developed using different raw materials such as municipal solid waste, poultry waste, wastewater sludge and green waste.

A previous paper [10] revealed the importance of odour emissions from landfill sites and composting facilities using different methods such as chemical analyses, dynamic olfactometry, sniffing teams and electronic noses. By using these methods in a complementary manner and exploiting the strong points of each, it is possible to tackle

the whole investigation of sites such as landfills, examine the emissions of the volatiles that cause the odour and assess the odour annoyance in the environment to verify compliance with an exposure limit.

The European standard EN 13725 (2003) for determination of odour concentration by dynamic olfactometry is a sensorial technique that allows determining the odour concentration ( $ou_E/m^3$ ) of an air sample. A selection of panellists sniffs the sample in various dilution levels in odourless air and indicates if they smell the odour of the diluted sample or not [11]. This method is used in an air-controlled laboratory a few hours after sampling in the field. Nowadays, this method has different applications such as the sensorial characterisation of the aroma of food. Many authors use this standard method to quantify odours emitted by the composting process [12, 13]. However, the physiological differences in the sense of smell among people often lead to subjective and highly uncertain results.

The e-nose is able to monitor gas emissions in real time in the field and to link them to the odour concentration expressed in odour units [14]. However, some limitations have to be considered, for instance humidity sensitivity, drift, and high detection limits. While analytical techniques allow identifying and quantifying the chemical compounds emitted from these gas emissions, the chemical composition of the gas mixture does not always represent the odour perception.

All these measurement techniques are complementary and have drawbacks and advantages. According to [15], the e-nose offers clear advantages with regard to chemical analysis in terms of its rapidity of execution. In comparison with panel tests, the e-nose also presents other advantages aside from its rapidity such as lower costs, repeatability of

the results and continuous monitoring. The e-nose permits analysing air samples with a low odour level, and even with contents that are hazardous to health. Once the fingerprints of the odorous sources are learned by the device, the e-nose is, in principle, able to predict the class of an unknown sample and subsequently identify its source. As for the identification of odours, the quantification of odours by the e-nose requires developing mathematical models. Sensory techniques allow the sensorial component of odours to be evaluated both qualitatively and quantitatively using the human nose as a detector. Unlike analytical analyses, sensorial techniques present lower accuracy and repeatability due to their subjective nature and their results must be carefully interpreted [16].

Chemical analyses such as gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS) provide information on the chemical composition of the emissions in terms of chemical concentration. However, the relationship between the chemical profile and the odour is not always well established [17]. Moreover, this method is time consuming and costly, particularly when used for routine analysis purposes.

The main objective of this paper is to compare these three approaches usually used to monitor odours and to highlight their utility in monitoring odour emissions as well as the processing of green compost piles. It is also necessary to validate each of these methods in relation to the others for some typical cases of odour emissions.

## 2 MATERIALS AND METHODS

### 2.1 Field campaign and data collection

The study was carried out on a composting facility located in the south of Belgium. The waste treatment plant consists of a municipal solid waste reception unit, an area dedicated to the composting of piles of green waste, a landfill area and a garbage collection point where customers can get rid of their waste, such as textile, paper and cardboard and plastic bottles. The odour source selected for this study is green waste compost at different stages of maturity. Typically, the facility has six to eight piles at different stages of maturity. The final pile size is about 2.5 m high and 50 m in length. Aeration is achieved by turning the piles about twice a week and the composting process is carried out under natural aeration where the air flow out the pile is not monitored. The odours released by the compost vary with time and type of handling. Green waste composting is a slow process and the composition of the compost piles varies so slowly that the odour emissions will depend on how they are managed. For this reason, VOCs and odour emissions are more influenced by turning activity and parameters such as temperature or humidity.

The measurement campaign was carried out over two months from 17 May 2011 to 20 July 2011. Three different batches of green waste were randomly monitored during this period. In the field, real time e-nose measurements were performed in both the morning and in the afternoon under different meteorological conditions. The measurements were made during 30 min in order to achieve the perfect stabilisation of the sensor signals. At the same time, VOC adsorption was realised on Tenax TA. Moreover, samples of the emissions released by the green compost piles were



simultaneously collected in two 60L-Tedlar bags. A sealed barrel maintained under negative pressure by a vacuum pump was used to collect the odour in a bag. The pressure generated by this vacuum pump was determinant to collect the samples due to the natural aeration of pile was not enough to fill the bag with odorous air. One of the samples was analysed by olfactometry and the other with the e-nose in the laboratory within a maximum of 30 hours after sampling.

The aim of using the same e-nose in the lab and in the field was to compare the results of the e-nose obtained by online measurements in the field with the results obtained after sampling in bags followed by e-nose measurement in the lab with odourless-odour cycles. For the laboratory e-nose measurement, odourless samples were collected in the field about 500 metres up wind of the compost piles where the operator was unable to smell any odours.

Table 1 shows the scheduled activities carried out during the measurement campaign. The different activities performed the same day are specified. For each measurement day, at least two different approaches were used to compare the different information under the same conditions of temperature, humidity, maturity time of compost, etc.

In the field, bags with one sample were collected from the compost piles. This sample was analysed by dynamic olfactometry. When GC-MS analysis was possible, the odour sample was collected in Tenax TA at the same time as the odour samples were collected in Tedlar bags. Simultaneously, the e-nose analysed the emissions of the compost piles. The odourless sample was collected in the field immediately after the odour samples were collected.

**Table 1** Activities schedule during measurement campaign.

DAY	GC-MS	DINAMYC OLFACTOMETRY	E-NOSE	
			E-NOSE (Field)	E-NOSE (Laboratory)
17/05/2011				
19/05/2011				
24/05/2011				
25/05/2011				
27/05/2011				
06/06/2011				
14/06/2011				
16/06/2011				
20/06/2011				
21/06/2011				
23/06/2011				
27/06/2011				
29/06/2011				
05/07/2011				
06/07/2011				
07/07/2011				
12/07/2011				
13/07/2011				
19/07/2011				
20/07/2011				

## 2.2 Sensorial analysis

In this study, we used the dynamic olfactometry sensorial method to determine the odour concentration of an odorous air sample, expressed in European odour units per cubic metre ( $ou_E/m^3$ ) according to the standard EN 13725:2003. The analysis was performed using an Odile olfactometer (Odotech, Canada) at the Olfactometric Laboratory of the Environmental Sciences and Management Department, Campus d'Arlon, University of Liège. The laboratory is maintained at a temperature below 25°C and is "odour free".

A panel of six members judges the samples of gas odours. A decreasing step sequence in geometric series of factor 1.58 and the triangular choice are used. A no

odour response is allowed. Only a “with certainty” odour response is considered to be correct. Dynamic olfactometry is used to obtain the European odour concentration of samples. The odour concentration represents the number of dilutions with neutral air necessary to bring the concentration of the sample to its odour perception threshold concentration. It is assumed that the results obtained by dynamic olfactometry have a confidence level from half to double the value of the odour perception threshold concentration. The analysis is carried out after the odorous gas is sampled in the field.

### 2.3 *Electronic nose system*

The odour emissions of the compost piles were monitored using a portable e-nose developed by the ULg team. The e-nose consists of a battery-powered sensor array and a PC board with a small keyboard and a display. The array contains six commercial metal oxide sensors (Figaro®) (TGS822, TGS2620, TGS2180, TGS842, TGS2610, and TGS880) which were selected on the basis of some operating criteria among the range of sensors proposed by the Japanese manufacturer Figaro. Each of these sensors has a specific application from the manufacturer: the TGS822 sensor is sensitive to organic solvents, the TGS880 sensor to alcohols, the TGS842 sensor to natural gas and methane, the TGS2610 sensor to propane and butane, and the TGS2620 sensor to hydrogen, alcohols and organic solvents. Although TGS2180's response to compost emission is low, it is very sensitive to water vapour and is considered only for humidity correction but not to develop an odour classification model.

The variation of the conductance of the sensors is recorded. The array is placed inside a thermostatic chamber and linked to a pump with a constant flow rate of 200 ml/min. The chamber temperature is kept at 60°C by a heating resistor and natural

cooling, thanks to a suitable control system. Relative humidity of the sensor chamber is also recorded. Specific software controls the hardware and allows the acquisition of the sensor signals. The raw electrical conductance of the sensors is recorded every 15 seconds in the local memory and it can be monitored with a little laptop in real time. The data are then downloaded in an external computer for off-line processing by multivariate tools using Statistica and Matlab software. The features considered for the data processing are the raw sensor electrical conductances (S), normalised by the square root of the sum of all the sensor conductance values squared, without any reference to base line.

#### 2.4 *Physicochemical measurements*

The VOCs were collected on Tenax TA for 30 min with a flow rate of 150 ml/min using a calibrated air pump (Gilian® Gilair 3SC) with a low flow module, and a Gilibrator to calibrate the flow. The VOCs are desorbed and analysed in the laboratory using a thermal desorber (TD, Unity, Markes International) linked to a GC-MS (Thermo). During desorption, a split ratio of 5 was applied on the sorbent tube. The carrier gas was helium.

The chromatographic column is a CP-sil 8 CB MS (5% phenyl and 95% dimethylpolysiloxane) with a length of 50 m, an internal diameter of 0.25 mm and a film thickness of 0.4  $\mu\text{m}$ . The running conditions for the GC were: initial temperature 38°C, initial time 7 min, rate 5°C/min and final temperature 200°C. The MS was used in the scan mode. The mass range was from 33 to 300 amu.

The compounds were identified by comparing the mass spectra obtained to the reference mass spectra of the NIST database (National Institute of Standards and Technology, United States) using XCallibur software. AMDIS software is also used to

confirm the identification. Moreover, the retention times of the analysed compounds were compared to the retention times of the previously identified compounds. External calibration was used to quantify the identified compounds. The concentrations of the substances were evaluated by external calibration at several calibration points (four different concentrations in the range of expected concentration). Standard samples were prepared in methanol solution and injected onto the cartridges by the “spiking” method using the Markes International™ calibration solution loading rig. External calibration was carried out using toluene following the ISO 16000-6 standard and the NIOSH guidelines for VOC screening (Method 2549, VOC screening using multibed thermal desorption sorbent tubes, GC-MS, 1996). Hence, only semi-quantitative analyses were performed.

### 2.5 *Statistical analysis*

The data sets were analysed with software using statistical methods (Statistica© and Matlab©). Pattern recognition techniques were used. Principle Components Analysis (PCA) is a linear unsupervised technique that is very useful for analysing, classifying, and reducing the dimensionality of numerical datasets in multivariate problems. PCA is often used for visually inspecting the evolution of observations over short time periods [18].

PCA allowed highlighting correlations between the sensors, the chemical families and the odour concentration ( $\text{ou}_E/\text{m}^3$ ).

### 3 RESULTS AND DISCUSSION

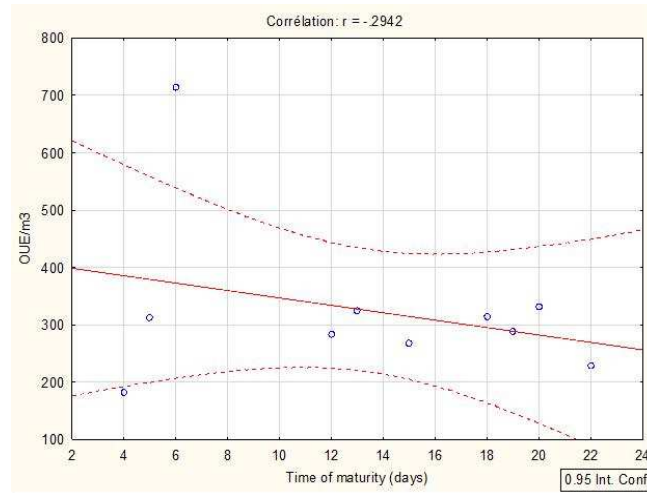
#### 3.1 Univariate correlation between the composting maturity time and the chemical-olfactometry variables

##### 3.1.1 Evolution of odour concentration with time of maturity

Measurements taken over a total of 22 days were used to investigate the relationship between the e-nose data, the chemical analysis and the odour concentration during the maturity time of the composting piles.

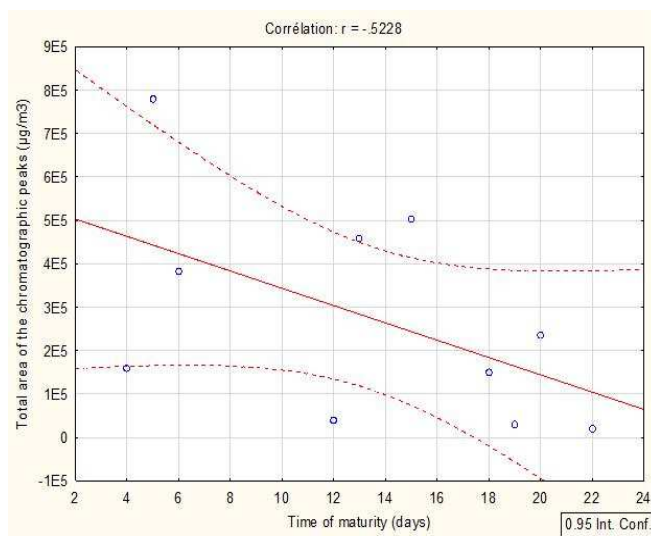
The results (Figure 1) show that the odour concentration ( $\text{ou}_E/\text{m}^3$ ) tends to increase during the first six days of maturity time to a value of  $714 \text{ ou}_E/\text{m}^3$ , after which an expected decrease in odours is observed. The initial odour concentration may be due to higher biological degradation in the first days of the composting process which generates volatile emissions. Odours are mainly caused by VOCs such as alcohols, esters, ketones, aldehydes, acid, terpenes and sulphur compounds. This is in line with [19], who showed that odour concentration increases in the first stage of a composting cycle over seven weeks.

A rather low odour concentration range for the compost emissions was observed. This may be due to the composition of the green compost. Vegetable remains contain high amounts of cellulosic material which degrade slowly by microbiologic activity. Moreover, green waste releases lower emissions than household waste. In addition, it can be also an indicator of a good composting process. For these reasons, the less VOCs emitted, the lower the odour concentration.



**Figure 1.** Evolution of odour concentration ( $ou_E/m^3$ ) with maturity time (days)

The odour concentration and total VOC emissions showed different trends. Although both decreased with time of maturity, the odour concentration increased until day 6 of the composting process, while the total VOC emissions decreased with composting time. The evolution of total VOC concentration with maturity time can be observed in Figure 2. Although a decrease was observed for the odour concentration and total VOC emissions, the data sets are not well correlated. For this reason, we studied the evolution of each chemical family with maturity time in order to understand the differences in behaviour. The study of each chemical family allowed determining that the concentration of some families as well as the odour concentration increased the first days of composting.



**Figure 2.** Evolution of total VOC concentration ( $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ) with maturity time (days)

### 3.1.2 Evolution of chemical families with time of maturity

The chemical families studied were terpene, ketone, aldehyde, organic acid, alcohol, ester, hydrocarbon and sulphur compounds. The results of the GC-MS analysis allowed detecting the highest concentration (as  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ) of some VOCs at the start of the process. In [20], a total reduction of 98.6% in the VOC concentration was calculated from the start to the end of the composting process.

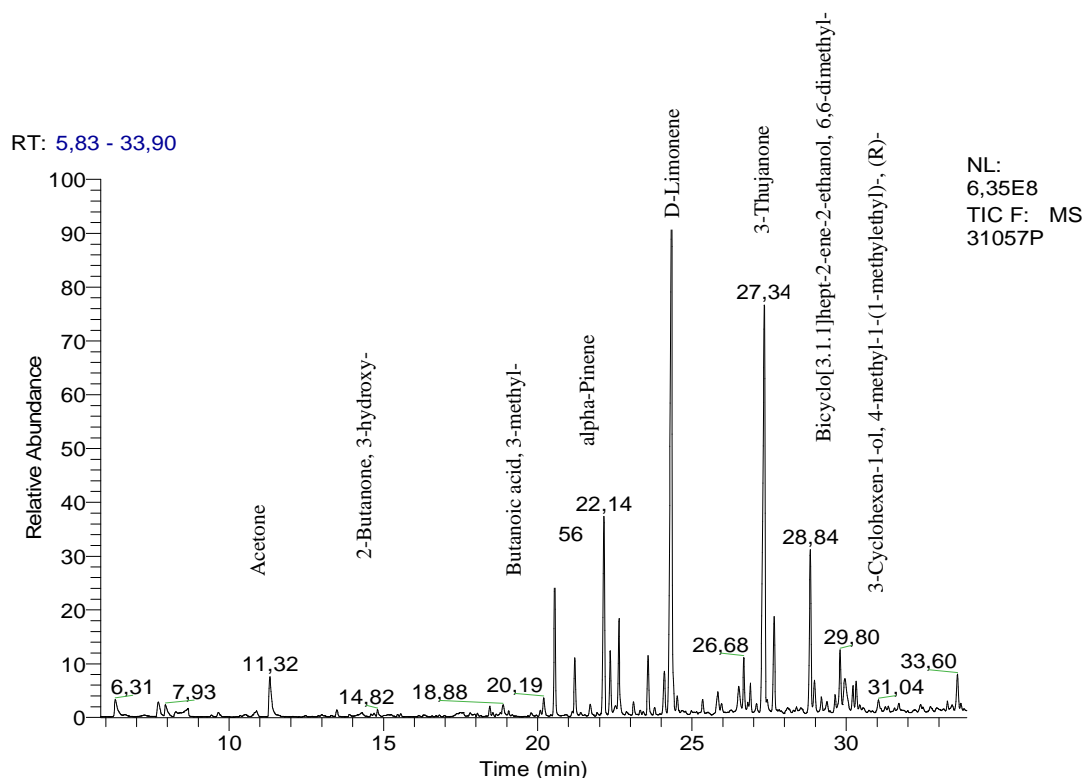


**Table 2.** Percentage of identified chemical families for sample collected on 13<sup>th</sup> day of composting process

Chemical Families	Concentration (mg/m <sup>3</sup> )	Relative abundance (%)
Terpene	215	46.65
Ester	137	29.77
Hydrocarbon	29.5	6.45
Alcohol	26.3	5.75
Ketone	21.3	4.65
Aldehyde	9.9	2.15
Acid	3.8	0.86
Sulphur compounds	1.9	0.42
Others	15.3	3.30
Total area	460	100

Figure 3 shows a representative chromatogram obtained during the monitoring process on day 13 of composting maturity. As can be observed in the figure, some representative compounds of the composting process such as Limonene and Pinene are typical compounds emitted during the composting process. Table 2 shows the percentages of the chemical families identified in the sample collected on day 13. Terpene and ester compounds are the most abundant chemical families. Terpenes are produced by the degradation of lignin contained in wood-derived products as well as by fruits and plants (orange, mint). Although alcohol, acid and sulphur compounds are less abundant, these chemical families generate strong odour emissions even in low concentrations. The most common compounds found in the samples were: acetic acid, acetone, limonene, benzene derivatives, hexane, pinenes, toluene, naphthalene, undecane and xylene. These VOC compounds, which are associated with the composting process, are widely cited in the literature [21, 22 and 23]. However, this chemical

composition does not represent the global odour of solid waste, which is the result of the reception of a complex volatile mixture. A comparison between chemical composition of emissions generated on day 13 and the day 6, when the mayor odour concentration was determined, was realized. Mayor total VOCs emissions were determined on day 13 as well as Terpene, Ketone and Esters compounds were more abundant than on day 6. However, the acid compound emissions was strongly higher on day 6, the acid concentration decreases from  $222.4 \text{ mg}\cdot\text{m}^{-3}$  on day 6 to  $3.9 \text{ mg}\cdot\text{m}^{-3}$  on day 13. These compounds could be the principal reason for the most odorous emission generated during composting.



**Figure 3.** Chromatographic profile obtained during the monitoring of 13<sup>th</sup> composting process

Regarding the evolution of some chemical families during the composting process, the concentration of terpene and alcohol decreased with time of maturity as well as the total concentration ( $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ). On the other hand, the concentration of ketone, acid and

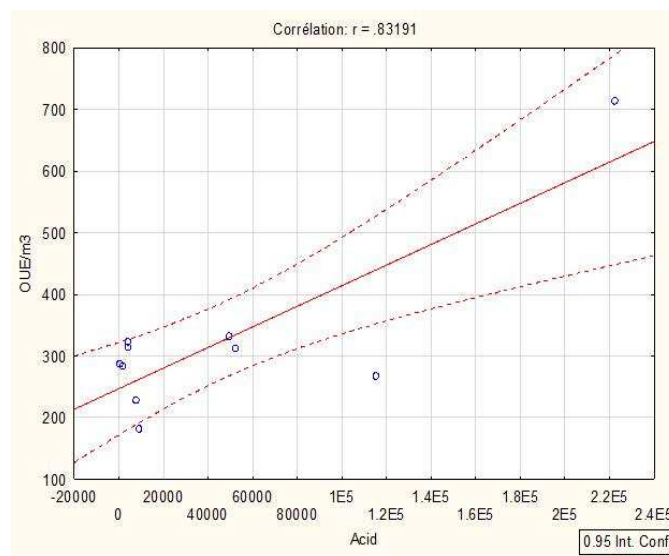
ester compounds decreased with time of maturity, but increased on day 5, and day 5 and 6 of maturity time, respectively. These compounds exhibited the same behaviour as the odour concentration. The hydrocarbon compounds did not show a clear trend with time of maturity.

The aldehyde compounds increased during the composting process. This increase could be due to interferences with the sorbent material used for the sampling (Tenax TA). According to [24], despite recent advances in gas chromatography, several limitations remain. In particular, this analytical technique is still limited by: 1) the broad concentration range of the compounds present in odorous emissions and the difficulties inherent in the preparation of multi-component gaseous standards; 2) the potential decomposition of thermally unstable volatile compounds due to high operating temperatures in both thermal desorption units and injectors; and 3) water interferences.

### 3.3 *Relationship between chemical families and odour concentration*

The odours produced depend on the presence of organic volatile compounds in the exhaust air [25]. A comparative study on the relationship between the concentration of chemical families and odour concentration was performed. The results showed a good correlation ( $r^2 = 0.83$ ) between the concentration of acid compounds and the odour concentration detected with dynamic olfactometry (Figure 4). Moreover, acid compounds are one of the most odorant chemical families. Like the odour concentration, the major emission of acid compounds is associated to the first stage of the composting process when the fresh material is more easily degraded by microorganisms. In spite of the good correlation obtained, more intensive monitoring during the first 8 days of the composting process must be carried out to obtain acid compound concentration values

when the odour concentration shows values between 400-600  $ou_E/m^3$ . The results did not show a high correlation with the other families or with the total chemical concentration. These results may explain the fact that some VOCs in such low concentrations, which cannot be detected by GC-MS or by e-nose, produce very high odour emissions. For this reason, the simultaneous monitoring with e-nose, dynamic olfactometry and GC-MS allows us to obtain complementary information in order to perform a more complete study about the odour emissions in real time and the VOCs that produce these emissions.



**Figure 4.** Relationship between odour concentration ( $ou_E/m^3$ ) and acid compound concentration ( $\mu g/m^3$ )

### 3.4 Univariate correlation between e-nose with odour concentration, maturity time and chemical families

The univariate correlation between the e-nose sensors and the odour concentration as determined by olfactometry, the maturity time of the composting piles and the chemical families obtained by GC-MS were studied and is shown in Table 3. The results

obtained in this section show a positive correlation between the conductance of the six sensors and odour concentration, except for the TGS2180, which is more sensitive to humidity than the other chemicals. This sensor was used to correct the humidity, but not to develop the odour classification model or determine the chemical families. A positive correlation was also observed between the sensors and the chemical family concentrations (except for the aldehyde family, see previous explanation in section 3.1.2).

The linear correlation of each sensor with odour concentration was quite low, with the highest being  $r^2 = 0.2$ . The correlation with VOCs was about 0.5-0.6, slightly higher values than for the odour. Although all the sensors have a similar linear coefficient for the total concentration of hydrocarbon compounds, each sensor has a different coefficient for each chemical family.

The bold values show the best correlation coefficient between each sensor and each chemical family. The results indicate that the sensors were more sensitive to alcohol and ester compounds.

Finally, a negative coefficient was observed for composting time. Although this coefficient was low (about 0.3), it can be concluded that each sensor reacts as a function of maturity time. Due to the decrease in emissions according to maturity time, the sensors are able to respond to this timer.

Hence, odour concentration did not linearly correlate well to maturity time and chemical composition, with the exception of the acid compounds. The further processing of the data sets would probably be useful to develop an approach.

**Table 3.** Correlation coefficient between the conductance of e-nose sensors with odour concentration, total COV concentration, each chemical family concentration and with composting time.

	SENSORS					
	TGS 822	TGS 842	TGS 880	TGS 2180	TGS 2610	TGS 2620
<b>Odour concentration</b>	<u>0.11</u>	<u>0.2</u>	0.04	0.02	0.05	<u>0.16</u>
<b>Total COV</b>	0.6	0.5	0.6	0.06	0.5	0.6
<b>Terpene</b>	<b>0.7</b>	0.5	<b>0.7</b>	0.1	0.6	<b>0.7</b>
<b>Ketone</b>	0.7	0.4	0.7	0.02	0.6	0.6
<b>Aldehyde</b>	-0.06	0.08	0.08	-0.1	0.03	-0.1
<b>Acid</b>	0.5	0.7	0.5	0.2	0.6	0.5
<b>Alcohol</b>	<b>0.8</b>	0.7	<b>0.8</b>	0.1	<b>0.8</b>	<b>0.9</b>
<b>Hydrocarbon</b>	0.3	0.4	0.3	-0.1	0.3	0.4
<b>Esters</b>	<b>0.8</b>	0.5	<b>0.8</b>	0.07	0.7	<b>0.8</b>
<b>Time of maturity</b>	-0.3	-0.3	-0.3	-0.2 *	-0.3	-0.2

P<0.05

Correlation coefficient (Linear regression)

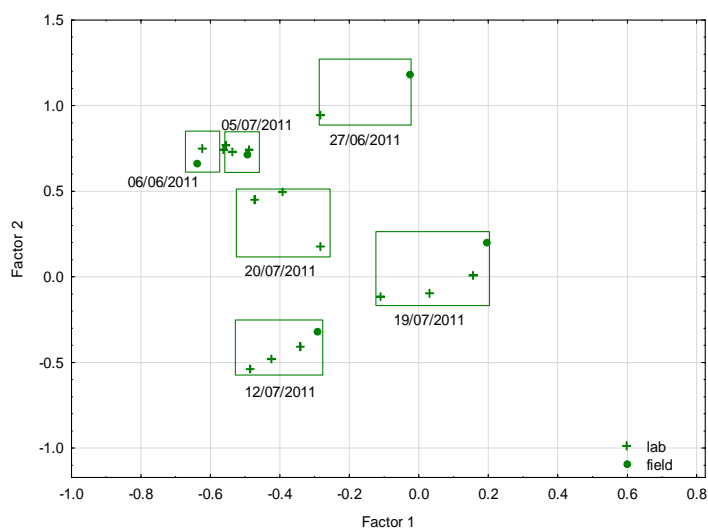
\*With high dispersion

### 3.4 Multivariate analysis: the e-nose data set

The previous results indicate the appropriateness of performing multivariate analysis (principal components analysis, PCA) to test the efficiency of the e-nose in monitoring the compost pile emissions.

Firstly, it is of interest to note (Figure 5) the correlation between the results of the e-nose in the field, where the samples were taken directly with the portable e-nose over the compost piles, and the laboratory analysis where the samples collected in 60L-Tedlar bags were analysed as explained in the materials and methods section. As can be seen in the figure, the response of the e-nose in the field and in the lab during six days of

monitoring was very similar. It should be noted that all the sensors showed a good correlation between responses in both the field and in the laboratory. These results highlight the capacity of the e-nose to monitor in real time and indicate the importance and advantages of monitoring in-situ with the portable e-nose. Figure 6 shows a PCA analysis performed with the normalised variable taking into account the results of the 24 measurements made in the field and in the laboratory. It is possible to observe the sensitivity of the TGS822 sensor to alcohol compounds and the sensitivity of the TGS842 sensor to hydrocarbons. Moreover, the TGS2610 and TGS2620 sensors have similar sensitivities. These results highlight the sensitivity of the e-nose to some odorous chemical compounds.

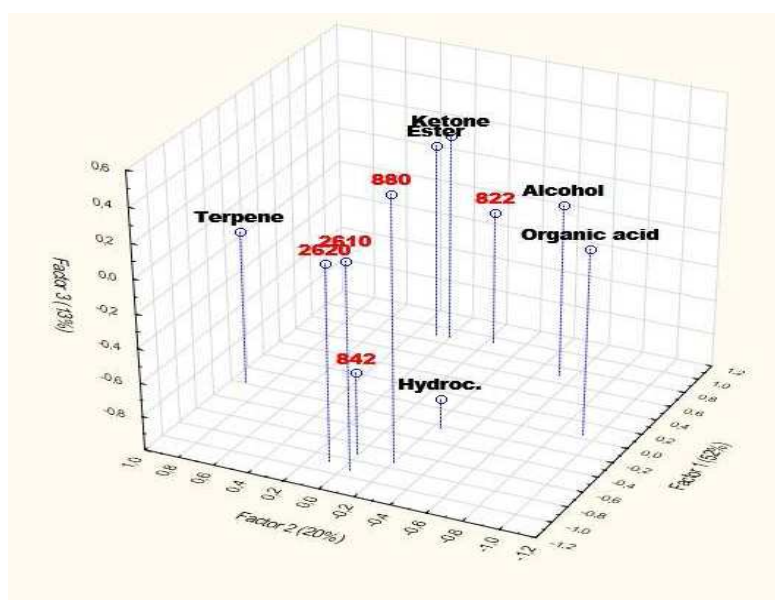


**Figure 5.** Correlation between the e-nose results in the field and in the laboratory measurement

PCA was also performed (Figure 7a) with all the measurements obtained in all the compost piles (forty observations) with the portable e-nose. The odourless samples and the response of the TGS842 sensor (only sensitive to hydrocarbons) were not considered. The combined response of the sensors permitted obtaining PCA factors and provided global information on the chemical profile and chemical concentration of all the

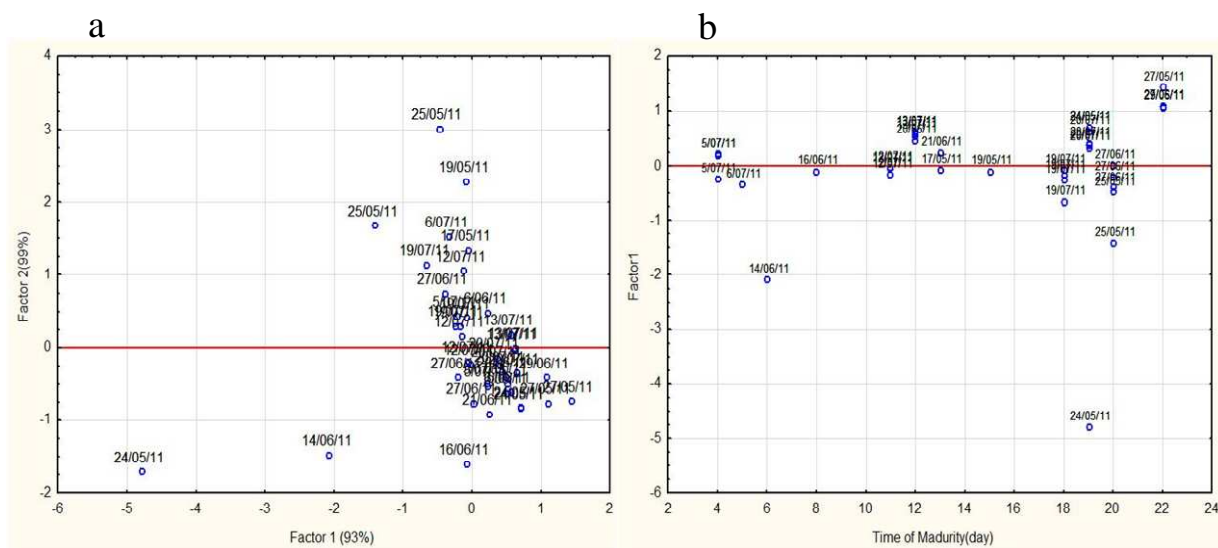
compounds. The PCA, with the data described above, explained 93% of the total data variance. The PCA plot highlights the non-conforming measurements carried out on May 25<sup>th</sup>, June 14<sup>th</sup> and June 16<sup>th</sup>.

When considering the new components (factors 1 and 2) rather than the sensor responses, factor 1 versus maturity time was represented so that non-conforming measurements could also be highlighted (Figure 7b). The results revealed some abnormal data which can be explained. June 14<sup>th</sup> coincided with a high odour concentration value (the maximum value before a decrease in the odour concentration). On June 24<sup>th</sup> the composting piles were turned, which may have increased the gas emissions. This activity could also have influenced the measurement taken on June 25<sup>th</sup>. If we consider these new components rather than the sensor responses and we plot this factor as a function of time, exceptional measurements can be highlighted.



**Figure 6.** Illustration by PCA of quantitative chemical family concentration and sensor sensitivity





**Figure 7. (a)** Illustration of PCA: Score plots of the e-nose measurements, factor 2 vs factor 1. **(b)** Illustration of PCA: Factor 1 vs Time of maturity (days)

### 3.5 Comparison of dynamic olfactometry, e-nose and GC-MS

To highlight the importance of using these approaches as complementary techniques, their characteristics are compared in this section.

Firstly, while the e-nose is able to monitor continuously in real time, GC-MS and dynamic olfactometry only allow us to analyse a sample collected from one point of the odour emission in a short period of time (a few minutes). Moreover, only the e-nose allows doing analyses directly without previous sampling in tedlar or nalophan bags in the case of dynamic olfactometry and in Tenax TA in the case of GC-MS.

On the other hand, it should be noted that GC-MS and dynamic olfactometry are expensive techniques. Although e-noses are available with a wide variety of prices, for this kind of applications a low-cost sensor device is sufficient. For instance, in this study

we used a simple e-nose device developed by the ULg team whose cost is significantly lower than GC-MS and dynamic olfactometry.

Finally, although the e-nose and GC-MS give us more information than dynamic olfactometry, the data processing is more tedious. The e-nose allows responses to be obtained each second from a number of sensors during an unlimited period of time. This information must then be processed continuously by statistical methods to interpret it. On the other hand, analyses by GC-MS allow obtaining a wide amount of chemical compounds that must be identified and quantified.

#### 4 CONCLUSIONS

The results show that the odour concentration of the green compost emissions was not linearly correlated with the total VOC concentration. However, by exploring the concentration of the chemical families as a function of maturity time, we have determined that the acid compounds can explain the odour trend.

This study shows that the odour of green compost emissions begins to increase during the first step of the composting process (a peak odour concentration of 714  $\text{ou}_E/\text{m}^3$  was observed day 6), while a continuous decrease occurs from day 12 to the end of the monitoring process. The same trend was observed in the evolution of acid compounds, both of which are associated to high microbiological activity and the degradation of organic matter.

Thanks to the use of these two techniques, GC-MS and dynamic olfactometry, it was possible to understand the odour evolution of the compost emissions and to identify the chemical family responsible for the odour variation.

Although the e-nose was unable to accurately predict the odour concentration and maturity time when using common linear multivariate approaches such PCA, a positive correlation between the sensors and the odour concentration was obtained. The combined responses of the sensors (the PCA factors) provided global information about the chemical concentration of all the compounds and highlighted some specific events. The aeration activities of the compost piles led to an increase in VOC emissions, which were detected by the e-nose. Compared to dynamic olfactometry and GC-MS, the advantage of the e-nose is that it is capable of monitoring emissions and odours in real time. The e-nose could be used as a rapid and easy detection tool to monitor the composting process in the field as well as compost quality (acid compounds).

In short, pile compost monitoring must be carried out using these complementary techniques:

- ❖ *Dynamic olfactometry* as it allows us to evaluate the odour concentration as a function of biological activity during the composting process.
- ❖ *GC-MS* as it allows us to detect which chemical compounds are responsible for odours during periods of high emissions. For instance, acid compounds which are one of the most odorous families.
- ❖ *Electronic nose* as it is capable of monitoring emissions and odour in real time. Although the e-nose was unable to accurately predict the odour concentration and maturity time when using PCA, the combined responses of the sensors (factors) provided global information about the chemical concentration and highlighted some specific events.

## 5 ACKNOWLEDGEMENTS

The authors are grateful to the Ministry of Science and Innovation for funding the PhD grant (BES-2009-012109). The authors would like to thank the Environmental Sciences and Management Department of the University of Liège, Campus d'Arlon for their collaboration.

## 6 REFERENCES

- [1] Sironi S., Capelli L., Céntola P., Del Rosso R., Il Grande M.: Continuous monitoring of odours from a composting plant using electronic noses. *Waste Manage* 27, 389-397 (2007).
- [2] Bokowa A.H. and Bokowa A.H.: Review of odour legislation, *Chem Eng Trans*, 23, 31-36 (2010).
- [3] Sucker, K., Both, R., Bischoff, M., Guski, R., Winneke, G. Odor frequency and odor annoyance. Part I: assessment of frequency, intensity and hedonic tone of environmental odors in the field. *Int Arch Occ Env Hea* 81 (6), 671-682 (2008).
- [4] Capelli, L., Sironi, S., Céntola, P., Del Rosso, R., Il Grande, M.: Electronic noses for the continuous monitoring of odours from a wastewater treatment plant at specific receptors: focus on training methods. *Sensor Actuat B-Chem.* 131 (1), 53-62 (2008).
- [5] Nielsen, A.T., Jonsson, S.: Quantification of volatile sulfur compounds in complex gaseous matrices by solid phase microextraction. *J Chromatogr A* 963 (1-2), 57-64 (2002).
- [6] Delgado-Rodríguez M., Ruiz-Montoya M., Giraldez I., López R., Madejón E., Díaz M.J.: Use of electronic nose and GC-MS in detection and monitoring some VOC. *Atmos Environ* 51, 278-285 (2012).
- [7] Cadena E., Colón J., Sánchez A., Font X., Artola A.: A methodology to determine gaseous emissions in a composting plant. *Waste Manage* 29, 2799-2807 (2009).
- [8] Van Durme, G.P., McNamara, B.F., McGinley, C.M.: Bench-scale removal of odor and volatile organic compounds at a composting facility. *Water Environ Res* 64, 19-27 (1992).
- [9] Bidlingmaier, W., Müsken, J.: Chapter 11 Odor emissions from composting plants. In: Diaz, L.F., et al. (Eds), *Waste Manage Series*, pp. 215-324. Elsevier London (2007).

- [10] Romain A.C., Delva J., Nicolas J.: Complementary approaches to measure environmental odours emitted by landfill areas. *Sensor Actuat B-Chem* 131, 18-23 (2008).
- [11] EN-13725. Determination of Odour concentration by Dynamic Olfactometry (2003).
- [12] Bruno P., Caselli M., De Gennaro G., Solito M., Tutino M.: Monitoring of odor compounds produced by solid waste treatment plants with diffusive samplers. *Waste Manage* 27, 539-544 (2007).
- [13] Markes International Ltd., Thermal desorption technical support, Note 7: Calibration: Preparing and Introducing Standards Using Sorbent Tubes (2004).
- [14] Romain A.C., Nicolas J.: Long term stability of metal oxide-based gas sensors for e-nose environmental applications: An overview. *Sensor Actuat B-Chem* 146, 502-506 (2010).
- [15] Litarru P.: Environmental odours assessment from waste treatment plants: Dynamic olfactometry in combination with sensorial analysers "electronic noses". *Waste Manage* 27, 302-309 (2007).
- [16] Muñoz R., Sivret E.C., Parcsi G., Lebrero R., Wang X., Suffet I.H., Stuetz R. M.: Monitoring techniques for odour abatement assessment. *Water Res* 44, 5129-5149 (2010).
- [17] Tsai, C., Chen, M., Ye, A., Chou, M., Shen, S., Mao, I.: The relationship of odor concentration and the critical components emitted from food waste composting plants. *Atmos Environ* 42, 8246-8251 (2008).
- [18] Bourgeois W., Gardey G., Servieres M., Stuetz R.M.: A chemical sensor array based system for protecting wastewater treatment plant, *Sensor Actuat B-Chem*. 91, 109–116 (2003).
- [19] Schlegelmilch M., Streese J., Biedermann W., Herold T., Stegmann R.: Odour control at biowaste composting facilities. *Waste Manage* 25, 917-927 (2005).
- [20] Scaglia B., V. Orzi, A. Artola, X. Font, E. Davoli, A. Sánchez, F. Adani: Odours and volatile organic compounds emitted from municipal solid waste at different stage of decomposition and relationship with biological stability. *Bioresource Technol* 102, 4638-4645 (2011).
- [21] Müller, T., Thissen, R., Braun, S., Dott, W., Fischer, G.: (M) VOC and composting facilities part 2: (M) VOC dispersal in the environment. *Environ Sci Pollut R* 11, 152-157 (2004).
- [22] Liu, Q., Li, M., Chen, R., Li, Z., Qian, G., An, T., Fu, J., Sheng, G.: Biofiltration treatment of odors from municipal solid waste treatment plants. *Waste Manage* 29 (7), 2051-2058 (2009).

[23] Pierucci, P., Corazzi, E., Pardo Martinez, M., Adani, F., Carati, C., Rubino, F.M., Colombi, A., Calcaterra, E., Benfenati, E., 2005. Volatile organic compounds produced during the aerobic biological processing of municipal solid waste in a pilot plant. *Chemosphere* 59 (3), 423- 430.

[24] Smet, E., Van Langenhove, H., De Bo, I.: The emission of volatile compounds during the aerobic and the combined anaerobic/aerobic composting of biowaste. *Atmos. Environ.* 33, 1295-1303 (1999).

[25] Romain A.C., Godefroid D., Nicolas J., Monitoring the exhaust air of a compost pile with an e-nose and comparison with GC–MS data, *Sensor Actuat B-Chem.* 106, 317–324 (2005).

***BLOQUE II. TRATAMIENTO Y CONTROL DE OLORES***  
***SECTION II. TREATMENT AND CONTROL OF ODOURS***

---

## TRATAMIENTO Y CONTROL DE OLORES

### 1. Introducción

El desconocimiento en materia de olores llevó a la construcción de las primeras plantas de gestión de residuos en emplazamientos no adecuados, próximos a zonas habitadas o bajo la influencia de factores climatológicos o accidentes del terreno que favorecen la dispersión de olores. La adecuación de la legislación a los requerimientos ambientales ha llevado a una incorporación progresiva de diversas medidas cada vez más restrictivas referidas a la protección del medio y de la salud de las personas, pero al igual que no existe una normativa estatal\* específica que establezca una distancia mínima respecto a zonas habitadas, tampoco hay una legislación específica en materia de calidad del aire que establezca una limitación para las emisiones de olor. Una perspectiva de mayor exigencia legal, junto a la conveniencia de evitar conflictos sociales, llevan a la necesidad de encontrar una solución adecuada para la problemática que pueda generarse en torno a las plantas. Con los años, el diseño de las nuevas plantas ha ido incorporando medidas estructurales para evitar la propagación de estas molestias como sistemas de túneles, confinamiento total o parcial de algunas instalaciones, biofiltros, sistemas de lavado de gases (*scrubbers*), etc. (Huerta et al., 2008).

### 2. Métodos de eliminación de olor

Como se comentó en la *Introducción* los métodos de tratamiento y eliminación de olor pueden ser clasificados en tres grandes bloques: métodos físicos, químicos y biológicos.

*\*El hecho de que no exista una normativa estatal específica no supone una desprotección del ciudadano ya que la Administración puede intervenir con la aplicación de otras normativas de protección.*



## **2.1. Métodos físicos.**

Entre los métodos físicos más ampliamente utilizados para la eliminación de olor se encuentran la dilución y la adsorción.

### *2.1.1. Dilución*

La dilución, más que un método de tratamiento de olor puede ser considerada un método preventivo. Emplea la convección natural de la atmósfera para diluir los gases procedentes del foco emisor.

Entre las estrategias más utilizadas para la dilución de las emisiones podemos destacar: seleccionar una ubicación idónea del foco emisor para aprovechar la difusión natural, utilizar plantas situadas en alto, lo que proporciona una elevación del penacho y con ello una mejora en la dispersión y dilución de la masa de aire olorosa y/o el uso de barreras físicas que permiten desviar las líneas de flujo de aire y favorecer el mezclado con distintas capas de la atmósfera.

Son técnicas que suponen un bajo coste pero dependen del lugar y de las condiciones atmosféricas existentes.

### *2.1.2. Adsorción*

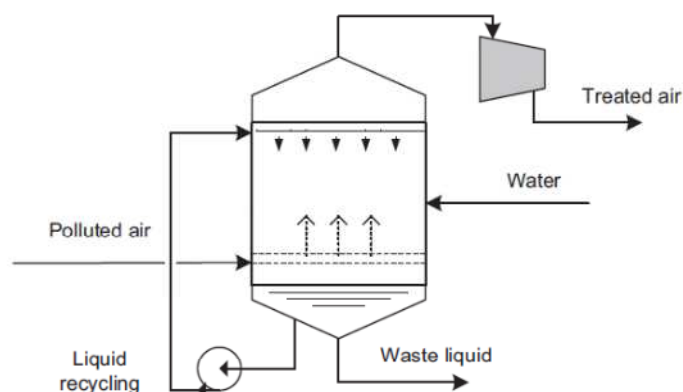
Este proceso requiere de la utilización de materiales adsorbentes, como el carbón activo, que disponen de una elevada proporción volumen/superficie. Son sistemas fáciles de instalar y mantener pero tienen un coste muy elevado para aplicaciones de elevada concentración. Cabe destacar que es poco recomendable si la corriente gaseosa posee un alto contenido en humedad, como son aquellas asociadas a procesos de compostaje.

## 2.2. Métodos químicos

Los tratamientos químicos más utilizados para la eliminación de olor en masas gaseosas son: el lavado del gas en lavadores o scrubbers, la oxidación y la neutralización.

### 2.2.1. Lavadores o Scrubbers

Son sistemas de depuración que consisten en el tratamiento de una corriente de gas mediante su reacción con un líquido. Para aumentar la capacidad de reacción entre ambos, el líquido se dispersa al máximo incrementando la superficie de contacto con el gas contaminado. Las disoluciones absorbentes utilizadas dependen de los contaminantes presentes en los gases a tratar, siendo necesario, en algunos casos, la realización de varias etapas de lavado para conseguir eliminar los contaminantes. Permiten eliminar contaminantes físicos (partículas) y químicos. Su principal inconveniente es que se genera un residuo líquido contaminado que debe ser tratado. Con los años, esta metodología ha ido evolucionando hacia una mejora del área de interfase y de los coeficientes de transferencia de masa, optimizando a su vez el consumo energético (Couvert A., 2008).



**Figure 2.2.1.1.** Reducción de olor mediante tratamiento químico: scrubbers

### ***Características***

- Son altamente eficaces tan solo para compuestos hidrosolubles, es decir muy polares como H<sub>2</sub>S, NH<sub>3</sub>, mercaptanos, aminas, metanol, etc. Sin embargo es poco eficaz en la depuración de COVs apolares o semi-polares como son tioéteres, terpenos y otros compuestos altamente olorosos.
- Aplicable a todo tipo de caudales: Cuando el caudal de gases a tratar es muy elevado, la disposición de los scrubbers suele ser horizontal y la dirección de los flujos del aire a tratar y de la solución absorbente es cruzada.
- Posibilidad de emplear reactivos para fijar los contaminantes de interés, por ejemplo, lavar con ácidos (Ohira et al., 2013) o degradarlos mediante el lavado con un oxidante (Biard et al., 2011).

### ***Aplicaciones***

Cuando se aplica un tratamiento de tipo ácido-base y/u oxidante, estos sistemas están especialmente indicados para eliminar COVs odoríferos (y otros como H<sub>2</sub>S y NH<sub>3</sub>) de las emisiones de depuradoras, de plantas de compostaje, emisiones de mataderos, proceso odorífero de una industria química, de procesos de síntesis donde se utilicen ácidos inorgánicos como el ácido clorhídrico o aminas. Sin embargo, su utilización debe ser reconsiderada cuando el caudal de las emisiones a tratar es grande, ya que supone un consumo de productos químicos y una generación de líquidos residuales también muy elevados (Sarkar et al., 2007).

### 2.2.2. Oxidación

Consiste en la detoxificación de una corriente gaseosa, en la que sus compuestos se transforman en otros, generalmente de menor toxicidad, mediante su reacción con un agente oxidante. Entre los agentes oxidantes más utilizados en el tratamiento de gases cabe destacar ozono, peróxido de hidrógeno y derivados del cloro como el ácido hipocloroso (HClO). Resulta bastante eficaz combinar estos compuestos con luz ultravioleta, permitiendo obtener eficacias del proceso mayores y con menor coste económico (Zoschke et al., 2012).

La oxidación química puede llevarse a cabo en tanques mixtos o en reactores de flujo pistón con la inyección y salida de efluente y del oxidante en contracorriente. El objetivo es conseguir la mezcla completa entre efluente y oxidante minimizando así el tiempo de contacto y la dosis requerida de oxidante. Al igual que en reacciones redox, para la aplicación de técnicas de oxidación química, optimizando coste y rendimiento, deben tenerse en cuenta la energía libre de las reacciones, potenciales de oxidación-reducción, temperatura, pH, catalizadores y la presencia de otras sustancias que afecten a la oxidación.

Esta tecnología no resulta económicamente viable cuando en el proceso al que se aplica existen numerosas sustancias (generalmente orgánicas) que suponen un elevado consumo del agente oxidante o bien, que dan lugar a productos indeseados. En el caso de procesos de compostaje, cuando se producen condiciones de anaerobiosis, se generan sustancias reductoras como amonio o metano que incrementaría el consumo de agente oxidante (De Luca et al., 1996).

### 2.2.3. Neutralización

La neutralización consiste en la interacción química de las moléculas responsables del olor con otros compuestos neutralizantes formando compuestos de menor volatilidad y olor. Se produce por tanto una disminución de la percepción del olor. Generalmente son compuestos sintéticos (aldehídos o cetonas) que se comercializan bajo patente. Se vaporizan estos compuestos en la corriente de salida produciéndose la neutralización. La utilización de la neutralización es compatible con el uso de scrubbers.

## 2.3. Métodos biológicos

En las últimas décadas, la utilización de métodos biológicos para el tratamiento de olores se ha extendido mucho ya que prácticamente todas las sustancias causantes de los olores son biodegradables por los microorganismos. Estos métodos resultan interesantes si la velocidad de degradación de las sustancias contaminantes es lo suficientemente elevada para que el proceso resulte eficiente y económicamente viable. Los dispositivos biológicos más importantes en materia de eliminación de olor son los bioscrubbers o biolavadores y los biofiltros.

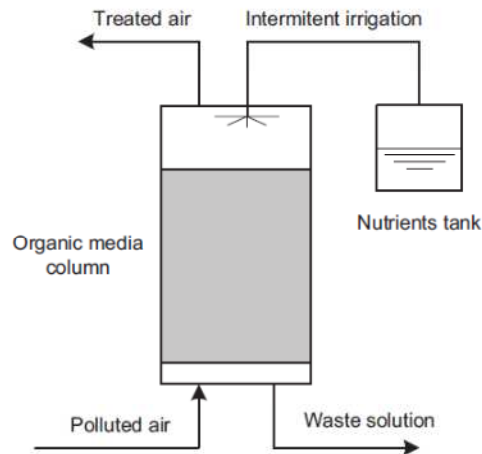
### 2.3.1. Bioscrubbers

Se trata de un proceso biológico en el cual el gas contaminado es lavado con un líquido absorbente. Posteriormente, dicho líquido es transferido a un tanque de activación en el cual los compuestos absorbidos son degradados por los microorganismos. El líquido es recirculado continuamente (VDI 3478, 1996). Los bioscrubber pueden ser dotados de un material transportador que aporta una superficie adicional para los microorganismos. La eficiencia del bioscrubber dependerá de la rapidez con la que se

forme la biopelícula. Para evitar obstrucciones, el material debe ser muy poroso y se debe limpiar frecuentemente. Debe ser añadido un aporte de nutrientes para optimizar las condiciones para los microorganismos (Schlegelmilch et al., 2005).

### *2.3.2. Biofiltración*

El origen de la biofiltración se produjo a principio de los años cincuenta con su primera aplicación patentada en reducción de olores en Alemania y Estados Unidos. El incremento de la legislación ambiental en los años 70, hizo que la utilización de biofiltros para la eliminación de olor se extendiera significativamente (Nicolai and Janni, 2001). Desde 1980, la aplicación de la biofiltración se extendió a la eliminación de compuestos orgánicos e inorgánicos volátiles, procedentes de gases residuales industriales. Fue a principios de los noventa, cuando se desarrolló un biofiltro cerrado provisto de un sistema de control del contenido de humedad, pH y temperatura (Zhuang et al., 2001). Actualmente, la biofiltración es uno de los métodos biológicos más utilizados debido a los bajos costes de mantenimiento y operación y además, no genera residuos peligrosos que deban ser posteriormente tratados. Se ha demostrado que es una tecnología adecuada para reducir emisiones de olor y compuestos orgánicos volátiles (COVs) de focos industriales y comerciales (Pearson et al., 1992; Goldstein, 1996; Nicolai and Janni, 2000).



**Figura 2.3.2.1.** Reducción de olor mediante tratamiento biológico: Biofiltración (Lebrero, 2011)

En un biofiltro, el gas contaminado u oloroso pasa a través del lecho del material enriquecido microbiológicamente, seguido de una biodegradación de los contaminantes adsorbidos. Los co-productos generados durante la degradación biológica son principalmente agua, dióxido de carbono, sales inorgánicas, algunos compuestos orgánicos volátiles y biomasa microbiana (Nicolai and Janni, 2001), cuyo impacto oloroso es menor al de los compuestos iniciales.

La efectividad del biofiltro viene condicionada por la superficie de soporte física donde queden retenidos los contaminantes, la humedad, el aporte de nutrientes y el control de pH. Sin embargo, según Van Harreveld (2007), tras el estudio de una posible relación entre la concentración de olor ( $ou_E/m^3$ ) eliminada y variables como flujo de aire, pH del medio, temperatura y materia orgánica, no se observó ninguna relación clara entre dichas variables y la concentración de olor. Para el desarrollo del estudio, se estableció un rango para cada una de estas variables: caudal de aire ( $40-350\text{ m}^3\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{h}^{-1}$ ), temperatura (de  $24-8^\circ\text{C}$ ), materia orgánica del medio (25- 40%) y pH del medio (5,0- 7,5). Por lo tanto, define a los biofiltros como métodos de tratamiento robustos para la reducción de olor

generada durante el compostaje de residuos vegetales y fracción orgánica, alcanzándose en la mayoría de los casos eficiencias de eliminación de olor superiores al 90%.

Los biofiltros, además de compuestos gaseosos son capaces de eliminar partículas y líquidos de las corrientes de gas, sin embargo, pueden llegar a colapsar el biofiltro disminuyendo el espacio de aire libre (sobrecarga). Las sobrecargas pueden ser **orgánicas** si se produce una oxidación poco efectiva; **volumétricas** si se da lugar a una velocidad de flujo muy alta que implica un bajo tiempo de residencia e incluso con capacidad de expulsar la población microbiana y, finalmente, **tóxicas** en la que existe inhibición general de los microorganismos, generalmente por metales pesados en alta concentración. Como consecuencia, los contaminantes pasan por el biofiltro sin degradar.

Aunque en un biofiltro la eliminación de los compuestos olorosos se lleve a cabo mediante dos procesos: adsorción y oxidación, el primero de ellos se produce a mayor velocidad, por lo que es necesario un medio con gran capacidad de adsorción para lograr una buena eficacia. El medio del biofiltro puede estar constituido por sustratos de composición muy variada, destacando compost maduro, corteza de pino, astillas o virutas de madera, turba y materiales inorgánicos o la combinación de estos (Hort et al., 2009). Actualmente, se está extendiendo la utilización de compost maduro debido a su bajo coste y a que alberga gran cantidad de microorganismos de forma natural.

Generalmente, los problemas asociados a un mal funcionamiento del biofiltro se encuentran asociados a elevadas cargas de compuestos orgánicos e inorgánicos y olor, pobre distribución de los flujos de aire provocando canalizaciones preferentes y bajo contenido en humedad (Haug, 1993). Un control adecuado de las condiciones de operación mejora la eficiencia del biofiltro. La actividad de los microorganismos viene



afectada por el contenido en humedad, pH, límite de nutrientes (relación N/O/P), temperatura y variedad microbiológica del medio que constituye el biofiltro (Devinny et al., 1999).

Varios autores recomiendan que el contenido en humedad no sea inferior al 40% (Dragt and van Ham, 1992; Sorial et al., 1994). Indrani and Allen (2005), proponen mantener el nivel de humedad del biofiltro mediante una humidificación previa del gas de entrada hasta, al menos, el 95%. A pesar de que los microorganismos de un biofiltro son mesófilos, se recomienda mantener temperaturas cercanas al 40°C para asegurar mayor velocidad de degradación.

Otra variable de interés que debe tenerse en cuenta en un biofiltro es el tiempo de residencia del gas, que es el tiempo que el gas realmente está en contacto con el material del filtro biológico, en el cual se producirán adsorción-absorción. La bibliografía recomienda tiempos de residencia que oscilan entre 30s y 1min (Lebrero et al., 2011; Li et al., 2013).

El principal inconveniente de estos sistemas operando en abierto, es que su eficiencia se ve altamente influenciada por los factores ambientales, por lo que suelen cubrirse y operar en cerrado.

### **3. Bibliografía**

Biard P-F., Couvert A., Renner C., Levasseur J-P., 2011. Intensification of volatile organic compounds mass transfer in a compact scrubber using the O<sub>3</sub>/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> advanced oxidation process: Kinetic study and hydroxyl radical tracking. *Chemosphere* 85, 1122-1129.

Couvert A., Sanchez C., Laplanche A., Renner C., Levasseur J.-P., 2008. Design of a new compact scrubber for deodorization. *Chem. Eng. Process* 47, 1793-1798.

De Luca S.J., Idle C.N., Chao A.C., 1996. Quality improvement of biosolids by ferrate (VI) oxidation of offensive odour compounds. *Water Sci. Technol.*, 33, 119-130.

Deviny J.S., Deshusses M.A., Webster T.S., 1999. *Biofiltration for Air Pollution Control*, Lewis Publication, Boca Raton, FL.

Dragt A.J., Van Ham J., 1992. *Biotechniques for air pollution abatement and odour control policies. Proceedings of an International Symposium*. Elsevier Science Publishers, Maastricht, The Netherlands.

Goldstein N., 1996. Odor control experiences: lessons from the biofilter. *Biocycle* 37, 70–75.

Haug R. T. 1993. *The Practical Handbook of Compost Engineering*. Lewis Publishers, Boca Raton, USA.

Hort C., Gracy S., Platel V., Moynault L., 2009. Evaluation of sewage sludge and yard waste compost as a biofilter media for the removal of ammonia and volatile organic sulfur compounds (VOCs). *Chem. Eng. J.* 152, 44-53.

Huerta O., López M., Soliva M., Zaloña M., 2008. *Compostaje de residuos municipales: Control del proceso, rendimiento y calidad del producto*. pp. ISBN: 978-84-693-3036-4.

Indrani D., Allen D.G., 2005. Biofilter technology, in: Z. Shareefdeen, A. Singh (Eds.), *Biotechnology for Odor and Air Pollution Control*, p. 131.

Lebrero R., 2011. Comparative evaluation of conventional and innovative biotechnologies for odour abatement in wastewater treatment plant, pp. 21

(<http://uvadoc.uva.es/bitstream/10324/2880/1/TESIS320-130530>)

Lebrero R., Rodriguez E., García-Encina P.A., Muñoz R., 2011. A comparative assesment of biofiltration and activate sludge diffusion for odour abatement. *J. Harz. Mat.* 190, 622-630.

Li L., Han Y., Yan X., Liu J., 2013. H<sub>2</sub>S removal and bacterial structure along a full-scale biofilter bed packed with polyurethane foam in a landfill site. *Bioresour. Technol.* 147, 52-58.

Nicolai, R., Janni, K., 2000. Designing biofilters for livestock facilities. In: *Proceedings of the Second International Conference on Air Pollution from Agricultural Operations*. ASAE, St. Joseph, MI, USA, 376–383.

Nicolai R.E., Janni K.A., 2001. Biofilter media mixture ratio of wood chips and compost treating swine odors, *Water Sci.Technol.* 44, 261–267.

Ohira S-I, Heima M., Yamasaki T., Tanaka T., Koga T., Toda K., 2013. Flow-based ammonia gas analyzer with an open channel scrubber for indoor environments. *Talanta* 116, 527-534.

Pearson C.C., Phillips V.R., Green G., Scotford I.M., 1992. A minimum-cost biofilter for reducing aerial emissions from a broiler chicken house. *Stud. Environ. Sci.* 51, 245–254.

Sarkar S., Meikap B.C., Chatterjee S.G., 2007. Modeling of removal of sulfur dioxide from flue gases in a horizontal concurrent gas-liquid scrubber. *Chem. Eng. J.* 131, 263-271.

Schlegelmilch M., Streese J., Biedermann W., Herold T., Stegmann R., 2005. Odour control at biowaste composting facilities, 2005. *Waste Manag.* 25, 917-927.

Sorial G.A., Smith F.L., Smith P.J., Suidan M.T., Biswas P., Brenner R.C., 1994. Biofilters treat contaminated air. *Water Environ. Technol.* 6, 50.

Van Harreveld A., 2007. A statistical perspective on biofilter performance in relation to the main process parameters and characteristics of untreated flows. In *Proc. Of the II International Congress on Biotechniques for Air Pollution Control*, La Coruña, Spain, October 3-5.

VDI 3478, 1996. Biological Waste Air Purification – Bioscrubbers. VDI Guideline 3478. VDI-Handbuch, Reinhaltung der Luft, vol. 6. Beuth Verlag, Berlin (DE).

Zoschke K., Dietrich N., Börnick H., Worch E., 2012. UV-based advanced oxidation processes for the treatment of odour compounds: Efficiency and by-product formation. *Water Res.* 46, 5365-5373.

Zhuang L., Keener T. C., Siddiqui K. F., 2001. Long-term evaluation of an industrial-scale biofilter for odor control at a large metropolitan wastewater treatment plant. *Environ. Pro.* 20, 212-218.



#### 4. Artículos incluidos en el Bloque II

##### 4.1. Breve descripción del artículo *“Odour in composting processes at pilot scale: monitoring and biofiltration”*

En sistemas de compostaje, cerrados y a escala industrial, es frecuente la utilización de biofiltros para minimizar las emisiones olorosas a la atmósfera. En este trabajo se evalúa dicha combinación (compostaje en túneles y biofiltración) a escala piloto mediante la utilización de un respirómetro dinámico comercial y dos biofiltros de diferente composición.

Una caracterización inicial y final de las variables fisicoquímicas tradicionales de seguimiento del compostaje, demuestra que el respirómetro dinámico es adecuado para simular el compostaje a escala piloto, siendo los resultados extrapolables a escala industrial.

La evaluación de las emisiones de olor se ha realizado mediante olfatometría dinámica.

La evolución paralela, durante la simulación del compostaje, de la temperatura, la actividad microbológica (expresada como índice de respiración dinámico, IRD) y la concentración de olor demuestran que la olfatometría dinámica es una técnica de seguimiento válida para este proceso, con muy buenas perspectivas de aplicación a escala industrial. Esta información se corrobora con la correlación lineal obtenida entre la concentración de olor y el IRD.



***4.1.1. Odour in composting processes at pilot scale:  
monitoring and biofiltration***

---





## ODOUR IN COMPOSTING PROCESSES AT PILOT SCALE: MONITORING AND BIOFILTRATION

M.C. Gutiérrez, A. Serrano, M.A. Martín, A.F. Chica\*

University of Cordoba (Spain) – Department of Chemical Engineering. Campus Universitario de Rabanales. Carretera N-IV, km 396, Edificio Marie Curie, 14071 Córdoba. Spain

Phone: +34 957 218639; fax: +34 957 218625.

*(Received 14 November 2013; Under Review)*

### Abstract

Although odour emissions associated to the composting process, especially during the hydrolytic stage, are widely known, their impact on surrounding areas is not easily quantifiable. For this reason, odour emissions during the first stage of composting were evaluated by dynamic olfactometry at pilot scale in order to obtain results which can be extrapolated to industrial facilities. The composting process was carried out in a commercial dynamic respirometer equipped with two biofilters at pilot scale filled with prunings (*Populus*) and mature compost obtained from the organic fraction of municipal solid waste (OFMSW), respectively.

Given that the highest odour emissions occur in the first stage of the composting process, the first stage of the process was carried out in a closed system to better control the odour emissions, whose maximum value was estimated to be  $2.78 \text{ ou}_E \cdot \text{s}^{-1}$  during the experiments. Odour concentration, the dynamic respiration index and temperature showed the same evolution during composting, thus indicating that odour could be a key

variable in the monitoring process. Other variables such as Total Organic Carbon ( $C_{TOC}$ ) and pH were also found to be significant in this study.

The efficiency of the biofilters was determined by quantifying the odour emissions produced on the inlet and outlet of both biofilters. The moisture content in the biofilters was found to be an important variable for improving odour removal efficiency, while the minimum moisture percentage to obtain successful results was found to be 55%.

**Keywords:** Biofilter, dynamic olfactometry, dynamic respirometer, odorous impact, odour concentration.

## **1. Introduction**

Composting is the aerobic biodegradation of organic materials under controlled conditions. The final compost is a valuable product for agriculture and allows organic waste to be recycled from an environmental point of view. Maturity and stability are two important characteristics of compost. Whereas maturity is primarily related to agriculture, stability can be defined as the extent to which readily biodegradable material has been decomposed [1].

Respirometric techniques are one of the most widely used methods to measure stability. These techniques are based on either  $O_2$  consumption or  $CO_2$  production by unstable biowaste under aerobic conditions. The respiration index (RI) of biowaste, defined as the oxygen uptake rate, can be measured by different respirometric techniques [2]. Several methods have been proposed to measure compost respiration indices and stability. The static-liquid method developed by Chica et al. [3] uses small compost samples suspended in water in order to measure oxygen consumption with

dissolved oxygen probes. Gea et al. [4] and Mari et al. [5] proposed static-solid methods, which use solid sample in-vessel systems to measure oxygen consumption by measuring the decrease in the partial pressure of atmospheric oxygen. Adani et al. [6] and Adani et al. [7] proposed the dynamic-solid method in which air passes through a solid sample and oxygen consumption is measured as the difference between the inlet and outlet oxygen concentrations. The dynamic respiration index (DRI) was found to be the most suitable way to evaluate microbiological activity during composting processes.

However, there are certain drawbacks to applying static respirometric techniques to compost or solid biowaste. For example, these techniques can limit oxygen transfer, which depends on several factors including moisture, particle size and airflow rate.

Although several methods to indicate compost stability throughout the composting process have been described in the literature, there is no widely accepted and reliable method to quantify all types of compost. Other methods based on physicochemical and biological properties such as temperature, total organic carbon content and the respiration index have also been proposed.

The second draft of the Biowaste Directive [8] defines the stability of material as the reduction of waste decomposition activity and offensive odours and establishes that the DRI must be less than 1000 ( $\text{mgO}_2 \cdot \text{kg OM}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$ ). The draft of this directive demonstrates the need to evaluate odour emissions and their close relationship with substrate stability.

A large portion of odorous emissions can be prevented by ensuring optimal composting aeration conditions. If biowaste is not well aerated, malodours often occur as a result of partial anaerobic processes. To ensure a sufficient oxygen supply, the aeration

rate can be adapted to the composting conditions [9]. Off-site emissions seem to be the main problem at open, outdoor facilities. To avoid such odour emissions, an option could be to enclose such facilities at least in the first stage of the composting process, in which there is a high emission potential due to higher microbiological activity and the degradation of organic matter. Schlegelmilch et al. [10] reported that the increase in odour concentration within the exhaust air during the first days of degradation reaches a maximum level after about a week and slowly starts to decrease during the last two weeks of composting. The advantage to applying this type of system is that it allows controlling the process conditions, as well as gaseous and odorous emissions. The downside, however, is that it requires costly infrastructure.

Although odour emissions can be controlled using in-vessel systems, they must be treated to remove most of the odour. Biofilters are most often used to control odour and volatile organic compound (VOC) emissions under properly managed conditions. Biofiltration removes VOCs from gas streams using a bed of biologically active material, such as mature compost or green waste [11]. According to European Standard UNE-EN 13725:2003 [12], dynamic olfactometry is a suitable method for determining odour concentration in terms of European odour units per cubic metre ( $ou_E \cdot m^{-3}$ ) from a determined odour focus.

In this study, the first stage of the composting process is simulated in closed bioreactors (tunnels) by means of a commercial dynamic respirometer at pilot scale.

Given that the aim of this research study is to demonstrate the close relationship between odour emissions and microbiological activity or substrate stability, odour

concentration ( $\text{ou}_E \cdot \text{m}^{-3}$ ) is an essential variable in monitoring and controlling the first stage of the composting process. Therefore, the simulation of the composting process at pilot scale using a respirometer with a biofiltration system could be a suitable strategy to minimize odour impact at industry scale. For this reason, a follow-up assessment was performed of odour emissions quantified through dynamic olfactometry. Odour concentration emissions were also related to other relevant variables in the composting process, such as pH, organic matter content, temperature and respirometric variables to evaluate the maturity and stability of the matter obtained. The efficiency of both biofilters with different compositions was also tested to minimize odour emissions.

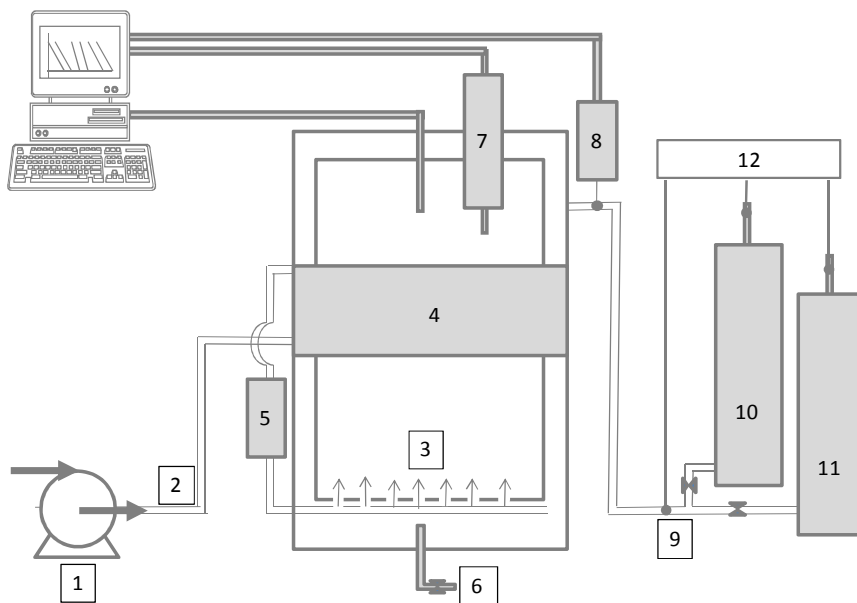
## **2. Materials and Methods**

### ***2.1. Raw material***

The raw material employed in this study was the organic fraction of municipal solid waste (OFMSW) used by a municipal treatment plant to obtain compost. The plant has a selective collection system and two independent urban waste reception facilities for both organic and inorganic matter. The organic matter is fed into a trommel tube to remove particles larger than 80 mm in diameter. An electromagnet is then used to remove most of the ferrous materials, after which a Foucault current is used to remove the aluminium. The resulting matter used in this study had an approximate composition of 63% organic matter, 13% glass, 6% plastic, 15% paper-cardboard and 3% of other materials. Although this study was conducted with OFMSW to simulate the first stages of a composting process in tunnels, many other organic substrates can also be used.

## 2.2. Dynamic respirometer

The process was carried out at pilot scale in a commercial respirometer manufactured by *Costech International* (Respirometer 3022). Scaglia et al. [13] used this method to determine the DRI. The author defines this technique as an effective respirometric method to measure biological stability of municipal solid waste (MSW), which allows testing MSW biological stability under standardized conditions. Respirometric methods are now used for routine analyses.



**Figure 1.** Dynamic respirometer and biofiltration system. (1)Compressor, (2)Air to biomass, (3)Air through biomass, (4)Air heater system, (5)Humidifier, (6)Leachate, (7)Temperature meter, (8)Oxygen detector, (9)Air to biofilters, (10)Plant prunings, (11)Mature compost and (12)Odour monitoring

As can be observed in Figure 1, the respirometer consists of an adiabatic reactor, which is isolated by means of a jacketed reactor. The respirometer has a 124-litre capacity and measures 800 mm high, with an external diameter of 600 mm and an internal

diameter of 486 mm. It has three orifices: an air inlet ( $\varnothing$  26 mm), an air outlet ( $\varnothing$  20 mm) and a third orifice which is used to insert the temperature probe. Material is inserted in a container fitted with a removable grid ( $\varnothing$  2 mm) to filtrate the leachate.

The respirometer is equipped with a computer and a signal conditioning module and has a gas flow regulator on the reactor's inlet. The device has its own software, which has been developed exclusively by Di,Pro,Ve and Costech International for this method to monitor temperature and oxygen concentration and determine microbiological activity by calculating the DRI.

Six consecutive experiments were carried out. In each experiment, around 9 kg OFMSW was used to fill the reactor to 80% of its total capacity. Air was introduced into the reactor at a constant airflow rate of  $500 \text{ l}\cdot\text{h}^{-1}$  ( $1.39\cdot 10^{-4} \text{ m}^3\cdot\text{s}^{-1}$ ), thus maintaining the oxygen concentration at 16-20%. Although the origin of the OFMSW was always the same, its behaviour varied due to the heterogeneous composition of the substrate.

### **2.3. Odour emission biofiltration system**

The experimental system comprised two biofilters (Figure 1) to which odour emissions generated during the process in the reactor were redirected. The outlet duct of odour emissions coming from the reactor has a valve to direct the emissions towards one of the biofilters or towards both simultaneously. One of them was filled with *Populus* plant prunings from an industrial biofilter, and the other was filled with partially stabilized compost obtained from OFMSW. The filling volume of each biofilter was  $1.18\cdot 10^{-2} \text{ m}^3$ . The empty bed residence time (EBRT) used in this study was 86s, which is the same EBRT as

reported by Pagans et al. [14] and within the range of 32s-94s studied by Lebrero et al. [15].

The material used to fill the filters (plant prunings and mature compost) was characterized according to its porosity, density, bacteria content and mildew. Porosity and density were determined in accordance with European Guideline EN 13041:2011 [16] and aerobic microorganism content was determined by the horizontal method to count total aerobic microorganisms at 30°C. The initial classification of the filling material is shown in Table 1.

**Table 1.** Initial characterization of both biofilter filling

	<b>Pruning Biofilter</b>	<b>Compost Biofilter</b>
<b>Density (g·cm<sup>-3</sup>)</b>	1,58	0,59
<b>Porosity (%)</b>	85	70
<b>Macroporosity (%)</b>	48	65
<b>Microporosity (%)</b>	37	5
<b>Total aerobic microorganisms (CFU·g<sup>-1</sup>)</b>	10 <sup>5</sup>	10 <sup>7</sup>

The moisture content in both biofilters was another variable selected to determine the degree of influence on odour removal. The moisture content in both biofilters was 80% in experiments 1 and 2, 55% throughout experiments 3 and 4, and approximately 20% in experiments 5 and 6. Although the required moisture content depends on the medium used and the temperature, a moisture content of 40-50% is considered optimal in most cases [17, 18]. The moisture content was measured at the beginning and end of each experiment, and showed an increase of approximately 10% in all cases due to the moisture content in the air coming from the reactor.



A follow-up study of the odour units was carried out during each experiment either on the inlet or outlet of the biofilters of the reactor. The follow-up study pursued a twofold aim: (1) to evaluate odour emissions related to the process; and (2) to determine the efficiency of the biofilters. In order to determine the efficiency of each biofilter independently, the airflow was canalized towards the biofilter during the experiment.

#### ***2.4. Odour sampling and analysis***

The maximum duration of each experiment was 240-300 h, during which 5 gas samples were taken to determine their odour concentration ( $\text{ou}_E \cdot \text{m}^{-3}$ ). The samples were taken on the reactor outlet using a standard sampling device that consisted of a vacuum container, which is evacuated with a vacuum pump. The sampling point and the standard sampler are connected by a probe. An 8L-Nalophan<sup>TM</sup> sampling bag lies inside the container, and sucks in the sample air via the probe. Due to the construction of the sampling device, none of its components comes into contact with the sample air.

The dynamic olfactometry sensorial method was used to determine the odour concentration of an odorous air sample, which according to European Standard UNE-EN 13725:2003 [12] is expressed in units per cubic metre ( $\text{ou}_E \cdot \text{m}^{-3}$ ). A T08 ECOMA GmbH olfactometer based on the 'Yes/No' method was also used in the experiment [19].

A panel of four members characterized the gas odour samples. The odour concentration was calculated according to the geometric measure of the odour threshold values of each panellist, which was multiplied by a factor that depends on the olfactometer dilution step factor. All odour concentration data were finally expressed in standard temperatures and pressure (STP, 0°C and 1 atm). It was assumed that the

results obtained by means of dynamic olfactometry had a confidence level from half to double the value of the odour perception threshold concentration.

### ***2.5. Physicochemical characterization of OFMSW composting***

The initial and final OFMSW of each experiment was subjected to physicochemical analyses. The solid fraction was used to determine the following variables: moisture (%), volatile solid (% VS), nitrogen content (as % N-Kjeldahl), ammonia nitrogen (% N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>) and phosphorous content (% P-P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>). In aqueous extract (1:25 ratio), the measures were total organic carbon (% C<sub>TOC</sub>), pH and conductivity (μS/cm) following the methodology proposed by the US Department of Agriculture and the US Composting Council (2002) [20].

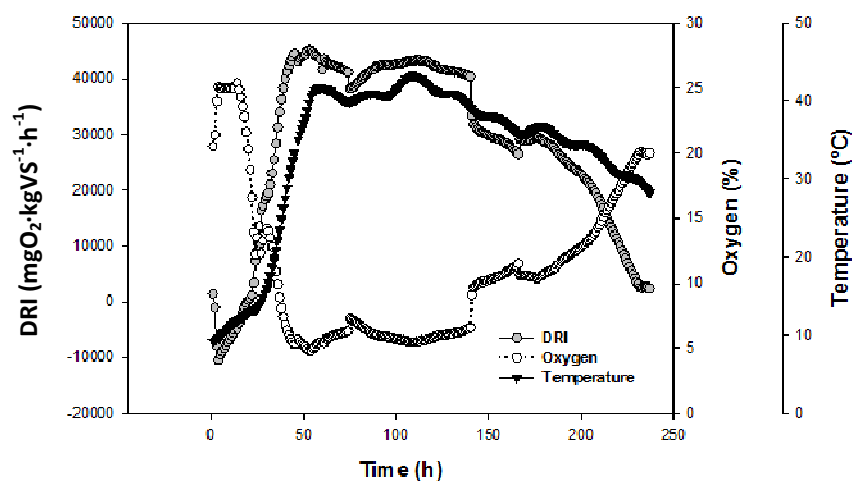
Biological activity was determined by two methods, which were carried out in the respirometer at pilot scale and expressed as DRI. A second method was carried out in an aqueous medium using a respirometer at laboratory scale as described by Chica et al. [3].

Biological activity is defined by variables based on the specific oxygen uptake rate (SOUR) and cumulative oxygen at 20 hours (OD<sub>20</sub>). Adani et al. [21] compared both methods, as well as one in static conditions (SRI) to find similarities. Their results indicated that there was an adequate correlation between both methods and that both could be used to describe the biological stability of the samples.

### 3. Results and discussion

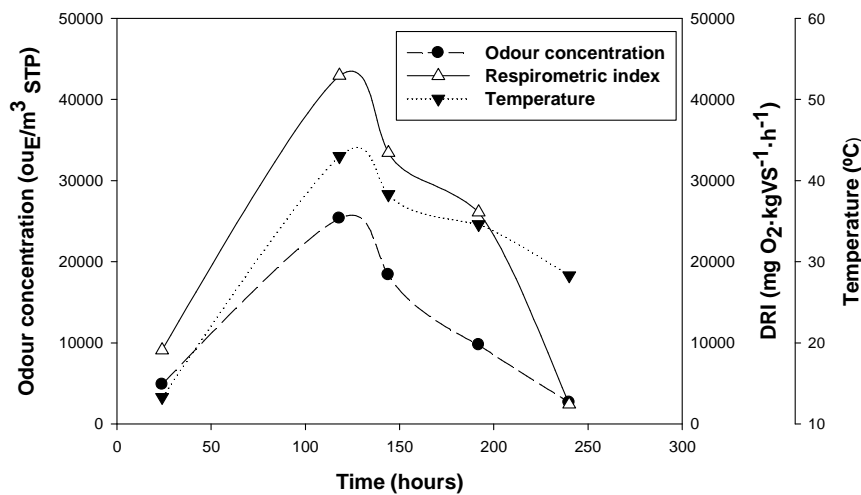
#### 3.1. Simulation of tunnel composting process with a respirometer at pilot scale

The dynamic respirometer continuously registered the oxygen content (%), temperature ( $^{\circ}\text{C}$ ) and DRI ( $\text{mgO}_2 \cdot \text{kgVS}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$ ) by a data acquisition system. The information was saved each hour during the experiment. Figure 2 shows the results obtained by the respirometer during one of the experiments carried out as an example. Oxygen content decreased due to an increase in microbiological activity, resulting in an increase in DRI and temperature. The thermophilic stage ( $\approx 45^{\circ}\text{C}$ ) was characterized by high oxygen consumption and the release of a high amount of energy due to microbiological activity, thus permitting the sanitation of the final product. In spite of the fact that all the experiments were carried out under similar conditions, each experiment behaved in a slightly different manner, which may have been due to the heterogeneous substrate. The maximum temperature was reached after 100-150 hours of the process, obtaining similar values ( $38\text{-}51^{\circ}\text{C}$ ) in the thermophilic range.



**Figure 2.** Evolution of dynamic respiration index (DRI), oxygen and temperature during experiment 2

The most relevant results of this research study were obtained when the odour emissions were determined by the respirometer through dynamic olfactometry. Monitoring odour emissions allowed obtaining an adequate relationship between microbiological activity – expressed in DRI – temperature and odour concentrations, as can be observed in Figure 3. The three variables reached their maximum value after  $116 \pm 3$  hours. The mean maximum temperature was  $46 \pm 4$  °C, the DRI values were  $38,000 \pm 7,000$  mgO<sub>2</sub>·kgVS<sup>-1</sup>·h<sup>-1</sup> and the highest odour concentration was  $22,000 \pm 6,000$  ou<sub>E</sub>·m<sup>-3</sup><sub>STP</sub>. Due to the parallel evolution of these variables during the first stage of composting, odour concentration would be appropriate to carry out a follow-up of the compost.



**Figure 3.** Evolution of odour concentration, dynamic respiration index (DRI) and temperature during experiment 2

In light of the high emissions generated, it is essential to join a biofilter to the air outlet of the tunnel in order to minimize most of the emissions in this stage of the process.

### **3.2. Physicochemical characterization of initial and final OFMSW**

Given the results obtained in the previous section, it was necessary to find an adequate relationship between odour emissions and the key physicochemical variables to determine compost stability. Therefore, a physicochemical characterization of OFMSW was only conducted at the beginning and at the end of each experiment as the respirometer did not allow samples to be obtained during the experiments. Table 2 shows the mean value of each of the variables in the six experiments carried out.

Table 2 shows a decrease in the organic matter expressed as  $VS_{dry}$  and  $C_{TOC}$  during composting, which is characteristic of this process. The content in total Kjeldahl nitrogen ( $N_{TKN}$ , %) and phosphorus ( $P-P_2O_5$ , %) was maintained, thus favouring the characteristics of the final product in the composting process for its subsequent merchandising as fertilizer. The moisture content was maintained through material aeration with air saturated in water.

The pH is an essential variable to be considered in all composting processes due to microbiological activity. Because the behaviour of some chemical compounds also depends on the pH value, pH affects the odour emissions. For this reason, pH was studied in detail to determine if there is a relationship between this parameter and odour concentration ( $ou_E \cdot m^{-3}_{STP}$ ). Table 2 shows that pH tended to increase until it reached a value of 8-9 (basic pH), which is the typical behaviour during composting processes. Figure 4a shows the mean value of the initial and final pH during the experiment, as well as the increase in pH throughout the process. As can be observed, the pH varied in some of the experiments, which might be due to the heterogeneity of the substrate.

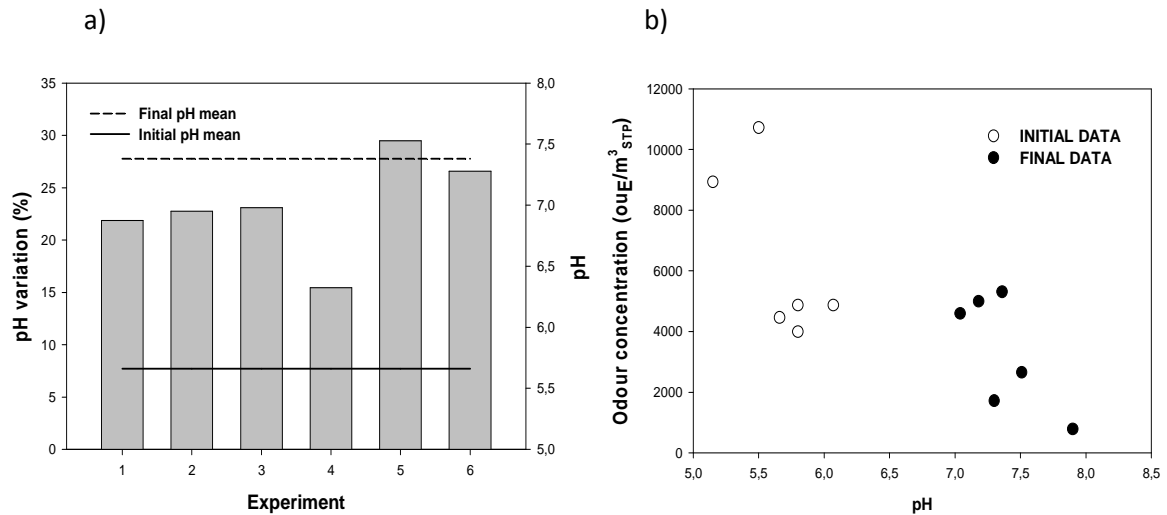
**Table 2.** Characterization of initial and final OF-MSW of each experiment and simulated variables at industrial scale

PHYSICOCHEMICAL CHARACTERIZATION			
	RAW MATERIAL	DYNAMIC RESPIROMETER (at pilot scale)	TUNNEL (at industrial scale)
VARIABLE	INITIAL	FINAL	FINAL
Conductivity ( $\mu\text{S}/\text{cm}$ )	2,503 $\pm$ 426	3,362 $\pm$ 696	2,988 $\pm$ 352
pH	5.7 $\pm$ 0.3	7.3 $\pm$ 0.4	7.6 $\pm$ 0.3
Moisture (% w/w)	59.1 $\pm$ 8.0	63.4 $\pm$ 4.6	34.5 $\pm$ 3.6
C <sub>TOC</sub> (%)	4.4 $\pm$ 2.2	2.3 $\pm$ 1.1	2.7 $\pm$ 0.5
VS <sub>dry</sub> (%)	74.4 $\pm$ 6.4	64.2 $\pm$ 8.1	64.0 $\pm$ 6.7
N-NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> (% dry matter)	0.4 $\pm$ 0.1	0.3 $\pm$ 0.1	-
N <sub>TKN</sub> (% dry matter)	2.3 $\pm$ 0.3	2.3 $\pm$ 0.4	-
C <sub>(TOC)</sub> /N <sub>NH4+</sub>	11.0 $\pm$ 0.5	7.7 $\pm$ 0.3	-
P-P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> (% dry matter)	1.0 $\pm$ 0.4	1.2 $\pm$ 0.2	-
SOUR <sub>max</sub> (mgO <sub>2</sub> ·gVS <sub>dry</sub> <sup>-1</sup> ·h <sup>-1</sup> )	29 $\pm$ 10	5 $\pm$ 3	16 $\pm$ 2
OD <sub>20</sub> (mgO <sub>2</sub> ·gVS <sub>dry</sub> <sup>-1</sup> )	258 $\pm$ 90	59 $\pm$ 9	158 $\pm$ 32

Despite the differences between the initial and final pH values in the experiments, it was possible to establish a relationship between pH and odour concentration. As observed in Figure 4b, the odour concentrations only showed significant differences at extremes values. Odour concentration values were considerably higher in acid pH (5-5.5) and lower in basic pH (7.5-8).

Finally, the evolution of some physicochemical variables was studied at the beginning and the end of the process (Table 2) to determine if the simulation of the hydrolytic stage using the dynamic respirometer at pilot scale could be extrapolated at industrial scale. The study was based on decreasing percentages of the same variables (conductivity, pH, moisture, C<sub>TOC</sub>, VS<sub>dry</sub>, SOUR<sub>max</sub> and OD<sub>20</sub>) obtained by Arcos et al. [22]. Table 2 shows that the final product of the simulation was quite similar at both pilot and

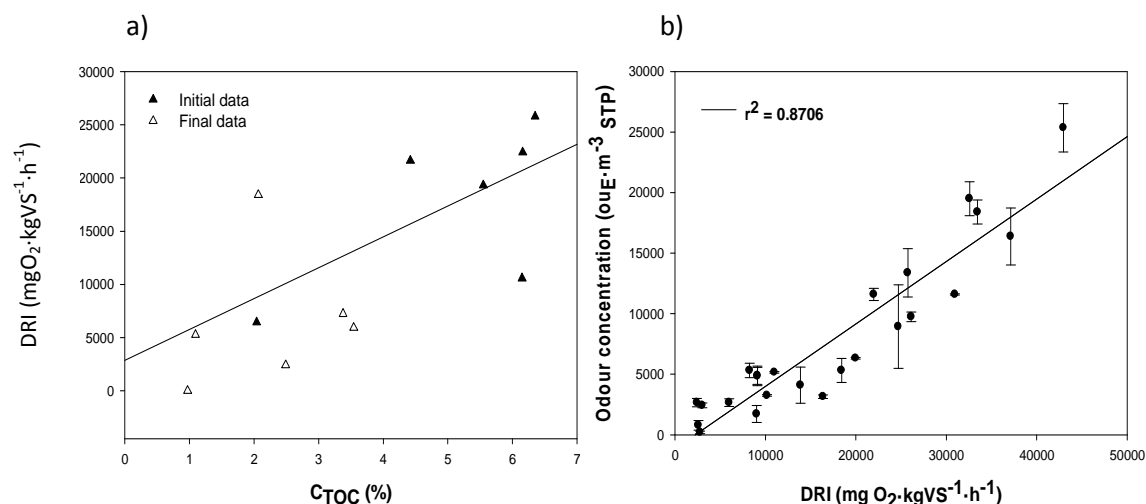
industrial scale. However, a higher moisture content and higher microbiological stability was obtained at pilot scale.



**Figure 4. (a)** Final, initial and variation of pH for each experiment **(b)** Odour concentration versus final and initial pH

Moreover, a close relationship was found between biodegradable organic matter in waste and microbiological activity. Concretely, the higher the content in organic matter, the higher the microbial degradation. This was reflected in the initial values of both variables (Figure 5a) such that the higher the initial content in organic matter available expressed in  $C_{TOC}$  (%), the higher the microbial respiration quantified in DRI ( $\text{mgO}_2 \cdot \text{kgVS}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$ ).

As shown in Figure 5b, microbiological activity expressed in DRI ( $\text{mg O}_2 \cdot \text{kgVS}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$ ) was closely related to the odour concentration ( $\text{ouE} \cdot \text{m}^{-3}$ ) during the six experiments. As can be observed, the proposed correlation between both variables fits correctly with a  $r^2$  of 0.8706. These results indicate that the higher the microbial activity, the higher the odour concentration value reached.



**Figure 5. (a)** Relationship between dynamic respiration index (DRI) and  $C_{\text{TOC}}$  **(b)** Relationship between odour concentration and dynamic respiration index (DRI) values obtained in the six experiments

The mean results for the characterization of OFMSW in the different experiments (Table 2) showed that the final product obtained during the study time was not stabilized and did not meet quality standards to be used as fertilizer. Although there was a significant decrease in the values of the respirometric variables, such as SOUR ( $\text{mgO}_2 \cdot \text{gVS}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$ ) and  $\text{OD}_{20}$  ( $\text{mgO}_2 \cdot \text{gVS}^{-1}$ ), the final values indicated that the resulting material of this process was not completely stabilized and a later stage in piles would be required. The values obtained were higher than the values corresponding to stabilized compost ( $\text{SOUR}_{\text{max}} < 1 \text{ mgO}_2 \cdot \text{gVS}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$ ;  $\text{OD}_{20} < 5 \text{ mgO}_2 \cdot \text{gVS}^{-1}$ ). However, it should be noted that the aim of this research study was not only to obtain stabilized compost, but also to evaluate odour emissions during the hydrolytic stage of composting.

Likewise, due to the relationship established between odour emissions and variables such as temperature, microbiological activity (expressed as DRI) or pH, odour concentration control through dynamic olfactometry allowed the odour emissions to be



estimated with basic equipment (a respirometer) at pilot scale. Dynamic olfactometry could also be used in industrial plants where qualified personnel do not have to be so specialized.

### **3.3. Biofilter efficiency**

Waste management plants can carry out the composting process in open piles, which result in high odour emissions, or in closed systems where odour emissions are often controlled and reduced by a biofilter.

The different compositions of the two biofilters studied in this research did not vary substantially in terms of their odour removal efficiency despite the different microbiota in both fillings (as shown in Table 1, many differences were observed in two size orders). In contrast, the moisture in the biofilters was considered a critical variable with regards to the final results in line with other authors [23, 24, 25]. However, moisture is usually the least controlled variable at industrial scale.

As shown in Table 3, very high odour removal efficiencies (99%) were obtained throughout experiments 1 and 2, where the moisture content of both biofilters was close to 80%. These efficiencies decreased to 95% in experiments 3 and 4, in which the moisture content was maintained at about 55%. In experiments 5 and 6, in which moisture was approximately 20%, the mean efficiency of both biofilters decreased to 85% for the compost biofilter and 70% for the prunings biofilter.

The typical odour removal efficiency in biologically active filters is considered to be 90%. Moreover, biologically active filters are considered to perform adequately when residual odour is lower than  $2500 \text{ ou}_E \cdot \text{m}^{-3}$  (Netherlands Emissions Guideline 2003, [26]). In

accordance with this standard, the biofilters used in this research study had an adequate removal efficiency when moisture content was higher than 55%. However, the odour concentrations did not exceed  $2500 \text{ ou}_E \cdot \text{m}^{-3}$  in the cases studied. It should be noted that neither biofilter was subjected to very high odour loads. In the worst case, if the reactor generated  $20,000 \text{ ou}_E \cdot \text{m}^{-3}_{\text{STP}}$  and the maximum flow rate of the reactor outlet was  $1.39 \cdot 10^{-4} \text{ m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ , the odour inmission rate would only be  $2.78 \text{ ou}_E \cdot \text{s}^{-1}$ . According to these results, in industrial-scale composting processes where the concentration of odour emissions might be lower than at pilot scale, moisture should be monitored to minimize odour inmissions to the biofilter, improve its operation and extend its working life.

The high odour removal efficiency determined in both biofilters, regardless of moisture content, could be associated to a high EBRT (86s). However, according to Kennes and Veiga [27], typical EBRT values for treating different pollutants in conventional biofilters usually range from 20s to 180s. It is well known that the process of biofiltration is not cost effective for high EBRT values. These high EBRT values could moreover lead to a low removal efficiency and the accumulation of dangerous intermediate products [28].

#### **4. Conclusions**

The simulation of a tunnel composting process with a dynamic respirometer for 15 days was carried out in a correct manner as demonstrated by the variables obtained during the follow-up process, particularly regarding the basification of the pH and the decrease in respirometric variables (SOUR and  $\text{OD}_{20}$ ) and  $\text{C}_{\text{TOC}}$ .

The close relationship between odour concentration, temperature and microbiological activity quantified as DRI observed throughout the composting simulations in the dynamic respirometer have confirmed the importance of carrying out this initial stage of intensive fermentation in closed systems and the possibility of monitoring odour emissions by dynamic olfactometry.

The importance of odour emission evaluation was also demonstrated in the adequate correlation ( $r^2 = 0.8706$ ) obtained between odour concentration ( $\text{ou}_E \cdot \text{m}^{-3}$ ) and the dynamic respiration index ( $\text{mg O}_2 \cdot \text{kgVS}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$ ).

Odour concentration can be considered a control variable in the composting process due to the relationship found between this variable and other characteristic variables in the process such as pH,  $C_{\text{TOC}}$  and respirometric variables.

The use of biofilters made of plant prunings (*Populus*) and partially stabilized, microbiologically-active compost with specific physicochemical features is one of the most efficient systems to remove odour, provided that the moisture content is appropriate. It is essential to monitor moisture content during composting processes, particularly at the industrial scale. Significant differences were not detected between both types of filling under adequate conditions of moisture.

Finally, dynamic olfactometry is a viable method to evaluate odour emissions and the odour removal efficiency of biofilters at pilot scale. The results of this method can be extrapolated at industrial scale to minimize the odorous impact of composting processes.

## Acknowledgements

The authors are very grateful to the Spanish Ministry of Science and Innovation for funding Project [CTM 2008-02714] and PhD Grant [BES-2009-012109].

## References

- [1] R. Barrena, F. Vázquez, A. Sánchez. *The use of respiration indices in the composting process: a review*. Waste Manag. Res. 24 (2006), pp. 37–47.
- [2] J. Villaseñor, M.A. Pérez, F.J. Fernández, C.M. Puchalski. *Monitoring respiration and biological stability during sludge composting with a modified dynamic respirometer*. Bioresour. Technol. 102 (2011), pp. 6562-6568.
- [3] A.F. Chica, J.J. Mohedo, M.A. Martín, A. Martín. *Determination of the stability of MSW compost using a respirometric technique*. Compost Sci. Util. 12 (2003), pp.119-129.
- [4] T. Gea, R. Barrena, A. Artola, A. Sánchez. *Monitoring the biological activity of the composting process: oxygen uptake rate (OUR), respirometric index (RI), and respiratory quotient (RQ)*. Biotechnol. Bioeng. 88 (2004), pp. 520–527.
- [5] I. Mari, C. Ehalotis, M. Kotsou, C. Balis, D. Georgakakis. *Respiration profiles in monitoring the composting of by-products from the olive oil agro-industry*. Bioresour. Technol. 87 (2003), pp. 331–336.
- [6] F. Adani, R. Confalonieri, F. Tambone. *Dynamic respiration index as a descriptor of the biological stability of organic wastes*. J. Environ. Qual. 33 (2004), pp.1866–1876.
- [7] F. Adani, C. Ubbiali, P. Generini. *The determination of biological stability of composts using the dynamic respiration index: the results of experience after two years*. Waste Manag. 26 (2006), pp. 41–48.

- 
- [8] European Commission (2001). Working document. Biological treatment of biowaste. 2<sup>nd</sup> draft. URL: [http://europa.eu.int/comm./environment/waste/facts\\_en.htm](http://europa.eu.int/comm./environment/waste/facts_en.htm)
- [9] I. Körner, J. Braukmeier, J. Heerenklage, K. Leikam, M. Ritzkowski, M. Schlegelmilch, R. Stegmann. *Investigation and optimization of composting processes – test systems and practical examples*. Waste Manag. 23 (2003), pp. 17–26.
- [10] M. Schlegelmilch, J. Streese, W. Biedermann, T. Herold, R. Stegmann. *Odour control at biowaste composting facilities*. Waste Manag. 25 (2005), pp. 917-927.
- [11] A.B. Neal, R.C. Loehr. *Use of biofilters and suspended-growth reactors to treat VOCs*. Waste Manag. 20 (2000), pp. 59-68.
- [12] EN 13725 (2003). *Air Quality - Determination of Odour Concentration by Dynamic Olfactometry*. Comité Européen de Normalisation, Brussels.
- [13] B. Scaglia, M. Acutis, F. Adani. *Precision determination for the dynamic respirometric index (DRI) method used for biological stability evaluation on municipal solid waste and derived products*. Waste Manag. 31 (2011), pp. 2-9.
- [14] E. Pagans, X. Font, A. Sánchez. *Emission of volatile organic compounds from composting of different solid waste: Abatement by biofiltration*. J. Hazard. Mater. 131 (2006), pp. 179-186.
- [15] R. Lebrero, E. Rodríguez, P.A. García-Encina, R. Muñoz. *A comparative assessment of biofiltration and activated sludge diffusion for odour abatement*. J. Hazard. Mater. 190 (2011), pp. 622-630.
- [16] European Guideline EN 13041 (2011). *Soil improves and growing media- determination of physical properties: dry bulk density, air volume, water volume, shrinkage value and total pore space*.

- [17] R.E. Nicolai, C.J. Clanton, K.A. Janni, G.L. Malzer. *Ammonia removal during biofiltration as affected by inlet air temperature and media moisture content*. Trans. ASABE 49 (2006), pp. 1125–1138.
- [18] L. Chen, S.J. Hoff, J.A. Koziel, L. Cai, B. Zelle, G. Sun. *Performance evaluation of a wood chip-based biofilter using solid-phase microextraction and gas chromatography-mass spectrometry-olfactometry*. Bioresour. Technol. 99 (2008), pp. 7767–7780.
- [19] L. Capelli, S. Sironi, R. Del Rosso, P. Céntola. *Predicting odour emissions from wastewater treatment plants by means of odour emission factors*. Water Research 43 (2009), pp. 1977-1985.
- [20] The US Department of Agriculture and The US Composting Council (2002). *Test Methods for the Examination of Composting and Compost (TMECC)*. Edaphos International. Houston. USA
- [21] F. Adani, G. Gigliotti, F. Valentini and R. Laraia. *Respiration index determination: a comparative study of different methods*. Compost Sci. Util. 11 (2003), pp. 144-151.
- [22] M.A. Arcos, M. Dios, A. Rosal, *Estudio del compostaje de residuos sólidos urbanos en sistemas de alta eficacia*. Universidad Internacional de Andalucía. Sevilla, 2006.
- [23] Y. Sun, X. Quan, J. Chen, F. Yang, D. Xue, Y. Liu, Z. Yang. *Toluene vapour degradation and microbial community in biofilter at various moisture contents*. Process Biochem. 38 (2002), pp. 109-113.
- [24] C. Ying-Chien. *Evaluation of gas removal and bacterial community diversity in a biofilter developed to treat composting exhaust gases*. J. Hazard. Mater. 144 (2007), pp. 377-385.
- [25] D. Guilherme, B. George, S. Richard, L.T. Joseph, S. Mark. *Moisture effects on greenhouse gases generation in nitrifying gas-phase compost biofilters*. Water Res. 46 (2012), pp. 3023-3031.

- [26] Netherlands Emissions Guideline (NeR) (2003). *Compost production from household organic waste*. Chapter 3.3. G4.
- [27] C. Kennes, M.C. Veiga, *Bioreactors for Waste Gas Treatment*. Kluwer Academic Publishers, 2001.
- [28] C Hort, S Gracyb, V Platel, L Moynault. *Evaluation of sewage sludge and yard waste compost as a biofilter media for the removal of ammonia and volatile organic sulfur compounds (VOSCs)*. Chem. Eng. Journal 152 (2009), pp. 44-53.





#### **4.2. Breve descripción del artículo “*Dynamic Olfactometry to monitor the efficiency of an industrial biofilter*”**

El objetivo de este estudio ha sido evaluar el funcionamiento de un biofiltro situado en una planta de gestión de residuos urbanos. La principal fuente de compuestos orgánicos volátiles (COVs) y olor es el proceso de compostaje, siendo ambas variables dependientes del tipo de aireación llevado a cabo en dicho proceso. La olfatometría dinámica fue la técnica sensorial empleada para determinar la concentración de olor y la caracterización química se realizó mediante cromatografía de gases-espectrometría de masas (GC-TOFMS).

Mediante análisis de componentes principales (ACP) se evaluó la influencia de 15 familias de COVs en la varianza total de la medida, tanto de la corriente de entrada como de salida del biofiltro.

Finalmente, mediante la formulación de un modelo matemático y la aplicación de una regresión de mínimos cuadrados parciales (PLS), se estimó la concentración de olor como combinación lineal de las concentraciones de distintos COVs con límites de detección en el rango de ppb, de forma que se obtuvo relación entre ambos (olor y composición química).

El desarrollo de este estudio fue de gran interés, ya que permitió detectar problemas reales de las condiciones de aireación y operación de los biofiltros a escala industrial.



***4.2.1. Dynamic olfactometry and GC-TOFMS to monitor the efficiency of and industrial biofilter***

---

---

## DYNAMIC OLFACOMETRY AND GC-TOFMS TO MONITOR THE EFFICIENCY OF AN INDUSTRIAL BIOFILTER

Gutiérrez M.C.<sup>1</sup>, Martín M.A.<sup>1\*</sup>, Pagans E.<sup>2</sup>, Vera L.<sup>2</sup> García-Olmo J.<sup>3</sup>, Chica A.F.<sup>1</sup>

1. University of Cordoba (Spain) – Department of Inorganic Chemical and Chemical Engineering. Campus Universitario de Rabanales. Carretera N-IV, km 396, Edificio Marie Curie, 14071 Córdoba. Spain. Phone: +34 957 212273; fax: +34 957 218625; e-mail: iq2masam@uco.es

2. Odournet SL, Parc de Recerca UAB · Edificio Eureka · Espacio P2M2, 08193 Bellaterra · Cerdanyola del Vallès · Barcelona · Spain .Phone: +34 935 929 048 / 934 069 061, fax: +34 689 021 033; e-mail: epagans@odournet.com

3. NIR/MIR Spectroscopy Unit, Central Service for Research Support (SCAI), University of Cordoba, Campus de Rabanales, 14071 Cordoba, Spain

### ***Abstract***

Biofiltration is the most widely used technique for eliminating odours in waste treatment plants. Volatile organic compounds (VOCs) are among the odorous compounds emitted by these plants, and serve as variables to measure odour emissions depending on the type of aeration process used. In this work, we assess the performance of an industrial-scale biofilter where composting is the main source of VOCs and odour emissions. Dynamic olfactometry is the sensorial technique used to determine odour concentration, while gas chromatography-time of flight-mass spectrometry (GC-TOFMS) is used to perform the chemical characterization. This work examines a total of 82 compounds belonging to 15 families of VOCs, including mercaptans, sulphur -containing compounds, alcohols and terpenes, among others. Principal component analysis (PCA) is used to assess the influence of each of these families of VOCs on the total variance of the measure with regard to both the input and output flow of the biofilter. Finally, we use partial least-squares (PLS) regression to estimate the odour concentration in each of the

samples taken at the inlet and outlet of the biofilter in each of the samples based on the chemical information provided by chromatographic analysis. The study shows that there is an adequate correlation ( $r = 0.9751$ ) between the real and estimated odour concentration, both of which are expressed in European odour units per cubic metre ( $\text{ou}_E/\text{m}^3$ ).

*KEYWORDS:* Odour concentration, volatile organic compounds (VOCs), principal component analysis (PCA), partial least-squares (PLS), biofilter, aeration.

## **1. INTRODUCTION**

The emission of volatile organic compounds (VOCs), which are usually associated with odour emissions, is one of the main problems affecting municipal waste management plants, and is primarily associated with the decomposition and anaerobic fermentation of organic matter (Mao et al., 2006).

The presence of VOCs causes considerable environmental and social problems due to odour complaints by nearby communities and the hazards that such odours may cause. Although there are no regulations in Europe that limit odour emissions, VOC emissions are controlled under EU Directive 1999/13/EC. Due to the greater social awareness about this problem and increasingly stringent legislation, industrial waste management plants now incorporate systems, such as biofilters, to treat smelly, annoying and in some cases even harmful gas emissions (Nicell, 2009). Many authors have reported that biofiltration systems are technologically viable for the control of emissions, require low maintenance, are economical, do not generate hazardous waste, and are highly efficient in removing odorous compounds (Rappert and Müller, 2005; Álvarez- Hornos et al., 2008). It is currently estimated that more than half of all biofilters installed worldwide for the

treatment of gaseous emissions are used in composting and sewage treatment plants (Van Groenetijn and Kraakman, 2005).

Biofilters basically function by means of a physicochemical and microbiological process in which a contaminated and odorous air flow passes through a porous medium and the pollutants are adsorbed on the surface where they are degraded by microorganisms (Hort et al., 2009). The biofilter medium may be composed of a wide variety of biologically-enriched materials, such as gravel, plant prunings, compost or a mixture of various materials (Pagans et al., 2007). While the physicochemical characteristics of the biofilter medium and the presence of diverse microbial communities are very important, it is also essential to ensure proper maintenance and monitor the performance of the biofilter. Although moisture depends largely on the composition of the biofilter, many authors have highlighted the importance of controlling moisture in order to maintain the biofilter in optimal condition. The optimal moisture content is reported to be in the 40-50% range in most cases. Moreover, it is essential to not supply large concentrations of compounds such as ammonia gas, sulphur compounds or mercaptans as they can be highly toxic to the biofilter (Hartikainen et al., 1996; Nicolai et al., 2006).

Several analytical methods are commonly used in a complementary manner to monitor the efficiency of biofilters in removing VOCs and odorous emissions, particularly gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS) (Chen et al., 2008; Delgado-Rodriguez et al., 2012). However, newer techniques are now available such as gas chromatography-time of flight-mass spectrometry (GC-TOFMS) for the identification and quantification of compounds at very low concentrations. GC-TOFMS is a rapid and highly sensitive

technique that differs from conventional GC-MS in that it can determine almost 50% more chemical compounds in the same air sample (Vera et al., 2012).

Although GC-TOFMS enables the chemical characterization of a gas sample by identifying VOCs and determining their concentration, it does not measure the odour associated with the emitted compounds. Sensorial methods are therefore currently used as a complement to the previous methods for the determination of the odour concentration of a gaseous emission, particularly dynamic olfactometry. This method is the reference method established in European standard EN-13725: 2003 to determine odour concentration in terms of European odour units per cubic metre ( $ou_E/m^3$ ), and is accepted worldwide.

One problem associated with the use of biofilters is the loss of hazardous and/or odorous compound removal efficiency. This is often due to the fact that biofilters are poorly maintained or subjected to gas flows with odour concentrations, VOCs and inorganic compounds ( $NH_3$ ,  $H_2S$ ) exceeding their treatment capacity.

In this study, we use, in a complementary manner, the analytical techniques of gas chromatography coupled to mass spectrometry (GC-TOFMS) and the dynamic olfactometry sensorial technique for monitoring the operation of a biofilter at industrial scale in an urban solid waste management plant functioning under different aeration conditions. The objectives are to determine the performance and the overall efficiency of the biofilter in the removal of odour and VOCs. The data obtained using both techniques are evaluated by principal component analysis (PCA) and correlated by partial least-squares (PLS) regression.

## 2. MATERIALS AND METHODS

### ***2.1. Brief description of the aeration system and treatment of emissions at the plant***

In this study, we have monitored the odour removal efficiency of a biofilter at industrial scale in an urban waste management plant located in Barcelona (Spain).

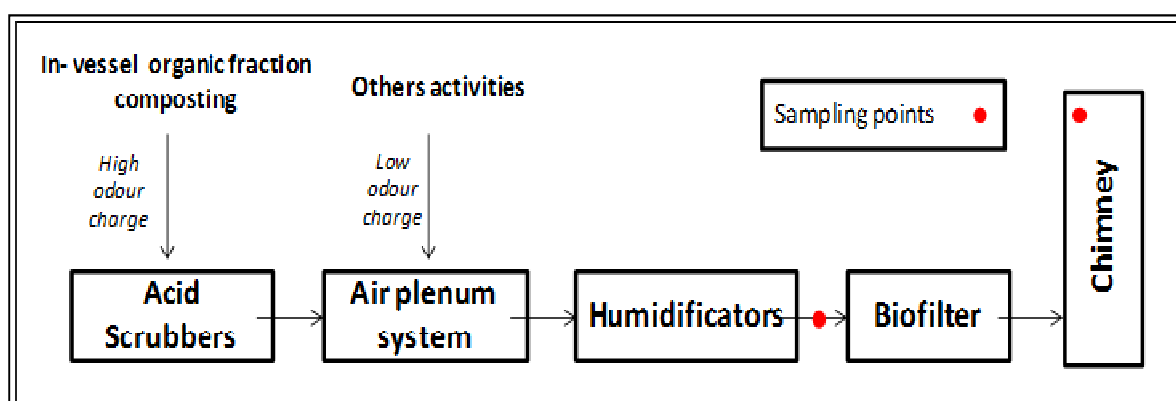
The decomposition process at the plant takes place in a completely closed reactor vessel of about 10,000 m<sup>2</sup> in size. The material is fed into the vessel via conveyor belts. As the material decomposes, it is turned by means of a remote system depending on its stage of maturity. The vessel is divided into 6 zones, with zone 1 and zone 6 containing the least and most mature, respectively.

A flow of 130,000 m<sup>3</sup>/h of air from other areas of the plant (pre-treatment) is injected into the vessel and then drawn from the vessel into deodorizer systems. The flow is extracted through the vessel floor to aerate the material and the ambient air of the vessel. Four fans with a maximum capacity of 26,500 m<sup>3</sup>/h each are used to extract the air from the vessel floor. The fans operate intermittently and automatically to aerate the different zones of the vessel depending on the needs of the process. Two additional fans with a maximum capacity of 30,000 m<sup>3</sup>/h draw the ambient air from the vessel in continuous mode.

The 6 fans are automatically regulated to extract 130,000 m<sup>3</sup>/h. This flow is pre-treated by two parallel chemical washers that use an acid solution to remove NH<sub>3</sub> and then directed into a common plenum. The odorous emissions generated during the various activities at the plant (reception, refining, etc.) are also directed towards the



plenum for a further treatment by biofiltration. It should be noted that decomposition is the activity that generates the largest amount of odour emissions. The polluted air coming from the plenum passes by four humidifiers that conduct the odour emissions to a biological heather biofilter consisting of four independent modules. The biofilter is maintained by providing moisture through irrigation. The air treated by the biofilter exits to the outside at a flow rate of approximately 240,000 m<sup>3</sup>/h through a chimney stack of about 24.5 m in height and 2.4 m in diameter. A diagram of the air circulation system of the plant is shown in Figure 1.



**Figure 1.** Diagram of odorous air flow in the treatment plant

Sampling was carried out over a period of two months in which four sets of samples were collected from the decomposition vessel under different aeration conditions. The aeration conditions of each sample set are shown in Table 1. Although the ambient air was removed from the vessel during sampling, the extraction of air through the vessel floor varied. As shown in Table 1, during sample set 1, the different zones of the vessel were intermittently aerated, meaning that the biofilter was subjected to large variations in odour load. During sample sets 2 and 3, only zones 1 and 6 were aerated in a

continuous mode. During sample sets 4, only the ambient air was conducted to the biofilter and the vessel floor was not aerated.

**Table 1.** Aeration conditions during each simple set

<b>NUMBER OF SAMPLE SETS</b>	<b>AIR CIRCULATION CONDITIONS</b>
Sample set 1*	<b>Zone 1-6:</b> Automatic air aeration
Sample set 2	<b>Zone 1: Continuous air aeration**</b> Zone 2-6: Without aeration
Sample set 3	Zone 2-5: Without aeration <b>Zone 6: Continuous air aeration</b>
Sample set 4	<b>Aeration of ambient air</b>

\*Intermittent aeration according to the requirements of the process

\*\* Continuous aeration.

## **2.2. Sampling conditions**

The odour samples were collected at the outlet of the 4 humidifiers, which corresponds to the air inlets of the biofilter. Odour samples were also collected simultaneously at the chimney outlet. Sampling was carried out in accordance with standard EN-13725:2003. The velocity and the volume flow rate of the emissions were measured in accordance with ISO 10780:1994.

Due to the high humidity of the gas streams in and out of the biofilter, the samples were diluted with nitrogen during sampling in order to avoid condensation during transport. The odour samples were collected in 8L Nalophan® bags and then characterized in terms of odour concentration by dynamic olfactometry and in terms of chemical composition by GC-TOFMS.

### **2.3. Sensorial analysis**

The samples collected at the chimney outlet after being treated by the biofilter, as well the samples collected in the humidifiers located at the inlet of the biofilter, were characterized by dynamic olfactometry in accordance with standard EN 13725:2003. Analyses were carried out in the Odournet S.L laboratory, which uses the T08 olfactometer based on the 'Yes/No' method. The olfactometer was developed by Ecoma (currently known as Odournet GmbH). Dynamic olfactometry is the reference method to establish odour concentration in terms of European odour units per cubic metre ( $ou_E/m^3$ ). The odour concentration is calculated as the geometric mean of the odour threshold values of each panellist, and multiplied by a factor that depends on the olfactometer dilution step factor. All measurements were analysed within 30 hours after sampling.

When the sample was found to have a high odour concentration and one of the panellists detected the maximum dilution by olfactometry, a pre-dilution device (EPD) was used. An EPD is a dilution apparatus designed specifically for pre-diluting odour samples from the original sample container into a secondary sample container.

The results of the odour concentration shown in this study are the geometric mean of three replicates of odour concentration. In accordance with standard EN-13725, the method uncertainty for a confidence interval of 95% is given by the following equation (1):

$$(1) \quad 10^{\log(y_w) - t \cdot \frac{S_r}{\sqrt{n}}} \leq m \leq 10^{\log(y_w) + t \cdot \frac{S_r}{\sqrt{n}}}$$

where:

$m$  is the expected value of the test results;

$t$  is the Student's  $t$ -factor for  $n = \infty$  ( $t = 2.0$  for a confidence interval of 95%);

$y_w$  is the mean of the test results;

$n$  is the number of measurements;

$S_r$  is the repeatability standard deviation of the laboratory ( $S_r = 0.1721$ ).

For example, for  $n = 3$  and  $m = 1,000 \text{ ou}_E/\text{m}^3$ , the confidence interval is between 633 and  $1,580 \text{ ou}_E/\text{m}^3$ .

Odour concentration was expressed in 20°C, which is the temperature of sample analysis at 1 atm pressure (ambient conditions).

#### **2.4. Chemical measurements**

Samples were simultaneously collected at the outlet of one of the humidifiers and at the outlet of the biofilter for analysis by dynamic olfactometry and gas chromatography-time of flight mass spectrometry (GC-TOFMS). To perform the GC-TOFMS analysis, a sample volume was adsorbed onto a sorbent tube using a device known as Easy-VOC™. The Easy-VOC™ is a hand-held sampling pump that permits the sample collection of small volumes (50-500mL) of air directly onto sorbent tubes without the need for calibrated pumps. The VOCs retained on the tube are desorbed and analysed in the laboratory using a Thermal Desorber (TD, Unity2, Markes International) linked to a GC-TOFMS (BenchTOF-dx, Almsco International). During the desorption stage, the tube was heated to 300°C for 8 minutes. The internal cold trap (graphitized carbon) was kept at 10°C during collection and subsequently heated quickly to 320°C (3 min) during desorption. A split ratio of 30:1 was used. The carrier gas was Helium (99.9999 % purity).

The chromatographic column is a DB-624 with a length of 60 m, an internal diameter of 0.25 mm and a film thickness of 1.40  $\mu\text{m}$ . The running conditions for the GC were: initial temperature 40°C (5 min), 5°C/min until a final temperature of 230°C (5min). The mass range was from 33 to 330 atomic mass units (amu).

The compounds were identified by comparing the mass spectra obtained to the reference mass spectra of the NIST2011 database (National Institute of Standards and Technology, United States) using TargetView (Almsco International) software. For purposes of quantification, standard samples containing Toluene-d8 (Neochema, GER) were prepared in methanol. From this standard, 50 pg of Toluene-d8 were injected onto the cartridges by the “spiking” method using the Markes International™ calibration solution loading rig. Hence, only semi-quantitative analyses were performed.

### **2.5. Multivariate analysis**

Unscrambler software (version 9.2, Process AS, Oslo, Norway) was used for the statistical analysis of the data set. The chemometric procedure consisted of principle component analysis (PCA) and a partial least-squares (PLS) regression method. PCA was used to more clearly interpret the vast amount of information provided by the chromatographic analysis using GC-TOFMS.

PCA is a linear unsupervised technique that is very useful for analysing and reducing the dimensionality of original numerical variables ( $n$ ) in a new reduced  $p$ -dimensional space ( $p < n$ ). PCA is often used for visually inspecting the evolution of observations over short time periods (Bourgeois et al., 2003). Because of the existence of clusters of chemical compound families, loadings were examined to check if they provided any

useful information or not. PCA was used to analyse chemical compound families at the biofilter inlet and outlet separately.

Moreover, the odour concentration ( $ou_E/m^3$ ) in each of the samples taken at the inlet and outlet of the biofilter was estimated from the chromatographic data. To do so, partial least-squares (PLS) regression was used where the dependent variable (odour concentration,  $ou_E/m^3$ ) is predicted as a function of  $p$ -independent variables of PLS factors (82 chemical compounds). Linear calibration models between estimated odour concentration and real odour concentration were developed. The correlation coefficient ( $r$ ) and the root mean square error of prediction (RMSEP) were calculated by using a leverage correction algorithm as a validation method. RMSEP is an appropriate measure for the prediction performance if the prediction errors are normally distributed when dividing by the standard deviation before the calculation of the next regression term (equation 2), which was approximately the case for the current data.

$$(2) \quad a = (a_i - \bar{a})/\sigma$$

Where  $a_i$  are the mathematical coefficients constructed by the model from the calculation of the estimates and  $\sigma$  is the standard deviation of the coefficients.

### 3. RESULTS AND DISCUSSION

The type of aeration used in the composting vessel varied during the sampling period in order to reduce the odour load of the air masses entering the biofilter. To corroborate this, the odour load was monitored by dynamic olfactometry and GC-TOFMS at the inlet and outlet of the biofilter.

### 3.1. Results of the sensorial analysis: Dynamic olfactometry

Table 2 shows the results of the odour quantifications in the different samples taken at the inlet and outlet of the biofilter. As can be seen, the geometric mean of the odour concentrations ( $\text{ou}_E/\text{m}^3$ ) and the odour flow ( $\text{ou}_E/\text{s}$ ) were calculated based on the air flow rate ( $\text{m}^3/\text{s}$ ) that circulates through the pipe.

**Table 2.** Olfactometric results and the efficiency of the biofilter

Number of sample set	Sample	Odour concentration geomean ( $\text{ou}_E/\text{m}^3$ )	Upper Confidence Interval ( $\text{ou}_E/\text{m}^3$ )	Lower Confidence Interval ( $\text{ou}_E/\text{m}^3$ )	Flow air in Biofilter exit ( $\text{m}^3/\text{s}$ )	Odour Emission Rate ( $\text{ou}_E/\text{s}$ )	Abatement Efficiency (%)
Sample set 1	Inlet	45,972	101,553	20,811	51.1	2,385,623	25
	Outlet	34,912	55,169	22,093		1,782,164	
Sample set 2	Inlet	11,830	26,133	5,355	68.9	845,299	-54
	Outlet	22,334	35,292	14,133		1,850,860	
Sample set 3	Inlet	15,767	34,828	7,137	68.5	1,061,706	-26
	Outlet	19,539	30,876	12,365		1,336,915	
Sample set 4	Inlet	9,199	20,322	4,165	68.0	621,407	-44
	Outlet	16,406	36,093	6,548		1,110,372	

In sample set 1 (Table 1), the compostable material was vented automatically and intermittently, so the biofilter was subjected to peak odour concentrations ( $45,972 \text{ ou}_E/\text{m}^3$ ) in a short period of time. By contrast, in sample sets 2 and 3, in which aeration operated in continuous mode, a sharp decrease was observed in the odour concentration of the biofilter compared to the previous sample set (approximately three times less).

Continuous aeration pursues a double objective: i) to improve the aeration of the compostable material as it prevents anaerobiosis; and ii) ensure that the odour loads fed into the biofilter are more continuous but much lower.

It should be noted that modifying the aeration system not only resulted in lower odour concentrations at both the inlet and outlet of the biofilter, but also the absence or reduction of certain compounds such as methanethiol and dimethyl disulfide. Sulphur compounds and mercaptans are usually associated with anaerobic processes and belong to the families studied in this paper that have a lower detection limit.

Sample sets 2 and 3, which were subjected to continuous aeration, showed odour concentrations at the biofilter inlet of 11,830  $\text{ou}_E/\text{m}^3$  and 15,767  $\text{ou}_E/\text{m}^3$ , respectively. Both values are very similar and no significant differences were found between them as the confidence intervals practically overlap. The two sample sets only differed in terms of the composting stage of the zone that was aerated in continuous mode. Specifically, the composting stage was much more advanced in sample set 3, which did not lead to significant changes in the concentrations of certain odours.

Finally, sample set 4 showed a logical reduction in odour concentration as only the ambient air was extracted from the vessel and air was not extracted from the vessel floor, thus permitting more VOCs and more odour to enter the system. Hence, there was a decrease in the odour concentration fed to the biofilter. However, this does not permit the material to be aerated and hinders fermentation, which may result in anaerobiosis and a final product of lower quality.

As regards the treated air of the biofilter, a clear and significant reduction in odour concentration was observed at the biofilter outlet with decreasing odour loads fed to the biofilter. However, the odour concentrations were higher at the outlet than at the inlet, with the exception of the first sample set in which the input loads were very high but localized. These results indicate that the actual odour removal efficiency of the biofilter is



negligible. This may be due to the fact that the biofilter was fed odour loads that far exceeded its capacity before and during the study.

Pagans et al. (2006) reported a decrease in the odour removal efficiency of a biofilter at low concentrations of VOCs, thus explaining the emission of VOCs from the biofilter itself, while Nicolai and Janni (2001) observed that some VOCs are produced as co-products due to microbial oxidation in the biofilter.

For a biologically active filter in optimal condition, a removal efficiency of 90% is considered typical. The efficiency under certain conditions may be lower when the residual odour of the biofilter starts to dominate. The biologically active filter will still perform adequately as long as the residual odour is lower than  $2,500 \text{ ou}_E/\text{m}^3$ . Conversely, in the case of high odour concentrations, it will also be possible to achieve better elimination efficiencies (NeR, 2003).

In short, the most appropriate way to proceed in this case study would be to mix the maximum possible ambient air from the vessel with the air obtained from the continuous aeration of the material to reduce both the odour concentration to be treated by the biofilter and the odour concentration at the outlet, thus reducing the odour emission rate. If this strategy fails to improve the removal efficiencies of the biofilter in the long term, the biofilter media may need to be replaced as it could saturate. Moisture, however, is not a problem as the relative humidity of the effluent air flow is approximately 98%.

### **3.2. Results of the chemical analysis: GC-TOFMS**

In addition to the study of odour emissions, a quantitative analysis was performed of some of the 15 families of VOCs present in the samples: alcohols, aldehydes, aliphatic hydrocarbons, aromatic compounds, amines, cyclic hydrocarbon, esters, furans, halogen-containing compounds, ketones, mercaptans, nitrogen-containing compounds, organic acids, sulphur-containing compounds, and terpenes.

It should be noted that a correlation does not always exist between the overall concentration of VOCs and the odour concentration of a sample, but that the odour concentration is influenced by the odour detection limit of each particular VOC in the sample.

Unlike the results obtained regarding odour removal in all the samples taken, the biofilter showed an overall VOC removal efficiency of 51%, 37%, 15%, 58% in sample sets 1, 2, 3 and 4, respectively.

With regard to the removal efficiency of VOCs from the biofilter, Table 3 shows the inlet and outlet concentrations of the families in sample set 3. As can be observed, the system is, to a certain degree, effective in reducing some of the families. Although the largest reduction was obtained for the family of alcohols, other families such as ketones and sulphur-containing compounds increased. It is important that compounds belonging to families that are not detected at the biofilter inlet be released at the outlet, such as the family of mercaptans whose detection limit is in the order of parts per trillion (ppt). This can be explained by the release of these compounds, which were previously retained or formed in the material itself and which could not be removed biologically. As mentioned above, although the odour concentration and the total concentration of VOCs are not

always closely linked, in this case, the increase in the concentration of compounds of families with very low detection limits at the outlet of the biofilter, such as mercaptans and sulphur compounds, can explain the increase in the odour concentration of the treated emissions (26 % increase in odour concentration).

The low removal of the compounds of some of the families, as well as the generation of others during treatment, is indicative of a malfunction due to the saturation of the biofilter. Certain compounds increase due to desorption as they had been previously adsorbed but not degraded, and are carried by the gas stream.

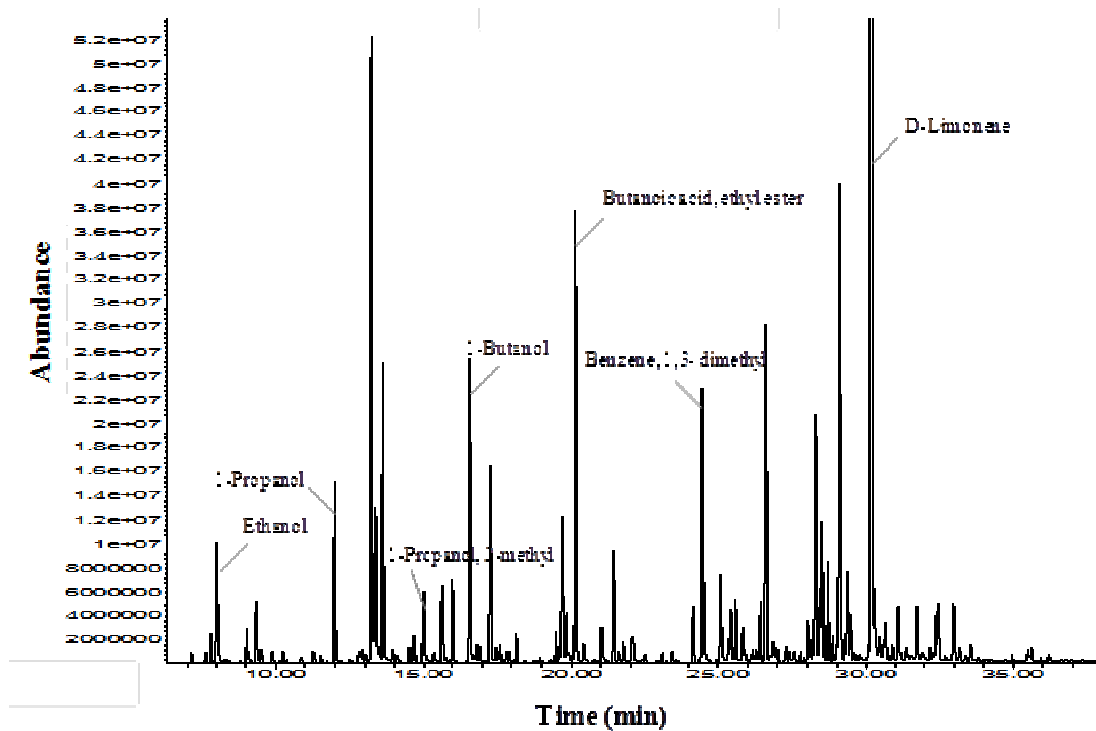
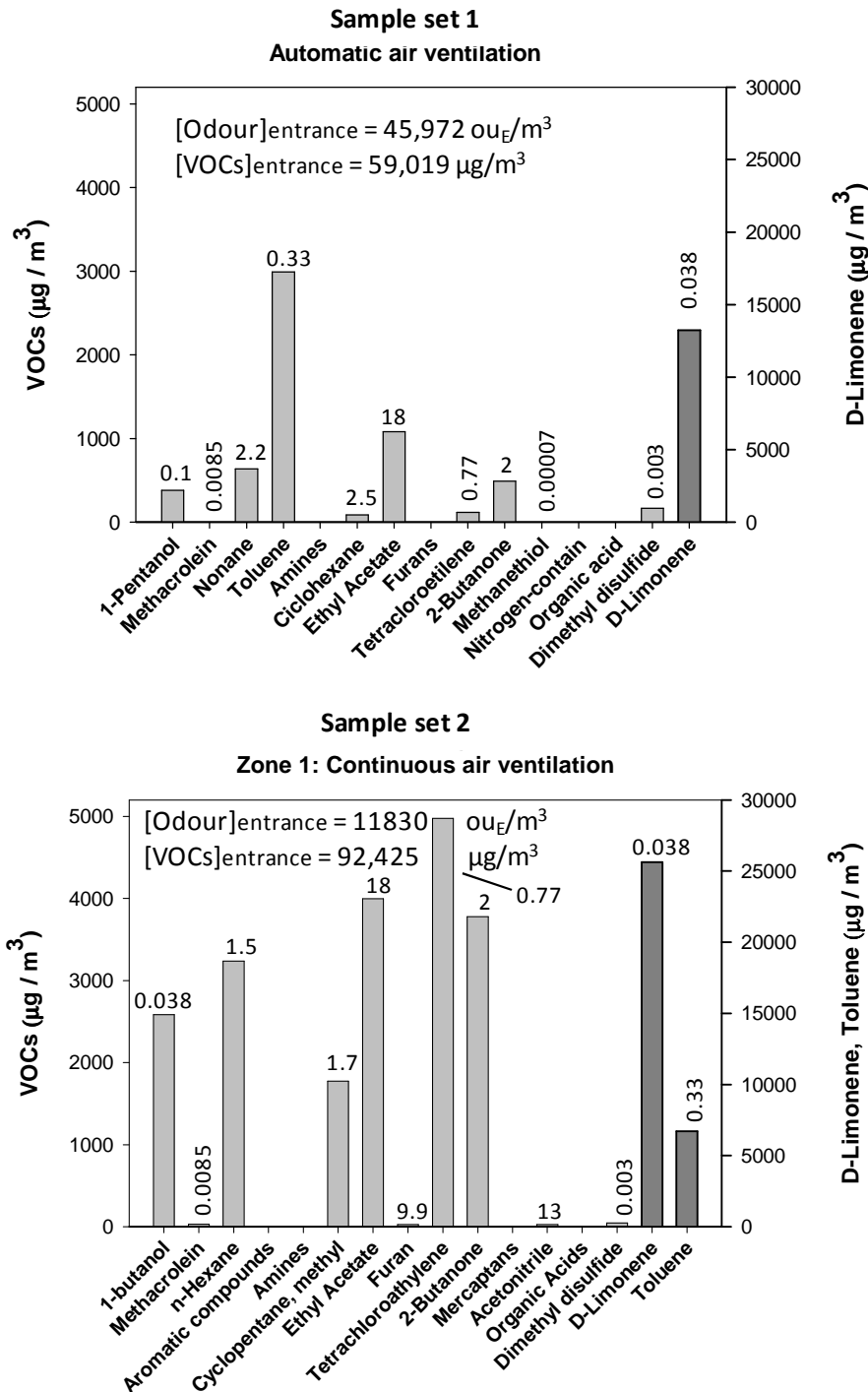
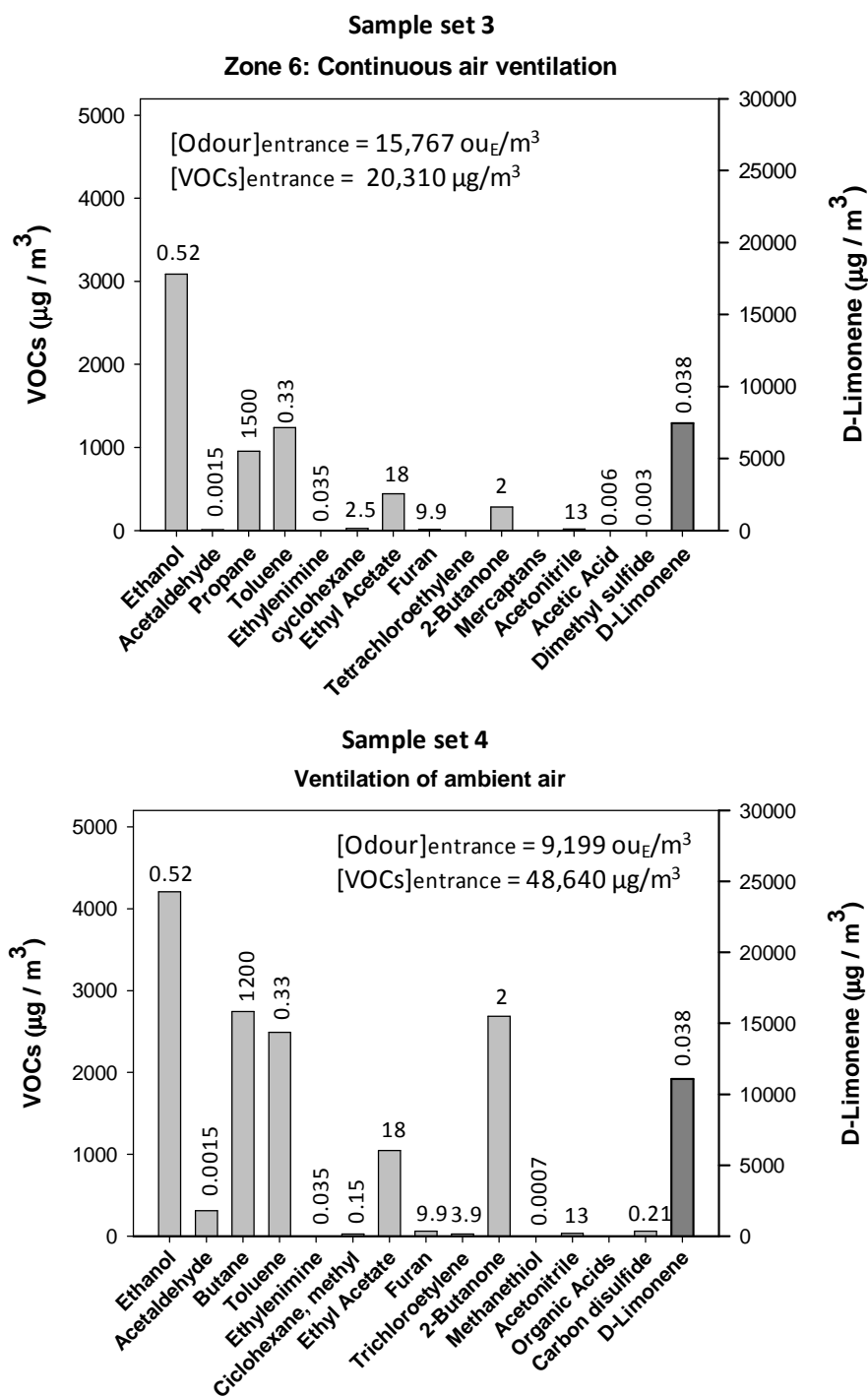


Figure 2. Chromatographic profile obtained for sample set 4 taken at the biofilter inlet

Figure 2 shows the chromatogram obtained by the GC-TOFMS analysis of sample set 4 taken at the biofilter inlet. Despite being one of the sample sets with the lowest odour concentration at the inlet, chemical compounds were present in large amounts, such as D-Limonene, which was found at a very high concentration.





**Figure 3.** Chemical composition of the influent air of the biofilter by type of aeration. Total odour and VOCs concentration.

To study the influence of aeration on the odour and VOC concentrations fed into the biofilter, the compound with the highest concentration of each family and the

detection limit of each compound are shown in Figure 3 (Nagata, 2013). In evaluating these detection limits, the following results can be drawn:

- As regards the use of aeration systems in continuous mode, it is interesting to note that mercaptans were not detected in sample sets 2 and 3 and that the concentration of sulphur compounds in the two samples was lower than in sample sets 1 and 4. Due to the low detection limit of these compounds, this type of aeration therefore reduces the odour concentration entering the biofilter. Given the difficulty of removing these compounds, the best way to ensure that the biofilter operates properly and reduce odour emissions is to prevent these compounds from entering the biofilter.
- The total concentration of VOCs was higher in sample set 2. This is due to fact that the material that was vented was cooler; the opposite of what occurred in sample set 3 in which the material was in the last stage of the composting process. Scaglia et al. (2011) also reported an increase in the emission of VOCs at the beginning of the process and a progressive decrease to 98.6% at the end of the process. As in this study, Pierucci et al. (2005) found that D-Limonene was the most representative terpene and that its concentration decreased during the process due to degradation.
- As regards the total concentration of VOCs, sample set 1 was found to be an intermediate case between sample sets 2 and 3 as the six composting zones were vented intermittently, that is, with materials in different stages of decomposition.
- Sample set 4 appears to be the least favourable because the material was not aerated. The reduction in the odour concentration was not very significant

compared to sample sets 2 and 3, which were aerated. This shows that the continuous and uniform aeration of the material prevents odour concentration peaks and permits obtaining moderate values that make the material suitable for treatment by the biofilter.

### ***3.3. Results of principal component analysis***

Principal components analysis (PCA) was performed to study the influence of each family of VOCs on the sample variability. The analysis was performed at both the inlet and outlet of the biofilter.

Figure 4 shows the loading plots obtained for each family of VOCs, which are represented on a system of axes formed by the first two principal components. Figures 4a and 4b show the results for the inlet and outlet of the biofilter, respectively.

The value of the principal components, PC1 and PC2, differ in both graphs. Hence, the graphs are not comparable. However, they provide quite a bit of information about the influence of each family of VOCs on the variance of the samples tested. PC1 and PC2 explained 83% and 15% of the data variance at the biofilter inlet, respectively, while PC1 and PC2 explained 96% and 4% of the data variance at the biofilter outlet, respectively.

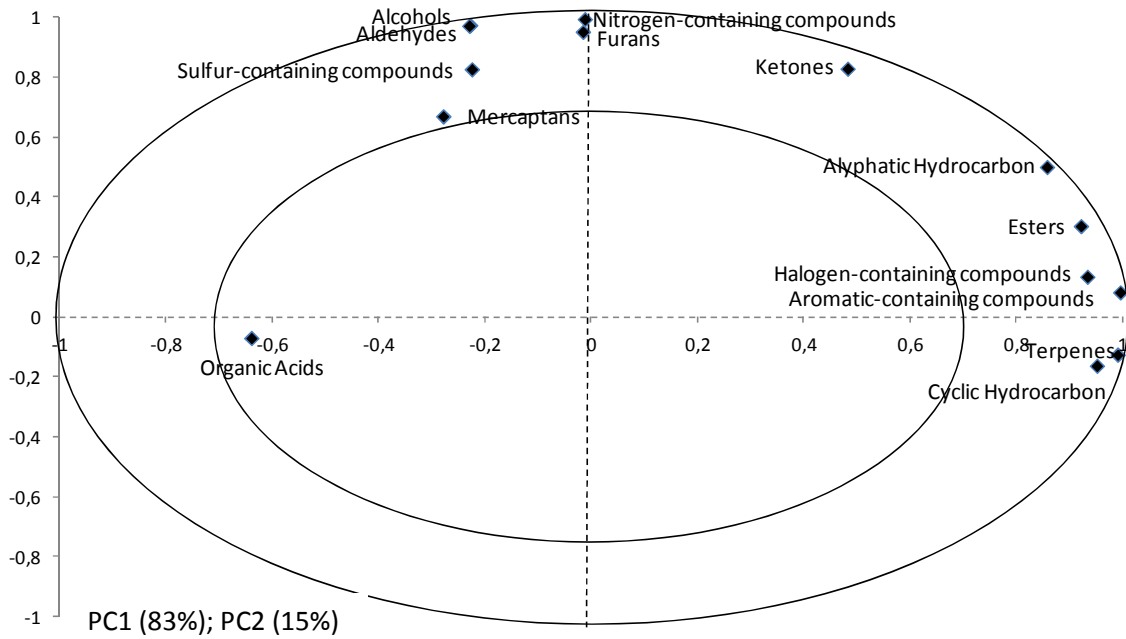
The loading plot shows that the original variables (families of VOCs) that are furthest from the origin of each of the axes contribute more to the final value of the principal component. Thus, the family of VOCs which is near the origin of the coordinates will make only a small contribution to the final value of the two main components and hence a weak contribution to the initial variability in the sample set. In addition, all nearby points are considered to have an equal effect on the sample variance.

As shown in Figure 4, all the families of chemical compounds are far from the origin so they make a high contribution to estimating the values of the principal components. In fact, all the families included between the two ellipses are the most relevant. This highlights the importance of studying the behaviour of selected chemicals in this study.

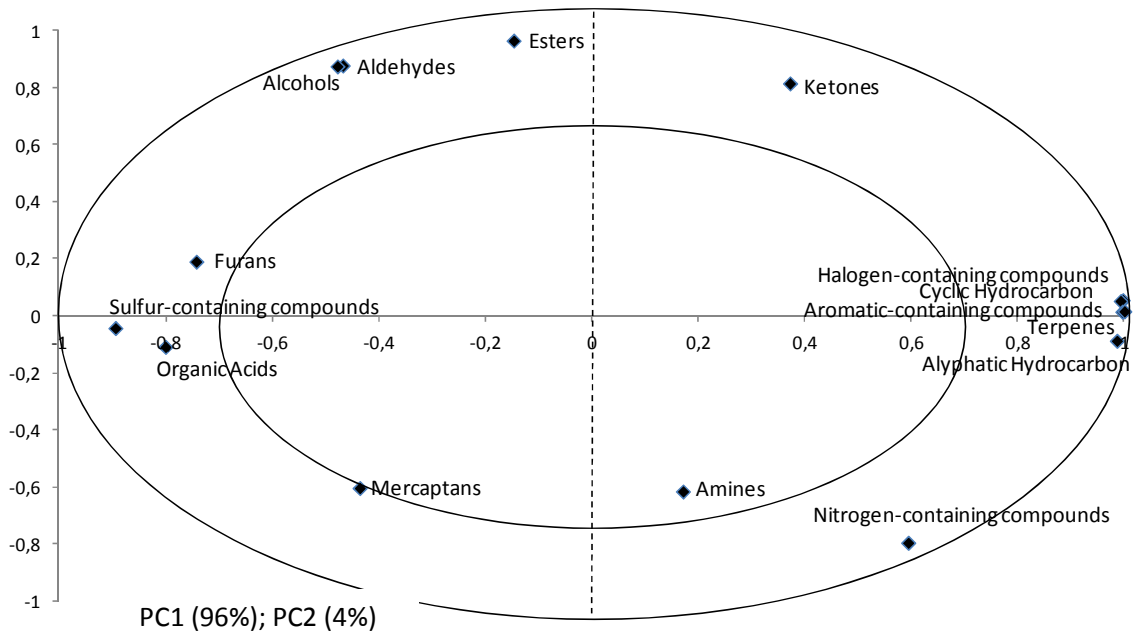
Although PC1 and PC2 at the inlet and outlet are different, the influence of many of the families assessed in the measure is very similar in both cases, and shows the variation in families with lower detection limits such as sulphur-containing compounds and mercaptans.



(a) Inlet of biofilter



(b) Outlet of biofilter



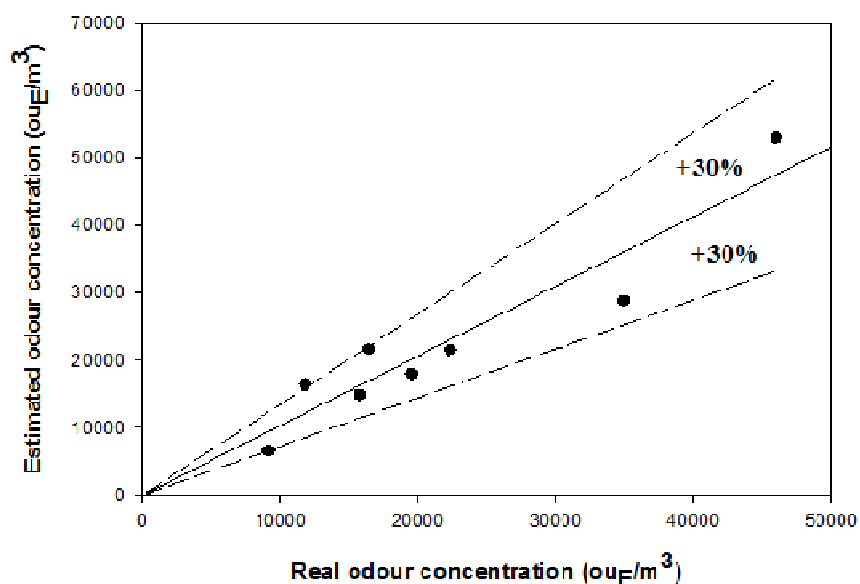
**Figure 4.** Loadings corresponding to each family of VOCs obtained by PCA

### 3.5. Estimation of the odour concentration from the VOCs studied

In order to achieve one of the objectives of this study, which is to demonstrate that dynamic olfactometry and GC-TOFMS are complementary techniques of great interest and very useful in monitoring biofiltration systems at the industrial scale, we performed a partial least-squares (PLS) regression where the estimated odour concentration is given by equation 3:

$$(3) \quad y_{est} = \sum_{i=1}^{15} a_i \cdot x_i$$

Where  $y_{est}$  is the estimated odour concentration,  $x_i$  is the weighted value of the concentration of each family of VOCs at the inlet and outlet of the biofilter, and  $a_i$  are the mathematical coefficients constructed for the multivariate model to calculate the estimates.



**Figure 5.** Model validation comparing real and estimated odour concentration

To validate the model, Figure 5 shows the real values versus the estimated odour concentration. As can be seen, 100% of the values (including input and output values) are within a confidence interval of 30% on the unit-slope line, which shows the adequacy of the model for estimating the values obtained.

The model was also calibrated, yielding a straight line ( $y_{\text{estimated}} = 0.9508 \cdot y_{\text{real}} + 1083$ ) with a regression coefficient of  $r = 0.9751$  and a RMSEP value = 2584. Considering the error of the method (dynamic olfactometry) and that the odour concentration values range from approximately 9,000-46,000  $\text{ou}_E/\text{m}^3$ , in the best of cases the error would be 6,055  $\text{ou}_E/\text{m}^3$ , which is somewhat higher than  $2 \cdot \text{RMSEP}$ . Hence, the error of the reference method (dynamic olfactometry) and the regression model are of the same order of magnitude.

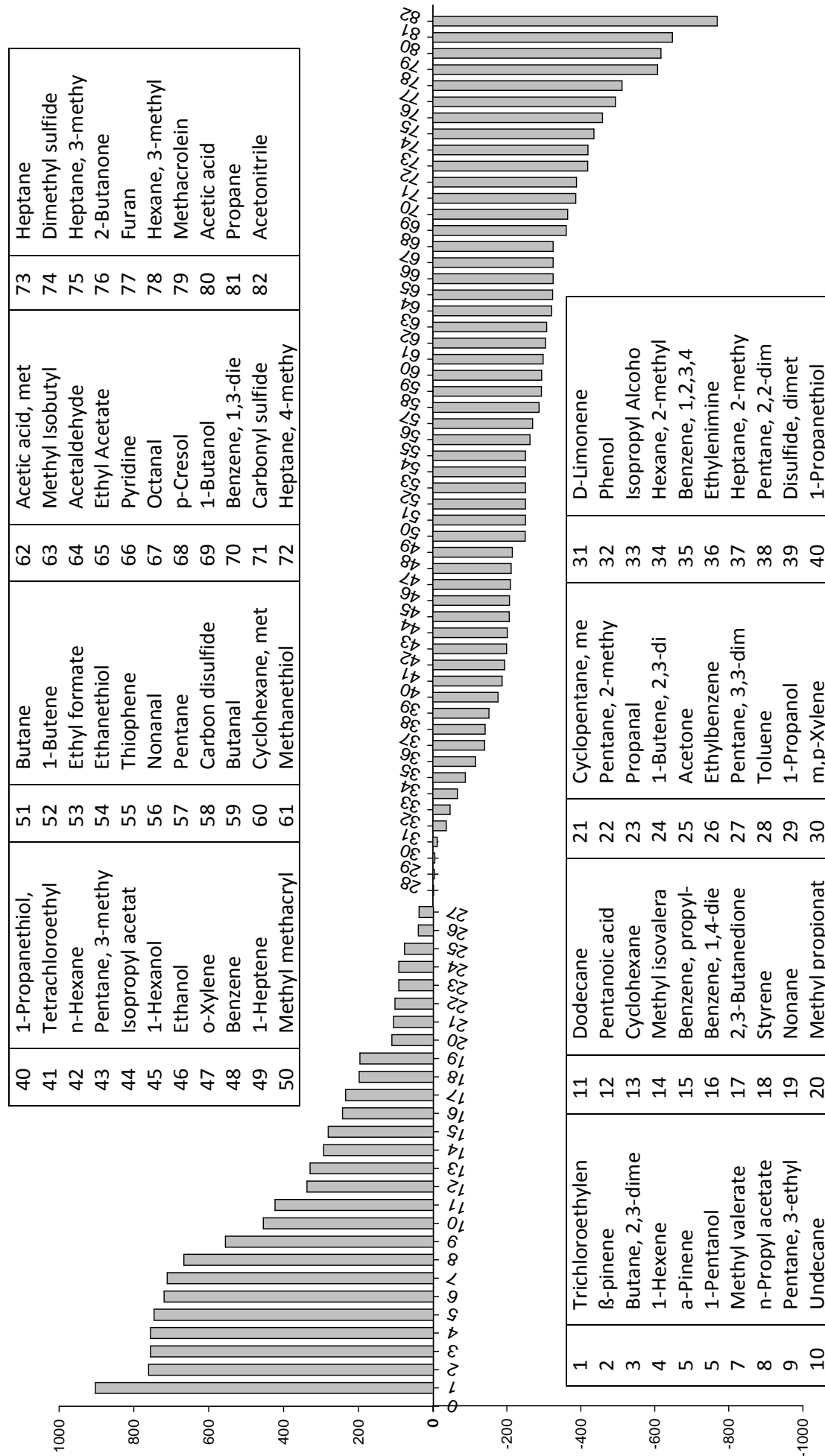
The normalized values of the coefficients in accordance with equation 1 are shown in Figure 6, with the extreme values (higher coefficient in absolute value) having the greatest influence on the odour concentration. As can be seen, the families of mercaptans (ethanethiol, methanethiol), sulphides (dimethyl sulphide), organic acids (pentanoic acid), furans (furan) and ketones (2-butanone) compounds (Delgado-Rodriguez et al., 2012; Anuj et al., 2011) once again have the greatest influence. All these families are precisely those that have the lowest detection limits in terms of parts per trillion (ppt).

According to Harreveld and Jones (2002), the relationship between total odour concentration and the odour concentration of families of compounds depends primarily on the detection limit of these families and only 10% of the odour can be explained by the contribution of the constituent compounds. In this study, we used a conventional GC-MS, which only allows determining the concentrations of compounds in terms of parts per

billion (ppb). As mentioned above, the odour concentration of a sample is conditioned by the presence of compounds whose detection limit is very low; hence, a low concentration of these compounds contributes significantly to the odour concentration. In this study, the determination of concentrations of chemicals in terms of ppt (i.e. with very low detection limits) using GC-TOFMS may have been the determining factor in making an appropriate estimate of the odour concentration based on its chemical composition. The chemical composition of the samples includes more than 600 compounds, of which 82 have been selected based on their detection limit, and which therefore contribute to a greater or lesser degree to the odour concentration of a sample.

Finally, this study proposes alternative modes of action for biofiltration systems and to minimize odour and VOC emissions at plants:

- Increase the volume of the biofilter, which would in turn increase the odour and VOC removal efficiency of the treated flow. To this end, it would suffice to use two biofilters connected in series rather than only one.
- Operate in continuous aeration mode with a lower flow, which would eliminate occasional overloads in the biofilter.
- Recycle biofilter media provided that proper maintenance is carried out.



**Figure 6.** Normalized values of the coefficients obtained in the model PLS

### ***Conclusions***

To ensure the odour and VOCs removal efficiency of a biofilter, the regime used to aerate the compostable material is of paramount importance.

The use of the GC-TOFMS technique for the identification and quantification of chemical compounds has allowed identifying compounds with detection limits in terms of ppt. This has been the determining factor in estimating odour concentration based on a group of chemical compounds with a low detection limit.

The analysis conducted with dynamic olfactometry and GC-TOFMS shows that both techniques can be used simultaneously to monitor the performance of an industrial-scale biofilter. The simultaneous or complementary use of both techniques is the best way to operate. Determining groups of families that have a similar influence on the variance of the measure minimizes the number of compounds to be tested, while reducing costs and analysis times.

### ***Acknowledgements***

The authors are very grateful to Odournet, S.L for collaborating in this study and to the Spanish Ministry of Science and Innovation for funding Project [CTM2011-26350], Project [CTM2008-02714] and the PhD Grant [BES-2009-012109] of María del Carmen Gutiérrez Martín.

### ***References***

Álvarez-Hornos F.J., Gadalbón C., Martínez-Soria V., Martín M., Marzal P., Peña-Roja J. M., 2008. Biofiltration of ethylbenzene vapours: influence in the packing material. *Bioresource Technology* 99, 269-276.

Anuj K., Christopher P.A., Robert H., Frank M.M. Michael J.K., Peter G.G., 2011. Volatile organic compound emissions from green waste composting: Characterization and ozone formation. *Atmospheric Environment* 45, 1841-1848.

Bourgeois W., Gardey G., Servieres M., Stuetz R.M, 2003. A chemical sensor array based system for protecting wastewater treatment plant, *Sensors and Actuators B: Chemical* 91, 109–116.

Chen L., Hoff S.J., Koziel J.A., Cai L., Zelle B., Sun G.,2008. Performance evaluation of a wood chip-based biofilter using solid-phase microextraction and gas chromatography-mass spectrometry-olfactometry. *Bioresource Technology* 99, 7767–7780.

Delgado-Rodriguez M., Ruiz-Montoya M., Giraldez I., López R., Maejón E., Díaz M.J., 2012. Use of electronic nose and GC-MS in detection and monitoring some VOC. *Atmospheric Environment* 51, 278-285.

Directive 1999/13/CE relative to the reduction of volatile organic compounds due to the use of organic solvents in some activities and plants, *Official Journal of the European Communities* 85.

EN 13725, 2003. Air Quality – Determination of Odour Concentration by Dynamic Olfactometry. Comité Européen de Normalisation, Brussels.

Harreveld T.V. and Jones N., 2002. Review of odour control technologies in Mushroom compost production. Commissioned by the Environmental Protection Agency (Ireland).

Hartikainen T., Ruuskanen J., Vanhatalo M., Martikainen P., 1996. Removal of ammonia from air by a peat biofilter. *Environmental Technology* 17, 45–53.

Hort C., Gracy S., Platel V., Moynault L., 2009. Evaluation of sewage sludge and yard waste compost as a biofilter media for the removal of ammonia and volatile organic sulfur compounds (VOSCs), *Chemical Engineering Journal* 152, 44-53.

ISO 10780: 1994. Stationary Source emissions - Measurement of velocity and volume flow rate of gas streams in ducts.

Mao I.F., Tsai C.J., Shen S.H., Lin T.F., Chen W.K., Chen M.L., 2006. Critical components of odours in evaluating the performance of food waste composting plants. *Science of the Total Environment* 370, 323–329.

Nagata Y., 2013. Measurement of Odour Threshold by Triangle Odour Bag Method. Japan Environmental Sanitation Center. <http://www.env.go.jp/eu/air/odour/measure/>

Netherlands Emissions Guideline (NeR), 2003. Compost production from household organic waste. Chapter 3.3. G4.

Nicell J.A. 2009. Assessment and regulation of odour impacts. *Atmospheric Environment* 43, 196-206.

Nicolai R.E., Clanton C.J., Janni K.A., Malzer G.L., 2006. Ammonia removal during biofiltration as affected by inlet air temperature and media moisture content. *Transactions of the ASABE* 49, 1125–1138.

Nicolai R.E., Janni K.A., 2001. Biofilter media mixture ratio of wood chips and compost treating swine odours, *Water Science and Technology* 44, 261–267.

Pagans E., Font X., Sanchez A., 2006. Emission of volatile organic compounds from composting of different solid wastes: Abatement by biofiltration. *Journal of Hazardous Materials* 131, 179–186.



Pagans E., Font X., Sánchez A., 2007. Coupling composting and biofiltration for ammonia and volatile organic compounds removal. *Biosystems Engineering* 97,491-500.

Pierucci P., Porazzi E., Martinez M.P., Adani F., Carati C., Rubino F.M., Colombi A., Calcaterra E., Rappert S., Müller R., 2005. Microbial degradation of selected odoroussubstances. *Waste Management* 25, 940-954.

Scaglia B., Orzi V., Artola A., Font X., Davoli E., Sanchez A., Adani F., 2011. Odours and volatile organic compounds emitted from municipal solid waste at different stage of decomposition and relationship with biological stability. *Bioresource Technology* 102, 4638-4645.

Van Groenetijn J.W., Kraakman N.J.R., 2005. Recent developments in biological waste gas purification in Europe, *Chemical Engineering Journal* 113, 85-91.

Vera L., Pagans E., Domingues R., Van Harreveld A., 2012. Evaluación de la capacidad de un sistema TD-GCO-TOFMS en el análisis de muestras de aire. I Conferencia sobre olores en el medio ambiente, Madrid ([www.olores.org](http://www.olores.org)).

## ***CONCLUSIONES / CONCLUSIONS***

---

## CONCLUSIONES

Los resultados obtenidos en este estudio ponen de manifiesto la importancia de la contaminación odorífera en la gestión de residuos orgánicos y, en concreto, durante el proceso de compostaje de los mismos. Esta importancia demanda el establecimiento de normativa a nivel europeo menos difusa, más exigente y con carácter sancionador, que fomente el establecimiento de medidas preventivas, correctoras y de minimización de emisiones de olor.

En cuanto a las metodologías utilizadas en este estudio para el análisis de las emisiones de olor generadas durante el compostaje, cabe concluir que:

1. La olfatometría dinámica es la técnica estándar establecida por la normativa EN-13725:2003 para determinar la concentración de olor ( $ou_E/m^3$ ) de una muestra. Si bien, la olfatometría dinámica es una técnica que se encuentra condicionada por la subjetividad de percepción de olor de los panelistas cualificados que participan en el análisis de una muestra, los resultados obtenidos a lo largo de este estudio muestran que es una técnica adecuada y viable para el seguimiento de procesos de compostaje debido a las correlaciones encontradas entre la concentración de olor de las emisiones del proceso, la actividad microbiológica del material compostable y variables físico-químicas de seguimiento del proceso.

2. Una vez determinada la concentración de olor de un foco de emisión mediante olfatometría dinámica, la aplicación de modelos de dispersión permite predecir el impacto odorífero de dichas emisiones sobre poblaciones colindantes.

3. Para analizar en profundidad los compuestos volátiles responsables del olor de las emisiones, la olfatometría dinámica debe ser complementada con el uso de cromatografía de gases-espectrometría de masas (GC-MS) que permite determinar la composición química de una muestra gaseosa. Cabe destacar que no existe una correlación lineal entre la concentración de olor ( $ou_E/m^3$ ) y la concentración total de compuestos orgánicos volátiles (COVs) de una muestra, ya que no todas las familias de compuestos contribuyen de igual forma al olor de una muestra. Por otro lado, la utilización de la técnica GC-TOFMS ha permitido determinar compuestos químicos en términos de partes por trillón (ppt), permitiendo un análisis mucho más sensible de la composición de la muestra.

4. Aunque las narices electrónicas se encuentran limitadas por la sensibilidad de los sensores que las constituyen a determinadas familias de compuestos, permiten realizar un seguimiento de las emisiones de un proceso a tiempo real. En este estudio, su utilización ha permitido detectar situaciones anómalas durante el proceso de compostaje como elevadas emisiones de compuestos durante el volteo de pilas de compostaje o elevadas emisiones de olor en periodos de mayor actividad microbológica.

En cuanto a las emisiones de olor, según el sistema de compostaje evaluado en este estudio, cabe concluir que:

1. Se consigue una notable minimización de las emisiones de olor durante la gestión de residuos orgánicos cuando el proceso de compostaje se lleva a cabo en sistemas cerrados o semi-cerrados, frente a la utilización de sistemas abiertos. Esto es debido, en primer lugar, a que los sistemas cerrados permiten realizar un control y seguimiento del proceso de compostaje más exhaustivo, lo cual se ha demostrado que tiene una estrecha

relación con la generación de emisiones de olor y, en segundo lugar, a que estos sistemas suelen estar dotados de un sistema de biofiltración para el tratamiento de dichas emisiones, minimizando así su emisión a la atmósfera.

2. Los sistemas de biofiltración son uno de los más ampliamente utilizados a nivel industrial para el tratamiento de las emisiones de olor, sin embargo, el estudio realizado en colaboración con la empresa Odournet S.L (*Bloque II*), muestra la falta de conciencia en cuanto a la necesidad de mantenimiento de estos sistemas. Los resultados muestran que el tiempo de vida de un biofiltro se incrementa controlando que las cargas de olor a las que se someta el biofiltro no excedan su capacidad de tratamiento y manteniendo unas condiciones del relleno del mismo que favorezcan el mantenimiento y proliferación de la población microbiana, responsable de la degradación de compuestos olorosos.

Finalmente, cabe destacar que los trabajos desarrollados en este estudio contribuyen a una mejora en las actividades de prevención, gestión y eliminación de las emisiones de olor asociadas al compostaje de residuos orgánicos, minimizando así las molestias que dichas emisiones generan sobre la sociedad.



## CONCLUSIONS

The results obtained in this study highlight the importance of controlling odour emissions in organic waste management, particularly during the composting process of these wastes. Accordingly, stricter and less vague regulations of a punitive nature that promote measures for the prevention, correction and minimization of odour emissions are needed in Europe.

As regards the methods used in this study for the analysis of odour emissions generated during composting, it is concluded that:

1. Dynamic olfactometry is the standard technique established by regulation EN-1372:2003 for determining the odour concentration ( $ou_E/m^3$ ) of a sample. While dynamic olfactometry is a technique conditioned by the subjectivity of odour perception by skilled panellists who test samples, the results obtained in this study show that it is a suitable and viable technique for monitoring composting processes due to the correlations found between the concentration of odour emissions during the process, the microbiological activity of compostable material, and the physicochemical variables used to monitor the process.
2. Once the odour concentration of an odour source is determined by dynamic olfactometry, the use of dispersion modelling allows predicting the odour impact of these emissions on surrounding populations.
3. For an in-depth analysis of the volatile compounds responsible for odour emissions, dynamic olfactometry must be supplemented with the use of gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS) to determine the chemical composition of a gaseous sample. Note that there is no linear correlation

between the odour concentration ( $ou_E/m^3$ ) and the total concentration of volatile organic compounds (VOCs) in a sample since all families of compounds do not contribute equally to the odour of a sample. Furthermore, the use of the GC-TOFMS technique has permitted identifying chemical compounds in parts per trillion (ppt), thus allowing the composition of the sample to be analysed in a much more sensitive manner.

4. Although electronic noses have limitations due to the sensitivity of the sensors to certain families of compounds, they permit the emissions of a process to be monitored in real time. The use of electronic noses in this study has permitted detecting abnormal situations during the composting process such as high emissions of compounds during compost pile turning or high odour emissions during periods of increased microbiological activity.

As regards the odour emissions of the composting system evaluated in this study, it is concluded that:

1. Odour emissions generated during organic waste management are considerably lower when the composting process is carried out in closed or semi-closed systems versus open systems. This is due, first, to the fact that the composting process can be controlled and monitored in a more exhaustive manner in closed systems, which has been shown to have a close relationship with the generation of odour emissions. And, second, these systems are usually equipped with a biofiltration system for the treatment of such emissions, thus minimizing the emission of these odours to the atmosphere.



2. Biofiltration systems are one of the most widely used systems in industry to treat odour emissions. However, this study, which was conducted in collaboration with the Odournet SL company, has shown that there is a lack of awareness regarding the maintenance of these systems. The results show that the lifetime of a biofilter increases when the odour loads to which the biofilter is subjected do not exceed its treatment capacity, and the loading conditions favour the maintenance and proliferation of the microbial population responsible for the degradation of odorous compounds.

Finally, it is important to note that the works carried out in this study contribute to improving measures aimed at the prevention, management and elimination of odour emissions associated with organic waste composting by minimizing the nuisances that these emissions cause to society.



***NOMENCLATURA / NOMENCLATURE***

---

**NOMENCLATURA / NOMENCLATURE**

$\sigma$	Standard deviation
$\sigma_y, \sigma_z$	Pasquill dispersion coefficients
<b>A</b>	Area
$a_i$	Mathematical coefficients
<b>amu</b>	Atomic mass unit
<b>atm</b>	Standard atmospheres
<b>C/N</b>	Carbon / Nitrogen
<b>C<sub>Toc</sub></b>	Total organic carbon
<b>D</b>	Diameter
<b>DRI</b>	Dynamic respiration index
<b>E-nose</b>	Electronic nose
<b>EPD</b>	Pre-dilution device
<b>GC-MS</b>	Gas chromatography-mass spectrometry
<b>GC-TOFMS</b>	Gas chromatography-Time of Flight- Mass spectrometry
<b>m</b>	Odour concentration expected
<b>MSW</b>	Municipal solid waste
<b>NMOC</b>	Non-methane organic compounds

<b><math>N_{NH_4^+}</math></b>	Ammoniacal nitrogen
<b><math>N_{TKN}</math></b>	Total Kjeldahl nitrogen
<b><math>OD_{20}</math></b>	Cumulative oxygen demand at 20 hours
<b>OER</b>	Odour emissions rate
<b>OFMSW</b>	Organic fraction of municipal solid waste
<b>OM</b>	Organic matter
<b><math>ou_E/m^3</math></b>	European odour units per cubic meter
<b>OXC</b>	Oxidable organic carbon
<b>PCA</b>	Principal components analysis
<b>PLS</b>	Partial least-squares regression
<b>P-P<sub>2</sub>O<sub>5</sub></b>	Phosphorous content as phosphorous pentoxide
<b>ppb</b>	Parts per trillion
<b>ppt</b>	Parts per billion
<b><math>Q_{air}</math></b>	Air flow
<b>Re</b>	Reynolds number
<b>RI</b>	Respiration index
<b>RMSEP</b>	The root mean square error of prediction
<b>rpm</b>	Revolution per minute

<b>SOER</b>	Specific odour emissions rate
<b>SOER</b>	Specific odour emissions rate
<b>SOUR</b>	Specific oxygen uptake rate
<b>STP</b>	Standard temperature and pressure (0°C and 1atm)
<b>t</b>	The Student's <i>t</i> -factor
<b>u</b>	Velocity
<b>VOCs</b>	Volatile organic compounds
<b>VS</b>	Volatile solids
<b>W/W</b>	Weight / weight ratio
<b><math>x_i</math></b>	The weighted value of the concentration of each family of VOCs
<b><math>y_w</math></b>	Mean odour concentration of the test results
<b><math>y_{est}</math></b>	Estimated odour concentration
<b><math>\mu</math></b>	Dynamic viscosity
<b><math>\rho</math></b>	Density
<b>Sr</b>	Repeatability standard deviation of the olfactometric laboratory



***PRODUCCIÓN CIENTÍFICA DE LA TESIS DOCTORAL***  
***SCIENTIFIC PRODUCTION OF THE PhD THESIS***

---



## ARTÍCULOS DE INVESTIGACIÓN / RESEARCH ARTICLES

1. M. C. Gutierrez, A. Serrano, M. A. Martín, A. F. Chica. **Odour in composting processes at pilot scale: Monitoring and Biofiltration.** Environmental technology (Under review).
2. M. C. Gutierrez, M. A. Martín, A. F. Chica. **Dynamic olfactometry for monitoring the aerobic stabilization of organic waste.** Waste Management (*Under review*).
3. A. Serrano, J.A. Siles, M.C. Gutiérrez & M.A. Martín. **Optimization of anaerobic co-digestion of strawberry and fish waste.** Biomass and bioenergy (*Under review*).
4. M. C. Gutiérrez, M. A. Martín, A. F. Chica, 2013. **Usual variables and odour concentration to evaluate composting process and odour impact.** Environmental technology. DOI:10.1080/09593330.2013.846941 (*Received 18 April 2013; accepted 16 September 2013*).
5. M. C. Gutierrez, A. F. Chica, M. A. Martín and A.C. Romain, 2013. **Compost Pile Monitoring Using Different Approaches: GC-MS, E-nose and Dynamic Olfactometry.** Waste and Biomass Valorization 4, 1-11 (No indexada).
6. J.A. Siles, M.C. Gutiérrez, M.A. Martín\* and A. Martín, 2011. **Physical-chemical and biomethanization treatments of wastewater from biodiesel manufacturing.** Bioresource Technology 102, 6348-6350.
7. Berrios M., Gutiérrez M.C., Martín M.A., Martín A., 2010. **Obtaining from spanish used frying oils: issues in meeting the EN 14214 standard.** Biomass & Bioenergy 34, 312-318.

8. Gutiérrez Martín, M. C.; Corredera Espejo, A.B.; Chica Pérez, A. F.; Rosal Raya, A.; Martín Santos, M.A.; Dios Pérez, M.; Arcos Mora, M.A.; Siles López, J.A.; Martín Martín, A., 2010. **La disminución del contenido metálico en el proceso de compostaje de residuos sólidos urbanos es factible** (ISBN 978-84-7993-099-8). Universidad Internacional de Andalucía, Sevilla.

9. Berrios, M.; Gutiérrez, M.C.; Martín, M.A.; Martín, A., 2009. **Application of the factorial design of experiments to biodiesel production from lard**. Fuel Processing Technology 90, 1447-1451.

## **PARTICIPACIÓN EN CONGRESOS / CONGRESS CONTRIBUTIONS**

### **Comunicaciones orales / Oral communications**

1. M.C. Gutiérrez, I. González, M.A. Martín, A.F. Chica. **Compostaje de restos agrícolas de cultivos alimentarios**. VII Congreso Ciencia y Tecnología de los alimentos, 12,13 y 14 de Junio de 2013. Córdoba (España).

2. M.C. Gutiérrez, J.A. Siles, A.F. Chica, M.A. Martín. **Oleínas derivadas del refino físico de aceite de oliva: Cinética de la generación de biofuel y recuperación de escualeno**. VII Congreso Ciencia y Tecnología de los alimentos, 12,13 y 14 de Junio de 2013. Córdoba (España).

3. A.F. Chica y M.C. Gutiérrez. **Principles and procedures of composting process**. Third Mediterranean Workshop on Organic Waste Recovery, Biomass and Renewable Energy, 5-8 de Febrero de 2013. Marrakech (Morocco).

4. M.C. Gutiérrez, M.A. Martín, M. Dios, J.A Siles y A.F. Chica. **Monitorización de pilas de compostaje con olfatometría dinámica.** III Jornadas de la red española de compostaje, 26-29 de Junio de 2012. Santiago de Compostela (Galicia, España).
5. M.C. Gutiérrez, A.F. Chica and A.C. Romain. **Compost pile monitoring with GC-MS, e-nose and olfactometry: comparison of different approaches.** The 8<sup>th</sup> International Conference ORBIT 2012 , 12-14 de Junio 2012. Rennes (Francia).
6. J.A. Siles, M.C. Gutiérrez, F. Vargas, A.F. Chica, M.A. Martín. **Integral valorisation of waste orange peel with different technologies.** 1<sup>st</sup> International Congress on water, waste and energy management, 23-25 de Mayo, 2012. Salamanca (España).
7. M.A. Martín, M.C. Gutiérrez, F. Vargas, A. Serrano, A.F. Chica, J.A. Siles. **Composting valorisation of waste orange peel.** IMAW 1st International Workshop, 5-8 de junio 2012. Santarem (Portugal).
8. María del Carmen Gutiérrez Martín. **Determinación y control de olores en la gestión de residuos municipales.** I Congreso Científico de Investigadores en Formación de la Universidad de Córdoba, 8-9 de Mayo de 2012. Córdoba (España).
9. J.A. Siles, Gutiérrez M.C, Martín M.A and Martín A. Combined physical-chemical and biomethanization treatment of wastewater derived from biodiesel manufacturing. International Conference Water and Industry, 1-4 Mayo de 2011. Valladolid (España).

#### **Contribuciones en forma de póster / Poster contributions**

1. M.C. Gutiérrez, A. serrano, J.A. siles, M.A. Martín, A.F. Chica. **Odour concentration as monitoring variable of composting process.** XXXIV reunión bienal

de la real sociedad española de química, 15-18 de septiembre de 2013. Santander (España).

2. M.C. Gutiérrez, A.F. Chica and A.C. Romain. **Monitorización de pilas de compostaje con la utilización de GC-MS, nariz electrónica y olfatometría dinámica.**

III Jornadas de la red española de compostaje, 26-29 de Junio de 2012. Santiago de Compostela (Galicia, España).

3. M.C. Gutiérrez, M.A. Martín, M. Dios, J.A. Siles, A.F. Chica. **Monitorization of composting piles by Dynamic Olfactometry.** ANQUE-ICCE2012 International

Congress on Chemical Engineering, 24-27 de Junio, 2012. Sevilla (España).

4. M.C. Gutiérrez, M. Dios, I. Bellido, M.A. Martín and A.F. Chica. **Odour as monitoring parameter for composting processes.** 12<sup>th</sup> Mediterranean Congress of

Chemical Engineering, 18 de noviembre de 2011. Barcelona (España).

5. M.C. Gutiérrez, J.A. Siles, M. Berrios, M.A Martín and A. Martín. **Modelling the squalene recovery by esterification of waste derived from the physical refining of**

**olive oil.** 12<sup>th</sup> Mediterranean Congress of Chemical Engineering, 18 de noviembre de 2011. Barcelona (España).

6. F. Vargas, M.C. Gutiérrez, A.F. Chica, J.A. Siles, M.A. Martín. **Orange peel valorization by co-composting.** 12<sup>th</sup> Mediterranean Congress of Chemical

Engineering, 18 de noviembre de 2011. Barcelona (España).

7. Gutiérrez MC, Berrios M., Chica A.F, Martín M.A, Martín A. **Residual lard fat: a good alternative as biodiesel raw material.** 14th Ramiran International Conference.

12-15 Septiembre 2010. Lisboa (Portugal).

8. Dios Pérez, M.; Gutiérrez Martín, M.C.; Corredera Espejo, A.B.; Vargas González, F.; Chica Pérez A.F. **Physical, chemical and biological characterization of biofilters for treatment of gas emissions in industrial plants.** 14th Ramiran International Conference, 12-15 Septiembre 2010, Lisboa (Portugal).
9. Siles J.A, Berrios M., Gutiérrez M.C., Martín M.A. and Martín A. **Biodiesel biorefinery from used cooking oils.** 19<sup>th</sup> International congress of Chemical and Process Engineering, 7<sup>th</sup> European Congress of Chemical Engineering ECCE-7. 28 de Agosto al 1 septiembre de 2010. CHISA (Francia).
10. Berrios M, Gutiérrez MC, Martín MA, Chica AF and Martín A. **Biodiesel production from used frying oils in a closed system.** 19<sup>th</sup> International congress of Chemical and Process Engineering, 7<sup>th</sup> European Congress of Chemical Engineering ECCE-7. 28 de Agosto al 1 septiembre de 2010. CHISA (Francia).
11. Manuel Dios Pérez, M<sup>a</sup> Carmen Gutiérrez Martín, Ana Belén Corredera Espejo, Arturo F. Chica Pérez. **Tratamiento de olores mediante biofiltración. Determinación de las propiedades de diferentes biofiltros industriales.** II Jornadas de la Red Española de Compostaje. Junio 2010. Burgos-Palencia (España).
12. Berrios M., Siles, J.A., Gutiérrez M.C., Martín M.A., Martín A. **Biorefinery of biodiesel from used frying oil.** COST Action CM0903 (UBIOCHEM), Mayo, 2010. Córdoba (España).

#### **Colaboraciones en el comité científico organizador**

1. **Third Mediterranean Workshop on Organic Waste Recovery, Biomass and Renewable Energy,** 5-8 de Febrero de 2013. Marrakech (Morocco).

2. I Congreso Científico de Investigadores en Formación de la Universidad de Córdoba, 8-9 de Mayo de 2012. Córdoba (España).

3. Third International Conference on Acetic Acid Bacteria. Vinegar and other products, 8-9 de Mayo de 2012. Córdoba (España).

4. The first Mediterranean workshop on organic waste recovery, biomass and renewable energy, 13-15 de diciembre de 2010, Kenitra (Morocco).

## **PREMIOS**

1. Premio a la mejor comunicación en la rama INGENIERÍA Y TECNOLOGÍA con la comunicación que lleva por título **“Determinación y control de olores en la gestión de los residuos municipales”**. II Congreso científico de investigadores en formación de la universidad de Córdoba. Mayo de 2012.

2. Premio al mejor trabajo científico sobre tratamiento de residuos sólidos urbanos al trabajo denominado **“La disminución del contenido metálico en el proceso de compostaje de residuos sólidos urbanos es factible”**. UNIA-RESUR 2009.

3. Premio a la transferencia del conocimiento a la empresa con el proyecto denominado **“Una tecnología sostenible para el tratamiento de residuos agroindustriales: la digestión anaerobia”**. Julio de 2009.