PROCESS OPTIMIZATION AND PILOT SCALE TESTING OF ALGAL BIOMETHANATION INTEGRATED WITH WASTEWATER TREATMENT

PUSHPENDAR KUMAR

CENTRE FOR RURAL DEVELOPMENT & TECHNOLOGY

INDIAN INSTITUTE OF TECHNOLOGY DELHI

MAY 2018

PROCESS OPTIMIZATION AND PILOT SCALE TESTING OF ALGAL BIOMETHANATION INTEGRATED WITH WASTEWATER TREATMENT

by

PUSHPENDAR KUMAR

Centre for Rural Development and Technology

Submitted

In fulfillment of the requirements of the degree of Doctor of Philosophy

to the

INDIAN INSTITUTE OF TECHNOLOGY DELHI

MAY 2018

Dedicated to My Parents…..

CERTIFICATE

This is to certify that the thesis entitled "**PROCESS OPTIMIZATION AND PILOT SCALE TESTING OF ALGAL BIOMETHANATION INTEGRATED WITH WASTEWATER TREATMENT**" being submitted by **Mr. Pushpendar Kumar** to the Indian Institute of Technology Delhi for the award of "**Doctor of Philosophy**" is a record of bonafide research work carried out by him. He has worked under our guidance and supervision and has fulfilled the requirements for submission of this thesis. To the best of our knowledge the results contained in this thesis have not been submitted in part or full to any other university or institute for award of any degree or diploma.

Dr. Anushree Malik
Professor
Centre for Rural Development & Technology
Indian Institute of Technology Delhi
New Delhi- 110016

Dr. Virendra K Vijay
Professor
Centre for Rural Development & Technology
Indian Institute of Technology Delhi
New Delhi- 110016

Dr. Sanjeev Kumar Prajapati
Assistant Professor
Department of Chemical and Biochemical Engineering
Indian Institute of Technology, Patna

ACKNOWLEDGEMENTS

First and foremost, I acknowledge The Almighty whose presence and support helped me use this opportunity to the fullest.

It is a pleasurable opportunity to thank everyone who has helped me during the course of my PhD. I would like to thank my supervisors ***Prof. Anushree Malik, Prof. V.K. Vijay (Centre for Rural Development & Technology)*** *and* ***Dr. Sanjeev Kumar Prajapati*** *(Dept. of Chemical and Biochemical Engineering, IIT Patna) for their time and valuable suggestions for which I shall be ever grateful.*

I also express my gratitude to my SRC members, Prof. Satyawati Sharma, Prof. S.N. Naik, Prof. Hitenrdra K. Malik (Dept. of Physics, IITD), Dr. Neelam Patel (IARI) and other faculty members of CRDT for their useful feedback and comments during the course of my research from time to time. I would like to thank all staff and supporting members of CRDT for making this a wonderful experience and incredible time.

I would also like to thank Dr. Amit Kumar Tyagi (MD Anderson Cancer Center, Houston, USA), Dr. Ravindar Kumar (Dept. of Physics, JVC Baraut) and Dr. Sukhmander Singh (Dept. of Physics, Central University of Rajasthan) for their moral support and kind encouragement.

I wish to acknowledge my lab mates, Mr. Arghya Bhattacharya, Mr. Deepak Gola, Dr. Poonam Chaudhary, Mr. Saptarshi Dey, Mr. Rahul Jain, Mr. Saurabh Samuchiwal, Mr. Vivek Dalvi, Ms. Farat Bano, Ms. Farah Naaz, Ms. Shweta Kalia, Ms. Harshita Nigam, Mr. Sumit Pal and Mr. Manish for extending their help during the period of experimentation and thesis preparation. I would also like to acknowledge my seniors Dr. Nitin Chauhan, Dr. Prachi Kaushik, Dr. Pushap Chawla, Dr. Peeyush Kumar, Dr. Sapna Mishra and Dr. Abhishek Mishra for *appropriate ideas, help and good humor. I would like to thank Mr. Vinod Kumar and Mr. Sabal Singh for their kind help and co-operation throughout my journey as a research scholar at CRDT. I thankfully acknowledge the members of Biogas Lab, CRDT and Wastewater treatment Lab, DBEB for providing the help and guidance in instrumentation to conduct gas chromatography studies.*

Lastly, I would like to thank my parents, my family members and friends for their love and support. I am truly grateful…

Pushpendar Kumar

ABSTRACT

The commercial potential of algae mediated wastewater treatment and biofuel production technologies is impaired by expensive cultivation systems, low biomass productivity and complex biomass to biofuel conversion routes. The major bottleneck can be overcome by focusing on abundantly occurring natural consortia and selecting simpler, low energy intensive conversion routes. It was hypothesized that the feasibility and energy balance of the algal biomethanation process may be improved through systematic and serious attempts on anaerobic digestion of naturally grown algal biomass, its co-digestion with a suitable carbon rich co-substrate and further process optimization through innovative interventions including identification of suitable inoculum and optimization of volatile solid (VS) loading/digestion time for algal digestion.

In view of the above, the present work was aimed at exploring the wastewater treatment and biomethanation potential of naturally occurring algal consortia designated as HL (collected from eutrophied Hauz Khas lake) through small scale batch studies followed by the pilot level scale up of the cultivation system. Further, sequential optimization of inoculum, co-substrate and VS loading rate was attempted in order to enhance the biomethanation of waste algal biomass. Subsequently, the effect of seasonal variation on biomass productivity (in Hauz Khas lake) and biomethanation in a pilot anaerobic digester (using selected inoculum and co-substrate) was studied over a period of one year to evaluate the practical feasibility of such integrations.

To begin with, the native algal consortia, dominating the nearby Hauz Khas lake was obtained and evaluated for wastewater treatment potential. The dominating algal species in the collected algal consortium were *Chlorella* sp., *Merismopedia* sp., *Closteriopsis* sp. and *Scenedesmus* sp. The consortium grew well in standard media as well as in different wastewaters. Highest biomass productivity (1.25±0.28 g. L^{-1}) and nutrient removal was achieved in contaminated and nutrient rich grey water. Subsequently, the process was scaled up in open ponds raceway (800 L). The algal consortium was efficient for the continuous treatment of drainage channel wastewater (DCWW) below discharge limits along with the production of biomass with an average concentration up to 0.68±0.05 g. L^{-1}. The algal biomass produced during wastewater treatment was rich in lipid (45.87% TS) with an estimated theoretical methane potential of 741 mL. CH_4 g^{-1}. VS. However, experimental cumulative yield was up to 277.30 mL. CH_4 g^{-1}. VS_{fed}, observed during 30 d anaerobic digestion of algal biomass due to low digestibility (38%) of the

algal biomass with only 44% volatile solid reduction. Overall, the tested consortium had good potential for wastewater treatment coupled with substantial biomass production. However, further attempts must be done to improve the methane yield and digestibility of the tested algal biomass.

Next, sequential optimization of inoculum, co-substrate and VS loading rate was conducted to enhance biomethanation of algal biomass collected from eutrophied Hauz Khas lake. Higher methane yield (279 mL. g^{-1}.VS_{fed}) was observed using inoculum from algae-cattle dung based biogas plant compared to 170 – 200 mL. g^{-1}. VS_{fed} using other inocula (from sewage sludge, Jatropha/ Karanja cake and cattle dung based plant). Biomethane yield was further enhanced (312 mL. g^{-1}.VS_{fed}) by co-digestion with cattle dung (HL+CD) as compared to 282 mL. g^{-1}. VS_{fed} for HL+WAS (waste activated sludge). Further, VS loading of 5 g. VS. L^{-1} gave highest methane yield of 315 mL. g^{-1}. VS_{fed} while a decrease (240 and 224 mL. g^{-1}. VS_{fed}) was observed at 10 and 15 g. VS. L^{-1}, respectively.

To ensure the practical feasibility of the proposed integration, Hauz Khas lake water parameters and algal biomass productivity were studied over a duration of one year (January to December, 2015). Highest nutrient load in Hauz Khas lake water was observed in the month of August and November. The highest algal biomass productivity was observed in the months of April and November. The annual algal biomass productivity was 2.06±0.21 g. L^{-1}. Pilot-scale anaerobic digester (≈ 0.5 m^3) was installed for performance evaluation of algal biomass-cattle dung (1:1) co-digestion feedstock for a period of nearly one year from July 2014 to September 2015. The inoculum, co-substrate and VS loading were selected based on batch scale optimization results. The average yield of methane was estimated to be 0.6 - 0.8 m^3 methane m^{-3} digester d^{-1} during summer season while it ranged from 0.5 – 0.6 m^3 methane m^{-3} digester d^{-1} during winters. The methane content was found to be in the range of 51-60%. Monthly estimation of various wastewater parameters viz., pH, total alkalinity, total volatile fatty acids (TVFA) and ammonia nitrogen (NH_4-N) indicated the long term stability of the pilot scale process. This study established the feasibility of utilizing wastewater grown native algal consortia for year round biogas production.

(ABSTRACT) साराशं

शैवाल का वााणिज्यिक उत्पादन और अपशिष्ट जल उपचार एवं कम बायोमास उत्पादकता और जैव ईधन में रूपान्तरण के लिए एक जटिल प्रक्रिया है। बहुसंख्यक प्राकृतिकीय उत्पन शैवाल के बायोमास पर ध्यान केन्द्रित करके कम ऊर्जा गहन रूपान्तरण मार्गो के चयन से प्रमुख अवरोध को दूर किया जा सकता है। यह अनुमान लगाया गया है कि शैवाल के जैव मेथेनेशन प्रकिया की औचित्य और ऊर्जा संतुलन प्राकृतिक रूप से विकसित शैवालवीय बायोमास के अवायवीय पाचन पर व्यवस्थित और महत्वपूर्ण प्रयासो के माध्यम से उचित कार्बन युक्त सह सब्सट्रेट (Co-substrate) सहपाचन (Codigestion) और शैवाल पाचन के लिए उपयुक्त इनोकुल्म (Inoculum) की पहचान और वाष्शील ठोस (Volatile solid) का भारण (loading) / पाचन समय (Digestion time) के प्रगतिशील मध्यवर्ती के माध्यम से आगे की प्रक्रिया में सुधार किया जा सकता है।

उपरोक्त के मद्वेनजर, वर्तमान कार्य का उद्वेश्य अपशिष्ट जल उपचार और प्राकृतिक रूप से उत्पन्न होने वाला शैवाल संकाय को जैव मेथेनेशन की सामर्थ्य को तलाशने के उद्वेश्य से किया था जिसे हौज खास यूट्रोफाइड बायोमास के रूप में नामित को छोटे स्तर के अध्ययन और उच्चतर स्तर के शैवाल उत्पादन के लिए लिया गया था इसके अलावा, अपशिष्ट शैवाल बायोमास से जैव मेथेनेशन को बढाने के लिए इनोकुल्म, सह सब्सट्रेट और वी एस भारण दर का क्रमबद्ध अनुकूलन का प्रयास किया गया है। इसके पश्चात, हौज खास झील में बायोमास उत्पादकता और जैव मेथेनेशन मौसमी परिवर्तन के प्रभाव (चयनित इनोकुल्म और सह सब्सट्रेट का प्रयोग करके) का एक वर्ष की अवधि तक इस तरह के एकीकरण के व्यवाहरिक सम्भाव्यता का मुल्यांकन एंव अध्ययन किया गया।

प्रारम्भ में, अपशिष्ट जल उपचारण के लिए पास के हौज खास झील पर प्रभुत्व रखने वाली स्वभाविक उत्पादित शैवालीय संकाय का प्रयोग किया गया एकत्र शैवालीय संकाय में प्रभुत्व रखने वाली प्रजातियां क्लोरेला जाति, मेरिस्मोपिडिया जाति, क्लोस्टेरियोप्सिस जाति और स्केन्डेसमस जाति हैं। मानक मीडिया (Standard media) और विभिन्न अपशिष्ट जल में शैवालीय संकाय का उत्पादन अच्छा रहा। उच्चतम बायोमास उत्पादकता (1.25 ± 0.28 g L^{-1}) और पोषक तत्व निष्कासन अपशिष्ट जल में प्राप्त हुई। ततपश्चात, इस प्रक्रिया को खुले तालाब (open ponds raceway, 800 L) में बढाया गया शैवालीय संकाय बायोमास उत्पादन (0.68 ± 0.05 g L^{-1}) के साथ–2 जल निकासी चैनल अपशिष्ट जल (Drainage channel wastewater, DCWW) के निरंतर उपचार के लिए कुशल था। अपशिष्ट जल उपचारण के दौरान उत्पादित शैवाल बायोमास में अधिक वसा युक्त (45.87% TS) और अनुमानित सैद्धान्तिक मीथेन क्षमता 741 mL CH_4 g^{-1} VS थी। हालाकि, 30 दिन के अवायवीय पाचन के द्वारा प्रायोगिक संचिय उत्पन्न मीथेन 277.30 mL CH_4 g^{-1} VS देखा गया जो कि शैवालीय बायोमास के कम पाचन शक्ति (38%) और केवल 44% वाष्शील ठोस में कमी के कारण प्राप्त हुई। सामान्यत, परीक्षण किये गये शैवालीय संकाय बायोमास

में पर्याप्त बायोमास उत्पादन के साथ अपशिष्ट जल उपचारण के लिए अच्छी संभावना थी। हालाकि, परीक्षण किये गये शैवाल के बायोमास से मीथेन उत्पादन और पाचन क्षमता में सुधार के लिए आगे प्रयास किए जाने चाहिए।

इसके बाद, यूट्रोफाइड हौज खास झील से एकत्रित शैवाल बायोमास के जैव मेथेनेशन को बढाने के लिए इनोकुल्म, सह सब्सट्रेट और वाष्श्शील ठोस भारण दर का अनुक्रमिक अनुकूलन किया गया। उच्चतम मीथेन उत्पादन (279 mL. $g^{-1}.VS_{fed}$) शैवाल और पशु गोबर आधारित बायोगैस संयंत्र से इनोकुल्म उपयोग करते हुए देखा गया था जो कि अन्य प्रकार के इनोकुला (Inocula) (सीवेज गाद/जटरोफा/करंजा केक और गौबर आधारित संयंत्र) का उपयोग करके मीथेन उत्पादन 170 – 200 mL. $g^{-1}.VS_{fed}$ प्राप्त किया गया था जैव मीथेन उत्पादन बढाने में हौज खास झील से एकत्रित शैवाल (HL) के साथ गौबर से मीथेन (312 mL. $g^{-1}.VS_{fed}$) और (सक्रिय कीचड़) की तुलना में जैव मीथेन (282 mL. $g^{-1}.VS_{fed}$) बढा हैं। इसके अलावा, 5 g VS. L^{-1} भारण से उच्चतम मीथेन उत्पादन 315 mL. $g^{-1}.VS_{fed}$ हो गया जबकि क्रमशः 10 और 15 g VS. L^{-1} पर (240 and 224 mL. $g^{-1}.VS_{fed}$) की कमी देखी गयी हैं।

प्रस्तावित एकीकरण की व्यवाहरिक व्यवहार्यता सुनिश्चित करने के लिए हौज खास झील के पानी में मापदण्डो और शैवाल बायोमास उत्पादकता का एक वर्ष (जनवरी से दिसंबर 2015) की अवधि तक अध्ययन किया गया हैं। जबकि अगस्त और नवंबर माह में हौज खास झील में सबसे ज्यादा पोषक तत्व भार देखा गया हैं और शैवाल बायोमास उत्पादकता अप्रैल और नवंबर माह में सर्वाधिक प्राप्त हुई और वार्षिक शैवाल बायोमास उत्पादकता 2.06±0.21 g L^{-1} थी जुलाई 2014 से सितम्बर 2015 एक वर्ष की अवधि के लिए पायलट स्केल (Pilot scale) अवायवीय पाचक (Anaerobic digester, ≈ 0.5 m^3) को शैवाल बायोमास व गौबर (1:1 ratio on the VS basis) सह पाचन फीडस्टोक के प्रदर्शन के मूल्याकंन के लिए स्थापित किया गया था बैच (batch) पैमानें अनुकूलन के परिणामों के द्वारा इनोकुल्म, सह सब्सट्रेट और वाष्शील ठोस भारण दर को चुना गया था गर्मीयों के दौरान मीथेन की औसत उत्पादकता 0.6 - 0.8 m^3 methane m^{-3} digester d^{-1} प्राप्त की गयी जबकि सर्दियों में 0.5 - 0.6 m^3 methane m^{-3} digester d^{-1} पायी गयी और मीथेन अवयव 51- 60 % की सीमा में पाया गया था। विभिन्न अपशिष्ट पदार्थो के मासिक आकलन जैसे पॉवोइर हाइड्रोजीन (pH), कुल क्षारीयता (total alkalinity), कुल वाष्पशील वसा अम्ल (total volatile fatty acids, TVFA) और अमोनिया नाइट्रोजन (ammonia nitrogen, NH_4-N) में पायलट स्केल की प्रक्रिया दीर्घकालिक स्थिता का संकेत दिया। इस अध्ययन के द्वारा वर्ष भर के बायोमास उत्पादन के लिए अपशिष्ट जल उत्पादक निकासी शैवाल संकाय का उपयोग करने की व्यवहार्यता की स्थापना की।

TABLE OF CONTENTS

CONTENTS **PAGE No.**

LIST OF FIGURES

LIST OF TABLES

ABBREVIATIONS

Accumulating volume reactor- AVR;

Anaerobic Digested Slurry- ADS;

Anaerobic granular sludge- AGS;

Biogas plant at sewage treatment plant (STP), Okhla Delhi- Ino.2;

Biomethane potential- BMP;

Brewery waste- BREW;

Cattle dung based biogas plant- Ino. 4;

Cattle dung- CD;

Chicken manure-CM;

Chlorophyll–a Chl-a;

Dry cell weight- DCW;

Differential interference contrast- DIC;

Digestate dairy manure-DM;

Digested slurry collected from algae-cattle dung based biogas plant- Ino. 1;

Dissolved oxygen- DO;

Drainage channel Wastewater- DCWW;

Electric conductivity- EC;

Energy crop waste-ENG;

Hauz Khas lake- HL;

High rate algal ponds-HRAP;

Hydraulic retention time- HRT;

Jatropha/ Karanja cake based biogas plant, CRDT, IIT Delhi- Ino. 3;

Mainly animal manure- MAN;

Municipal sludge- MS;

Organic biological waste-OBW;

Organic loading rate- OLR;

Paper mill sludge- PS;

Phosphate buffer saline- PBS;

Photobioreactor- PBR;

Relative Centrifugal Force- RCF;

Scanning electron microscopy- SEM;

Sewage Treatment Plant Effluent- STPE;

Sludge manure- SM;

Soluble Chemical Oxygen Demand- sCOD

Soluble chemical oxygen demand-sCOD;

Specific methanogenic activity- SMA;

Stoichiometric methane potential- SMP;

Theoretical chemical oxygen demand (COD_{th});

Theoretical methane potential- TMP;

Total Ammonical Nitrogen- TAN;

Total Chemical Oxygen Demand- tCOD;

Total Dissolved Phosphorus- TDP;

Total Dissolved Solids-TDS;

Total Suspended Solids- TSS;

Volatile fatty acids-VFAs;

Volatile Solid reduction- VSR;

Waste activated sludge- WAS;

Wastewater treatment plant-WWTP;