

(12) CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: a 2020 00695

(22) Data de depozit: 03/11/2020

(41) Data publicării cererii:
30/05/2022 BOPI nr. 5/2022

(71) Solicitant:
• INSTITUTUL NAȚIONAL DE CERCETARE
DEZVOLTARE PENTRU CHIMIE ȘI
PETROCHIMIE - ICECHIM BUCUREȘTI,
SPLAIUL INDEPENDENȚEI, NR.202,
SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO

(72) Inventatori:
• VELEA SANDA, STR. ZAMBILELOR NR.6,
BL.60, ET.2, AP.5, SECTOR 2, BUCUREȘTI,
B, RO;

• GALAN ANA-MARIA, ȘOS.SĂLAJ,
NR.349, BL.1, SC.1, AP.46, SECTOR 5,
BUCUREȘTI, B, RO;
• VASILIEVICI GABRIEL, STR.AZURULUI,
NR.3, BL.114A, SC.C, ET.8, AP.158,
SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO;
• PAULENCO ANCA, STR.SÂNDULEȘTI,
NR.1, BL.Z11, SC.1, ET.10, AP.66,
SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO

(54) PROCEDEU INTEGRAT BIOGAZ-MICROALGE ȘI
INSTALAȚIE PENTRU REALIZAREA ACESTUIA

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un procedeu integrat pentru producerea biogazului din microalge și la o instalație pentru realizarea acestuia. Procedeu conform invenției are următoarele etape:

1) prepararea substratului organic pentru alimentarea inițială și pentru alimentările periodice a digesterului, constituit din aceleași deșeuri ca și substratul inițial la care se adaugă biomasa microalgală epuizată și cantitatea de fitocatalizatori extrași din aceasta și măcinați umed până la o dimensiune a particulelor < 5 mm,

2) încărcarea digesterului și începerea recirculării și a procesului de monitorizare a codigestiei anaerobe,

3) evacuarea periodică a unei cantități de digestat brut și valorificarea digestatului lichid și digestatului solid, după operațiunile de sedimentare, filtrare, decolorare realizate cu echipamentul de electrocoagulare/sedimentare pentru reutilizare ca mediu nutritiv de cultivare a microalgelor și procesare ulterioară prin piroliză termocatalitică,

4) cultivarea microalgelor în sisteme de consorții microalge - microorganisme în regim autotrof/mixotrof, în bazin deschis, în ciclul de iluminare zi/noapte cu utilizarea mediului nutritiv Zarrouk,

5) recoltarea periodică a unei cantități de 10% biomasă microalgală prin electrocoagulare, floculare, sedimentare și obținerea de fitocatalizatori,

6) monitorizarea volumului și compoziției biogazului, comprimarea și depozitarea acestuia și

7) condiționarea digestatului solid în vederea procesării termocatalitice. Instalația conform invenției este constituită dintr-un digester (DA), un bazin cultivare alge (BCA), vas preparare soluție nutrienți (V1), vas colectare digestat (V2), vas colectare digestat lichid separat (V3), vas colectare apă filtrată (V4), vas recoltare (VR), omogenizator mobil pentru substrat (Om), echipament electrocoagulare - floculare (ECF), pompă centrală (PC), pompe centrifuge (P1, P2 și P3), compresor (CP), reductor de presiune (RE), supapă de siguranță (SS) și un ventil electromagnetice (VE).

Revendicări: 9
Figuri: 3

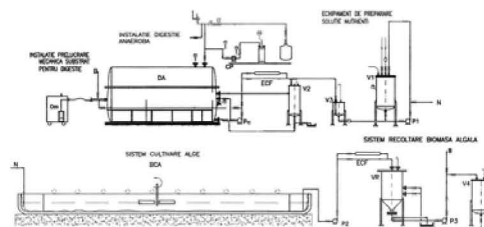


Fig. 1

Cu începere de la data publicării cererii de brevet, cererea asigură, în mod provizoriu, solicitantului, protecția conferită potrivit dispozițiilor art.32 din Legea nr.64/1991, cu excepția cazurilor în care cererea de brevet de invenție a fost respinsă, retrasă sau considerată ca fiind retrasă. Întinderea protecției conferite de cererea de brevet de invenție este determinată de revendicările conținute în cererea publicată în conformitate cu art.23 alin.(1) - (3).



PROCEDEU INTEGRAT BIOGAZ - MICROALGE SI INSTALATIE PENTRU REALIZAREA ACESTUIA

Prezenta inventie se refera la un procedeu integrat biogaz-microalge si o instalatie pentru acesta, formata dintr-un fermentator orizontal cu recirculare si un bazin de cultivare microalge care sa utilizeze ca mediu nutrient, dupa prima etapa de cultivare, digestatul lichid evacuat periodic din fermentator in amestec cu mediul nutrient evacuat periodic din bazinul de cultivare microalge, procedeu care cuprinde urmatoarele etape: (1) prepararea substratului organic pentru alimentarea initiala a digesterului, constituit din 8-12% deseuri de cartofi, 3-7% sfecla de zahar, 18-22% porumb siloz, in amestec cu 38-42% gunoi de grajd si 23-27% gainat de la fermele avicole, si a compozitiilor pentru alimentariile periodice ale digesterului, constituite din aceleasi deseuri ca si substratul initial, la care se adauga 0,8-1,0 kg biomasa microalgala epuizata, si cantitatea de fitocatalizatori extrasi din aceasta, in proportie de 0,2-0,3 % fata de total substanta uscata din sarja de realimentare, prin macinare umeda avansata, astfel incat dimensiunile particulelor solide sa nu depaseasca 5 mm; (2) incarcarea digesterului, inceperea recircularii si a procesului de monitorizare a codigestiei anaerobe; (3) evacuarea periodica, la interval de 2 zile, a unei cantitati de 3-5% digestat brut si valorificarea celor doua fractiuni, digestatul lichid si digestatul solid, dupa operatiunile de sedimentare, filtrare, decolorare, realizate cu echipamentul prototip de electrocoagulare/sedimentare, pentru reutilizare ca mediu nutrient de cultivare a microalgelor, respectiv pentru procesare ulterioara prin piroliza termocatalitica; (4) cultivarea microalgelor, in sisteme de consortii microalge-microorganisme, in regim autotrof/mixotrof, in bazin deschis, in ciclu de iluminare zi/noapte, cu utilizarea mediului nutrient Zarrouk, pentru etapa initiala de cultivare si apoi cu completarea mediului nutrient standard cu digestatul lichid separat din procesul de codigestie anaeroba in amestec cu mediul de cultivare a microalgelor provenit dupa recoltarea si separarea biomasei microalgale; (5) recoltarea periodica, la un interval de 2 zile, a unei cantitati de 10% biomasa microalgala, prin electrocoagulare, floculare, sedimentare, separarea si procesarea acesteia pentru obtinerea de fitocatalizatori, cu utilizarea finala a biomasei microalgale epuizate ca subtrat in procesul de codigestie anaeroba si valorificarea mediului nutrient separat, in amestec cu fractia de digestat lichid in scopul reutilizarii acestuia ca mediu nutrient pentru cultura microalgelor; (6) monitorizarea producerii biogazului prin masurarea continua a volumului si compozitiei

comprimarea si depozitarea biogazului, in vederea procesarii ulterioare prin separarea si hidrogenarea CO₂ la biometan; (7) conditionarea digestatului solid in vederea procesarii termocatalitice.

Performantele procedeeului propus si ale instalatiei integrate biogaz-microalge, dupa 60 de zile de functionare continua sunt :

- productie de biogaz, valoare medie : 2,5 m³/ zi;
- total volum biogaz obtinut : 300 m³/ tona substrat organic (TSU);
- continut maxim de biometan in biogaz : 68% ;
- concentratie biomasa microalgala, la sfarsitul perioadei de crestere : 6 g/litru;
- - reducere cu peste 50% a consumului de saruri minerale pentru prepararea solutiei de nutrienti ;
- recircularea completa a digestatului lichid si a mediului nutrient de cultivare microalge;

Politicele europene in domeniul energiilor regenerabile care au propus tinte ambitioase pana la sfarsitul anilor 2020, si anume ca 20 % din energia consumata sa fie din surse regenerabile confirma importanta pe care o va avea biometanul si in urmatoorii 30 de ani, conform Raportului Asociei europene de Biogaz din luna septembrie 2020 [https://gasforclimate2050.eu/sdm_downloads/2020-gas-decarbonisation-pathways-study/].

Tehnologiile pentru fabricarea biogazului, existente la nivel mondial, utilizeaza diverse procedee de optimizare a compozitiei biogazului, prin adaugarea de enzime si alte tipuri de catalizatori in procesul de digestie anaeroba, pentru cresterea continutului de biometan. Digestatul rezultat din procesul de digestie anaeroba se separa prin filtrare/centrifugare, partea solida fiind utilizabila ca fertilizant organic iar partea lichida, in functie de natura substratului utilizat poate fi aplicata direct in camp,saupotea fi transformata in fertilizanti organo-minerali de tip Struvit. Dezvoltarea unor tehnologii inovative pentru optimizarea functionarii instalatiilor de biogaz, prin integrarea unor sisteme deschise de cultivare a microalgelor in conditii mixotrofe, care sa utilizeze ca mediu nutrient digestatul lichid rezultat din procesul de digestie anaeroba, digestat cu un continut ridicat de N si P, elemente esentiale alaturi de CO₂ si energie luminoasa, pentru dezvoltarea biomasei microalgale, a devenit in ultimii ani o preocupare importanta a cercetarilor in domeniu, tinand cont atat de capacitatea sistemelor microalgale de a epura aceste ape reziduale, cat si de posibilitatile de valorificare a biomasei microalgale rezultate pentru obtinerea de extracte cu activitate de fitocatalizatori pentru intensificarea procesului de metanogeneza, fractie lipidica, suta



pentru obtinerea de biocombustibili si biomasa algală epuizată, utilizabilă ca substrat pentru codigestie. Microalgele sunt organisme fotosintetizatoare cunoscute pentru abilitatea lor de a sechestra durabil dioxidul de carbon, in medii de cultura diferite, cum ar fi apa de mare, apa dulce, ape reziduale si de a produce, intra si extracelular, un mare numar de componente bioactive valoroase cum ar fi lipide, antioxidanti, pigmenti, proteine, vitamine, steroli, toxine. si carbohidrati (*Microalgae, a Potential Natural Functional Food source – a Review, Angélica Villarruel-López, Felipe Ascencio, Karla Nuño* , Pol. J. Food Nutr. Sci. 2017;67(4):251–263,), dar, in conformitate cu cele mai recente evaluari tehnico-economice, ridicarea la scara a cultivării si valorificării biomasei microalgale poate fi rentabilă numai in cadrul conceptului integrat de biorafinare (*Bioresource Technology*, vol.229, apr.2017,53-62).

Cultivarea mixotrofă a micro-algelor oferă oportunitatea unei bioeconomii circulare cu sechestrare durabilă a CO₂ (Venkata Mohan și colab., 2016). O astfel de abordare închide bucla lanțurilor valorice ale bioeconomiei într-o manieră biomimetică, permițând bioremedierea și obtinerea de produse cu valoare adăugată, inclusiv valorificarea fluxurilor secundare din agricultura. Cultivarea mixotrofă este sinergică cu producția de biogaz. Algele folosesc CO₂ din fluxul de biogaz, contribuind la purificarea acestuia și elimină substanțele nutritive din digestatul lichid, oferind în același timp biomasa microalgala de mare valoare. S-a demonstrat că pentru o instalație de biogaz de 2 MW necesarul de teren pentru tratarea digestatului lichid prin cultivarea microalgelor este de doar 3% din necesarul de teren in situatia aplicării directe pe sol a acestuia. Biomasa algală epuizată, rezultată după extragerea componentelor cu valoare adăugată ridicată, poate fi utilizată ca materie primă pentru digestia anaerobă / producția de biogaz. Cultivarea microalgelor in mediu nutrient suplimentat cu digestatul lichid provenit din instalatiile de biogaz, digestat caracterizat printr-un continut ridicat de carbon, azot, fosfor, potasiu si sulf, reprezinta o optiune eficienta de reciclare si de utilizare a nutrientilor din apele reziduale, iar utilizarea acestuia ca mediu de cultura pentru microalge conduce la o crestere importanta a cantitatii de biomasa rezultata, prin efectul stresului exercitat de excesul de azot, si la reducerea semnificativa a costurilor legate de prepararea nutrientilor traditionali.

Speciile de microalge utilizate cel mai frecvent în tratarea apelor uzate, sunt ; *Chlorella* sp. *Chlorella sorokiniana* (*C. sorokiniana*) și *Chlorella vulgaris* (*C. vulgaris*) care elimină mai eficient azotul decât fosforul. (Hernandez și colab., 2006), in consortii cu bacterii care sinergizeaza creșterea microalgelor (MGPB), cum ar fi *Azospirillum brasilense*



Se cunosc procedee de cultivare a microalgelor, cu recircularea apei și a nutrienților, prin care se urmărește creșterea eficienței procesului de fotosinteză microalgală.

Astfel, cererea de brevet de invenție CN108865892 (A) 2018-11-23, "Metodă pentru cultivarea cu randament ridicat a microalgelor, folosind digestatul lichid rezultat de la instalațiile de biogaz", descrie o metodă pentru cultivarea, cu randament ridicat, a microalgelor, prin utilizarea de digestat provenit din instalațiile de biogaz care procesează deseuri provenite de la creșterea animalelor și păsărilor, cu următoarele etape: (1) procesarea digestatului brut pentru a-i reduce turbiditatea, colorația și unele materii organice refractare, prin floculare și sedimentare; (2) separarea digestatului solid de cel lichid prin sedimentare naturală; (3) diluarea digestatului lichid și ajustarea pH-ului și salinității cu carbonatul de sodiu; (4) cultivarea microalgelor în digestatul lichid cu ajustarea pH-ului și a intensității luminoase pe durata de creștere; (5) recoltarea și procesarea biomasei microalgale. Brevetul revendică randamentul ridicat de obținere a biomasei microalgale și anume 10,84g/l biomasa *Chlorella* spp. cu un conținut de ulei algal de 62,63%; gradul de îndepărtare a azotului, fosforului TN, TP, NH₄ <+> - N și COD din digestat fiind de 96,41%, 97,70%, 99,42% și respectiv 89,53%.

Brevetul de invenție CN111500465A descrie o metodă de cultivare a microalgelor, care folosește ca mediu nutrient digestatul rezultat din instalația de biogaz a unei ferme de porci și procedeul de valorificare completă a biomasei microalgale astfel obținută, pentru obținerea de uleiuri microalgale. Pentru extracția uleiului microalgal se propune macinarea microalgelor cu nisip de cuarț și extracția uleiului microalgal cu solvenți organici, procedeul care realizează nu numai purificarea nămolului de biogaz al fermei de porci, dar și obținerea și acumularea și o cantitate mare de energie din biomasă; Aditivii pot crește conținutul de biomasă și ulei al microalgelor care pot crește în suspensia de biogaz; și prin utilizarea deplină a microalgelor, poate crește potențialul energetic al nămolului de biogaz și al microalgelor și poate atenua într-o anumită măsură problema energetică.

Brevetul CN107142197A "Sistem Biogaz-Microalge și procedeul de utilizare a acestuia" descrie un sistem integrat de tratare ecologică a biogazului caracterizat prin faptul că cuprinde un sistem de procesare a biogazului și un sistem de creștere și replicare a microalgelor; sistemul de creștere și replicare a microalgelor cuprinde un dispozitiv de creștere și reproducere a microalgelor (16), dispozitivul de creștere și reproducere a microalgelor (16) Incluzând învelișul, partiția, sistemul sursă de lumină și sistemul de fotosinteză a microalgelor gazelor arse;



Brevetul CN 1073819310A descrie un sistem de tratare a digestatului brut provenit din instalatiile de biogaz, constituit dintr-o unitate de cultivare a micro-algelor și o unitate de colectare și prelucrare a biomasei microalgale, care sunt conectate secvențial. Unitatea de tratare a nămolului de biogaz cuprinde un dispozitiv de fermentare a nămolului de biogaz, un prim dispozitiv de filtrare a nămolului de biogaz, un dispozitiv de floclare a metalelor grele și un al doilea dispozitiv de filtrare a nămolului de biogaz. Unitatea de cultivare a microalgelor cuprinde un dispozitiv de preparare a mediului de cultură și un dispozitiv de repicare a microalgelor care sunt conectate secvențial; unitatea de procesare a biomasei microalgale recoltată cuprinde un dispozitiv de procesare prin extracție în vederea separării uleiului microalgal.

Brevetul CN105776745A “Metoda de tratament biologic a apelor reziduale cu un conținut ridicat de azot, provenite din instalatiile de biogaz care procesează deseuri de la crescătorii de porci” protejează o metodă de tratare biologică a digestatului brut, cu conținut ridicat de amoniac, compusă din următoarele etape: separarea solid-lichid a digestatului brut, efectuarea secvențială a dezinfectării, ajustarea raportului azot-fosfor și ajustarea pH-ului; inocularea digestatului lichid pretratată cu microalge aflate într-o fază logaritmică de creștere, în care raportul volumetric al microalgelor la digestatul lichid este de 5-15%, temperatura de creștere este de 20-26 °C, intensitatea iluminării este de 4.000-6.000lux, iar raportul lumină-întuneric este (9-14) : (14-9) h; efectuarea de aerare sau agitare mecanică timp de 7-14 zile; și separarea mediului nutritiv de biomasa microalgala. Gradul de îndepărtare a azotului amoniacal și a fosforului total depășesc ambele 90%; biomasa separată poate fi utilizată ca materie primă pentru furaje sau biodiesel.

Brevetul de invenție RO 130238 B1/2019 descrie un procedeu de cultivare continuă a microalgelor, într-un sistem de două fotobioreactoare operate în sistem cascadă, în ciclul autotrof – mixotrof, prin care se asigură recircularea apei și a unei părți din nutrienți. Biomasa algală, cultivată autotrof sau mixotrof, se separă din mediile de cultură prin electro-floclare și flotație. Prin electro-floclare sunt precipitați și unii dintre compușii organici a căror acumulare în mediul de cultură reduce productivitatea culturilor de microalge. Din biomasa algală se extrag lipidele, care se transesterifică la biodiesel. Mediul lichid recuperat din cultura autotrofă se utilizează, împreună cu glicerina brută recuperată de la transesterificare, și cu hidrolizatele de biomasă autotrofă, pentru cultivarea mixotrofă a algelor. Biomasa recalcitrantă la hidroliza enzimatică se convertește în biocărbune. Biocărbunele sunt utilizate pentru purificarea mediului lichid recuperat din ciclul de cultivare mixotrofă a algelor.



Mediul lichid de la cultura mixotrofă, recuperat și purificat, se completează cu nutrienți minerali și este utilizat pentru cultivarea autotrofă a micro-algelor. Din biomasa mixotrofă se obține un extract enzimatic cu acțiune complexă asupra plantelor de cultură.

Brevetul CN109234167A descrie utilizarea unei tulpini indigene microalgale *Chlorella* spp. la purificarea digestatului provenit din instalațiile de biogaz, poluanții azotați de amoniu și fosfor din digestat fiind utilizați ca sursă de azot și fosfor în mediul nutritiv de creștere al algelor. Tulpinile de *Chlorella* au fost inoculate în suspensia de digestat la o concentrație de $0,02 \pm 0,2$ g / L; COD al digestatului a fost de 100 ± 600 mg / L, azotul, exprimat ca amoniac a fost de 10 ± 300 mg / L, iar fosforul total a fost de 0-50 mg / L, solidele suspendate de 0-500 mg / L, pH 7-8,5. Inoculul de *Chlorella* se prepară în mediul nutritiv BG 11 până la o concentrație de 0,05-0,09 g / L, când se introduce în bazinul de cultivare alimentat cu digestatul lichid; condițiile de cultură ale tulpinilor de *Chlorella* fiind: temperatura 24-30 ° C, valoarea pH-ului de 7-7,5, intensitatea luminii 100-200 $\mu\text{mol}/\text{m}^2/\text{s}$; valoarea pH-ului de $7 \sim 8,5$; intensitatea luminii $100 \sim 200 \mu\text{mol} / \text{m}^2 / \text{s}$, fotoperioda este raportul lumină la întuneric (12 ~ 20): (4 ~ 12), temperatura este 24 ~ 28 ° C.

Dezavantajele principale ale soluțiilor tehnice descrise în literatura de brevete constau în aceea că acestea abordează secvențial etapele fabricării biogazului corelate cu posibilitatea de cultivare a microalgelor prin utilizarea parțială a digestatului lichid produs din digestia anaerobă, sunt dificil de aplicat la scară mare și nu prezintă performanțe ridicate față de stadiul cunoscut.

Problema tehnică pe care o rezolvă prezenta invenție este aceea că propune o abordare holistică a fabricării biogazului prin elaborarea unui procedeu integrat biogaz-microalge și o instalație pentru acesta, formată dintr-un fermentator orizontal cu recirculare și un bazin de cultivare microalge care să utilizeze ca mediu nutritiv, după prima etapă de cultivare, digestatul lichid evacuat periodic din fermentator în amestec cu mediul nutritiv evacuat periodic din bazinul de cultivare microalge asigurând în acest mod valorificarea completă a conținutului de carbon, azot și fosfor, din digestatul lichid. (Fig.1).

Este un alt obiect al prezentei invenții de a concepe și a realiza un model inovativ de fermentator orizontal, cu agitare prin recirculare externă și prin intermediul unui sistem intern de perii, cu funcționare alternativă periodică, prevăzut cu un perete (sicana) vertical situat în vecinătatea gurii de alimentare cu substrat organic. (Fig.2)

Un alt obiect al prezentei invenții este acela că descrie un procedeu de codigestie anaerobă a deșeurilor vegetale de cartofi, sfecla de zahăr, porumb siloz, în amestec



de grajd, gainat de la fermele avicole, biomasa algala epuizata, in proportii corespunzatoare pentru obtinerea unui raport C/N = 20-30, de preferinta, 23-25, si extract total de alge cu continut de fitocatalizatori, pentru cresterea eficientei fazei de metanogeneza a digestiei anaerobe, in proportie de 0,2-0,3 % fata de cantitatea de substrat de codigestie (exprimat in substanta uscata) alimentat periodic, dupa fiecare etapa de evacuare si realimentare a digesterului.

Este un alt obiect al prezentei inventii acela de a concepe si realiza un procedeu si o instalatie de cultivare a microalgelor, tip bazin deschis, de capacitate 10.000 litri, prevazuta cu paleti de recirculare a suspensiei microalgale, cu functionare initiala in sistem autotrof si, ulterior in regim mixotrof, integrata in instalatia de biogaz si care utilizeaza ca mediu nutrient de crestere pentru microalge, dupa prima etapa de recoltare a biomasei microalgale, un amestec constituit din 1 parte digestat lichid rezultat din instalatia de biogaz si 4 parti mediu nutrient recuperat de la faza de separare a biomasei microalgale evacuata periodic, procedeu prin care se realizeaza recircularea completa a digestatului lichid si a mediului nutrient, intr-o noua etapa de cultivare a microalgelor.

Un alt obiect al prezentei invenții este acela de a descrie un procedeu de cultivare a tulpinii algale 424-1 de *Nannochloris* sp., provenita din colectia de tulpini a INCDCP-ICECHIM, depozitată sub numărul CCAP 251/10 la Culture Collection of Algae and Protozoa (CCAP), SAM Research Services Ltd., Scottish Marine Institute, Aryll, UK în simbioza cu microorganismele provenite din codigestia anaeroba a substraturilor organice suplimentate cu biomasa microalgala si fitocatalizatori si un procedeu de recoltare, cu ajutorul unui sistem prototip de electrocoagulare/sedimentare/floculare (Fig.3), cu funtionare discontinua/continua, compus dintr-o conducta tubulara din PVC cu lungimea de 850mm, diametrul interior 96 mm, cu volumul util al echipamentului de cca. 6,200 litri, prevazut cu un electrod central din aluminiu (electrod sacrificial, anod) dispus central, avand diametrul de 12 mm, si patru electrozi din aluminiu cu diametrul de 8 mm dispusi radial la distante egale de electrodul central. Electrozii sunt conectati la o sursa electrica de curent continuu cu posibilitate de reglare a tensiunii electrice in domeniul 0-24V si a curentului electric intre 0-10A. Sistemul asigura o eficienta de recuperare de peste 90% si un factor de concentrare de minim 5.

Este un alt obiect al acestei invenții de a descrie un procedeu prin care, din biomasa de microalge cultivate mixotrof, să se obțină un extract total cu actiune de stimulare a metanogenezei procesului de codigestie anaeroba, prin pretratarea cu ultrasunete a suspensii concentrate de biomasa microalgala si extractia cu solventi organici



fitocatalizatorilor, caracterizat prin continutul total de clorofila si beta-caroten, determinate spectrofotometric.

Procedeul conform inventiei este alcatuit din urmatoarele etape :

1. Prepararea substratului organic pentru codigestie anaeroba, constituit, pentru alimentarea initiala a digesterului, din deseuri vegetale de cartofi, sfecla de zahar, porumb siloz, in amestec cu gunoi de grajd si gainat de la fermele avicole, in proportii de 8-12%; 3-7%; 18-22%; 38-42% si, respectiv 23-27% pentru a realiza un raport C/N = 23-25, prin macinare umeda avansata, astfel incat dimensiunile particulelor solide sa nu depaseasca 5 mm si omogenizarea acestora cu cantitatea de inocul de fermentatie, in cantitate de 10% din volumul util al digesterului.

Dupa o perioada de 30 de zile, de la alimentarea fermentatorului, cand procesul de codigestie ajunge la parametrii optimi, se incepe evacuarea periodica, la interval de doua zile, a unor cantitati de 3-5% din volumul util al digesterului si realimentarea acestuia cu o cantitate de substrat proaspat, constituita din cartofi, sfecla de zahar, porumb siloz, gunoi de grajd si de pasare si apa, la care se adauga 0,8-1,0 kg biomasa microalgala epuizata, rezultata prin procesarea biomasei microalgale recoltate periodic, si cantitatea de fitocatalizatori extrasi din aceasta,, in proportie de 0,2-0,3 % fata de total substanta uscata din sarja de realimentare.

2. Digestia anaeroba are loc intr-un digester cu recirculare, realizat din material polimeric armat cu fibra de sticla, cu un volum total de 5.000 litri , gradul de umplere de 70%, forma cilindrica orizontala cu lungimea de 3.500 mm si diametrul de 1.400 mm (Fig.2), alimentat initial cu o cantitate de 1.450 kg substrat organic, 1700 litri apa si 350 litri inocul (digestat brut) provenit de la o instalatie de biogaz care functioneaza cu substrat similar, ceea ce reprezinta o concentratie initiala de cca.10% total material solid in suspensie. Perioada de retentie a digestiei anaerobe, reprezentand perioada necesara procesului pentru a ajunge la parametrii optimi de functionare, este de 30 de zile de la data incarcarii digesterului, la un regim de temperatura, in intervalul 20-30⁰ C. si la un pH= 7,0-7.5, debitul de biogaz maxim fiind de la 4 mc/zi cu un continut de maxim 68% biometan.

Pe toata durata procesului de digestie anaeroba are loc recirculare periodica, alternativa, interna printr-un sistem de perii si externa prin pompa centrala de recirculare, iar parametrii de functionare : temperatura, pH, volum de biogaz produs si compozitia acestuia, sunt monitorizati zilnic.

3. Evacuarea periodica a unei cote de 3% digestat brut, procesarea acestuia si realimentarea digesterului cu cantitatea echivalenta de substrat organic, se realizeaza astfel:



interval de 2 zile si comporta urmatoarele operatii : evacuarea unei cantitati de 100 litri digestat brut, pretratarea acestuia prin intermediul instalatia prototip de electrocoagulare/sedimentare/limpezire, sedimentarea digestatului brut si separarea digestatului lichid, care reprezinta 60% din volumul total evacuat si a digestatului solid, reprezentand cca, 40% din volumul separat, cu o concentratie de 25% material solid. Digestatul solid este supus unor operatii ulterioare de concentrare si procesare prin piroliza termocatalitica, pentru obtinerea prin procedee cunoscute a biocarbunelui, utilizabil ca ameliorator de sol si a biooil-ului, utilizabil ca aditiv pentru combustibil lichid usor. Digestatul lichid separat se utilizeaza, in amestec cu mediul de crestere al microalgelor, recoltat si separat de biomasa microalgala prin intermediul instalatiei prototip de electrocoagulare/floculare/sedimentare, la un raport de amestecare de 1; 4, cu corectii ale mediului nutrient de cultivare a microalgelor cu saruri minerale, in functie de concentratia de N si P din digestatul lichid, Continutul de N-total si P-total au fost determinate cu kituri analitice standard Hanna Instruments.

4. Prepararea inoculului tulpinii microalgale si inceperea cultivarii acestuia in bazinul de capacitate 10.000 litri, Tulpina algala utilizata este tulpina 424-1 de *Nannochloris* sp., provenita din colectia de tulpini a INCDCP-ICECHIM, depozitata sub numarul CCAP 251/10 la Culture Collection of Algae and Protozoa (CCAP), SAM Research Services Ltd., Scottish Marine Institute, Aryll, UK. Inoculul necesar efectuarii experimentului, in cantitate de 300 litri, reprezentand 10% din volumul util al bazinului de cultivare microalge, se prepara, in regim autotrof, in mediu nutrient Zarrouk, in vase de cultura de capacitate 20 litri, timp de 8-10 zile, la temperatura ambianta, pana la faza exponentiala de crestere, cand concentratia inoculului atinge valori de 0,6-0,8 g/l. Monitorizarea spectrofotometrica a extinctiei probelor recoltate zilnic pe lungimea de unda 678 nm a permis identificarea punctului de trecere de la faza cresterii inductive la perioada cresterii exponentiale a vitezei de crestere a tulpinilor investigate. După atingerea fazei de crestere exponentiala, inoculul a fost transferat in sistemul deschis de crestere la un raport volumetric de 300 litri inocul la 2.700 litri mediu nutritiv standard Zarrouk. Cultivarea tulpinilor microalgale, pe mediu mineral specific, are loc in bazin deschis de 10.000 litri, din care capacitate utila, 3.000 litri timp de 8 – 10 zile, pana la atingerea concentratiei de 3 g / litru biomasa microalgala, determinata gravimetric, cand se incepe recoltarea periodica, la interval de 2 zile, a cate 300 litri suspensie biomasa microalgala, concomitent cu completarea sistemului de cultivare microalge, cu 300 litri mediu nutrient recirculat, constituit din 60 litri digestat lichid din fermentator si 240 litri mediu nutrient obtinut de la faza de separare biomasa microalgala



evacuata periodic si completat cu sarurile minerale corespunzatoare pana la atingerea concentratiilor standard necesare,

5. Procesarea suspensiei microalgale recoltata cu echipamentul prototip de electro-coagulare-floculare descris in Fig.3, compus dintr-o teava/tub din PVC cu lungimea de 850mm, diametrul interior 96 mm, avand grosimea peretelui de 6 mm, avand flanse din poliamidat la ambele capete cu electrozi si un racord (diametru 1/2") de alimentare cu masa microalgala la un capat si de evacuare (diametru 1/2") la celalalt capat. Volumul util al echipamentului este de cca. 6200 cm³, prevazut cu un electrod central din aluminiu (electrod de sacrificiu, anod) dispus central, avand diametrul de 12 mm, si patru electrozi din aluminiu cu diametrul de 8 mm dispusi radial la distante egale de electrodul central. Electrozii sunt conectati la o sursa electrica de curent continuu cu posibilitate de reglare a tensiunii electrice in domeniul 0-24V si a curentului electric intre 0-10A. Sistemul asigura o eficienta de recuperare a biomasei microalgale de peste 90% si un factor de concentrare de minim 5.

6. Sedimentarea suspensiei de biomasa microalgala si separarea prin decantare, a cca 20% din aceasta ca suspensie de biomasa algala concentrata (care contine cca 90% din biomasa algala) in vederea procesarii ulterioare, de restul de 80% suspensie de biomasa microalgala epuizata, care mai contine cca 10% biomasa algala, in vederea reutilizarii acesteia, in amestec cu digestatul lichid, pentru completarea mediului nutrient de cultivare microalge. si procesarea biomasei algale recoltate prin pretratare cu ultrasunete si extractia cu solventi organici polari a fitocatalizatorilor, caracterizati prin continutul total de clorofila si beta-caroten,

7. Monitorizarea emisiei de biogaz si colectarea acesteia in vederea procesarii ulterioare se efectueaza prin determinarea cantitatii de biogaz fabricata zilnic, cu ajutorul unui gazometru si determinarea compozitiei acestuia cu un analizor de biogaz portabil - Biogas 5000, echipat cu senzori pentru: CH₄ (masurare in infrarosu) in gama 0-100% volum ; CO₂ (masurare in infrarosu) in gama 0 -100%; O₂ (senzor electrochimic) in gama 0-25% volum; H₂S (senzor electrochimic) in gama -5000 ppm. Biogazul evacuat din digester se comprima si se depoziteaza in butelii de presiune de capacitate 20 litri si se proceseaza ulterior, prin procedee cunoscute, in vederea separarii avansate a dioxidului de carbon pe site zeolitice functionalizate si hidrogenarea acestuia in reactor de presiune Parr, in scopul conversiei la biometan.

Aspectele preferate ale procedeeului descris mai sus sunt:

- Conceperea si realizarea unui procedeu integrat biogaz-microalge si a unui sistem pentru acesta, formata dintr-un fermentator orizontal cu recirculare si un bazin de cultivare



microalge care sa utilizeze ca mediu nutrient, dupa prima etapa de cultivare, digestatul lichid evacuat periodic din fermentator in amestec cu mediul nutrient evacuat periodic din bazinul de cultivare microalge asigurand in acest mod valorificarea completa a continutului de carbon, azot si fosfor, din digestatul lichid. (Fig.1).

- Conceperea si realizarea unui model inovativ de fermentator orizontal, cu agitare prin recirculare externa si prin intermediul unui sistem intern de perii, cu functionare alternativa, periodica, prevazut cu un perete (sicana) vertical situat in vecinatatea gurii de alimentare cu substrat organic;(Fig.2)

- Conceperea si realizarea unui echipamentului prototip de electro-coagulare-floculare (Fig.3) compus dintr-o teava/tub din PVC cu lungimea de 850mm, diametrul interior 96 mm, prevazut cu un electrod central din aluminiu (electrod de sacrificiu, anod) dispus central, avand diametrul de 12 mm, si patru electrozi din aluminiu cu diametrul de 8 mm dispusi radial la distante egale de electrodul central. Electrozii sunt conectati la o sursa electrica de curent continuu cu posibilitate de reglare a tensiunii electrice in domeniul 0-24V si a curentului electric intre 0-10A. Sistemul asigura o eficienta de recuperare de peste 90% si un factor de concentrare de minim 5. Echipamentul se utilizeza atat la faza de pretratare a digestatului brut evacuat din fermentator, cat si pentru accelerarea procesului de recoltare/sedimentare a biomasei microalgale.

- Prepararea substratului organic pentru alimentarea initiala a digesterului, constituit din 8-12% deseuri vegetale de cartofi, 3-7% sfecla de zahar, 18-22% porumb siloz, in amestec cu 38-42% gunoi de grajd si 23-27% gainat de la fermele avicole, si a compozitiilor pentru alimentariile periodice ale digesterului, constituite din aceleasi deseuri ca si substratul initial, la care se adauga 0,8-1,0 kg biomasa microalgala epuizata, si cantitatea de fitocatalizatori extrasi din aceasta, in proportie de 0,2-0,3 % fata de total substanta uscata din sarja de realimentare, prin macinare umeda avansata, astfel incat dimensiunile particulelor solide sa nu depaseasca 5 mm.

- Pretratarea sarjelor de cate 100 litri digestat brut evacuat periodic, prin electrocoagulare/sedimentare/separare si utilizarea digestatului lichid conditionat pentru realimentarea bazinului de cultivare microalge, in amestec cu mediul nutrient, recoltat si separat de biomasa microalgala prin intermediul instalatiei prototip de electrocoagulare/floculare/sedimentare, la un raport de amestecare de 1; 4, cu corectia continutului de nutrienti, conform conditiilor standard de ultivare.

- Prepararea inoculului tulpinii microalgale 424-1 de *Nannochloris* sp., provenita din colectia de tulpini a INCDCP-ICECHIM, depozitata sub numarul CCAP 251/10



Collection of Algae and Protozoa (CCAP), SAM Research Services Ltd., Scottish Marine Institute, Aryll, UK., timp de 8-10 zile, la temperatura ambiantă, până la faza exponențială de creștere, cand concentratia acestuia atinge valori de 0,6-0,8 g/l si cultivarea tulpinilor microalgale, pe mediul mineral specific, in bazin deschis de 10.000 litri, din care capacitate utila, 3.000 litri, timp de 8 – 10 zile, pana la atingerea concentratiei de 2 g / litru biomasa microalgala, recoltarea periodica, la interval de 2 zile, a cate 300 litri suspensie biomasa microalgala, concomitent cu completarea sistemului de cultivare microalge, cu 300 litri mediu nutrient recirculat, constituit din 60 litri digestat lichid evacuat din fermentator si 240 litri mediu nutrient obtinut de la faza de separare biomasa microalgala evacuata periodic si completat cu sarurile minerale corespunzatoare pana la atingerea concentratiilor standard necesare;

- Procesarea sarjelor de cate 300 litri suspensiei microalgala recoltata periodic, cu echipamentul prototip de electro-coagulare-floculare, sedimentarea si separarea suspensiei de biomasa algala concentrate (care contine cca 90% din biomasa algala) in vederea procesarii ulterioare, de restul de 80% suspensie de biomasa microalgala care mai contine cca 10% biomasa algala, in vederea reutilizarii acesteia, in amestec cu digestatul lichid, pentru completarea mediului nutrient de cultivare microalgae. si procesarea biomasei algale recoltate prin pretratare cu ultrasunete si extractia cu solventi organici polari a fitocatalizatorilor, caracterizati prin continutul total de clorofila si beta-caroten.

Procedeeul conform invenției prezintă următoarele avantaje:

- Propune si realizeaza un procedeu integrat biogaz-microalge si o instalatie pentru acesta, formata dintr-un fermentator orizontal cu recirculare si un bazin de cultivare microalge cu recircularea completa a digestatului lichid evacuat din fermentator, in amestec cu mediul nutrient evacuat periodic din bazinul de cultivare (Fig.1);

- Concepe si realizeaza un model inovativ de fermentator orizontal, cu agitare prin recirculare externa si prin intermediul unui sistem intern de perii, cu functionare alternativa periodica, prevazut cu un perete (sicana) vertical situat in vecinatatea gurii de alimentare cu substrat organic;(Fig.2);

- Concepe si realizeaza un echipamentul prototip de electro-coagulare-floculare, care se utilizeaza in instalatia integrata, atat la faza de pretratare a digestatului brut recoltat din fermentator, cat si pentru accelerarea procesului de recoltare/sedimentare/separare a biomasei microalgale, asigurand o eficienta de recuperare de peste 90% si un factor de concentrare de minim 5, (Fig.3);



- Asigura un continut ridicat, de 68 % biometan in biogaz, prin suplimentarea substratului supus digestiei anaerobe cu o cantitate de fitocatalizatori extrasi din biomasa microalgala, in procent de 0,2-0,3% fata de total substanta solida din substratul organic;

- Scurteaza, la 20 de zile, perioada de intrare in parametrii optimi ai procesului de codigestie anaeroba, prin asigurarea unei macinari eficiente (sub 5 mm) a deseurilor vegetale utilizate si a recircularii externe si interne a substratului supus fermentarii;

- Micsoreaza semnificativ durata de recoltare a biomasei microalgale prin includerea in traseul de evacuare a biomasei microalgale a unui echipament prototip de electrocoagulare/floculare/sedimentare, cu functionare discontinua, pentru fazele de evacuare intermediare si cu functionare continua la faza finala de evacuare a bazinului de cultivare microalge;

- Utilizeaza, in procesul de valorificare a digestatului lichid provenit din instalatiile de biogaz, tulpina 424-1 de *Nannochloris* sp., provenita din colectia de tulpini a INCDCP-ICECHIM, depozitata sub numarul CCAP 251/10 la Culture Collection of Algae and Protozoa (CCAP), SAM Research Services Ltd., Scottish Marine Institute, Aryll, UK., cu rezistenta ridicata la microorganismele provenite din procesul de digestie anaeroba si la variatii mari de temperatura, in intervalul 12⁰ C- 30⁰ C, si cu o productivitate ridicata de pana la 6 g/l biomasa microalgala in mediul nutrient.

Exemplu de realizare a inventiei :

Procedeul inovativ biogaz-microalge este realizat in instalatia integrata, prezentata in Fig.1, compusa in principal dintr-un digester cilindric, orizontal, de capacitate 5.000 litri, prevazut cu pompa de recirculare si cu un sistem intern de agitare cu perii, si dintr-un bazin deschis de cultivare microalge, de capacitate 10.000 litri, prevazut cu un perete median despartitor si cu un sistem de agitare tip padele. Toata instalatia este amplasata intr-o incinta inchisa, tip sera, pentru asigurarea conditiilor de temperatura.

Substratul organic supus digestiei anaerobe este constituit, pentru incarcarea initiala a digesterului, din 1450 Kg deseuri vegetale de cartofi, sfecla de zahar, porumb siloz, gunoi de grajd si gainat de pasare, 1700 litri de apa si 350 litri digestat brut provenit de la o instalatie de biogaz care functioneaza cu acelasi tip de substrat,. Deseurile vegetale se macina grosier cu ajutorul unei mori, tip toculator de furaje, apoi se macina avansat pentru obtinerea unor dimensiuni de cca 5 mm in vederea asigurarii unor conditii optime de fermentare si a unei recirculari eficiente a substratului organic, Pentru stabilirea cantitatilor de deseuri care compun substratul organic, se efectueaza determinari de umiditate si determinarea raportului C/N. In momentul incarcarii digesterului se porneste pompa de recirculare, la un debit de 60



litri/minut, care asigura recircularea volumului total al fermentatorului in interval de o ora. Recircularea intregii cantitati de substrat organic se efectueaza in ciclu complet, de doua ori pe zi, alternativ cu agitarea interna prin intermediul sistemului de perii, cu o durata de cate 30 minute fiecare.

Dupa un interval de 8 zile de la incarcarea digestorului, timp in care parametrii de functionare ai acestuia, temperatura, pH, debit de biogaz si compozitia acestuia sunt monitorizati permanent, se incepe prepararea inoculului de microalge in vederea inceperii cultivarii acestora in bazinul de capacitate 10.000 litri.

Prepararea inoculului tulpinii microalgale 424-1 de *Nannochloris* sp., provenita din colectia de tulpini a INCDCP-ICECHIM, depozitată sub numărul CCAP 251/10 la Culture Collection of Algae and Protozoa (CCAP), SAM Research Services Ltd., Scottish Marine Institute, Aryll, UK., se realizeaza in regim autotrof, in 20 de vase de cultura de cate 15 litri fiecare, pe mediu nutrient standard Zarrouk, a cărei compoziție este prezentată în tabelul 1 de mai jos.

Dezvoltarea inoculului pana la faza exponentiala de crestere si atingerea concentratiei acestuia de 0,6-0,8 g/l are loc in timp de 10 zile, in incinte cu temperatura controlata si cu acces la lumina solara dupa care cantitatea de 300 litri de inocul se introduce in bazinul deschis de cultivare alge in 2.700 litri mediu nutrient Zarrouk si este pornita agitarea lenta a biomasei microalgale.

Tab. 1.Compoziția mediului nutritiv Zarrouk

Componenți mediu	Zarouk
NaHCO ₃	16,80 g/l
K ₂ HPO ₄	0,50 g/l
NaNO ₃	1,875 g/l
K ₂ SO ₄	1,00 g/l
NaCl	1,00 g/l
MgSO ₄ · 7H ₂ O	0,20 g/l
CaCl ₂ · 2H ₂ O	0,04 g/l
Soluție de microelemente*	1 ml
Soluție de Fe chelatat**	5 ml

*Micronutrienți soluție stoc (g/l): H₃BO₃, 2,860; MnSO₄ · 4H₂O, 2,030; ZnSO₄ · 7H₂O 0,222; MoO₃ (85%) 0,018; Cu SO₄ · 5H₂O 0,079; Co(NO₃)₂ · 6H₂O 0,494.



** Pentru prepararea soluției stoc de Fe chelatată s-au dizolvat în 80 ml de apă distilată 0,69 g de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ și 0,93g Na_2EDTA . După fierbere pentru o scurtă durată de timp și răcire la temperatura camerei se aduce soluția finală la un volum de 100 ml.

Cultivarea algelor are loc, inițial, în regim autotrof pe mediu mineral Zarrouk, timp de 12 zile, până la atingerea unei densități de biomasă de min. 3,0 g/l, cu un conținut de lipide de cel puțin 30%, la o temperatură de $22 \pm 2^\circ\text{C}$ în timpul zilei și $17 \pm 2^\circ\text{C}$ în timpul nopții, cu o fotoperioadă de 12 ore, iluminat cu lumina solară, cu intensități care ating $1000 \mu\text{E m}^{-2}\text{s}^{-1}$ în timpul amiezii, suplimentată cu lumină cu intensitatea de $160 \mu\text{E m}^{-2}\text{s}^{-1}$, provenită din benzi submerse cu leduri, atunci când intensitatea luminoasă scade sub $500 \mu\text{E m}^{-2}\text{s}^{-1}$.

Dupa 30 de zile de functionare a digesterului, volumul zilnic de biogaz produs, de 4,0 mc și conținutul de metan din acesta, de 68%, încep să scadă, și atunci se începe evacuarea a 100 litri digestat brut, cu un debit de 2 litri/minut, debit care asigură timpul necesar de staționare al digestatului evacuat, în echipamentul de electrocoagulare/sedimentare, descris în Fig.3. Se realizează în acest mod separarea a 60 litri digestat lichid și purificarea acestuia de compuși care-i conferă o colorație intens maronie, de digestatul solid, în cantitate de 40 litri, cu un conținut de cca 10 Kg material solid. Digestatul solid este supus unor operații ulterioare de concentrare și procesare prin piroliză termocatalitică, pentru obținerea prin procedee cunoscute a biocarbunelui, utilizabil ca ameliorator de sol și a biooil-ului, utilizabil ca aditiv pentru combustibil lichid ușor. Digestatul lichid separat se utilizează, în amestec cu mediul de creștere al microalgelor, recoltat și separat de biomasă microalgala prin intermediul instalației prototip de electrocoagulare/floculare/sedimentare, la un raport de amestecare de 1; 4, cu corecții ale mediului nutritiv de cultivare a microalgelor cu săruri minerale în vederea asigurării condițiilor standard de cultivare a microalgelor. Determinarea conținutului de carbon organic, azot și fosfor din digestatul lichid, se efectuează cu fotocolorimetrul Termoreactor Velp model ECO 8.

Concomitent cu evacuarea periodică a cantității de 100 litri digestat brut se recoltează 300 litri suspensie microalgala din bazinul de cultivare microalge și se procesează cu echipamentul prototip de electro-coagulare-floculare, cu un debit de evacuare de 120 litri/oră, care asigură un timp de staționare de 3 minute. Sedimentarea suspensiei de biomasă microalgala se efectuează în timp de 30 minute, după care se separă, prin decantare, 60 de litri biomasă algala concentrată, care conține cca 800 grame biomasă microalgala, exprimată ca substanță uscată. Restul de 240 litri mediu nutritiv, care mai conține cca 0,1 g/litru



pentru completarea mediului nutrient de cultivare microalge. si procesarea biomasei algale recoltate prin pretratare cu ultrasunete si extractia cu solventi organici polari a fitocatalizatorilor, caracterizati prin continutul total de clorofila si beta-carote, determinati spectrofotometric.

Determinarea continutului de carbon organic, azot si fosfor din mediul nutrient utilizat pentru culture microalgale si mediul nutrient epuizat, obtinut din evacuarile periodice, dupa operatia de separare- concentrare a biomasei microalgale, se determina cu fotocolorimetrul Termoreactor Velp model ECO 8.

Din biomasa microalgala concentrata se extrag succesiv fitocatalizatorii, cu acetona, si lipidele cu amestec de solventi cloroform:metanol în raport de 2:1, conform metodelor descrise in literatura (Aris Hosikian, Su Lim, Ronald Halim, and Michael K. Danquah, Chlorophyll Extraction from Microalgae: A Review on the Process Engineering Aspects, International Journal of Chemical Engineering, 2010;) (Himanshu Sati, Madhusree Mitra, Sandhya Mishra, Prashant Baredar, Microalgal lipid extraction strategies for biodiesel production: A review, Algal Research 38, 2019). Continutul de fitocatalizatorii prezenti in biomasa microalgala astfel obtinuta, este de cca 7%.

Determinarea cantitativa si calitativa a lipidelor microalgale se efectueaza conform unei metode originale a autorilor, Development of a new method for determination of the oil content from microalgae lipid fraction, Rev. Chim. 68(4), 2017, 671-674.

Performantele procedurii propus si ale instalatiei integrate biogaz-microalge, dupa 60 de zile de functionare continua sunt :

- productie de biogaz, valoare medie : 2,5 m³/ zi;
- total volum biogaz : 300 m³/ tona substrat organic (TSU);
- continut maxim de biometan in biogaz : 68%;
- reducerea cu peste 50% a consumului de saruri minerale pentru prepararea mediului nutrient de cultivare microalge;
- recircularea completa a digestatului lichid si a mediului nutrient de cultivare microalge;



PROCEDEU INTEGRAT BIOGAZ - MICROALGE SI INSTALATIE PENTRU REALIZAREA ACESTUIA

RE V E N D I C A R I

1. Procedeul conform inventiei, *caracterizat prin aceea ca*, propune un procedeu integrat biogaz-microalge cu urmatoarele etape de realizare: (1) prepararea substratului organic pentru alimentarea initiala a digesterului, si a compozitiilor pentru alimentariile periodice ale digesterului, constituite din aceleasi deseuri ca si substratul initial, la care se adauga biomasa microalgala epuizata, si cantitatea de fitocatalizatori extrasi din aceasta, prin macinare umeda avansata, astfel incat dimensiunile particulelor solide sa nu depaseasca 5 mm; (2) incarcarea digesterului, inceperea recircularii si a procesului de monitorizare a codigestiei anaerobe; (3) evacuarea periodica, a unei cantitati de digestat brut si valorificarea celor doua fractiuni, digestatul lichid si digestatul solid, dupa operatiunile de sedimentare, filtrare, decolorare, realizate cu echipamentul prototip de electrocoagulare/sedimentare, pentru reutilizare ca mediu nutrient de cultivare a microalgelor, respectiv pentru procesare ulterioara prin piroliza termocatalitica; (4) cultivarea microalgelor, in sisteme de consortii microalge-microorganisme, in regim autotrof/mixotrof, in bazin deschis, in ciclu de iluminare zi/noapte, cu utilizarea mediului nutrient Zarrouk, pentru etapa initiala de cultivare si apoi cu completarea mediului nutrient standard cu digestatul lichid separat din procesul de codigestie anaeroba in amestec cu mediul de cultivare a microalgelor provenit dupa recoltarea si separarea biomasei microalgale; (5) recoltarea periodica, a unei cantitati de 10% biomasa microalgala, prin electrocoagulare, floculare, sedimentare, separarea si procesarea acesteia pentru obtinerea de fitocatalizatori, cu utilizarea finala a biomasei microalgale epuizate ca substrat in procesul de codigestie anaeroba si valorificarea mediului nutrient separat, in amestec cu fractia de digestat lichid in scopul reutilizarii acestuia ca mediu nutrient pentru cultura microalgelor; (6) monitorizarea producerii biogazului prin masurarea continua a volumului si compozitiei acestuia, comprimarea si depozitarea biogazului, in vederea procesarii ulterioare prin separarea si hidrogenarea CO₂ la biometan; (7) conditionarea digestatului solid in vederea procesarii termocatalitice.



2. Procedeu conform revendicării 1, caracterizat prin aceea că procedeul integrat biogaz-microalge se realizează în instalația prezentată în Fig. 1, formată dintr-un fermentator orizontal cu recirculare și un bazin de cultivare microalge care utilizează ca mediu nutritiv, după prima etapă de cultivare, digestatul lichid evacuat periodic din fermentator în amestec cu mediul nutritiv evacuat periodic din bazinul de cultivare microalge asigurând în acest mod valorificarea completă a digestatului lichid și a mediului nutritiv separat.

3. Procedeu conform revendicării 1, caracterizat prin aceea că procesul de codigestie anaerobă se realizează în digestorul descris în Fig. 2, cilindric, orizontal realizat din material polimeric armat cu fibra de sticlă, de capacitate de 5 m³, cu agitare prin recirculare externă și prin intermediul unui sistem intern de perii, cu funcționare alternativă periodică, prevăzut cu un perete (sicana) vertical situat în vecinătatea gurii de alimentare cu substrat organic, design care asigură obținerea unei producții de biogaz de 2,5 m³/zi: volum total de biogaz obținut : 300 m³/tona substrat organic (TSU); conținut maxim de biometan în biogaz : 68% ;

4. Procedeu conform revendicării 3, caracterizat prin aceea că substratului organic pentru codigestie anaerobă este constituit, pentru alimentarea inițială a digestorului, din deseuri vegetale de cartofi, sfeclă de zahăr, porumb siloz, în amestec cu gunoi de grajd și găinat de la fermele avicole, în proporții de 8-12%; 3-7%; 18-22%; 38-42% și, respectiv 23-27% pentru a realiza un raport C/N = 23-25, apă și inocul de fermentație în proporție de 10% față de capacitatea utilă a digestorului, iar pentru alimentările periodice ale digestorului se adaugă o cantitate de biomasă microalgala epuizată, și cantitatea de fitocatalizatori extrasi din aceasta, în proporție de 0,2-0,3 % față de total substanța uscată din sarja de realimentare.

5. Procedeu conform revendicării 1, caracterizat prin aceea că digestatul lichid evacuat periodic din digestor este utilizat în totalitate pentru completarea mediului nutritiv de cultivare microalge, în amestec cu mediul nutritiv recoltat și separat de biomasă microalgala, la un raport de amestecare de 1; 4, cu corecția conținutului de nutrienți, conform condițiilor standard de cultivare.

6. Procedeu conform revendicării 1, caracterizat prin aceea că utilizează tulpina microalgala 424-1 de *Nannochloris* sp., provenită din colecția de tulpini a INCDCP-ICECHIM, depozitată sub numărul CCAP 251/10 la Culture Collection

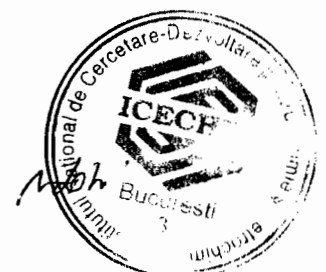


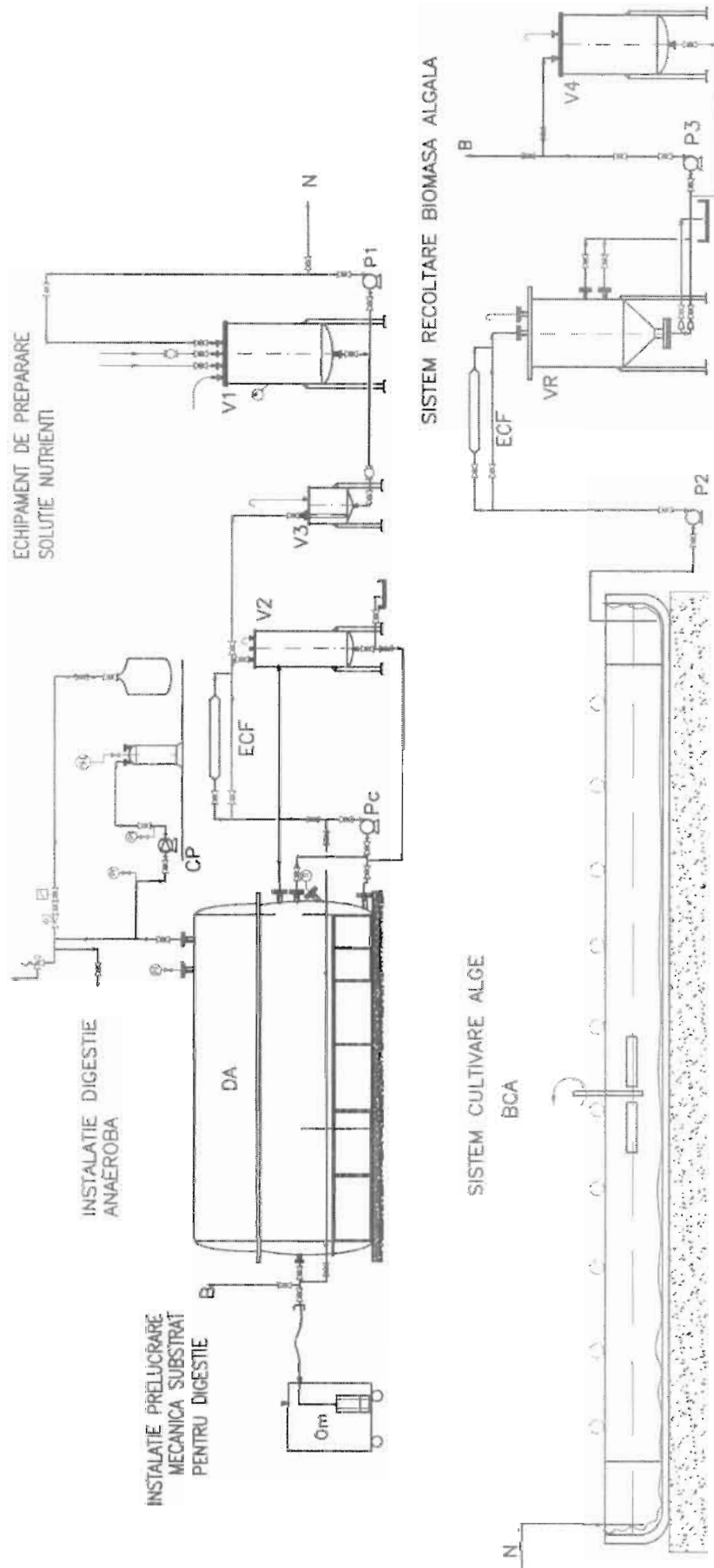
Algae and Protozoa (CCAP), SAM Research Services Ltd., Scottish Marine Institute, Aryll, UK.

7. Procedeu conform revendicarii 1, caracterizat prin aceea ca cultivarea tulpinilor microalgale, se realizeaza in faza initial, in sistem autotrof pe mediul mineral Zarrouk, in bazin deschis de 10.000 litri, din care capacitate utila, 3.000 litri, timp de 8 – 10 zile, pana la atingerea concentratiei de 2 g / litru biomasa microalgala, dupa care se procedeaza la recoltarea periodica, la interval de 2 zile, a cate 10% din suspensia microalgala, concomitent cu completarea sistemului de cultivare microalge, cu aceeasi cantitate de mediu nutrient, constituit din 1 parte digestat lichid evacuat din fermentator si 4 parti mediu nutrient obtinut de la faza de separare biomasa microalgala evacuata periodic si completat cu sarurile minerale corespunzatoare pana la atingerea concentratiilor standard, ceea ce transforma sistemul de cultivare in cel mixotrof, procedeu care asigura obtinerea unei cantitati mari de 6 g/litru biomasa microalgala;

8. Procedeu conform revendicarii 1, caracterizat prin aceea ca, atat digestatul brut evacuat periodic, cat si suspensia de biomasa microalgala recoltata periodic sunt procesate cu ajutorul echipamentului prototip de electrocoagulare, floclulare, sedimentare, descris in Fig.3, integrat in instalatia biogaz-microalge, descrisa in Fig.1, in etapa de recoltare digestat brut, cat si la faza de recoltare biomasa microalgala. in vederea recircularii digestatului lichid in faza de cultivare a microalgelor, respectiv pentru accelerarea procesului de recoltare prin sedimentare a suspensiei de biomasa microalgala, asigurand o eficienta de recuperare de peste 90% si un factor de concentrare de minim 5.

9. Procedeu conform revendicarii 7, caracterizat prin aceea ca biomasa microalgala recoltata ,dupa faza de sedimentare si separare prin decantare, este procesata prin extractie ultrasonica cu solventi organici polari a fitocatalizatorilor, caracterizati spectrofotometric prin continutul total de clorofila si beta-caroten, reprezentand cca.7% din biomasa microalgala uscata.





LEGENDA

- DA - DIGESTOR
- BCA - BAZIN CULTIVARE ALGE
- V1 - VAS PREPARARE SOL. NUTRIENTI
- V2 - VAS COLECTARE DIGESTAT
- V3 - VAS COLECTARE DIGESTAT LICHID SEPARAT
- V4 - VAS COLECTARE APA FILTRATA

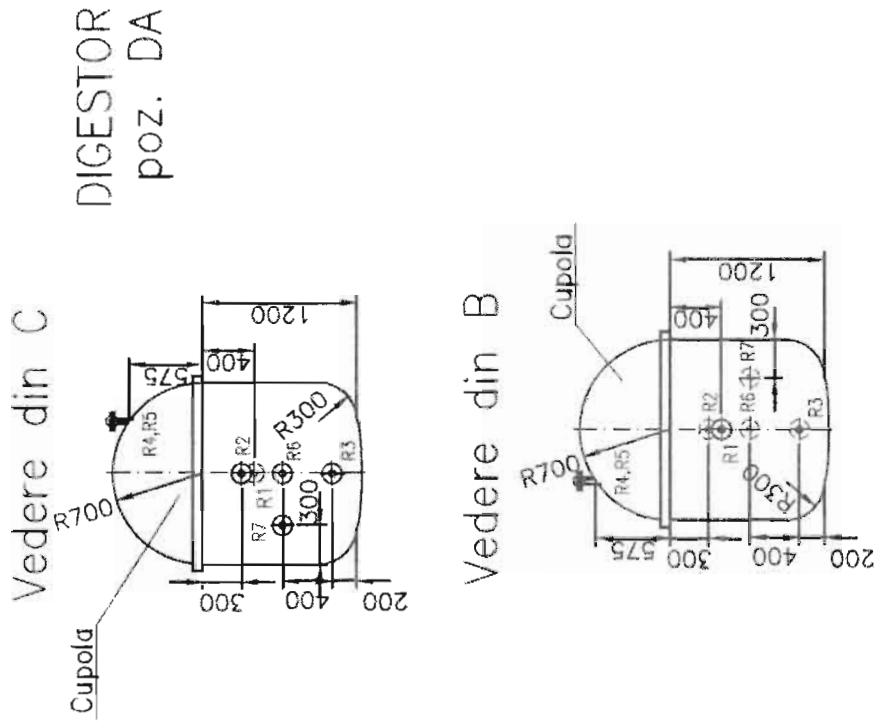
- VR - VAS RECOLTARE (DEPOZITARE/SEDIMENTARE)
- Om - OMOGENIZATOR MOBIL PENTRU SUBSTRAT
- ECF - ECHIPAMENT ELECTROCOAGULARE-FLOCCULARE
- PC - POMPA CENTRALA
- P1; P2; P3 - POMPA CENTRIFUGA
- CP - Compresor

- SS - Supapa de siguranta
- RE - reductor de presiune (cu manometru inclus)
- VE - ventili electromagnetici

- PI - manometru
- TI - termometru
- LI - indicator de nivel
- DE - debitmetru

Figura 1. Schita instalatiei biogaz-microalge



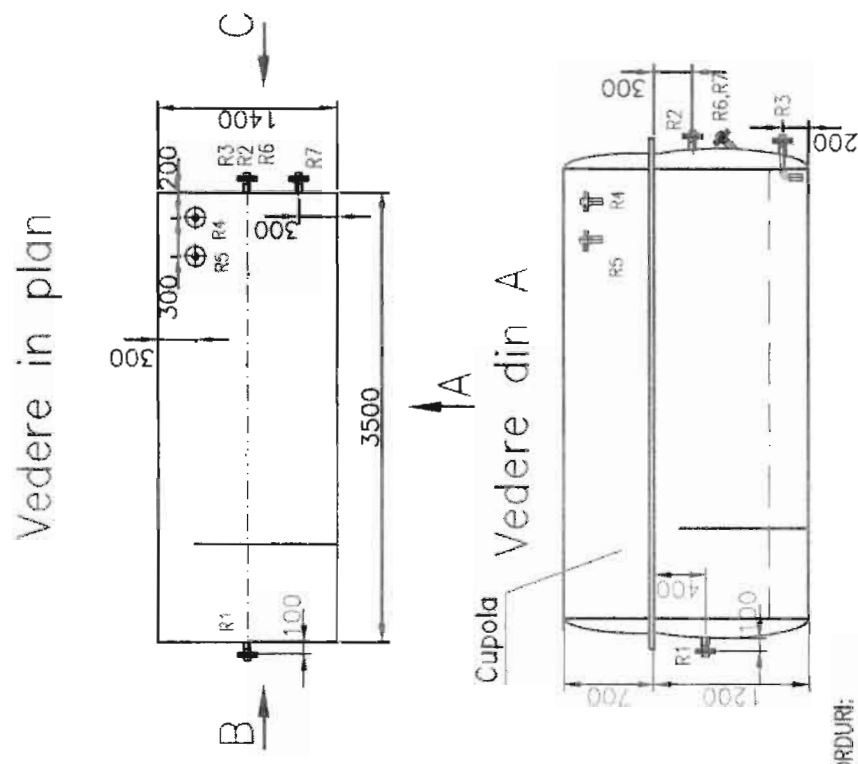


DIGESTOR
poz. DA

Vedere din C

Vedere din B

Vas cilindric orizontal $\phi \times L = 1400 \times 3500$
 $V = 5mc,$
 Cupola $h = 700mm$



Vedere in plan

Vedere din A

- RACORDURI:**
- R1 - Dn32 Substrat/Suspensie 10% SU (Alimentare)
 - R2 - Dn25 Digestat 10% SU (Preaplin)
 - R3 - Dn32 Digestat 10% SU (Golire)
 - R4 - Dn40 Biogaz (Iesire gaz)
 - R5 - Dn25 AMC (Manometru)
 - R6 - Dn25 AMC (Termometru bimetal)
 - R7 - Dn25 AMC (Pehasmetru)

Figura 2. Detalii DE Digestor orizontal cu recirculare, V – 5mc



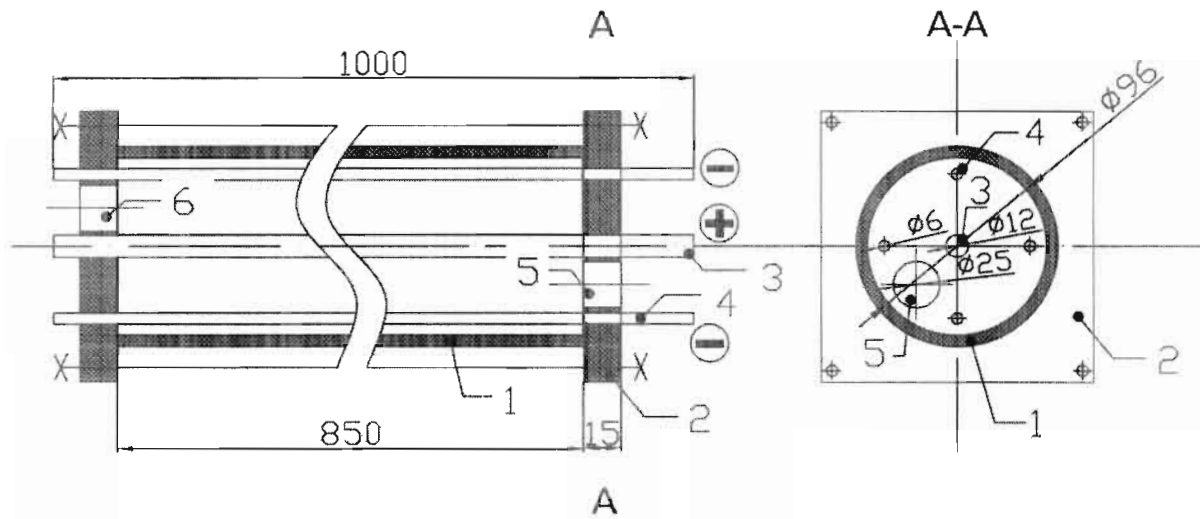


Figura 3. Schita prototipului echipament pentru electrocoagulare-floculare-sedimentare: 1-teava PVC; 2-flansa; 3-anod de sacrificiu din aluminiu; 4- catod de aluminiu; 5- racord de intrare pentru masa microalgala; 6- racord de iesire pentru masa microalgala dupa electrofloculare