ALLAN COSTA NUNES

**INFLUÊNCIA DA ADIÇÃO DE CLORETO FÉRRICO NA FORMAÇÃO
DE LODO GRANULAR AERÓBIO EM REATORES DE BATELADAS
SEQUENCIAIS PARA TRATAMENTO DE ESGOTO SANITÁRIO**

Versão Corrigida

**São Paulo
2021**

ALLAN COSTA NUNES

**INFLUÊNCIA DA ADIÇÃO DE CLORETO FÉRRICO NA FORMAÇÃO
DE LODO GRANULAR AERÓBIO EM REATORES DE BATELADAS
SEQUENCIAIS PARA TRATAMENTO DE ESGOTO SANITÁRIO**

Versão Corrigida

**Dissertação apresentada à Escola Politécnica da
Universidade de São Paulo para obtenção do Título
de de Mestre em Ciências**

**Área de Concentração: Engenharia Hidráulica e
Sanitária**

Orientador: Prof. Dr. Roque Passos Piveli

**São Paulo
2021**

Autorizo a reprodução e divulgação total ou parcial deste trabalho, por qualquer meio convencional ou eletrônico, para fins de estudo e pesquisa, desde que citada a fonte.

Este exemplar foi revisado e corrigido em relação à versão original, sob responsabilidade única do autor e com a anuência de seu orientador.

São Paulo, 02 de fevereiro de 2021

Assinatura do autor: Allen Costa Nunes

Assinatura do orientador: Fre P. D.S.

Catálogo-na-publicação

Costa Nunes, Allan

INFLUÊNCIA DA ADIÇÃO DE CLORETO FÉRRICO NA FORMAÇÃO DE LODO GRANULAR AERÓBIO EM REATORES DE BATELADAS SEQUENCIAIS PARA TRATAMENTO DE ESGOTO SANITÁRIO / A. Costa Nunes -- versão corr. -- São Paulo, 2021.

139 p.

Dissertação (Mestrado) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Departamento de Engenharia de Hidráulica e Ambiental.

1.Lodo Granular Aeróbio 2.Cloreto Férrico 3.Tratamento Bioquímico 4.Reator de Bateladas Sequenciais I.Universidade de São Paulo. Escola Politécnica. Departamento de Engenharia de Hidráulica e Ambiental II.t.

NUNES, A. C. **Influência da adição de cloreto férrico na formação de lodo granular aeróbio em reatores de bateladas sequenciais para tratamento de esgoto sanitário.** 2020. 144 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Hidráulica e Ambiental) – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2020.

Aprovado em:

Banca Examinadora

Prof. Dr. _____

Instituição _____

Julgamento _____

Prof. Dr. _____

Instituição _____

Julgamento _____

Prof. Dr. _____

Instituição _____

Julgamento _____

AGRADECIMENTOS

À minha mãe Maria Irene da Costa Nunes, meu pai Manuel Lucio Nunes Filho e meu irmão Talmo Costa Nunes por todo apoio e compreensão por mim prestados ao longo de todo meu desenvolvimento acadêmico, principalmente neste trabalho.

À Universidade de São Paulo e Escola Politécnica, pela oportunidade da realização do curso de mestrado bem como a estrutura fornecida para o material de estudo gerado a partir da experimentação e análises dos sistemas sanitários.

Ao meu orientador Prof. Tit. Roque Passos Piveli por todo conhecimento transmitido dentro e fora de sala de aula, a orientação decisiva no desenvolvimento do projeto e o apoio em momentos críticos da pesquisa e pelo ombro amigo nos momentos de necessidade.

Ao Prof. Dr. Rodrigo de Freitas Bueno por toda experiência de campo e teórica, auxiliando no melhor aproveitamento dos reatores e todo suporte no bom funcionamento dos mesmos.

Aos companheiros de laboratório Fábio Campos, Andrei Rosental Buarque de Gusmão, Matheus Ribeiro Augusto, Fernanda Cunha Maia, Nathalia Rodrigues Guimarães por todo auxílio tanto nos conceitos operacionais do sistema piloto, quanto nas orientações laboratoriais para o melhor desenvolvimento das análises.

À SABESP que em todos os momentos se mostrou aberta às orientações e o fornecimento do reagente necessário para este trabalho, especialmente o Prof. Dr. Sidney Seckler Ferreira Filho e o engenheiro Agelino Saullo que prontamente atenderam às necessidades do projeto e prestaram suas recomendações quanto à manipulação do Cloreto Férrico e

À Prof. Dr. Denise Crocce Romano Espinosa e seu orientado Amilton Barbosa Botelho Junior por atenderem prontamente uma necessidade do projeto junto à estrutura do Laboratório de Reciclagem, Tratamento de Resíduos e Extração (LAREX).

Aos meus amigos Cássia Andrade Said, Daniela Kawaguti, Tiago Fernandes Moherdau, Beatriz Becari Barreto, Lucas Nogueira Garcez e Roberto Antonio Fernandes que me acompanharam ao longo dos últimos anos, cuja amizade e os conselhos foram de fundamental importância em meu desenvolvimento pessoal e profissional.

Muito obrigado a todos!

RESUMO

A presente pesquisa tem por objetivo principal avaliar a formação do Lodo Granular Aeróbio (LGA) em Reatores de Bateladas Sequenciais (RBS) entre dois reatores iguais de 3 m de altura e 30 cm de diâmetro, em que se adicionou Cloreto Férrico a um deles. Foram analisados de forma comparativa os resultados quanto às características de concentração e índice volumétrico do lodo, bem como a remoção de matéria orgânica, nitrogênio e fósforo no processo de tratamento.

Para este estudo, utilizou-se esgoto produzido no campus da Universidade de São Paulo, de modo a reproduzir as características de esgotos domésticos reais. Para melhor compreensão do método de tratamento, dividiu-se este trabalho em 3 fases, sendo as duas primeiras de cunho exploratório para a escolha da configuração que apresentasse melhores resultados quanto ao desenvolvimento inicial de lodo granular aeróbio.

A partir da inoculação de lodo desenvolvido em um RBS, a Fase I completou-se os reatores de modo a fornecer uma razão Alimento/Microrganismo (A/M) de 1,1 g DQO/g SSV.dia e taxa de aeração de 2,55 cm/s, mantendo a OD em saturação. Nesta etapa realizou-se o controle da idade de lodo de 6 dias, após a realização das reduções progressivas nos tempos de sedimentação. Para os 90 dias de análise o efluente se mostrou altamente clarificado, porém o lodo de ambos os reatores era composto por flocos de grandes dimensões, e fração granular imperceptível à olho nu, e apresentou remoção máxima de fósforo foi de 43%.

Para a Fase II, explorou-se a adição de uma mistura de lodos ativados e lodos de UASB. Como mudanças significativas, optou-se por trabalhar com uma A/M entre 0,3 e 0,5 g DQO/g SSV.dia. Ao se constatar a existência de partículas com estruturas típicas de lodo granular aeróbio, aplicou-se uma idade de lodo de 10 dias, trazendo rápida melhoria na qualidade do efluente final, porém a remoção máxima de fósforo foi de 70% no tratamento biológico.

Para a Fase III manteve-se a condição operacional da fase anterior, com a inoculação de lodo de outro RBS de maior escala, recentemente iniciado. A um dos reatores dosou-se Cloreto Férrico em dois estágios diferentes, com 10 mg FeCl_3/L durante 60 dias, e 20 mg FeCl_3/L nos últimos 30 dias. O reator em que se adicionou o sal metálico apresentou formação de lodo granular 15 dias após a ativação da

bomba dosadora. Como resultados, obteve-se sólidos com índice volumétrico de lodo para 5 e 30 minutos mais próximos de 50 mL/g SST, e a razão entre estes em 1,18.

Como resultados da última fase, foi obtido no efluente tratado do reator sem a adição do coagulante (R₁) 48 mg SST/L, 35 mg DBO_T/L, 7 mg DBO_S/L, 81 mg DQO_T/L, 14 mg DQO_S/L, 4,0 mg P_T/L e 1,0 mg P_S/L, e para o reator sob efeito da dosagem de Cloreto Férrico (R₂) 35 mg SST/L, 38 mg DBO_T/L, 4 mg DBO_S/L, 61 mg DQO_T/L, 4 mg DQO_S/L, 3,3 mg P_T/L e 0,2 mg P_S/L. Alcançando uma remoção de P solúvel de 83 e 96%, para R₁ e R₂ respectivamente.

ABSTRACT

The main objective of this research is to evaluate the formation of Aerobic Granular Sludge (LGA) in Sequential Batch Reactors (RBS) in two equal reactors of 3 m of height and a diameter of 30 cm, in which Ferric Chloride was added to one of them. The results were analyzed comparing the characteristics of concentration and volumetric index of the sludge in the mixed liquor, as well as the removal of organic matter, nitrogen and phosphorus in the treatment process.

For this study, the sewage generated on the campus of the University of São Paulo was used to reproduce the characteristics of real domestic sewage. For a better understanding of the treatment method, this research was divided into 3 phases.

From the sludge inoculation developed in a RBS, Phase I had its reactors filled to provide a Food/Micro-organism (A/M) ratio of 1.1 g DQO/g SSV.dia and aeration rate of 2.55 cm/s, keeping the OD of saturation. In this stage, the control of the sludge age of 6 days was performed as soon as the reactor reached the minimum time of 11 minutes for the sedimentation step. For the 90 days of analysis the effluent was highly clarified, but the sludge of both reactors was composed exclusively of large flakes and the maximum removal of phosphorus was 43%.

For Phase II, the addition of a mixture of activated sludge and UASB sludge was explored. As significant changes, it was decided to work with an A/M between 0.3 and 0.5 g DQO/g SSV.dia. When the existence of particles with granular structures in the sludge mixture was verified, a sludge age of 10 days was applied, bringing rapid improvement in the quality of the final effluent, but the maximum removal of phosphorus was 70% in the biological treatment.

For Phase III, the same operational configuration of the previous phase was maintained, with the inoculation of sludge of another RBS of larger scale, recently initiated. Ferric Chloride was dosed at one of the reactors in two different stages with 10 mg FeCl_3/L for 60 days and 20 mg FeCl_3/L for the last 30 days. The reactor in which the metallic salt was added presented granular sludge formation 15 days after the dosing pump activation. As a result, solids were obtained with a sludge volumetric index for 5 and 30 minutes closer to 50 mL/g SST, and the with ratio of 1.18.

As a result of the last phase, it was obtained in the treated effluent of the reactor without the addition of coagulant (R_1) 48 mg SST/L, 35 mg DBOT/L, 7 mg DBOS/L, 81

mg DQOT/L, 14 mg DQOS/L, 4,0 mg PT/L and 1,0 mg PS/L, and for the Ferric Chloride dosing reactor (R_2) 35 mg SST/L, 38 mg DBOT/L, 4 mg DBOS/L, 61 mg DQOT/L, 4 mg DQOS/L, 3.3 mg PT/L and 0.2 mg PS/L. Achieving a soluble P removal of 83 and 96% for R_1 and R_2 respectively.

Lista de figuras

Figura 1 Esquema metabólico dos PAOs durante as fases aeróbias e anaeróbia....	23
Figura 2 Esquema comparativo entre um RBS convencional e RBS com Lodo Granular Aeróbio	27
Figura 3 Concentração de compostos em relação à profundidade do biofilme.....	36
Figura 4 Modelo de formação do lodo granular aeróbio proposto.....	38
Figura 5 Composição microbiana de aplicação nas análises da pesquisa.....	39
Figura 6 Esquema da nitrificação e desnitrificação simultâneas no lodo granular aeróbio.	42
Figura 7 Razão de massa de sais de alumínio por concentração remanecente na mistura final.....	44
Figura 8 Ilustração da representação da adição de coagulantes químicos, em pontos únicos, nos sistemas de tratamento com lodos ativados.	50
Figura 9 Lodos granulares aeróbios com elevada presença de bactérias filamentosas.	54
Figura 10 Composição do tratamento preliminar. Gradeamento mecanizado, caixa de areia, calha Parshall e tanque de retenção de gorduras, respectivamente.....	59
Figura 11 Corte esquemático do reator biológico.....	60
Figura 12 Difusor de bolhas finas.....	61
Figura 13 Sistema de bombeamento.	62
Figura 14 Válvula solenoide.	62
Figura 15 Sistema dosador de Cloreto Férrico.....	63
Figura 16 Painel de controle com controle analógico Fonte: O autor (2020).	64
Figura 17 Microcontrolador Raspberry Pi 3.....	65
Figura 18 Microcontrolador Raspberry Pi 3, relé com 8 canais e painel eletrônico instalados após a reformulação do painel de controle.	65
Figura 19 Configuração dos tempos dos ciclos de batelada segundo o crescimento microbiano e redução progressiva dos tempos de sedimentação.....	66
Figura 20 Rotâmetro.	69
Figura 21 Filtro de ar.	69
Figura 22 Oxímetro Hatch HQ40d.....	72
Figura 23 Frascos de amostragem identificados.....	73
Figura 24 Concentrações de SST, SSV e SSF no lodo de R1 e R1 ao longo da Fase I.	81
Figura 25 Lodo do R1 ao fim da Fase I.....	82
Figura 26 Lodo desprendido por flotação, Fase I).....	82
Figura 27 Concentrações de SST, SSV e SSF no efluente de R1 e R2 ao longo da Fase I.	83
Figura 28 Efluente tratado Fase I, antes e depois do controle da idade do lodo.....	83
Figura 29 Resultados do IVL de 5 minutos de R1 e R2, Fase I.....	84
Figura 30 Resultados do IVL de 30 minutos de R1 e R2, Fase I.....	85
Figura 31 Relação entre os IVLs de 5 e 30 minutos de R1 e R2, Fase I.....	85
Figura 32 Concentrações residuais de DQO Total e Solúvel nos efluentes de R1 e R2, Fase I.....	86
Figura 33 Concentrações residuais de fósforo total e solúvel nos efluentes de R1 e R2 ao longo da Fase I.....	87
Figura 34 Concentração de SST, SSV e SSF de R2 durante a Fase II.	89
Figura 35 Primeiros grânulos visualizados a olho nu no 83º dia.	90

Figura 36 Mistura completa do lodo nos 1º e 136º dias da Fase II.....	91
Figura 37 LGA após remoção da parcela flocular.	91
Figura 38 LGA de maiores dimensões encontrados no fundo do reator (3 a 4 mm). 92	
Figura 39 Análise granulométrica do lodo, Fase II	93
Figura 40 IVL para 5 e 30 minutos de R2, Fase II.....	93
Figura 41 Relação dos IVLs de 5 e 30 minutos para R2 durante a Fase II.	94
Figura 42 Concentração de sólidos no efluente de R2, Fase II.....	94
Figura 43 Efluente clarificado após controle celular.	96
Figura 44 Razão alimento/microrganismo aplicada ao R2, Fase II.	96
Figura 45 Variação de DQO total e solúvel no efluente de R2 e do esgoto afluente, Fase II.	97
Figura 46 DBO residual total e solúvel no efluente de R2, Fase II.....	98
Figura 47 Concentração de NKT e nitrogênio amoniacal no efluente de R2 e no esgoto afluente, Fase II.....	99
Figura 48 Concentração de nitrito e nitrato no efluente de R2, Fase II.	99
Figura 49 Alcalinidade e pH do esgoto afluente e do efluente de R2 - Fase II.....	101
Figura 50 Perfis de concentração de oxigênio ao longo da etapa de aeração do ciclo - Fase II.	102
Figura 51 Fósforo total e solúvel no efluente de R2 e no esgoto afluente, Fase II..	102
Figura 52 Operação do R2 após ativação da dosagem de coagulante.....	104
Figura 53 Registro do ensaio Jar-Test para as dosagens de 10, 20, 30 e 40 mg FeCl ₃ /L.	105
Figura 54 Fragmentação de lodo granular aeróbio no ensaio com 40 mg FeCl ₃ /L. 105	
Figura 55 Crescimento do lodo em R1 e R2, Fase III.	107
Figura 56 Granulação do reator R2 ao fim do estágio I.....	107
Figura 57 Lodo granular aeróbio de R1 e R2 após lavagem, dia 117 (estágio II). ..	108
Figura 58 Curva da análise granulométrica do lodo de R ₁ e R ₂ , Fase III.	108
Figura 59 Análise microscópica dos sólidos dos reatores R ₁ e R ₂ durante a Fase III.	109
Figura 60 IVL de 5 e 30 minutos para R1 e R2, Fase III.	110
Figura 61 Relação IVL5/IVL30 para os sistemas R1 e R2, Fase III.	110
Figura 62 Sedimentação do lodo para os reatores R ₁ (à esquerda) e R ₂ (à direita) nos tempos 0 e 2 minutos.	112
Figura 63 Sedimentação do lodo para os reatores R ₁ (à esquerda) e R ₂ (à direita) nos tempos 5 e 30 minutos.	112
Figura 64 Lodo sedimentado no 135º dia de operação.....	113
Figura 65 Transbordamento de escumas formadas com adição do coagulante.	113
Figura 66 Concentrações de SST no efluente de R1 e R2, Fase III.....	115
Figura 67 Concentrações de DQO total no efluente de R1 e R2, e no esgoto afluente Fase III.	116
Figura 68 Concentrações de DQO solúvel no efluente de R1 e R2, e no esgoto afluente, Fase III.....	116
Figura 69 DBO total e solúvel residuais nos efluentes de R1 e R2, e no esgoto afluente, Fase III.....	117
Figura 70 Concentração de NKT no efluente de R1, R2 e no esgoto afluente, Fase III.	118
Figura 71 Concentração de nitrogênio amoniacal no efluente de R1, R2 e no esgoto afluente, Fase III.....	119
Figura 72 Concentração de NO ₂ ⁺ e NO ₃ ⁺ no efluente de R1 e R2, Fase III.	119
Figura 73 Alcalinidade e pH dos efluentes tratados de R1 e R2 - Fase III.	120

Figura 74 Concentração de oxigênio em R1 e R2 ao longo da aeração - Fase III..	121
Figura 75 Concentração de fósforo total no efluente de R1 e R2, e esgoto afluente, Fase III.	122
Figura 76 Concentração de fósforo solúvel no efluente de R1 e R2, e esgoto afluente, Fase III.....	123
Figura 77 Perfil das concentrações de fósforo solúvel ao longo de um ciclo, 123º dia da Fase III.	124
Figura 78 Perfil das concentrações de DQO solúvel ao longo de um ciclo, 123º dia da Fase III.	125
Figura 79 Concentração de fósforo solúvel na mistura dos reatores durante os últimos 20 minutos do ciclo.	125

Lista de tabelas

Tabela 1 Limites de concentração de fósforo em águas naturais.	18
Tabela 2 Características típicas de esgotos domésticos.....	19
Tabela 3 Parâmetros de projeto de RBS com lodo granular aeróbio no tratamento de esgoto sanitário	28
Tabela 4 Idade do lodo (θ_c) em segundo a temperatura (T) recomendadas para a nitrificação.	33
Tabela 5 pH mínimos, máximos e ótimos recomendados para os processos biológicos no tratamento de esgoto.....	34
Tabela 6 Composição média do esgoto durante o período amostral.	56
Tabela 7 Regime operacional das Fases I, II e III.	67
Tabela 8 Frequências e métodos aplicados às análises laboratoriais.....	74
Tabela 9 Concentrações e volumes adicionados em na partida de R1 e R2.	79
Tabela 10 Desenvolvimento de R1, Fase I.	80
Tabela 11 Desenvolvimento de R2, Fase I.	80
Tabela 12 Concentrações de SST e volumes adicionados aos reatores na partida do tratamento.	88
Tabela 13 Valores de concentração de lodo, IVL ₅ e IVL ₃₀ ao final dos estágios 1 e 2 da Fase III	106
Tabela 14 Valores de concentração de DQO, SSV e Fósforo no efluente tratado ao final dos estágios 1 e 2 da Fase III.....	106

Sumário

RESUMO.....	v
ABSTRACT.....	vii
Lista de figuras.....	ix
1. INTRODUÇÃO.....	14
2. OBJETIVOS.....	16
2.1. OBJETIVO GERAL	16
2.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	16
3. Revisão Bibliográfica.....	17
3.1. Comportamento do fósforo nas águas naturais e as necessidades e opções de tratamento	17
3.2. Remoção Biológica de Fósforo.....	21
3.2.1. Aspectos Teóricos da Remoção Biológica de Fósforo.....	21
3.2.1.1. Liberação do fósforo em condições anaeróbias:.....	22
3.2.1.2. Remoção do fósforo em condições aeróbias	24
3.3. Reator com Lodo Granular Aeróbio.....	24
3.2.1. Configuração do reator.....	25
3.2.2. Tempo da batelada.....	27
3.2.3. Relação alimento/microrganismos (A/M)	29
3.2.4. Controle da Idade do Lodo	30
3.2.5. Influência da temperatura.....	32
3.2.6. Controle do pH e alcalinidade	33
3.2.7. Taxa de aeração e oxigênio dissolvido	34
3.2.8. Estrutura do lodo granular aeróbio	36
3.3. Remoção de Fósforo por Processo Físico-Químico.....	42
3.3.1. Cálcio – Ca^{2+}	45
3.3.2. Alumínio – Al^{3+}	45
3.3.3. Ferro – Fe^{2+} e Fe^{3+}	46
3.4. Tratamento Conjunto, Físico-Químico e Biológico para Remoção de Fósforo ..	48
3.4.1. Aplicação de Coagulante Químico em Lodo Ativado	49
3.4.2. Aplicação de Coagulante Químico em Reator com Lodo Granular Aeróbio.....	51
3.5. Composição do efluente sanitário	53
4. Materiais e métodos.....	56
4.1. Caracterização do esgoto sanitário	56
4.2. Sistema de recalque e tratamento preliminar.....	57
4.3. Concepção dos reatores.....	59
4.3.1. Construção dos reatores	60
4.3.2. Controle e automação dos reatores	63
4.3.3. Operação e etapas do ciclo	66
4.4. Fases experimentais	67
4.4.1. Fase I.....	68
4.4.2. Fase II.....	69
4.4.3. Fase III.....	70
4.5. Controle analítico do desempenho do sistema dos reatores.....	72
5. Resultados e discussões	79

5.1. Resultados Fase I.....	79
5.1.1. Concentração de sólidos nos reatores e efluentes – Fase I	81
5.1.2. Índice Volumétrico do Lodo dos reatores – Fase I.....	84
5.1.3. Análises de remoção da DQO – Fase I.....	85
5.1.4. Análise da remoção de fósforo – Fase I.....	87
5.2. Resultados Fase II.....	88
5.2.1. Concentração de sólidos nos reatores e efluentes – Fase II	89
5.2.2. Índice Volumétrico do Lodo do reator – Fase II	93
5.2.3. Análises de remoção da DQO e DBO – Fase II	97
5.2.4. Análise da remoção de nitrogênio – Fase II	99
5.2.5. Análise da remoção de fósforo – Fase II.....	102
5.3. Resultados Fase III.....	103
5.3.1. Concentração de sólidos nos reatores e efluentes – Fase III	106
5.3.2. Índice Volumétrico do Lodo do reator – Fase III	110
5.3.3. Análises de remoção da DQO e DBO – Fase III	115
5.3.4. Análise da remoção de nitrogênio – Fase III	118
5.3.5. Análise da remoção de fósforo – Fase III.....	122
6. Conclusão.....	127
7. Sugestões para trabalhos futuros	129
8. Referências bibliográficas.....	130

1. INTRODUÇÃO

O tratamento de esgotos no Brasil ainda carece de universalização de seus serviços, apontando um longo caminho até uma situação ideal. A escassez de água e o aumento dos volumes descartados sem um tratamento adequado, pressionam fortemente o avanço na direção do desenvolvimento de tecnologias mais eficientes para a remoção da matéria orgânica e macronutrientes dos efluentes domésticos antes de seu despejo em corpos hídricos.

Em nossos mananciais, as cargas orgânicas apresentam-se em elevados níveis de concentração, cabendo às estações de tratamento de efluentes reduzir a pressão de poluentes a serem despejados nos corpos hídricos, mitigando os potenciais efeitos adversos caso ocorressem descartes diretamente de residências e indústrias. Além da matéria orgânica, os nutrientes são reconhecidos como potencialmente poluidores das águas naturais, e que seu acúmulo, principalmente em regimes lânticos, resultam na eutrofização do meio. A partir da abundância de elementos como nitrogênio e fósforo, gera-se um ambiente propício para a procriação descontrolada de algas e perda das características do corpo hídrico.

O método de tratamento de esgotos de grande porte mais implementado em nosso território, conhecido por lodos ativados, exerce tanto a função de abatimento da matéria orgânica quanto a remoção de nutrientes. Quando operados em regime de bateladas sequenciais torna-se uma alternativa bastante atrativa, viabilizando as fases aeróbias, anóxicas e anaeróbias em um mesmo tanque. Dada a maior velocidade de separação dos sólidos na mistura e a menor demanda por tanques de clarificação secundária, os sistemas em bateladas sequenciais trazem consigo a reduzida demanda por áreas de ocupação, porém cria-se um grau de complexidade em relação aos lodos ativados quanto as etapas de seus ciclos e aos aparatos de controle operacional.

Nas últimas décadas descobriu-se a possibilidade de se granular uma biomassa até então floculenta. Estas estruturas granulares possuem grande capacidade hidrofóbica, e alta velocidade de sedimentação, superiores às das partículas em forma de flocos de lodos ativados.

Em tecnologias patenteadas na Holanda (Nereda®), o sistema com lodo granular aeróbio vem apresentando resultados bastante satisfatórios na remoção de matéria orgânica, nitrogênio e fósforo do esgoto sanitário. A aplicação em escala real resulta em significativa redução de área e consumo energético. Segundo Bruin et al. (2004) Estima-se que o emprego destes reatores acarreta na redução de entre 50 a 75% da área de implantação, 23 a 40% do consumo de energia elétrica e até 25% no custo operacional.

Mesmo considerada uma tecnologia promissora, os conhecimentos deste modelo em regiões tropicais ainda avançam a nível investigativo no campo acadêmico. Sabe-se que os esgotos tipicamente europeus contêm uma composição muito diferente aos brasileiros. Tomando como exemplo, o elemento de maior interesse neste trabalho, as concentrações de fósforo são anunciadas nas pesquisas tidas como base literária flutuam em torno de 15 a 20 mg P/L, enquanto no Brasil esta faixa fica em torno de 6 a 10 mg P/L, não exercendo efeito limitante sobre tratamentos biológicos (PIVELI, 1996).

O crescimento da biomassa auto imobilizada na forma de grânulos de dimensões relativamente grandes traz como fatores atraentes a grande variabilidade de espécies e a estratificação microbiológica. A sobreposição das camadas agrega à composição resistência a cargas de choque, uma vez que a diversidade celular contribui para o aumento da taxa de degradação dos agentes inibidores. A estratificação, uma característica marcante dos lodos granulares, é decorrente do aumento da espessura da estrutura celular. Esta propriedade resulta em maior capacidade dos reatores para promover condições aeróbias e anóxicas simultaneamente, necessárias para a nitrificação e desnitrificação do esgoto.

Esta pesquisa teve como base o estudo de reatores em bateladas sequenciais com lodo granular aeróbio, onde foram comparadas as dimensões das partículas formadas em sistemas com e sem a adição de Cloreto Férrico, bem como as concentrações de sólidos, matéria orgânica e nutrientes residuais nos efluentes tratados. Sendo coagulante, o Cloreto Férrico possui potencial para promover maior agregação das partículas que compõem o lodo biológico, além de resultar também na precipitação de ortofosfato, reduzindo a concentração deste componente no efluente.

2. OBJETIVOS

2.1. OBJETIVO GERAL

Avaliação experimental do processo de formação, crescimento e desempenho de lodo granular aeróbio em reatores de bateladas sequenciais sem e com a aplicação de Cloreto Férrico.

2.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Avaliar o comportamento do reator durante a partida dos reatores em bateladas sequenciais em função da carga orgânica e controle da idade do lodo para o desenvolvimento biológico do LGA;
- Avaliar os efeitos das condições operacionais impostas aos reatores com LGA, sob as características físicas dos sólidos biológicos formados e valores residuais de compostos orgânicos, nitrogênio e fósforo no esgoto tratado;
- Avaliar o efeito da aplicação de Cloreto Férrico no reator na formação do lodo granular aeróbio e a influência na remoção de fósforo no esgoto sanitário.

3. Revisão Bibliográfica

Tendo em vista que o objetivo deste trabalho é avaliar o efeito da adição de Cloreto Férrico em um reator de bateladas sequenciais com LGA, buscando aumentar a remoção de fósforo, a revisão de literatura compreenderá uma breve descrição da importância do controle do fósforo nas águas naturais, as opções de tratamento, e a caracterização conceitual dos principais tratamentos aplicáveis.

3.1. Comportamento do fósforo nas águas naturais e as necessidades e opções de tratamento

O fósforo, assim como o nitrogênio, é considerado um dos nutrientes essenciais para o crescimento de microrganismos, plantas e animais. Quando em elevada concentração em águas naturais leva à eutrofização, aumento expressivo de nutrientes, favorecendo o desenvolvimento excessivo de algas (METCALF E EDDY, 2014). O crescimento expressivo destas algas é percebido de maneira mais significativa em ecossistemas lênticos, na presença de água parada ou com pouco movimento, como lagos, represas e reservatórios.

Além da degradação estética do ambiente, o elevado estado de eutrofização pode resultar em prejuízos aos usos que se façam dos corpos d'água. Podem ser citados como impactos diretos do crescimento acelerado destas algas, as limitações na captação e uso para abastecimento público, devido a morte e decomposição de peixes e abrupta redução da concentração de oxigênio dissolvido (PIVELI, 1996).

No Brasil, o lançamento de cargas poluidoras contendo fósforo em sua composição é regulamentado pela Resolução CONAMA nº 357, de 17 de março de 2005. Esta resolução tem por princípio a proteção dos recursos hídricos, estabelecendo limites de concentração dos agentes passíveis de degradação da qualidade das águas naturais, de acordo com a classe pertencente (Tabela 1). A resolução, de âmbito federal, orienta e fornece diretrizes de gestão, porém os colegiados estaduais podem adaptar estes valores, somente em maior restrição, para a realidade local (BRASIL, 2005).

Tabela 1 Limites de concentração de fósforo em águas naturais.

Parâmetros	Classe 1	Classe 2	Classe 3
Concentrações máximas			
Águas Doces			
Fósforo total (ambiente lântico)	0,020 mg P/L	0,030 mg P/L	0,050 mg P/L
Fósforo total (ambiente intermediário, com tempo de residência entre 2 a 40 dias e tributários de ambiente lântico)	0,025 mg P/L	0,050 mg P/L	0,075 mg P/L
Fósforo total (ambiente lótico)	0,100 mg P/L	0,100 mg P/L	0,150 mg P/L
Águas Salinas			
Fósforo total	0,062 mg P/L	0,093 mg P/L	-
Polifosfatos	0,031 mg P/L	0,046 mg P/L	-
Águas Salobras			
Fósforo total	0,124 mg P/L	0,186 mg P/L	-
Polifosfatos	0,062 mg P/L	0,093 mg P/L	-

Fonte: Brasil (2005)

Ainda na Resolução CONAMA nº 357, o parágrafo 2º do Art. 10º indica os parâmetros máximos estabelecidos em cada classe de enquadramento deverão ser obedecidos nas condições de vazão de referência, onde os valores máximos admissíveis para as formas químicas de nitrogênio e fósforo poderão ser alterados em decorrência das condições naturais ou quando estudos ambientais específicos, levando em consideração a poluição difusa, comprovem que os novos limites não resultarão em prejuízos para os usos previstos do enquadramento da classe onde os efluentes são descartados.

Pretendendo-se diminuir a concentração nos esgotos, a Resolução nº 359 estabelece critérios para a utilização de fósforo na produção de detergentes sólidos (como sabão em pó) para a comercialização nacional, indicando a necessidade da redução e eventual eliminação de compostos fosfatados na composição destes produtos, uma vez que os detergentes contribuem com uma fração significativa do fósforo presente no esgoto sanitário (PIVELI, 1996).

Se lançado diretamente em corpos receptores, sem o adequado tratamento, os esgotos domésticos podem fornecer concentrações de matéria orgânica e nutrientes superiores à capacidade de depuração e assimilação pelo ecossistema aquático

(METCALF E EDDY, 2014). Na Tabela 2 são apresentados os valores de concentração de matéria orgânica, nitrogênio e fósforo, típicos de um esgoto sanitário.

Tabela 2 Características típicas de esgotos domésticos.

Constituinte	Unidade	Concentração		
		Baixa	Média	Alta
SST	mg/L	130	195	389
SSF	mg/L	29	43	86
SSV	mg/L	101	152	304
DBO	mg/L	133	200	400
DQO	mg/L	339	508	1016
Nitrogênio Total	mg/L	23	35	69
Nitrogênio Amoniacal	mg/L	14	20	41
P-total	mg/L	3,7	5,6	11,0
Óleos e graxas	mg/L	51	76	153

Fonte: Adaptado de Metcalf e Eddy, (2016)

A remoção de fósforo nos processos de tratamento de esgotos sanitários visa a redução de suas concentrações, de forma a atender aos padrões de classificação dos corpos receptores. A maior parte deste nutriente apresenta-se na forma solúvel (METCALF E EDDY, 2014), portanto, sua remoção deve compreender a transferência de massa à fase insolúvel. No caso do uso de processo físico-químico, a insolubilização do fosfato é feita mediante precipitação química com aplicação de um agente coagulante. Nos reatores biológicos, os ortofosfatos solúveis são incorporados pela biomassa, seja na forma de biofilme, flocos ou grânulos, sendo removidos posteriormente com o descarte do lodo em excesso.

Outros métodos físicos possíveis de serem empregados partem do princípio da nanofiltração e a osmose reversa. Apesar de bons resultados, sua aplicação torna-se inviável devido aos volumes elevados de operação das estações de tratamento de efluentes (METCALF & EDDY 2014). Vale-se acrescentar que para a remoção de ortofosfatos solúveis são necessárias membranas muito finas, de custo elevado e necessidade de maior número de interrupções no processo para retro lavagem, podendo inviabilizar o processo.

Os métodos mais empregados nas estações de tratamento de esgotos são apoiados nos processos biológicos e os físico-químicos (ou ambos combinados). Em tratamentos biológicos, a remoção de fósforo pode ser desempenhada por Organismos Heterotróficos Ordinários (OHO). Com cerca de 2,2% de fósforo presente no lodo contendo os OHO, recomenda-se o equilíbrio da razão DBO:P da ordem de 100:1, podendo ocorrer elevada concentração residual, dependendo da concentração do esgoto afluente.

Como meio de melhorar a remoção de fósforo em processos biológicos, a criação de condições a viabilizar o desenvolvimento de Organismos Acumuladores de Polifosfatos, ou PAOs (da abreviação da nomenclatura em inglês para Polyphosphate-accumulating organisms), podendo levar à formação de lodos com até 38% de fósforo, e consequentemente, resultando em um efluente final com menores concentrações deste elemento (EKAMA E WENZTEL, 2004). Para corpos receptores de classes mais restritivas, a remoção biológica, mesmo na presença dos PAOs, pode não alcançar os padrões fixados.

A introdução de um tratamento físico-químico com o uso de Cloreto Férrico, em caráter suplementar, poderia resultar em efluentes finais capazes de atender aos valores exigidos na Resolução CONAMA. Além de viabilizar a remoção biológica do nitrogênio, trabalhar-se com a combinação destes métodos leva à otimização da remoção do fósforo, rápida formação dos biossólidos (BRATBY, 2016), bem como a redução de reagente necessário para a precipitação dos ortofosfatos e menor volume de lodo produzido (METCALF E EDDY, 2014).

O fósforo presente no lodo pode ser destinado ao emprego na agricultura, permitindo um melhor aproveitamento da biomassa. O excesso de sais de ferro no tratamento do esgoto pode inviabilizar o uso deste lodo para produção de fertilizantes (MAURER; BOLLER, 1999), reforçando a necessidade de não se aplicarem elevadas dosagens do coagulante.

3.2. Remoção Biológica de Fósforo

Neste item são apresentados os fundamentos bioquímicos dos mecanismos de remoção biológica de fósforo e, em seguida as aplicações nos Reatores com Lodo Granular Aeróbio, selecionando dentre os sistemas de remoção biológica de fósforo para ter suas características apresentadas e discutidas por ser o objetivo desta pesquisa.

3.2.1. Aspectos Teóricos da Remoção Biológica de Fósforo

Ao fim da década de 50, foi demonstrada a remoção de fósforo em sistemas de lodos ativados (SHAPIRO, 1957), desde então duas hipóteses são aplicadas como aproximações para exemplificar os resultados das atividades biológicas em estações de tratamento de esgoto. Assim como apresentado anteriormente, a remoção efetiva do fósforo ao longo do tratamento de esgotos se dá através da remoção dos sólidos que o tenha capturado, sendo desta maneira a execução do descarte de excesso de lodo uma etapa indispensável ao processo.

Deste modo, o aumento da concentração de fósforo intracelular torna-se a melhor alternativa para maximizar a quantidade removida deste elemento por massa sólido, portanto, um lodo rico em PAOs tende a resultar em um efluente final com menores concentrações de fosfatos. Os PAOs são capazes de acumular a matéria orgânica facilmente biodegradável, como os ácidos voláteis, na forma de PHAs resultando no consumo dos polifosfatos (poli-P) para geração da energia e consequentemente liberação de fosfatos no meio em condições anóxicas (KREUK; HEIJNEN; LOOSDRECHT, 2005a). O balanço positivo para a remoção da fração solúvel do nutriente se desenvolve na etapa aeróbia, onde o crescimento metabólico, produção de poli-P e síntese do glicogênio, requerem uma nova captura do fosfato como reserva de fósforo para produção de ATP (MINO et al., 1987).

A remoção de fósforo pode também ser realizada durante a fase anaeróbia por PAOs classificados por organismos acumuladores de polifosfatos desnitrificantes (DPAO). Eles valem-se do nitrito e/ou nitrato como doadores de elétrons em seu metabolismo, para a captura de fósforo e realização da desnitrificação simultaneamente. Outro ponto positivo da coexistência dos PAOs e DPAOs é o fato

de não disputarem diretamente pelos mesmos doadores de elétrons presentes no lodo durante as reações aeróbias e anaeróbias (BASSIN, 2012). Segundo Carta et al. (2011) a presença deste grupo de bactérias desnitrificantes tende a favorecer à redução da demanda de energia para o bombeamento de ar, devido à utilização do nitrito e nitrato ao invés do oxigênio e a possibilidade da captura do fósforo durante a fase anóxica.

No entanto, os organismos acumuladores de glicogênio (GAOs) demandam do mesmo material orgânico solúvel que as PAOs, porém a uma taxa de remoção de fósforo residual diminuta (LOPEZ-VÁZQUEZ et al., 2009). Estudos apontam que a alternância de substratos na fase de alimentação pode levar ao controle da participação das GAO. Oehmen et al. (2006) aponta que a maior parte destas bactérias possuem afinidade apenas pelo acetato como fonte de carbono (*Candidatus Competibacter Phosphatis*) ou somente por propionato para o mesmo fim (*Alphaproteobacteria*), enquanto as PAO se desenvolvem em meio a ambos. Em estudo realizado com reator em escala de bancada, Guimarães (2017) demonstrou que, proporcionando condições para o enriquecimento de PAOs, em detrimento ao crescimento de GAO, os grânulos formados eram compactos, robustos e duradouros, possuindo predominantemente a presença de organismos do gênero *Ca. Accumulibacter*.

Nos últimos anos outra estratégia adotada na segregação dos microrganismos acumuladores de fósforo e glicogênio é a estratificação do lodo granular. BASSIN (2012) em seus estudos concluiu que PAO, devido ao acúmulo de polifosfatos em sua constituição celular, tendem a ser mais densas e permanecerem em regiões mais profundas do reator, ao passo que GAO acumulam-se no topo do volume. Da posse desta informação e das constantes intervenções no controle da idade do lodo, a remoção de GAO junto ao descarte do lodo pode ser favorecida, beneficiando a seleção microbiológica o processo de granulação e de remoção biológica do fósforo.

3.2.1.1. Liberação do fósforo em condições anaeróbias:

Em condições anaeróbias, as bactérias utilizam a energia proveniente da hidrólise dos poli-P, incorporando substratos carbonáceos (acetato) que são estocados como polihidroxibutirato (PHB), e para regular o gradiente de pH através

da membrana citoplasmática e ocasionando nesta etapa o lançamento do fósforo ao meio em seu estado inorgânico (Figura 1). Outra reserva carbonácea é o polihidroxialcanoato (PHA), obtido da captura do ácido propanoico, ácidos graxos e matéria orgânica volátil (COMEAU et al., 1986).

Estes compostos são utilizados como fontes de carbono durante a fase aeróbica onde o número de participantes das reações heterotróficas é relativamente maior dos presentes na fase anaeróbica. Parte da energia resultante da hidrólise dos polifosfatos é aplicada de forma catalisadora, acelerando a produção do acetil-CoA, reduzindo a síntese do PHB (ARUN et al., 1984).

Figura 1 Esquema metabólico dos PAOs durante as fases aeróbicas e anaeróbica.

Fonte: Smolders et al. (1994)

Pesquisas apontam que o estágio anaeróbio serve como o meio fermentativo para diversos microrganismos. Como produto da fermentação, pode-se citar a produção de acetato, o qual é prontamente solicitado por PAOs na produção das reservas de PHA (BRODISCH; JOYNER, 1983; MEGANCK e FAUP, 1988) a produção de ácidos graxos deve ser priorizada em reatores onde se pretende remover nutrientes fosfatados. Esgotos onde a carga de glicose no substrato é elevada, os PAOs competem com GAOs pela matéria orgânica (CECH et al., 1993).

Em situações em que a demanda por carbono no reator supera as quantidades disponíveis no esgoto aplicado, a maximização do armazenamento de carbono em

condições anaeróbias por bactérias acumuladoras de fósforo pode ser obtida pelo acréscimo de carbonos por fontes externas, como o próprio afluente e substratos de carbono com cadeias curtas e fácil degradação, no entanto devem ser evitados o oxigênio livre e nitratos como aceptores de elétrons (COMEAU et al., 1987).

3.2.1.2. Remoção do fósforo em condições aeróbias

Em condições aeróbias, a energia derivada do metabolismo armazenado em forma de PHA é usada para incorporar o fósforo, onde parte do novo estoque é destinada à produção de energia na assimilação de carbono no próximo ciclo. As PAOs sob alta disponibilidade de oxigênio dissolvido absorvem o fósforo a uma taxa de 0,4-0,5 milimole P/g célula seca por hora e liberam ao meio em condições anaeróbio a taxa de 0,015 milimole P/ g de célula por hora (OHTAKE et al., 1985). Favorecer o crescimento desta espécie e as condições aeróbicas do reator influi diretamente no montante acumulado.

Em laboratório, a redução do pH da mistura para valores entre 5,5 e 6,5 podem aumentar a absorção do fósforo, indicando o aumento de poli-P nos grânulos (MCGRATH et al., 2001) porém em sob aplicação de esgotos sanitários os GAOs predominam sobre PAOs, retardando o crescimento celular dos organismos responsáveis pelo alto armazenamento de fósforo. Com o intervalo de pH descrito por Mcgrath et al. (2001) pode-se atingir uma condição favorável à precipitação do fósforo solúvel no reator com o uso do Cloreto Férrico.

3.3. Reator com Lodo Granular Aeróbio

Conhecendo-se as barreiras para expansão dos sistemas de tratamento de esgotos, a busca incessante por métodos que permitam elevada remoção de matéria orgânica e nutrientes de forma economicamente atrativa quanto aos custos de implantação, energéticos e operacionais, e que ofereçam escalabilidade tem sido o tema central das pesquisas de caráter científico. Estudos recentes têm demonstrado resultados relevantes o tratamento de efluentes utilizando-se o desenvolvimento de reatores em bateladas sequenciais utilizando-se lodo granular aeróbio, em que se

alcançou grandes concentrações de biomassa, rápida velocidade de sedimentação e dimensões robustas, viabilizando a remoção de fósforo e nitrogênio simultaneamente.

Os primeiros registros existentes referentes ao processo de crescimento de sólidos em suspensão com formato granular, sem o emprego de material suporte, datam de dos anos de 1980 em sistemas de tratamento anaeróbios dos esgotos, porém somente em 1997 foram observados em um sistema aerado (MORGENROTH, 1997). Liu et al. (2005) descrevem que a melhor configuração para formação de grânulos aeróbios são os reatores de batelada sequencial. Nos RBS com lodo granular aeróbio, o conjunto operacional dispensa a necessidade de decantadores secundários, e filtragem, para separação efetiva entre sólidos e o volume líquido tratado. Deste modo, tanto as reações aeróbias, anóxicas e anaeróbias quanto sedimentação são condensados a um único reator (FRANCA et al., 2018).

Ao se analisar a questão de fluxo, o RBS é classificado como um reator intermitente, à vista disto, ao longo do tratamento a alimentação por esgoto afluyente e a saída de efluente tratado são interrompidas durante a reação. Se comparados aos lodos ativados, a cadeia de processos esperadas para diversos sistemas torna-se uma sequência operacional em um único reator (VON SPERLING, 2012). Contudo, a implantação de tratamentos de fluxo não contínuos pode requerer a construção de reatores sequenciados e/ou tanques de equalização de modo a atender o volume de esgoto afluyente a uma ETE (METCALF E EDDY, 2014).

Outros sistemas muito utilizados e que se valem do crescimento espesso da biomassa são o Moving Bed Biofilm Reactor (MBBR), Fluidized Bed Biofilm Reactor (FBBR) e filtros percoladores. Liu, (2008) aponta que apesar de apresentarem bons resultados, o crescimento da biomassa em um meio suporte implica em reduções significativas do volume útil do reator além dos custos com aquisição e manutenção do material de preenchimento dos reatores. Desta maneira, o avanço proposto pelo LGA permite o melhor aproveitamento do espaço dedicado ao tratamento, com menores custos operacionais.

3.2.1. Configuração do reator

A configuração do reator influencia no ciclo e na disposição dos agregados formados (LIU; TAY 2002). Até o momento, os experimentos desenvolvidos nesta

linha de pesquisa apontam a aplicação pneumática para agitação da mistura e fornecimento de oxigênio. A velocidade de ascensão das bolhas de ar é fator importante ao bom funcionamento do sistema (FRANCA et al., 2018). O deslocamento das bolhas exerce tensão de cisalhamento sobre o líquido, convertendo o estado estacionário em turbulento. Esta mudança aumenta as chances de choques entre as partículas e exerce pressão sobre suas superfícies, elevando o grau de empacotamento (KREUK; PRONK; LOOSDRECHT, 2005b)

Tanques com distribuição espacial em que a dimensão da altura se destaca perante o diâmetro, dispõe de longo trecho percorrido pelo ar injetado entre o ponto de sua entrada na base do reator até que atinja o topo da mistura. São apontados para este método de tratamento reatores com uma razão de altura/diâmetro (H/D) entre 8 a 10 (LIU; TAY 2002; KREUK, 2006; WU et al, 2018; ROLLEMBERG, 2020), sendo observada a formação de grânulos em H/D de 4 (KONG, 2009). Buscando-se amplificar as forças hidrodinâmicas, o trabalho com condutos esbeltos pode fornecer maior turbulência ao fluxo de passagem (PORTO, 2006), porém haverá maiores esforços nas paredes mais profundas ao reservatório, e mais potentes deverão ser as motobombas para vencer a coluna d'água (TSUTIYA, 2006).

Em maiores profundidades o empuxo exerce maior força hidrodinâmica, transferindo altos valores de energia. Em compensação, as zonas mais afastadas da base sofrem menor atrito e recebe bolhas com menor concentração de OD, favorecendo o crescimento de estruturas filamentosas e facilmente arrastadas no início do ciclo seguinte (KREUK; PRONK; LOOSDRECHT, 2005b).

Os pontos positivos da alta intensidade de aeração e as forças de cisalhamento em operações estáveis no tratamento de águas residuais nos moldes de lodos granulares aeróbios são de amplo conhecimento na comunidade acadêmica quanto a contenção do crescimento desproporcional de filamentosas (LIU; TAY, 2002), e o aumento da turbulência que estimula a produção de polissacarídeos extracelulares, importantes para fixação das bactérias no biofilme (ADAV, 2008).

Na Figura 2 são apresentados dois esquemas comparativos entre as etapas operacionais durante o tratamento com lodos ativados e com LGA. Com base nas elevadas velocidades de sedimentação das partículas granulares, e a alimentação no sentido ascensional, é possível se suprimir a etapa final exclusivo para a remoção do

efluente tratado, realizando-se o enchimento e transbordo da fração clarificada simultaneamente. (KREUK, 2006).

Fonte: Modificado de Aquanereda (2017)

3.2.2. Tempo da batelada

Grande parte das pesquisas apoiadas no sistema de remoção de poluentes aplicando-se a técnica de lodo granular aeróbio a reatores em regime de bateladas sequenciais operam em ciclos entre 4 a 12 horas (ROLLEMBERG et al., 2018). Para ciclos inferiores a 4 horas, Tay et al. (2007) relatam a tendência de formação de sólidos robustos. Para reatores conduzidos em tempos entre 6 e 12 horas, são constatadas melhor aptidão para ação de organismos nitrificantes (TAY et al., 2001). Por outro lado, em testes realizados com ciclos superiores a 12 horas, inviabilizando o tratamento terciário de remoção deste nutriente.

Os estágios de sedimentação e alimentação são considerados, por muitos acadêmicos, os principais meios de seleção de matéria desejada no reator. A troca de ciclo permite a remoção da biomassa não granular, abreviando a formação ideal dos sólidos ainda suspensos. Durante a partida dos reatores, curtos períodos de sedimentação selecionam bactérias densas e capazes de formar estruturas compactas, enquanto a porção sobrenadante, e filamentosa, é arrastada junto ao

efluente final. (KREUK; PRONK; LOOSDRECHT, 2005b) Segundo a autora, a alimentação ascensional em condições anaeróbias assegura ao tratamento a alternância entre fartura e escassez de carbono, altamente benéfico ao desenvolvimento dos gradientes e da estratificação das zonas aeróbias e anaeróbias dos grânulos.

Na Tabela 3 são apresentados os parâmetros de dimensão dos reatores em escala de bancada e piloto, tempos de ciclo e taxa de aeração em projetos em que se realizaram o tratamento de esgotos sanitários:

Tabela 3 Parâmetros de projeto de RBS com lodo granular aeróbio no tratamento de esgoto sanitário

Autor	Diâmetro (cm)	Altura (cm)	H/D	Volume (L)	Tempo do ciclo (h)	Taxa de aeração (cm.s⁻¹)
De Kreuk e Van Loosdrecht (2006)	4	90	23	3	2 - 3	2,50
Liu, Moy e Tay, (2007)	5	120	24	3	2	3,00
Wang et al. (2009)	15	48	3	8	6	-
Ni et al. (2009)	50	600	12	1.000	2 - 3	-
Liu et al. (2010)	20	100	5	32	4	1,60
Liu et al. (2011)	20	100	5	32	-	1,70
Su, Cui e Zhu, (2012)	25	50	3	85	4	1,70
Li et al. (2013)	20	50	3	11	3	1,20
Wagner e Da Costa (2013)	9	200	22	11	4	1,10
Jungles, Campos e da Costa (2014)	9	176	20	11	3	1,05
Li et al. (2014)	200	600	3	18.850	4	-
Wagner et al. (2015)	25	242	10	119	4	1,20
Awang e Shaaban (2016)	11	48	4	4,5	4	0,70
Guimarães et al. (2017)	25	218	9	98	4	1,10
Szabó et al. (2017)	6	100	17	3	4	1,50
Pires (2018)	20	20	1	8	8	0,17

Fonte: Modificado de Benatti (2019)

Wang et al. (2017) apontam que curtos períodos anóxicos podem levar à baixa eficiência no processo de desnitrificação, não devendo ser as etapas de alimentação e sedimentação inferiores a 20% do tempo total do ciclo da batelada. Complementarmente, Rollemberg et al. (2018) afirmam que para períodos inferiores a 40% promovem a formação de grânulos com boa capacidade de sedimentação e estáveis.

3.2.3. Relação alimento/microrganismos (A/M)

A relação A/M, parâmetro diretamente relacionado à produção de EPS, tem seu papel relevante na formação e manutenção das atividades microbianas. A literatura disponível indica que o controle adequado desta relação confere ampla diversidade microbiana, tempo de formação reduzido, alta estabilidade e eficiência na remoção de poluentes aos grânulos (WU et al, 2018).

Baixos valores para relação A/M, 0,33 g DQO/g SSV.dia são sugeridos por Tay et al. (2004) em estágios iniciais, entretanto artigos recentes vêm apresentando uma tendência crescente entre 0,40 a 0,50 g DQO/g SSV.dia proporcionam maior variabilidade biológica, aumentando o número de interações possíveis por fração de massa e especificidade de cada membro, resultando em um efluente de melhor qualidade (WU et al., 2018; KANG; YUAN, 2017). Taxas de carga orgânica variando de 0,5 a 10 kg DQO/m³.dia são consideradas referências para desenvolvimento e manutenção dos grânulos maduros.

Reduzindo-se a A/M de 0,4 para 0,2 g DQO/g SSV.dia, Kang e Yang (2017) observaram uma rápida tendência à desintegração dos grânulos. Os valores baixos para a estabilidade destas estruturas são altamente recomendáveis, por favorecer o desenvolvimento de sólidos mais compactos, porém concentrações em abaixo de 0,2 g DQO/g SSV.dia há o risco de carência na produção dos polímeros extracelulares, o que pode resultar no colapso dos sólidos.

Normalmente o controle da A/M se faz via carga orgânica no momento da alimentação do reator e concentração de sólidos suspensos no tanque. Baixa carga orgânica tende a refletir em abundância de bactérias filamentosas, as quais mantêm

os sólidos por maior tempo em suspensão, levando ao fenômeno de bulking e perda da biomassa com a saída do efluente (ZHENG et al, 2006).

Nos estudos conduzidos por Adav, Lee e Lai (2010), os sólidos quando submetidos a elevadas cargas volumétricas, acima de 3 g DQO/L.d, podem levar a má formação de sólidos, desestimulando a competição por substrato. Porém um longo período de exposição a condições de baixa oferta do substrato gera um ambiente propício ao consumo excessivo de EPS e redução da resistência das estruturas (WANG, et al., 2017, CORSINO et al. 2015, ROLLEMBERG et al. 2018). O controle do tipo lodo ativado deve ser feito pelo controle da idade do lodo, grandeza que não pode ser dissociada da razão A/M, sendo que à medida que uma se eleva, a outra decresce proporcionalmente.

3.2.4. Controle da Idade do Lodo

O parâmetro de idade do lodo, também conhecido como tempo de retenção celular, é um parâmetro de projeto fundamental a reatores de tratamento biológico (von SPERLING, 2012). Em ETEs com lodos ativados é empregado de maneira a se controlar a concentração microbiológica nos reatores (WONG et al., 2003). O tempo de detenção celular é representado como o tempo médio em que o lodo permanece em circulação nos reatores (METCALF E EDDY, 2014). No tratamento de esgotos sanitários é desejado que o tempo de retenção hidráulica seja superior ao da biomassa ativa (RAMOS, 2002).

Segundo Liu e Tay (2007) para fins de cálculo da idade do lodo nos reatores com LGA podem ser realizados a partir de:

$$\theta_c = \frac{(X_{SSV} \cdot V_u) \cdot T_c}{X_d V_d + X_e V_e} \quad (3.1)$$

Onde:

θ_c : Tempo de retenção celular (d)

X_{SSV} : Concentração de sólidos suspensos voláteis no reator (mg SSV/L)

V_u : Volume útil do reator (L)

T_c : Tempo de duração do ciclo (d)

X_d : Concentração de sólidos suspensos na fração descartada (mg SSV/L)

V_d : Volume de biomassa descartada (L)

X_e : Concentração de sólidos suspensos voláteis no efluente tratado (mg SSV/L)

V_e : Volume de efluente tratado (L)

Na ausência do descarte de lodo, adota-se $V_d = 0$ e consequentemente o controle da biomassa no reator realizado a partir da perda de sólidos com o efluente final. Li (2008) aponta o controle da idade do lodo não representar um fator crucial no crescimento inicial dos grânulos, uma vez que pode levar à remoção dos sólidos ainda no processo de maturação. Porém Zhu et al. (2013) demonstram em seus experimentos que a retenção de sólidos por um longo período, após a maturação, culmina na desintegração dos mesmos. A remoção de sólidos no sistema se torna necessária quando o reator atinge seu patamar máximo de retenção de biomassa, mantem-se crescente a concentração do lodo (TAY et al. 2001), o que pode resultar no colapso do tratamento à longo prazo (ZHU et al. 2013).

Em uma pesquisa recente, Benatti (2019) atingiu estado de granulação satisfatório em seus reatores, sem o controle intencional inicial da retenção celular, onde gerou grânulos robustos e estáveis, entretanto houve a necessidade de se realizar o descarte do lodo à fim de se obter melhores condições de redução de sólidos junto ao efluente, bem como a remoção do fósforo. Reatores operados com idades de lodo próximas a 10 dias, segundo Lin (2003), apresentaram uma estrutura altamente compacta, porém diâmetros diminutos.

A desintegração granular expõe as parcelas anóxicas e anaeróbias antes localizadas nas camadas centrais da estrutura. Muitos dos organismos destas regiões, ao contato com oxigênio, têm duas atividades metabólicas inibidas originando-se novas partículas de menor diâmetro e sem as funções biológicas do lodo granular imediatamente após a fragmentação. Os novos sólidos formados a partir de partículas fragmentadas podem oferecer maior resistência hidrodinâmica, tendendo a ser carregados do reator (Rollemberg, 2018).

Winkler et al. (2011) apontam que organismos acumuladores de glicogênio (GAO) apresentam menor densidade de sua biomassa do que os PAOs. Desta forma, a realização do descarte do lodo junto ao topo do reator pode exercer papel estratégico no favorecimento do crescimento microbiano com maior capacidade de

remoção do fósforo. Ainda no compo de remoção de nutrientes, de Kreuk (2006) indica para que o desenvolvimento microbiano respeite a evolução das bactérias de crescimento lento, como as responsáveis pela nitrificação.

3.2.5. Influência da temperatura

Em laboratório, de Kreuk, Pronk e Loosdrecht (2005b) observou que baixas temperaturas podem afetar a estabilidade da formação do lodo granular no momento da partida dos reatores. Ambientes frios reduzem as atividades microbianas, retardando assim o crescimento da biomassa. Essa demora no desenvolvimento dos sólidos em conjunto a presença excessiva de DQO no esgoto doméstico inibe a produção de polímeros extracelulares, fundamentais a aglomeração e sobreposição dos organismos. Resultados satisfatórios foram obtidos nos estudos em escala com temperaturas aplicadas em torno de 25°C.

Regiões onde as temperaturas durante os invernos sofrem abruptas quedas, recomenda-se a partida assistida de reatores. Essa prática pode ser executada de diversas formas, como a instalação de aquecimento nos tanques de batelada, cultivo dos grânulos em ambientes fechados e a transferência de sólidos do descarte de outro reator de características similares. Alternativamente, quando há tempo hábil para espera, sugere-se o início das atividades durante o verão, não havendo necessidade de instalações específicas ou manobras de correção como anteriormente mencionadas.

Sob influência de baixas temperaturas, os PAOs tendem sofrer menor redução em suas taxas metabólicas (ERDAL et al., 2003). Após atingir-se o estado de maturação, os PAOs enfrentam menor competição por substrato em climas frios, o que deixa de ser um dos principais fatores limitantes a remoção do fósforo. Por outro lado, as bactérias nitrificantes são mais sensíveis às alterações da temperatura, como exposto na Tabela 4.

Tabela 4 Idade do lodo (θ_c) em segundo a temperatura (T) recomendadas para a nitrificação.

T(°C)	Idade do lodo (θ_c)
30	7
25	10
20	15
15	20
10	30

Fonte: Santos (2019)

3.2.6. Controle do pH e alcalinidade

O controle do pH da mistura e a alcalinidade de na alimentação podem delinear o desenvolvimento da estrutura granular. As atividades metabólicas dos microrganismos responsáveis pela remoção de matéria orgânica, nitrogênio e fósforo dos esgotos domésticos possuem faixas ideais estreitas em relação a predominância acentuada de características ácidas e básicas (MADIGAN et al., 1997). É recomendada uma alcalinidade residual de 70 a 80 mg/L como CaCO_3 em reatores de lodos ativados após a nitrificação completa (METCALF E EDDY, 2016).

Yang et al. (2008) avaliou os efeitos da alcalinidade e do pH em dois reatores em batelada semelhantes. No conjunto contendo baixa alcalinidade, 28,7 mg CaCO_3 /L no afluente e pH 3 no reator, houve rápido crescimento, predominantemente de fungos na primeira semana dos testes. O outro reator, em condições opostas, sob alta alcalinidade de 301 mg CaCO_3 /L e pH 8,1, a formação de bactérias formadoras dos grânulos somente despontaram em 4 semanas.

Em geral, microrganismos encontrados nos esgotos sanitários responsáveis pela estabilidade nos tanques de reação aeróbio podem variar a capacidade de suporte a mudanças no pH entre 6 e 8 sem inibição de suas funções. Desejando-se sempre a busca pela neutralidade do ambiente esta faixa compreende os limites toleráveis dos seres pertencentes aos grânulos frente às variações naturais na alternância entre as fases aeróbicas e anaeróbicas do reator e cargas de choque tóxicas pontuais. Há de se destacar que em meios acidificados as acumuladoras de glicogênio são predominantes, comprometendo a oferta de substrato para PAO (FILIPE; DAIGGER; GRADY, 2001), e tóxicos como 2,4 dinitropentol e H_2S possuem efeitos adversos na absorção do fósforo em condições aeróbias (COMEAU et al., 1987).

Tabela 5 pH mínimos, máximos e ótimos recomendados para os processos biológicos no tratamento de esgoto.

Processo Biológico	pH para ótimo metabolismo		
	Mínimo	Máximo	Ótimo
Aeróbio			
Metabolismo biológico	4,0	9,5	8,0
Ox. Carbonácea	6,0	9,0	8,5
Nitrificação	8,2	8,6	8,3
PAO	6,3	-	-
Anaeróbio			
Desnitrificação	6,2	8,3	8,0
Acidogênese	5,2	6,3	6,0
Acetogênese	6,8	8,0	7,8
Metanogênese	6,8	7,5	-

Fonte: Adaptado de Metcalf e Eddy (2016)

Na Tabela 5 tem-se os valores indicados como estáveis para o metabolismo microbiano. Vale-se acrescentar que a dimensão da espessura dos sólidos pode oferecer um ambiente favorável internamente aos grânulos uma vez que as camadas dos biofilmes oferecem um gradiente de pH, assim como para os gases substratos.

Deve-se ressaltar que os processos de oxidação da matéria nitrogenada levam à formação de nitrito e nitrato liberando íons H^+ , consumindo a alcalinidade presente na mistura, podendo levar ao rebaixamento do pH. A nitrificação, desta maneira pode levar ao consumo de 7,14 mg $CaCO_3/L$ para cada 1 mg $N-NH_4^+/L$ (MARAIS, 1999). Por outro lado, a estrutura granular pode oferecer condições anóxicas em suas zonas internas, viabilizando a conversão de NO_2^- e NO_3^- . É apontado na literatura como valor teórico para produção de alcalinidade 3,57 mg $CaCO_3/L$ na proporção de 1 mg/L da redução química de nitrito ou nitrato. Assim, um reator em que se observe a nitrificação e desnitrificação simultaneamente, o consumo de alcalinidade pode ser reduzido a 50% (VON SPERLING, 2012).

3.2.7. Taxa de aeração e oxigênio dissolvido

Os reatores mais comuns aos projetos de pesquisa envolvendo os lodos granulares possuem uma configuração em coluna aerada, onde as pressões hidrodinâmicas causadas pela turbulência da reação são induzidas pelas taxas de

aeração aplicadas aos tanques. Também conhecida como velocidade ascensional, seu papel é de fundamental importância na regulação do desenvolvimento estrutural das camadas externas (DE KREUK, 2004).

Em pesquisas realizadas por Tay, Liu e Liu (2001), diferentes velocidades ascensionais foram aplicadas em seus reatores. Sob uma faixa de 0,3 a 3,6 cm/s foram verificadas alta influência deste parâmetro na formação da biomassa, onde os tanques sob menor aeração apresentaram flocos finos, enquanto para valores superiores a 1,2 cm/s demonstraram estrutura mais definidas e densas. Apesar destes resultados, He et al. (2018) obteve resultados favoráveis sob a aplicação de 0,1 cm/s.

Ainda nos estudos estruturais, elevadas taxas de aeração são reportadas como altamente eficientes na produção de lodos com melhor capacidade de sedimentação, sendo mais densos e compactos. Ao se empregar baixas forças de cisalhamento, o controle do desenvolvimento de bactérias filamentosas acaba sendo dificultado, e assim formando sólidos facilmente arrastados para fora dos reatores (ZHENG et al, 2006).

Maiores taxas de aeração contribuem para manter-se as concentrações de oxigênio elevadas no reator favorecendo o desenvolvimento de organismos heterotróficos. Coma et al. (2012) indicou que níveis de nitrito acima de 5 mg NO_2^-/L nos reatores podem resultar na inibição de remoção biológica de fósforo. Desta forma, estimular o crescimento de bactérias capazes de realizar a oxidação completa dos compostos nitrogenados no reator, tende a acelerar a participação de organismos removedores de fosfatos no sistema.

Como mencionado anteriormente a estrutura dos grânulos compreende tanto interações aeróbias, quanto anaeróbias em estados mais avançados. Sob alta oxigenação há uma tendência de se criar uma camada heterotrófica espessa com grande presença de oxigênio a localidades mais próximas ao núcleo, reduzindo a participação de organismos autotróficos. Em contrapartida, trabalhar-se com concentrações de oxigênio insuficientes à manutenção dos grânulos, causa a redução das parcelas heterotróficas e o aparecimento de poros, o que reduz a estabilidade e a velocidade de sedimentação dos sólidos à longo prazo (DE KREUK, 2004). Grânulos aeróbios são efetivamente cultivados em concentrações OD superiores a 2 mg/L (Adav 2008).

3.2.8. Estrutura do lodo granular aeróbio

A estrutura granular, definida por Liu e Tay (2004), é definida como um agregado microbiano de alta compactação, contendo milhões de microrganismos por fração de biomassa, na qual um grande número espécies exercem funções específicas na remoção de matéria orgânica e nutrientes existentes no esgoto sanitário. Como características básicas, os grânulos são capazes de se separar mais rapidamente da fração líquida e apresentam melhores resultados para a remoção de matéria orgânica e nutrientes, quando comparados aos reatores de lodos ativados (PRONK et al. 2015; FRANCA et al. 2018).

Em 2018 Mark van Loosdrecht no “The Water Institute 2018 RBC Distinguished Lecture” na Universidade de Waterloo – Canadá, apresenta de forma prática e simplificada que o grânulo se desenvolve a partir da aplicação de uma série de combinações de esforços hidrodinâmicos, controle da oferta de substratos e aeração, etc. em que se proporcionam condições necessárias para a compactação de sólidos inicialmente floculares seguido do crescimento do diâmetro destas partículas.

Com o aumento da espessura, o oxigênio e os substratos presentes na mistura líquida tornam-se cada vez escassos no interior dos biossólidos, elevando-se, desta forma, o gradiente de penetração. Diferentes zonas são formadas na estrutura granular (

Figura 3), onde as parcelas mais externas demonstram predominância de organismos que se valem do oxigênio como aceptor de elétrons para suas funções metabólicas, enquanto que a região próxima a seu miolo apresenta maior indivíduos anaeróbios e aeróbios facultativos são encontrados (LIU; TAY, 2004).

Figura 3 Concentração de compostos em relação à profundidade do biofilme.

Fonte: Modificado de Stowa (2003)

Segundo Beun et al., (1999), velocidades ascensionais de ar para o desenvolvimento de grânulos estáveis não devem ser inferiores a 1,2 cm/s. Como já indicado anteriormente, Adav et al., (2008) ressalta a importância de se operar reatores baseados em lodos granulares sob elevadas forças de cisalhamento, de modo a restringir o crescimento de bactérias filamentosas junto ao desenvolvimento do grânulo.

O modo com o qual o sistema é operado pode influenciar diretamente no desenvolvimento das camadas da estrutura granular. Alguns parâmetros como composição do esgoto, carga orgânica, forças hidráulicas, configuração dos tempos do ciclo de batelada, idade do lodo, tempo de sedimentação, concentração de oxigênio dissolvido e relação alimento/microrganismo são apresentados na literatura como influenciadores da formação granular (LIU; TAY, 2004). Porém LIU (2005) indicou como principais fatores relacionados ao desenvolvimento estável dos grânulos sendo a carga orgânica fornecida, o bombeamento suficiente de ar e o controle dos tempos de sedimentação.

Intrínseco à sedimentação, o Índice Volumétrico de Lodo (IVL) é um parâmetro fundamental no processo de tratamento dos esgotos, salientando o volume ocupado por unidade de massa de lodo. O IVL é a razão entre a concentração de sólidos sedimentáveis presentes no lodo, medida em um cilindro graduado durante o período de sedimentação pré-estabelecido, e a concentração de sólidos em suspensão totais, medida por filtração da amostra e secagem em estufa. Normalmente emprega-se o tempo de 30 minutos para o estudo de sedimentabilidade dos lodos ativados, caracterizados pela predominância de sólidos em estado de flocos. Estes lodos quando em boa condição de sedimentação apresenta IVL entre 50 e 100 mL/g, sendo que valores inferiores a 120 mL/g são desejáveis (METCALF & EDDY, 2016). As representações das estruturas flocular e granular e suas diferenças quanto distribuição de microrganismos são vistas na

Figura 5.

Figura 4 Modelo de formação do lodo granular aeróbio proposto.

Fonte: Benatti (2019)

Em Lodos Granulares Aeróbios são utilizados como parâmetros de eficiência da sedimentação os IVL_5 e IVL_{30} , correspondentes aos períodos de 5 e 30 minutos respectivamente (FRANCA et al., 2018). Para Pronk et al. (2015), estes valores em condições reais de tratamento de efluentes não devem ser superiores a 50 mL/g. Os mesmos autores também apontam para que haja maior estado de granulação, a relação IVL_5/IVL_{30} deve ser tão próximo quanto possível a 1.

Figura 5 Composição microbiana de aplicação nas análises da pesquisa.

Fonte: Modificado de Aquanereda (2017)

Recentemente a aeração vem se destacando como o parâmetro de controle do crescimento dos biossólidos mais densos. Além de fornecer oxigênio para a reação metabólica dos organismos heterotróficos, as bolhas de ar conferem turbulência ao fluido. Estes fluxos hidrodinâmicos promovem maior contato entre as partículas em suspensão, oferecendo forças de cisalhamento para o controle do crescimento excessivo de bactérias filamentosas. Deve-se ressaltar que o aumento de choques e forças hidráulicas tendem a gerar maior pressão sobre as camadas externas do grânulo, aumentando a compactação dos agregados (ADAV et al., 2008).

Em um experimento voltado à remoção de nitrogênio, Mosquera-Corral (2005), avalia o impacto resultante da mudança da concentração de OD na reação ao longo das camadas internas ao grânulo. Partindo-se da saturação, os autores notaram que

a absorção de acetato na fase aeróbica não sofreu alterações, contudo a remoção de nitrogênio fora favorecida. Sob baixas concentrações de OD, a remoção atingiu sua maior eficiência, saltando a remoção de nitrogênio de 8% no ponto de saturação, para 45% com a OD em 40%. Os autores também registraram que a redução do oxigênio disponível durante a operação culminou na fragilidade da estrutura granular, ocorrendo a desintegração das maiores partículas e perda dos sólidos para o efluente.

A alternância entre as condições de abundância do oxigênio e o metabolismo na ausência deste gás na forma livre propicia o desenvolvimento de grupos microbianos diversificados, impactando diretamente na quantidade de componentes decompostos e absorvidos. Esta configuração operacional quanto à aeração dos reatores favorece o desenvolvimento de microrganismos nitritantes e nitratantes, capazes de oxidar a amônia sob disponibilidade do O_2 , seguido da redução de nitrato e nitrito a gás nitrogênio sob condições anóxicas e anaeróbias (FRANCA et al., 2018). Onde se tem maior concentração de OD, zonas mais externas ao grânulo, há o predomínio da nitrificação, enquanto que em seu interior o ambiente anóxico permite a utilização do nitrito e nitrato no metabolismo microbiano, resultando na desnitrificação. Assim sendo, o maior diâmetro dos grânulos, em relação aos flocos, permite a ocorrência da nitrificação e desnitrificação simultânea em uma faixa mais ampla de OD na reação.

Rollemberg et al. (2018) indicam que a melhor equalização de fatores no desenvolvimento da biomassa compacta, estabilidade a longos períodos e efetiva remoção de nutrientes atinge-se sob concentrações de OD acima de 50% da saturação. Nestas condições o desenvolvimento granular se dá de forma estável, aplicando-se os esforços hidrodinâmicos adequados ao controle excessivo de bactérias filamentosas e produção de polímeros extracelulares (EPS).

Os polímeros extracelulares contribuem na estabilidade dos grânulos como aglutinante da biomassa, tornando a estrutura estável. O EPS, característico de biofilmes auxiliam na sobreposição das camadas sólidas, similar a uma "ancoragem" bacteriana. Eles também exercem a função de acumular metais, nutrientes e poluentes orgânicos existentes na massa fluidizada. Quando produzido em excesso, impede com que o oxigênio e substratos entrem em contato com o grânulo de forma adequada, inibindo o desenvolvimento dos organismos, e consequentemente levando à desestabilização a estrutura (ADAV, 2008).

De Kreuk e van Loosdrecht (2004) indicam em seus trabalhos que a formação dos grânulos deve ser assistida de modo a favorecer o desenvolvimento de microrganismos com taxa de crescimento lento. Atribuem à esta biomassa maior resistência aos esforços hidrodinâmicos evitando a fragmentação a longo prazo.

Como já mencionado anteriormente, a existência de zonas com diferentes concentrações de O_2 , na forma livre ou combinada, indica o aparecimento dos sólidos mais densos. Esta configuração complexa resulta na coexistência de bactérias capazes de realizar nitrificação nas camadas mais externas e desnitrificação próximo ao núcleo da estrutura (DE KREUK, 2006).

Nas regiões mais próximas à interface dos biossólidos com a massa líquida, como apresentado anteriormente, a concentração de O_2 é predominantemente similar à da mistura do meio líquido. Para a nitrificação, a existência de oxigênio dissolvido é indispensável, sendo constatado por von Sperling (2012) como concentração crítica para este processo de 0,2 mg O_2 /L. O mesmo autor recomenda que para a manutenção da nitrificação, mantenha-se uma concentração mínima de 2,0 mg O_2 /L, prevenindo o sistema contra as fortes oscilações de amônia junto ao afluente. Dada a configuração dos reatores esbeltos com elevada H/D, deve-se aplicar uma vazão de ar, de modo que seja garantido o fornecimento de OD nas parcelas mais próximas ao topo do reator.

Os processos aeróbios para oxidação do nitrogênio (nitritação e nitratação, respectivamente) são representados por:

Por outro lado, na desnitrificação os organismos heterotróficos utilizam o oxigênio presente nos compostos nitrogenados como aceptores de elétrons para a oxigenação da matéria orgânica na ausência de oxigênio livre:

Representada de modo simplificado por:

A representação do ciclo do nitrogênio, interno aos LGA aeróbios, pode ser observado na

Figura 6, onde a seção mais clara da estrutura é beneficiada pela disponibilidade em elevadas quantidade de oxigênio livre, enquanto que o miolo utiliza o composto combinado para o metabolismo dos microrganismos.

Figura 6 Esquema da nitrificação e desnitrificação simultâneas no logo granular aeróbio.

Fonte: Modificado de Bassin et al., (2012)

3.3. Remoção de Fósforo por Processo Físico-Químico

Assim como apresentado anteriormente, o LGA é considerado como um dos processos de tratamento biológico do esgoto mais promissores em termos de eficiência na remoção de matéria orgânica e fósforo (LI et al., 2015). Contudo, o tempo de formação do lodo granular é reportado nos trabalhos científicos como um dos fatores que pode acarretar elevados custos e atrasos para a operação estável do processo de tratamento do efluentes.

Em experimentos realizados em escala de bancada, aplicando-se esgoto sintético, os períodos médios para a formação dos grânulos bem definidos giram em torno de 30 dias (DENG et al., 2016). Ao se analisar os trabalhos feitos com reatores

em que de utilizou efluentes sanitários, o aparecimento do LGA pode superar os 50 dias (WANG et al., 2007).

O emprego de íons metálicos junto ao tratamento biológico tem demonstrado grande auxílio no encurtamento do tempo de formação de flocos biológicos (METCALF e EDDY, 2014) e de lodo granular aeróbio (JIANG et al., 2003). Além do polimento final do efluente tratado, a remoção química do fósforo pode ser utilizada como recurso em tratamentos em que o esgoto contenha baixa carga orgânica (BRATBY, 2016).

Os produtos à base de sais metálicos comumente encontrados em aplicações práticas para remoção de fósforo no tratamento de esgotos são compostos por:

- Alumínio (Al^{3+});
- Ferro (Fe^{2+} e Fe^{3+});
- Cálcio (Ca^{3+}).

O uso de coagulantes químicos na remoção de fósforo tem por objetivo a conversão das espécies solúveis (fósforo orgânico e polifosfatos de alto peso molecular) em insolúveis (ortofosfatos) e viabilizar, após a coagulação e floculação dos sólidos, sua separação na forma de precipitados ou por filtração (BRATBY, 2016), assim como na incorporação do fosfato nas estruturas dos óxidos hidratados (METCALF e EDDY, 2014).

Para a combinação ao tratamento biológico, deve-se atentar principalmente aos parâmetros de concentração de fósforo no afluente do reator, pH, e a presença de outros ligantes como sulfetos, carbonatos e espécies orgânicas (SEDLAK, 2018). É apresentado na literatura que sob elevadas quantidades de P na mistura, o emprego de sais metálicos, em tratamentos químicos, evolui em uma curva de crescimento linear na razão de massa dos íons metálicos e do nutriente. Como pode ser visto na Figura 7, em meio a menor concentração de fósforo disponível, maiores serão as dosagens do coagulante, devido à formação dos hidróxidos (SEDLAK, 2018).

Figura 7 Razão de massa de sais de alumínio por concentração remanecente na mistura final.

Fonte: Modificado de Sedlak (2018)

A concentração de fósforo orgânico e polifosfatos é igualmente importante a ser considerada quanto à demanda de coagulantes. A entrada dos íons metálicos prematuramente, junto a alimentação dos reatores levará a maiores dosagens para a conversão a ortofosfatos, e consecutivamente a sua precipitação. Por outro lado, após a remoção biológica do fósforo, maior fração de ortofosfatos estarão presentes na mistura e desta forma menor será o volume de coagulante necessário para a precipitação dos fosfatos (METCALF e EDDY, 2016). Para Maurer e Boller (1999) a adição de elevadas quantidades de sais metálicos prematuramente pode levar ao desencadeamento de efeitos inibitórios na remoção biológica, devendo-se aplicar nas etapas finais do tratamento.

Quando adicionados ao tratamento, os sais metálicos variam quanto à liberação de íons H^+ , levando à acidificação da massa fluida (BRATBY, 2016). Segundo Sedlak (2016), deve-se planejar a aplicação da base neutralizante anteriormente à introdução de coagulantes que tenham esta propriedade, de modo a se evitar uma queda brusca no pH, o que pode resultar em um ambiente altamente agressivo ao processo biológico.

Além dos benefícios em relação à precipitação de fosfatos, o emprego de coagulantes em processos biológicos pode levar à maior estabilidade na composição e velocidade de sedimentação do lodo, e podendo levar a menores concentrações de sólidos em suspensão, DBO e DQO no esgoto tratado (Healey et al. 1989; Metsch et al. 1985). Os hidróxidos metálicos agem diretamente na desestabilização das cargas

elétricas presente nas camadas externas das partículas, reduzindo-se as forças repulsoras entre as partículas (FERRARI, 2004). Desta maneira o uso de coagulante nesta pesquisa teve por objetivo melhorar a remoção de fósforo no efluente final, bem como elevar a concentração de sólidos no reator visando o crescimento acelerado dos grânulos.

3.3.1. Cálcio – Ca^{2+}

A curva de solubilidade do fosfato de cálcio pode ser compreendida em uma ampla faixa de pH, sendo que a formação de ortofosfatos de baixa solubilidade são formados com maior facilidade em valores de pH superiores a 10. Contudo uma mistura altamente alcalina, com pH superior a 9, há o risco de inibição da remoção de matéria orgânica em um tratamento combinado (Abu-Orf et al., 2014).

Devido à elevação do pH para a precipitação do fósforo no tratamento de efluentes, recomenda-se a aplicação do Hidróxido de Cálcio no pré-tratamento junto ao esgoto bruto ou mediante ao polimento após o tratamento biológico (SEDLAK, 1991). Além dos efeitos diretamente aplicados aos microrganismos no interior dos reatores biológicos, deve-se atentar ao pH dos efluentes a serem dispostos em corpos receptores, que segundo a CONAMA Nº 430 de 2011, estejam entre 5 e 9. Os valores elevados de pH em meio ao tratamento com sais de cálcio podem levar à incrustações nos equipamentos à jusante de sua aplicação (SEDLAK, 1991).

3.3.2. Alumínio – Al^{3+}

Conhecido por sua ampla utilização no tratamento de águas residuárias, os íons de alumínio detêm de grande valor ao papel de agente coagulante (SEDLAK, 2018). Quando adicionado ao tratamento biológico, o alumínio pode ser precipitado na forma de fosfatos e hidróxidos, ou auxiliar na adsorção de fosfatos à superfície de colóides carregados negativamente (FETTING et al., 1990).

Entre os produtos comerciais mais utilizados, são destacados o Sulfato de Alumínio e o Policloreto de Alumínio (PAC) (BRATBY, 2016). Outra vantagem do PAC está nas características agregadas à qualidade final do efluente tratado. Sob uma

dosagem média de cinco vezes inferior à de Sulfato de Alumínio, é possível se obter menor volume de lodo produzido e maior clarificação do efluente final (FURTADO, 2010). Constantino e Yamamura (2009) indicam que mesmo a custos mais elevados do PAC, a sua adição em baixas dosagens e a menor dependência de reagentes neutralizantes torna-o um coagulante altamente competitivo para os processos em que necessitem de tratamento químico para remoção de matéria orgânica. O mesmo não é observado para a remoção de fósforo, exigindo maiores dosagens para este fim, e consequentemente aumentando-se custos e volume de lodo (SILVA, 2014).

Mesmo que estes coagulantes ofereçam menor complexidade ao tratamento de esgotos sanitários, deve-se ressaltar que os lodos produzidos a partir do emprego de sais de alumínio trazem consigo desvantagens quanto à destinação final do lodo. Atualmente, as ETEs mais avançadas vêm buscando maior capacidade de reaproveitamento dos nutrientes presentes no lodo. O uso do alumínio torna esta tarefa limitada devido ao baixo poder de reaproveitamento desta biomassa na agricultura, além de demandar maior energia e tempo para a desidratação do lodo (SILVA, 2014).

A faixa de pH de operação recomendada para a maior precipitação do AlPO_4 varia entre 5,5 e 7,5 (BRATBY, 2016). Além de um intervalo mais sensível ao pH, os íons de alumínio não são tão bem efetivos para a quebra das ligações entre os fosfatos, decorrendo em um residual de fosfato de alumínio solúvel junto ao efluente tratado superior ao observado nos tratamentos com Fe^{3+} (HSU, 1976). Outra desvantagem do uso do alumínio, segundo este autor, é que em elevada presença de sulfetos pode levar à necessidade de maior adição de base neutralizante.

3.3.3. Ferro – Fe^{2+} e Fe^{3+}

O uso de sais metálicos com ferro em sua composição pode levar na precipitação química do ortofosfato pode levar à remoção de 100% do fósforo (BRATBY, 2016). Concentrações de 30 mg Fe^{3+} /L podem auxiliar no controle do crescimento filamentoso na periferia das partículas, levando à maior velocidade de sedimentação dos sólidos e conversão dos flocos a grânulos.

Segundo Clark et al. (2000) no tratamento de esgotos sanitários, a adição de Sulfato de Ferro ou Cloreto Férrico pode dispor à mistura íons Fe^{2+} e Fe^{3+} . Este autor complementa que os íons ferrosos (Fe^{2+}) sedimentam sobre as partículas, reduzindo as cargas repulsoras, facilitando a agregação de biomatéria aos flocos e grânulos. O Fe^{3+} exerce papel principal na desestabilização e precipitação do fósforo solúvel.

O FeCl_3 pode ser encontrado comercialmente em concentrações de 30 a 40% não devendo-se realizar sua diluição previamente à aplicação, uma vez que em meio aquoso é facilmente hidrolisado junto a elevada alcalinidade resultando em hidróxido de ferro. Logo dosagem de Cloreto Férrico em situações reais de tratamento de águas residuais requer sua administração em excesso para garantir a precipitação do fósforo (HAMMER; HAMMER, 2003).

Equação da hidrólise do FeCl_3 :

Equação de formação do fosfato de ferro:

A opção pelo Cloreto Férrico advém de sua alta estabilidade quanto ao armazenamento por longos períodos em climas tropicais, fácil manipulação, tecnologia altamente conhecida para sua dosagem, rápido adensamento do lodo, maior reaproveitamento do lodo na agricultura e ampla faixa de pH, entre 5 e 11 (BRATBY, 2016). Sua aplicação deve ser acompanhada de cuidados especiais, pois detêm de elevado poder corrosivo, ocasionando desgaste dos equipamentos à jusante do ponto de adição,

A dose de coagulante depende não só do pH, mas também do nível de oxigenação no meio. São necessários cerca de 160 mg/L de Cloreto Férrico comercial para tratar um efluente que contenha 10 mg/L de P por processos físico-químicos (HAMMER; HAMMER, 2003). A relação molar na aplicação 1:1 é apresentada na literatura como capaz de remover 63% em condições de pH acidificado (FYTIANOS; VOUDRIAS; RAIKOS, 1998). O pH ótimo para a reação junto ao fósforo é de aproximadamente 5,0, abaixo do tolerável pela maioria das bactérias existentes no

tratamento biológico (Eckenfelder, 2000), porém sob uma faixa de 6,0 a 7,0 são obtidos bons resultados para precipitação de ortofosfatos.

Outro ponto a ser considerado é que diferentemente da flexibilidade de aplicação de coagulantes em estações de tratamento convencionais em diversas etapas (METCALF e EDDY, 2014), os reatores de bateladas sequenciais contendo lodos granulares aeróbios exercem as etapas de reação biológica e sedimentação em um único reator, e a adição do Cloreto Férrico ao fim da reação aeróbia tem por objetivo a remoção suplementar do fósforo solúvel e promover a precipitação de partículas coloidais.

Recomenda-se que sejam feitos ensaios preliminares em escala de bancada para a escolha do tipo e da dosagem de coagulante. Com ensaios de “jar-test” um ambiente de controle pode ser avaliado e desta forma, mantém-se a integridade dos sistemas em escala piloto, atuando-se na estimativa dos resultados que podem ser alcançados.

Bons ensaios devem contar com uma série de amostras, onde diferentes concentrações de coagulante são acrescentadas a fim de se delimitar uma faixa ideal de resultados (BENJAMIN, 2002). Como já sabido, os processos biológicos são tolerantes a uma grande margem de pH, podendo variar entre 5,5 a 10,5 para a remoção de carga orgânica, porém em intervalos menores para determinados microrganismos, como os responsáveis pela remoção de nutrientes (METCALF E EDDY, 2014).

O pH da mistura deve ser mantido estável ao sistema, uma vez que o Cloreto Férrico agrega acidez à composição, prevenindo-se a geração de um ambiente muito agressivo aos processos biológicos. Em estudos dirigidos por Snoeuink et al (1980) a faixa ótima de pH para os trabalhos com este composto é situada entre 6,0 e 6,5, promovendo a precipitação do fósforo, ao passo que os processos biológicos são altamente eficientes na remoção deste nutriente na faixa de 5 a 8 (METCALF E EDDY, 2014).

3.4. Tratamento Conjunto, Físico-Químico e Biológico para Remoção de Fósforo

3.4.1. Aplicação de Coagulante Químico em Lodo Ativado

Em estações de tratamento de esgoto via aplicação de lodos ativados, a aplicação de sais metálicos pode ser realizada ao longo das diversas etapas do processo. Esta flexibilidade permite com que se atenda de os diferentes anseios do tratamento segundo as configurações estruturais das estações combinado ao desempenho da remoção biológica (SANTOS, 2006). Em estações de tratamento de esgoto onde a remoção biológica do fósforo não é atingida de maneira adequada, a remoção de P pode ser potencializada através de tratamento químico suplementar (Zhang et al., 2013).

Na Figura 8 são apresentados os pontos de adição do coagulante em estações de tratamento convencionais.

Figura 8 Ilustração da representação da adição de coagulantes químicos, em pontos únicos, nos sistemas de tratamento com lodos ativados.

Fonte: Metcalf e Eddy (2014)

Em (a) tem-se a adição do coagulante diretamente no esgoto sanitário. Este procedimento tem como resultado o aumento de precipitados durante o tratamento primário, onde são depositadas quantidades consideráveis de matéria orgânica e ortofosfato solúvel, sendo removidos junto ao lodo (TCHOBANOGLOUS, 2003). Em contrapartida, a precipitação química do fósforo antes da etapa aeróbia resulta em grandes quantidades de coagulantes, uma vez que há maior concentração de

polifosfatos na mistura do esgoto bruto (BRATBY, 2016). Quando o esgoto bruto apresenta baixa alcalinidade, recomenda-se a adição de uma base antes do processo secundário, de forma a elevar o pH próximo à neutralidade e garantir que não seja fator limitante aos processos biológicos.

Em relação ao tratamento secundário, são possíveis três pontos de inserção de coagulantes: afluente originário da etapa anterior, canal de retorno do lodo e/ou no próprio tanque de aeração. Nesta etapa além de promover a precipitação dos compostos orgânicos e fosfatados, o uso de sais metálicos apresenta influência benéfica na formação de flocos mais compactos e com fácil separação da fase líquida. Desta forma menor é o volume de sólidos que escapam para o decantador secundário (METCALF e EDDY, 2016).

Os mesmos autores apontam para estações de tratamento que contam com sistemas de tratamento terciário, a função do coagulante se dá na desestabilização dos coloides remanescentes do decantador secundário. É comum que ocorra o carreamento de sólidos não floculados, de baixa velocidade de sedimentação, frente a tratamentos secundários de aeração prolongada ou quando se opera em sobrecarga do volume de esgoto recebido. O polimento com íons metálicos nesses casos torna-se um recurso chave para se garantir a precipitação final da biomassa e remoção do fósforo.

3.4.2. Aplicação de Coagulante Químico em Reator com Lodo Granular Aeróbio

De conhecimento dos efeitos benéficos sobre a aplicação de coagulantes ao longo de tratamentos biológicos em reatores com lodo ativado, esta pesquisa tem por objetivo testar a influência de dosagens de FeCl_3 , quanto à formação de grânulos e a remoção de fósforo, em um reator de bateladas sequenciais durante sua partida.

Se comparado ao tratamento convencional, o uso prolongado de coagulantes em tratamento de esgotos com LGA ainda carece de estudos conclusivos (YILMAZ et al., 2017). Liu et al. (2010) em seus estudos demonstraram que reatores que receberam Ca^{2+} obtiveram melhores resultados em relação aos que foram adicionados sais de magnésio. Dentre as características observadas, destacam-se a elevada degradação de matéria orgânica e geração de sólidos com maior densidade.

Uma dosagem contínua de 50 mg Mg^{2+} /L pode levar à rápida conversão dos primeiros flocos a grânulos em torno de 11 dias, e granulação completa aos 16 dias (SAJJAD e KIM, 2015).

Para o uso de Ca^{2+} , sob a adição de 100 mg/L, Jiang et al. (2013) conseguiram que seus reatores obtivessem consistente formação de LGA em tempos inferiores a 21 dias, o mesmo só foi observado após 32 dias no reator sem aditivos. Liu et al. (2010) demonstrou em seus experimentos que o uso de cátions de Ca^{2+} resultou na criação dos primeiros sólidos compactos 45% mais rápido do que na adição de Mg^{2+} , e cerca de 20% mais rápido para a granulação completa.

O uso de coagulantes, além de acelerar o aparecimento e crescimento dos sólidos granulares no reator, pode servir de modo a recuperar as partículas desintegradas. Além de reestabelecer a estrutura regular do grânulo, a estabilidade dos mesmos se manteve por um período muito superior aos dos sólidos recuperados em reatores sem a adição do PAC (LIU et al., 2014). Porém não foram apresentados neste experimento contribuições do uso do PAC para a melhoria da remoção de matéria orgânica e nutrientes no tratamento do efluente.

Em estudos com íons de ferro (Fe^{2+} e Fe^{3+}) são trazidos na literatura como altamente capazes de acelerar a formação de flocos densos e formação de grânulos em curtos períodos. A dosagem em baixas concentrações resultou em sólidos bem definidos com estruturas resistentes, ao passo que a elevação desta concentração a valores próximos a 32 mg/L causou a inibição do crescimento da biomassa por fixação de sólidos (HAO et al., 2016).

O excesso de sais de ferro em reatores biológicos pode levar à inibição das funções metabólicas dos microrganismos. Para adições em concentrações inferiores a 40 mg/L os efeitos causados à remoção biológica de fósforo e nitrogênio são desprezíveis (LIU et al., 2011).

Yilmaz et al. (2016) conduziu um experimento em que dois reatores similares foram testados para o tratamento de um efluente sintético, sendo a um dos tanques aplicado íons (Fe^{2+} e Fe^{3+}) durante a alimentação anaeróbia. Como resultado, a adição do reagente químico levou ao desenvolvimento granular rapidamente e bom controle do crescimento filamentoso. Após 191 dias, os mesmos autores realizaram adição de 1 mg Fe/L a cada ciclo do reator em que estudou sem o uso de coagulantes, levando ao aumento da compactação e estabilidade das partículas.

Em presença de elevadas concentrações de nitrito, deve-se evitar grandes aportes de coagulantes à base de ferro. Em contato com Fe^{2+} , o nitrito é reduzido quimicamente a óxido nítrico (NO), altamente tóxico e capaz de colapsar a estrutura dos sólidos (Kampschreur et al., 2011). Deste modo, a adição de Cloreto Férrico em altas quantidades prematuramente aos reatores, com ineficiente nitrificação biológica, nos dias iniciais após a partida pode levar a complicações na formação do LGA.

O aparecimento dos grânulos pode variar de 9 (CAI et al., 2018) a 20 dias (YILMAZ et al., 2016) com uso de Cloreto Férrico. CAI et al. (2018) também demonstraram que a dosagem de 5 mg/L constante a cada ciclo levou a melhores resultados quanto a remoção de fósforo no tratamento, quando comparado a uma dosagem 30 mg/L ao dia. Ainda neste experimento, a aplicação periódica coagulante proporcionou uma melhor distribuição nos diâmetros das partículas com cerca de 95% com dimensões superiores a 0,6 mm, enquanto que o pulso único manteve 60% abaixo de 0,8 mm.

Apoiado no objetivo de se explorar a possibilidade de se produzir grânulos em um tempo relativamente curto no tratamento de esgotos sanitários, para esta pesquisa o Cloreto Férrico foi selecionado com intuito de se obter partículas robustas capazes de acumular maior fração de fósforo. Acrescenta-se que apesar da melhoria nas características biológicas do lodo, este coagulante detém o potencial de precipitação do fósforo na forma de ortofosfatos.

3.5. Composição do efluente sanitário

Em um cenário real, a formação granular aeróbia costuma concretizar-se a partir de 50 dias em operação (WANG et al. 2007). Uma prática comum para acelerar esta primeira etapa emprega a injeção de matéria orgânica carbonácea, conferindo estabilidade para o crescimento onde a composição do esgoto não dispõe dos compostos orgânicos necessários (LI et al., 2014).

No trabalho de Schwarzenbeck, Erley e Wilderer (2004), a estrutura granular foi atingida sob a aplicação de efluentes com elevadas concentrações de matéria orgânica particulada, indicando que a presença desta fração influencia positivamente na formação dos deste tipo de lodo. A fração particulada exerce papel fundamental na

comunidade microbiana das camadas externas dos sólidos, induzindo o crescimento de protozoários e rotíferos.

Por outro lado, os esgotos carregados de matéria orgânica carbonácea sob baixa presença de oxigênio dissolvido, favorece o crescimento dos organismos filamentosos, originando lodo de baixa velocidade de sedimentação como visto na Figura 9. Regulando-se o volume de alimentação a cada ciclo, é possível alterar o balanço de carboidratos, fornecendo substrato suficiente para suprir as necessidades biológicas, prevalecendo os conjuntos de maior adensamento (KREUK; PRONK; LOOSDRECHT, 2005b).

Figura 9 Lodos granulares aeróbios com elevada presença de bactérias filamentosas.

(Fonte: de Kreuk, 2006)

Outro aspecto importante na avaliação do afluente a ser tratado é a relação de DQO/N. Kocaturk e Erguder (2016) mencionam terem identificado faixas características ao desenvolvimento granular. Esgotos apresentando a relação DQO/N média superior a 10,0, costuma produzir estruturas predominantemente filamentosa e de fácil arraste. Em contrapartida, quando esta média se mantém inferior a 5,0, os grânulos demonstram maior estabilidade e diâmetro reduzido.

Outro fator importante a se considerar na formação dos ambientes propícios aos lodos granulares é a concentração existente de fósforo na mistura que se emprega no tratamento. Em trabalhos dirigidos por Li et al. (2014), mesmo sob baixas relações entre a matéria orgânica carbonácea e o nutriente em questão, de 100,0/0,8, é

possível a geração dos sólidos compactos. Contudo Awang e Shaaban (2016) obtiveram resultados favoráveis sob uma relação C/P de 100:7. Desta forma os esgotos utilizados no projeto possuem concentrações de nutrientes suficientes para geração de grânulos, porém a média de C/P de 100:2 indica uma proximidade aos valores mínimos registrados.

Segundo os trabalhos utilizados de apoio a este projeto, os grânulos aeróbios são cultivados com uma variedade considerável de efluentes para a alimentação dos reatores. Desta forma, conclui-se que os LGA podem ser alcançados em uma extensa gama misturas sintéticas e concentrações em esgotos domésticos, todavia, a morfologia e disposição bacteriana existentes na biomassa produzida estão sujeitas a adaptação quanto à composição da mistura aplicada e a seleção de sólidos mais adequados à operacionalização do sistema, crescimento microbiano e sua maturação. Estes por sua vez devem atender o crescimento estável dos biossólidos na finalidade de garantirem-se os gradientes de transporte de substratos para as camadas internas.

4. Materiais e métodos

4.1. Caracterização do esgoto sanitário

Para a realização desta pesquisa, optou-se pela utilização de efluente doméstico na alimentação dos reatores, objetivando-se trabalhar em condições próximas a uma aplicação real. O efluente empregado tem por origem os esgotos sanitários do campus da Universidade de São Paulo – USP, recebendo a parcela que abrange o Conjunto Residencial da USP (CRUSP), onde são disponibilizadas cerca de 1500 vagas, e do Refeitório Central onde são servidas 5000 refeições diárias, atendendo o café da manhã, almoço e janta. Na Tabela 6 são dispostos os parâmetros de composição do esgoto adicionado aos reatores após tratamento preliminar.

Tabela 6 Composição média do esgoto durante o período amostral.

Parâmetro	Unidade	Período letivo	n
Temperatura	°C	23,2 ± 1,3	12
pH	-	6,98 ± 0,8	24
Alcalinidade	mgCaCO ₃ /L	225 ± 38	18
DBO _T	mg/L	384 ± 45	28
DBO _S	mg/L	212 ± 37	28
DQO _T	mg/L	639 ± 24	42
DQO _S	mg/L	289 ± 35	42
SST	mg/L	301 ± 72	54
SSV	mg/L	259 ± 49	54
NTK	mg/L	64 ± 11	23
N-NH ₄ ⁺	mg/L	39 ± 9	25
P - Total	mg/L	8,5 ± 2,7	37
P - Solúvel	mg/L	6,0 ± 2,0	37

Fonte: O autor (2020)

De acordo com os valores apresentados na Tabela 6, o esgoto produzido nos alojamentos e no Restaurante Universitário Central apresenta concentrações entre médias e elevadas, segundo apresentado por (METCALF & EDDY, 2016).

4.2. Sistema de recalque e tratamento preliminar

O esgoto produzido nos alojamentos e no restaurante central é encaminhado por gravidade para a rede pública coletora. No trecho inicial desta ligação, constitui-se uma derivação de parte da vazão, para a alimentação das unidades desta pesquisa. Esta parcela do esgoto, recebida no poço de sucção, é recalçada por um sistema controlado por chave de nível, evitando com que as bombas sejam ativadas em períodos de baixa produção de efluentes sanitários.

O poço de equalização e conjunto elevatório situam-se a cerca de 760 metros do parque experimental de tratamento de esgotos onde foram construídos os reatores para esta pesquisa, nas dependências da Fundação Centro Tecnológico de Hidráulica (FCTH), localizado no campus Cidade Universitária, São Paulo - SP.

O tratamento preliminar, etapa inicial do tratamento dos efluentes, visou a remoção do material grosseiro. Esta parcela presente no esgoto é considerada de fácil remoção por meio de processos físicos e conta com a triagem em gradeamento estático ou mecanizado, caixa de sedimentação de sólidos inertes (usualmente chamado de caixas de areia) e tanque de separação de gorduras. Os equipamentos responsáveis pelo controle da qualidade do esgoto bruto empregado na pesquisa estão ilustrados na Figura 10.

O gradeamento motorizado, uma peneira do tipo escalar ou step-screen (da marca Meva), instalado à montante das caixas de areia, tem por finalidade impedir com que materiais de grandes dimensões acima de 0,2 cm acessem os equipamentos e dispositivos de bombeamento, precavendo que estes sejam danificados ou obstruídos.

Subsequente ao gradeamento, as caixas de areia auxiliam a remoção fina de sólidos inertes que detêm velocidades de sedimentação superiores às das partículas orgânicas dos esgotos. Assim como os sólidos grosseiros, negligenciar esta etapa

pode levar a abrasão interna dos dispositivos eletromecânicos de bombeamento, condutos, juntas e válvulas dos registros.

As caixas de areia empregadas são do tipo retangulares de escoamento horizontal, onde seu projeto prevê o escoamento ideal próximo à 0,3 m/s, possibilitando a separação entre o fluido de passagem e as partículas sedimentáveis. Esta velocidade constante é controlada por uma Calha Parshall, instalada à jusante dos canais desarenadores com fundo em nível mais baixos que o destes.

O último trecho destinado ao tratamento preliminar é composto pelos tanques de remoção de gorduras. Essas substâncias graxas detêm alta capacidade de aderência em paredes de estruturas e condutos, acelerando o processo de obstrução de passagem em tubulações, travamento dos rotores, obstrução ao fechamento adequado de válvulas e efeito retardante ao crescimento microbiano, muitas vezes por impedir a sedimentação dos flocos e do lodo granular ou a sobreposição em parte dos sólidos dificultando o acesso a O₂ e substratos localmente (METCALF & EDDY, 2016).

Nas caixas de retenção de gordura, a taxa de escoamento superficial e o tempo de retenção hidráulica permitem a flotação do material gorduroso a ser retido no anteparo de saída do efluente, que ocorre no fundo das barreiras iniciais, em direção ao poço de sucção para a alimentação dos reatores. Por melhor que o tratamento preliminar auxilie na remoção da matéria indesejada ao tratamento nos reatores, são encontradas no tanque de equalização concentrações médias de óleos e graxas de 100 mg/L, com valores pontuais acima de 200 mg/L.

Durante a pesquisa, a espuma acumulada junto à superfície foi removida manualmente, em média duas vezes ao dia, e uma vez aos finais de semana com a finalidade de se manter uma operação homogênea no sistema ao longo dos experimentos. Nos reatores essas substâncias interferem diretamente no tratamento dos esgotos uma vez que detêm baixa solubilidade, reduzindo sua degradação. Além de flotarem com facilidade, as gorduras podem se depositar sobre partículas do lodo, reduzindo os processos biológicos nestes setores recobertos.

Figura 10 Composição do tratamento preliminar. Gradeamento mecanizado, caixa de areia, calha Parshall e tanque de retenção de gorduras, respectivamente.

Fonte: O autor (2020)

4.3. Concepção dos reatores

Este projeto teve como ponto de partida a existência de dois tanques previamente montados e com as instalações elétricas preparadas para instalação dos sistemas de controle operacional. Deste modo, a concepção no projeto se deu na preparação dos sistemas de bombeamento, ajustes no controle de aeração e instalação dos rotômetros, e adaptação do CLP para ativação dos equipamentos.

O conjunto de bombeamento foi projetado segundo as especificações indicadas por Mark van Loosdrech, em correspondência pessoal, com velocidades ascensionais de alimentação entre 0,5 e 4,0 m/h. Segundo este autor, estas definições são empregadas em reatores em escala real para que ocorra condições de *Plug-Flow* durante o enchimento e não haja perda excessiva de sólidos durante a partida dos reatores. Estes equipamentos foram acoplados diretamente ao tanque de equalização por meio de um conduto flexível reduzindo as perdas de carga pontuais.

4.3.1 Construção dos reatores

Os reatores utilizados nesta pesquisa, tal qual a estrutura do tratamento preliminar, foram construídos no Centro de Tratamento de Esgoto do Departamento de Engenharia Hidráulica e Ambiental da EPSUP, localizado no Centro Tecnológico de Hidráulica. Cada da estrutura possui 212 L de volume útil, na configuração de 3 m de altura e um diâmetro de 30 cm, construída por seções de PVC de alta densidade e espessura de 2 mm, suportando as cargas da coluna líquida.

Aos reatores foram adicionados 3 pontos de amostragem de lodo, P_1 , P_2 e P_3 posicionados respectivamente a 30, 150 e 270 cm a partir da base, como observado na Figura 11. além das ligações hidráulicas de amostragem, as conexões de alimentação e a remoção do efluente tratado encontram-se nas extremidades dos tanques, de maneira a favorecer o fluxo hidráulico ascendente.

Figura 11 Corte esquemático do reator biológico.

Fonte: O autor (2020)

Além dos 3 metros de altura da coluna líquida no estado de repouso, fora montado 1,5 metros de prolongamento do reator para conter a expansão fluida ocasionada pelo bombeamento de ar e a espuma formada. Durante a partida dos sistemas notou-se que os volumes de espuma formados extrapolaram os 1,5 metros aplicados, construindo-se um prolongamento extra de 0,7 m de forma a reduzir as perdas de sólidos do volume de controle.

Na região inferior de cada tanque, o CAP de fechamento conta com um difusor de ar de bolhas finas em forma de disco (Figura 12), o qual possui aproximadamente 28 cm de diâmetro, favorecendo uma boa distribuição do ar ao longo de toda seção transversal do reator. O controle da vazão de ar foi feito via válvula de filtro e rotâmetros, possibilitando um preciso controle da aeração em ambos os reatores, igualando-se o fornecimento de ar nos reatores. A vazão de ar injetada na base do tanque esbelto permite o melhor aproveitamento do oxigênio ao longo da coluna de lodo além de promover pressões hidrodinâmicas capazes favorecer a formação de vórtices que contribuam para a formação das estruturas esféricas compactas.

Figura 12 Difusor de bolhas finas.

Fonte: B&FDias

Já indicado no texto, os RBS projetados para atender aos padrões funcionais dos lodos granulares, são fundamentados na otimização da sedimentação da biomassa. Reatores em ótimas condições de operação (com IVL abaixo de 60) ocupam volumes inferiores a 400 mL da proveta graduada com 1 litro, considerando-se uma mistura de 6,0 g SST/L. Esperando-se a predominância dos sólidos na metade inferior do reator, uma troca volumétrica de 30% em cada ciclo com baixa velocidade ascensional permitiu minimizar as perdas dos biomassa junto ao efluente final e o carreamento inicial da parcela sobrenadante. A alimentação aplicada junto à base do reator tem por objetivo beneficiar microrganismos como PAOs, uma vez que na

ausência de oxigênio dissolvido são capazes de assimilar a matéria orgânica rapidamente biodegradável.

Os conjuntos moto-bomba instalados (Figura 13) foram capazes garantir uma vazão de 2,19 L/min em sua potência máxima, superando o recalque de 3 metros dos tanques.

Figura 13 Sistema de bombeamento.

Fonte: O autor (2020)

Em paralelo ao bombeamento, programou-se o acionamento das válvulas eletrônicas na cota máxima da linha d'água no estado de repouso (Figura 14). Isso permitiu que o efluente tratado seja “empurrado” para fora do reator durante o enchimento. Uma vez que o volume da mistura é expandido durante a aeração, estes dispositivos exercem papel fundamental no controle de fechamento da válvula.

Figura 14 Válvula solenoide.

Fonte: O autor (2020)

Além dos equipamentos responsáveis pela operação das atividades no tratamento biológico, o experimento contou com a aplicação do coagulante químico Cloreto Férrico. A solução aplicada ao R₂ através de uma bomba dosadora da marca

ProMinent (modelo diafragma Beta®), programada para adicionar o reagente ao longo de 1 minuto e sua vazão ajustada ao início de cada estágio da Fase III. A bomba dosadora foi instalada próximo ao topo da estrutura reator (Figura 15), com sua mangueira mantida entre o ponto de saída e a cota média do tanque.

Figura 15 Sistema dosador de Cloreto Férrico.

Fonte: O autor (2020)

4.3.2 Controle e automação dos reatores

Ao contrário dos tratamentos de esgotos convencionais de fluxo contínuo, a proposta dos reatores RBS para o desenvolvimento granular proporciona a vantagem da redução do volume de reatores necessários para o adequado tratamento dos esgotos.

Pronk (2016) relata em seu trabalho que reatores mais avançados contam com sensores de monitoramento contínuo para as concentrações de oxigênio dissolvido, frações nitrogenadas e fosfatos. Estes sensores podem levar a um controle de maior acurácia na identificação do ponto ideal para mudança das etapas aeróbias e anaeróbias, e proporcionar maior controle nos processos biológicos durante a granulação.

Ao todo, o sistema montado para este experimento conta com aparelhos eletromecânicos:

- Moto-bomba: duas unidades de velocidades variáveis dedicadas à alimentação de cada reator individualmente;
- Inversor de frequência: duas unidades responsáveis pelo controle da rotação do motor dos equipamentos de alimentação;
- Bombas dosadoras: duas unidades instaladas para o reator R₂ utilizadas na dosagem do coagulante Cloreto Férrico e base de carbonato de sódio para correção de pH.
- Válvulas solenoide: duas unidades destinadas à abertura e fechamento do ponto de saída do efluente

Inicialmente o painel de controle construído contou com temporizadores analógicos (Figura 16). Durante os primeiros testes sem a necessidade de ajustes finos no tempo dos reatores, o sistema demonstrou elevada autonomia. Contudo, o aumento da complexidade do sistema R₂ com a instalação das bombas dosadoras levou à substituição dos dispositivos analógicos por mecanismos eletrônicos.

Figura 16 Painel de controle com controle analógico Fonte: O autor (2020).

Fonte: O autor (2020)

Visando maior precisão e praticidade no acionamento de cada dispositivo, optou-se por instalar microcontroladores computacionais, os quais se conectam a um módulo de relés com 8 canais. Este conjunto de placas propicia agilidade nas

alterações dos tempos dos ciclos, bastando proceder mudanças rápidas nas variáveis de seu código fonte. A programação do aparato procede-se in loco ou à distância, via conexão com internet em acesso remoto ou no banco de dados em nuvem.

Após pesquisa, optou-se pela instalação de um controlador lógico programável (CLP), Raspberry Pi 3 (Figura 17). O CLP, programado com código de autoria do autor da pesquisa, garantiu o controle dos tempos dos ciclos na ordem de microssegundos, mantendo-os uniformes ao longo da fase experimental. Outro avanço trazido por este sistema é a viabilidade de operar os reatores remotamente, bastando haver conexão com internet.

Figura 17 Microcontrolador Raspberry Pi 3.

Fonte: Raspberrypi.org

Figura 18 Microcontrolador Raspberry Pi 3, relé com 8 canais e painel eletrônico instalados após a reformulação do painel de controle.

Fonte: O autor (2020)

4.3.3 Operação e etapas do ciclo

Os reatores utilizados nesta pesquisa obedeceram ao regime de operação em 3 etapas: alimentação anóxica com simultânea descarga de efluente tratado, aeração sem alimentação e sedimentação.

Definiu-se pela imposição de ciclo de 3 horas de duração total do ciclo ao longo de todas as atividades experimentais neste projeto. Após o primeiro mês de testes com lodo inoculado, percebeu-se que o tempo necessário para a ressuspensão dos sólidos variava entre 45 e 50 minutos durante o período anaeróbio. Assim, por medida de segurança adotou-se o tempo máximo de 45 minutos para as etapas de sedimentação e alimentação.

As partidas realizadas nos experimentos contaram com inoculação inicial de lodo. Ainda no processo de seleção dos sólidos, não foram constatadas estruturas granulares, onde os elementos com de maior robustez eram formados por flocos com grande presença de bactérias filamentosas. Esta condição requer períodos de sedimentação maiores viabilizando o crescimento celular. O aumento da compactação e consequentemente a redução do IVL serviram de balizadores para as reduções progressivas nos tempos de sedimentação, porém estudos de Qin et al. (2004) mostraram ser possível a efetiva granulação sem este procedimento.

Seguindo as demonstrações de Bassin et al. (2019) em que aplicaram as reduções progressivas dos tempos de sedimentação a cada 7 dias, neste trabalho aplicou-se este procedimento a cada 10 dias, com base nos IVL dos reatores analisados

Figura 19 Configuração dos tempos dos ciclos de batelada segundo o crescimento microbiano e redução progressiva dos tempos de sedimentação.

Fonte: O autor (2020)

Atingindo-se um montante significativo, em concentrações próximas às das condições operacionais de tratamentos por lodos ativados, entre 1500 a 3000 mg SSV/L, iniciou-se a seleção via controle do período de sedimentação. As 3 fases deste projeto, tiveram a partida com 35 minutos reservados para sedimentação, reduzindo-se 6 minutos a cada interferência até que se atingisse o tempo mínimo de 11 minutos.

4.4. Fases experimentais

A pesquisa contou com três diferentes fases para a melhor compreensão do desenvolvimento do lodo granular, sendo:

- Fase I: Desenvolvimento dos sólidos sob inoculação de lodo flocular oriundo de reator granular em baixas concentrações;
- Fase II: Desenvolvimento sólidos biológicos a partir da inoculação de mistura de lodo de reatores com Lodo Ativado e de reator UASB;
- Fase III: Desenvolvimento dos sólidos biológicos com adição de Cloreto Férrico.

Na Tabela 7 é apresentada em forma de tabela resumo o regime operacional imposto aos reatores ao longo desta pesquisa.

Tabela 7 Regime operacional das Fases I, II e III.

Parâmetro	Unidade	Fase I	Fase II	Fase III
Duração	Dias	94	136	137
A/M	g DQO/g SSV.dia	1,1	0,3 – 0,5	0,3 – 0,5
Flux. Aeração	cm/s		2,5	
Idade do lodo	dias	6 (42°d)	10 (108°d)	10 (67°d)
Orig. Biomassa	-	RBS	UASB+LA	RBS
T. Ciclo	horas		3	
Coagulante	mg FeCl ₃ /L	-	-	10 e 20 (R ₂)

4.4.1. Fase I

Iniciada em 24 de dezembro de 2018, esta fase caracterizou-se pela exploração primária das técnicas envolvidas no tratamento biológico objetivando a formação dos lodos granulares aeróbios em reatores de bateladas sequenciais com fluxo ascendente. Com duração de 94 dias, voltaram-se os esforços para a compreensão dos principais parâmetros relacionados ao crescimento da biomassa granular apresentados anteriormente.

Dada a complexidade da formação dos primeiros biossólidos capazes de sedimentar rapidamente em reatores sem inoculação, adicionou-se uma fração de 60 L lodo originário de outro RBS granular a cada reator (R_1 e R_2) a uma concentração de 2100 mg SSV/L. Completou-se os reatores com esgoto, resultando em uma concentração final de 830 mg SSV/L. A Biomassa inserida em R_1 e R_2 era constituída majoritariamente de flocos com rápida sedimentação, uma vez que o RBS de origem havia inicializado suas operações poucas semanas antes deste experimento.

Ao se coletar o lodo, testou-se as propriedades de sedimentabilidade e o tempo requerido para a ressuspensão dos sólidos. Após a adição da amostra em provetas graduadas, contabilizou-se o tempo requerido até a ocorrência flotação. Nos testes realizados foram constatados tempos variando entre 45 e 50 minutos, adotando-se o menor deles como medida de segurança para evitar perda excessiva de biomassa junto à massa líquida empurrada para fora do reator durante o enchimento.

A alimentação do sistema nesta fase teve como referência o parâmetro de A/M 1,1 g DQO/g SSV.dia sendo regulada a partir dos ajustes na velocidade do rotor da bomba e nos tempos de alimentação, de modo a minimizar mudanças expressivas na velocidade ascensional, conservando-a abaixo de 4,0 m/h ao longo de toda a fase.

A aeração se deu de forma contínua, aplicando-se uma vazão de 108 L/min diretamente na base do reator, através do difusor de bolhas finas a uma taxa de 2,55 cm/s. O controle da vazão de ar foi operado a partir da instalação de rotâmetro (Figura 20) precedido de filtros de ar (Figura 21).

Figura 20 Rotâmetro.

Fonte: O autor (2020)

Figura 21 Filtro de ar.

Fonte: O autor (2020)

Aplicou-se o controle da idade do lodo obedecendo as avaliações de amostras coletadas diariamente nos três pontos de cada tanque e seus efluentes tratados. Com os objetivos principais da pesquisa voltados à formação dos grânulos e a remoção de fósforo, definiu-se o tempo de retenção celular de 6 dias, realizando-se os descartes de lodo via acionamento manual das válvulas no ponto P₃, sempre no final do período de aeração sob mistura completa. O controle da idade do lodo teve início a partir do 40º dia de operação, logo após o reator ser configurado para o tempo de sedimentação de 11 minutos.

4.4.2. Fase II

Após o insucesso da Fase I na tentativa de formação dos grânulos nos reatores, o projeto foi submetido a um novo planejamento das estratégias adotadas para a segunda fase. Iniciada em maio de 2019, teve duração de 136 dias e decidiu-se pela partida dos reatores usando-se como inoculo uma mistura entre lodo ativado e lodo de reatores UASB, ambos procedentes da Estação de Tratamento de Esgoto Engenheiro Jesus Netto, SABESP.

Optou-se por trabalhar somente com um dos reatores, uma vez que ainda não seria aplicado o Cloreto Férrico em R₂. O reator seguiu protocolos similares aos efetuados na Fase I para aeração, amostragem e suas análises, porém diferenciando-se quanto ao lodo de partida (concentração e origem), valores aplicados da razão A/M e tempo de retenção celular.

Dado que as frações de lodo adicionadas a R₂ eram oriundos de reatores UASB e lodos ativados, eram esperadas perdas de sólidos ao se submeter a biomassa aos ciclos de um RBS. Dada a composição deste lodo contendo sólidos floculares e à elevada concentração inicial de biomassa, os tempos de sedimentação e de alimentação deveriam ser elevados durante a partida do reator.

Com uma concentração de SSV inicial de 6000 mg/L após o preenchimento do reator com esgoto, os tempos de alimentação e sedimentação foram mantidos elevados com a finalidade de realizar a aclimação da biomassa. Ao longo de 31 dias, sem a alteração dos tempos das etapas do ciclo, ocorreram perdas da biomassa até a estabilização da concentração de sólidos em 3000 mg SSV/L, quando se iniciou o procedimento de redução progressiva dos tempos de sedimentação entre os 32º e 71º dias.

Em relação a quantidade de substrato fornecida, trabalhou-se com uma faixa de A/M entre 0,3 a 0,5 g DQO/g SSV.dia (0,182 a 0,276 g DBO/g SSV.dia) recomendada para a geração de sólidos estáveis, assim como demonstrado por Tay et al. (2004) e Wu et al. (2018). Segundo De Kreuk et al. (2010) o intervalo aplicado na Fase II é indicado como suficiente para manter o controle da produção do EPS, prevenindo o excesso de sua produção (evitando obstruções nos grânulos) e sua carência (responsável pela desintegração das partículas).

O reator foi conduzido sem a remoção do excesso de lodo até o 108º dia de operação, na busca pela formação dos grânulos a partir do aumento da concentração de sólidos. Após o aparecimento de um volume substancial de partículas granulares, iniciou-se o controle da idade do lodo em 10 dias, almejando alcançar menores concentrações dos constituintes presentes no efluente tratado.

4.4.3. Fase III

Dado o êxito em produzir os grânulos, a última etapa desta pesquisa se estendeu por 137 dias com a utilização dos mesmos reatores apresentados nas fases I e II. Ambos os reatores receberam volumes iniciais do lodo oriundos de descartes de outro reator granular operante na área experimental, o que viabilizou as reduções progressivas dos tempos de sedimentação desde a partida. Após a introdução dos lodos, os reatores foram preenchidos por esgoto até a cota de 3,0 m, registrando a

média de concentração de SSV da mistura dos reatores R₁ e R₂ em 2740 e 2400 mg/L respectivamente.

Igualmente à Fase II, foram mantidas as faixas de A/M entre 0,3 e 0,5 $\bar{}$, regulando-se as vazões fornecidas aos reatores por meio de dos inversores de frequência. Para suprir a faixa de A/M planejada, o sistema de alimentação foi controlado a vazões médias de 2,0 L/min, equivalente a uma velocidade ascensional de 1,80 m/h. Após serem notados os grânulos iniciou-se o descarte de lodo, aplicando ao tratamento uma idade de lodo de 10 dias.

Visto que a aplicação da taxa de aeração constante de 2,55 cm/s demonstrou bons resultados quanto à formação de sólidos robustos, manteve-se este parâmetro com a finalidade de se comparar o desenvolvimento dos novos experimentos controlando-se por rotâmetro segundo as variações recebidas do compressor de ar.

No topo do reator R₂, instalaram-se as bombas dosadoras magnéticas de diafragma para o controle de alta precisão dos volumes de coagulante e base neutralizante. Após uma série de avaliações em ensaios em aparelho de *Jar-Test* com amostras de lodo da Fase II, as concentrações de 10, 20 e 30 mg FeCl₃/L foram selecionadas por serem as mais baixas, apresentando bom desempenho quanto a precipitação dos compostos coagulados e conservando a integridade dos grânulos. Nos testes em que se aplicaram as concentrações de 40 e 50 mg FeCl₃/L observou-se a fragmentação das partículas.

O sal metálico utilizado, foi o Cloreto Férrico comercial, produzido na concentração de 38% em massa. Todo volume foi fornecido pela Companhia de Saneamento Básico do Estado de São Paulo (SABESP). Buscando o equilíbrio do pH e fornecer alcalinidade ao tratamento adicionou-se carbonato de sódio, ajustando uma segunda bomba dosadora de modo manter o pH similar ao observado em R₁.

Dos 137 dias de análise, com exceção dos 40 dias destinados à seleção de sólidos, o reator R₂ recebeu Cloreto Férrico com uma dosagem de 10 mg/L ao longo de 60 dias, e 20 mg/L nos 37 subsequentes. O projeto previa o aumento da concentração de coagulante no 160º dia para 30 mg/L, porém as atividades foram suspensas após a interdição do campus devido ao risco de infecção por COVID-19.

4.5. Controle analítico do desempenho do sistema dos reatores.

Para este trabalho, empreendeu-se um programa de caracterização do esgoto afluente, lodos dos reatores e dos efluentes tratados.

Durante todo experimento as análises laboratoriais seguiram divididas em duas frentes, sendo parte dos registros tomados in loco, como os valores de pH, OD e temperatura do lodo dos reatores, bem como os volumes ocupados pelo lodo sedimentado em proveta composição do IVL em 5 e 30 minutos (IVL₅ e IVL₃₀). Reservaram-se ao Laboratório de Saneamento as análises físico-químicas das concentrações de sólidos em suspensão totais, voláteis e fixos (SST, SSV e SSF) a partir das amostras coletadas nos pontos P₁, P₂, e P₃ do reator, bem como análises de DBO e DQO (total e solúvel), fósforo (total e solúvel) e nitrogênio (amoniacal e total Kjeldahl), tanto no afluente quanto no efluente, bem como a determinação de nitrito e nitrato nas amostras do efluente final.

Dos ensaios executados in loco, a aferição das concentrações de oxigênio foi procedeu-se por meio de oxímetro digital Hach HQ40D (Figura 22), introduzindo o eletrodo a uma aproximada de 0,5 m abaixo da cota do nível de repouso da mistura, garantindo que o equipamento esteja imerso no fluido em todas as etapas do ciclo.

Figura 22 Oxímetro Hatch HQ40d.

Fonte: O autor (2020)

Para a caracterização do IVL, coletaram-se as amostras de lodo do ponto médio (P_2) de cada reator em provetas graduadas de 1 L. Segundo Pronk et al. (2015), lodos granulares detêm alta capacidade de se separarem do volume líquido em curtos períodos. Registrados os volumes ocupados pela manta de lodo após 5 e 30 minutos, possibilitou-se avaliar o desempenho quanto à sedimentação dos sólidos. Comumente calcula-se a relação IVL_5/IVL_{30} como balizador do estado de granulação, onde valores mais próximos de 1 representam um estágio avançado de formação de biomassa de alta compactação e densidade.

Para as medidas de temperatura, um termômetro eletrônico foi instalado na região superior do reator. Com cerca de 3 metros de comprimento em seu cabo, o eletrodo foi posicionado de modo a permanecer entre os pontos P_2 e P_3 . Por ser mantido imerso à mistura, as leituras em seu visor retratavam as temperaturas exatas da mistura dos reatores.

As amostras para as análises em laboratório foram coletadas em recipientes plásticos, em cada ponto de amostragem de lodo dos reatores e do efluente final. Os frascos eram exclusivos e identificados, evitando contaminação por resíduos de coagulante (Figura 23). Por amostragem eram coletados de maneira padronizada com volumes de aproximadamente 300 mL. Anteriormente às coletas das amostras, procedia-se o descarte correspondente ao lodo acumulado na tubulação de saída dos três pontos de amostragem.

Figura 23 Frascos de amostragem identificados.

Fonte: O autor (2020)

Os procedimentos para armazenamento e análises fundamentaram-se em acordo com a 23ª edição do Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater (APHA et al., 2017). Os métodos seguidos e a rotina de coleta das amostras para a realização das análises laboratoriais seguem indicados na Tabela 8.

As coletas de amostras simples foram feitas três vezes por semana no período da manhã (entre 7:00 e 9:00). De cada reator foram colhidas 4 amostras, sendo três pontos do reator (P₁, P₂ e P₃) e uma de efluente (E).

Tabela 8 Frequências e métodos aplicados às análises laboratoriais.

Parâmetros	Frequência das análises			Método de análise
	Afluente	Lodo	Efluente	
Nitrogênio Amoniacal (N-NH ₄ ⁺)	2 X semana	-	2 X semana	4500-NH ₃ B e C
Nitrogênio Total Kjeldahl (NTK)	2 X semana	-	2 X semana	4500-N _{org} B
Nitrito (N-NO ₂ ⁻)		-	2 X semana	4110 B
Nitrato (N-NO ₃ ⁻)		-	2 X semana	4110 B
DQO	2 X semana	-	3 X semana	5220 D
DBO	2 X semana	-	1 X semana	5220
Sólidos em Suspensão Voláteis (SSV)	2 X semana	3 X semana	3 X semana	2540
Sólidos em Suspensão Totais (SST)	2 X semana	3 X semana	3 X semana	2540
Potencial Hidrogeniônico (pH)	2 X semana	3 X semana	3 X semana	4500-H ⁺ B
Fósforo Total	2 X semana	-	3 X semana	4500-P
Fósforo Solúvel	2 X semana	-	3 X semana	4500-P
Oxigênio Dissolvido	-	2 x mês	-	-
Temperatura do reator	-	3 X semana	-	-
Alcalinidade total	2 X semana	3 X semana	3 X semana	2320 B

Fonte: O autor (2020)

A caracterização do esgoto bruto foi realizada duas vezes ao longo da semana. Com o propósito de melhor retratar a composição dos esgotos recebidos no tanque de equalização, instalou-se um amostrador eletrônico programado para coletar volumes do tanque de equalização de a cada hora ao longo do dia. Desta maneira foi

possível trabalhar com a composição média dos esgotos, dada a divergência entre as cargas orgânicas e de nutrientes dos períodos diurnos e noturnos.

O controle da idade do lodo foi implementado 3 vezes por semana, acompanhando os dias em que foram realizadas as análises laboratoriais, descartando-se o excesso de lodo em uma única descarga no dia. Buscando maior controle sobre este procedimento, escolheu-se o intervalo final da reação aeróbia, calculando a massa de descarte a partir das concentrações do ponto P₃, mais próxima a válvula solenoide.

Desta forma calculou-se a idade do lodo segundo:

$$\theta_{Ld} = \frac{\text{M. de cel. no tanque (kgSSV)}}{\text{M. de cel. no efluente} + \text{M. de cel. descarregadas} \left(\frac{\text{kgSSV}}{\text{dia}} \right)} \quad (4.1)$$

Para aplicar esta definição, assume-se que a massa de células descarregadas é composta por toda fração de SSV perdida e removida no tratamento. Uma vez que o descarte de lodo foi conduzido de maneira pontual, utilizou-se no cálculo da massa de lodo extraída dos reatores o equivalente a 7 ciclos completos (considerando a concentração de sólidos de uma análise), a massa do descarte e a massa presente no volume do efluente subtraído do volume de descarte.

$$\theta_L = \frac{V_r X_r}{7V_e X_e + V_d X_d + (V_e - V_d) X_e} \quad (4.2)$$

Onde:

θ_L : idade do lodo em dia (d);

X_r : Concentração de SSV no reator (kgSSV/m³);

V_r : Volume útil do reator (m³);

X_d : Concentração de SSV no descarte (kgSSV/m³);

V_d : Volume de descarte diário (m³);

X_e : Concentração de SSV no efluente (kgSSV/m³);

V_e : Volume do efluente (m³).

Sendo o descarte aplicado durante a etapa de aeração, tem-se que $X_r = X_d$. logo, o volume a ser removido com base na idade do lodo escolhida, objetivando-se

atingir a idade de lodo teórica, visando a maximização do abatimento dos nutrientes no efluente final é obtido por:

$$V_d = \frac{X_r \cdot V_r - \theta_L \cdot 8 \cdot X_e \cdot V_e}{\theta_L \cdot (X_r - X_e)} \quad (4.3)$$

Os projetos de sistemas tratamento de esgotos em bateladas sequenciais com lodo granular aeróbio são concebidas na intenção de atender às demandas de esgotos domésticos em estruturas mais compactas e necessitando de menos estágios e equipamentos em relação aos tratamentos convencionais. A característica mais marcante deste modelo é notada na ausência dos tanques de decantação secundários. A falta desta estrutura torna a função de descarte de lodo uma atividade complexa, onde estuda-se o melhor período do ciclo e idade do lodo para que este reflita em benefícios ao reator.

No grupo dos ensaios físicos, o controle do IVL é indicado por Nereda® como padrão de compactação da biomassa. A empresa também indica ser necessária a aferição dos volumes em diferentes períodos de sedimentação, onde a comparação entre 5 e 30 minutos a mais aplicada em lodos granulares, e seu cálculo realizado por:

$$IVL_t = \frac{V_{m_t}}{SST} \cdot V_r \cdot 1000 \quad (4.4)$$

onde:

IVL_t: Índice volumétrico do Lodo no tempo t (mL/g);

V_{m_t}: Volume específico ocupado pela manta de lodo no tempo t (mL/L);

SST: Sólidos em suspensão totais (mg/L).

Os ensaios de granulometria do lodo foram feitos a partir de análise de partículas por difração a laser no junto ao Laboratório de Caracterização Tecnológica do Departamento de Engenharia de Minas e Petróleo da EPUSP. Para este experimento foi utilizado o analisador de distribuição de partícula Mastersizer 2000 (Malvern Instruments Ltd.), capaz de identificar dimensões entre 0,2 a 2000 µm.

Na busca por maior detalhamento sobre as características das superfícies do lodo granular, algumas amostras foram submetidas a microscopia eletrônica de varredura (MEV). Para tal análise houve a parceria com o Laboratório de Reciclagem, Tratamento de Resíduos e Extração (LAREX). Para isto as parcelas separadas para as análises foram lavadas e secas, não sendo necessário o recobrimento por carbono.

Durante a formação e a maturação de RBS contendo LGA, as perdas de sólidos junto ao efluente tratado é apontada como uma questão recorrente nos resultados de pesquisas. Grande parte do material particulado expelido é resultante da formação de novos sólidos leves, elevada presença de bactérias filamentosas e durante a redução progressiva dos tempos de sedimentação. Para permitir a avaliação da influência desse efeito sobre a qualidade do esgoto tratado, é necessário que sejam realizadas análises sobre amostras totais e filtradas, dos diversos constituintes como DBO, DQO, NTK e Fósforo.

Para as análises químicas, as parcelas solúveis foram obtidas por filtração em membrana de fibra de vidro com diâmetro dos poros 0,45 µm. Uma vez que as perdas de sólidos podem registrar altas concentrações dos compostos orgânicos e nutrientes no efluente final, as análises dos filtrados torna-se imprescindível para os estudos de DBO, DQO, fósforo, nitrito e nitrato persistente na fase líquida.

Para os cálculos da $DBO_{5/20}$ foram realizadas as diluições de modo a se manter concentrações de oxigênio ao final de 5 dias de incubação a 20°C. As leituras das concentrações de iniciais e finais de OD nos frascos foram feitas por meio de leitor de luminescência acoplado ao módulo multi-parâmetro HQ430d flexi. Da posse das concentrações e os volumes dos frascos e de diluição, determina-se a DBO por:

$$DBO_{5/20} = \frac{C_i - C_f}{V_d} \cdot V_f \quad (4.5)$$

onde:

$DBO_{5/20}$: Demanda bioquímica de oxigênio (mg/L);

C_i : Concentração inicial de O_2 (mg/L);

C_f : Concentração final de O_2 (mg/L);

V_d : Volume de amostra para diluição (mL);

V_f : Volume do frasco com rolha de DBO (mL).

Optou-se pelo ensaio de refluxo fechado para as análises da DQO nos efluentes. Esta metodologia além de requerer menor quantidade de reagentes e maior segurança na manipulação dos frascos e do bloco digestor, garantiu alta precisão nas leituras das amostras em seus respectivos tubos via espectrofotômetro.

Assim como a DQO, as análises de fósforo total e solúvel também se valeram das leituras dos comprimentos de onda, como descrito no método 4500-P do Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater (APHA et al., 2017).

A razão (A/M), importante para avaliação dos processos e controle operacional dos reatores. Pode ser calculada em função da DBO e DQO no esgoto afluyente conforme a equação 4.6:

$$A/M = \frac{DBO \text{ (ou DQO)} \cdot n \cdot V_a}{SSV \cdot V} \quad (4.6)$$

Onde:

A/M: Razão alimento/microrganismo (mg DBO/kg SSV.dia);

DBO: Demanda bioquímica de oxigênio (mg/L);

DQO: Demanda química de oxigênio (mg/L);

n: Número de ciclos de bateladas por dia (ciclo/dia);

V_a: Volume de esgoto afluyente por ciclo (L/ciclo);

V: Volume do reator (L);

SSV: Sólidos suspensos voláteis (mg/L)

5. Resultados e discussões

Como já anunciado, foram realizados 3 experimentos visando a formação de lodo granular aeróbio, em que as Fases I e II foram dedicadas à aplicação dos controles operacionais na busca pela melhor compreensão da evolução dos processos biológicos. Para estes experimentos testaram-se diferentes cargas orgânicas, visando a geração dos sólidos compactos descritos nos tópicos 4.4.1 e 4.4.2.

Uma vez atingida a granulação nos reatores, iniciou-se a Fase III. Esta foi dividida em 2 estágios, após o período de seleção de sólidos, seguido de 60 dias para a adição do FeCl_3 a 10 mg/L de esgoto afluyente e estágio final de 37 dias sob adição de 20 mg/L.

5.1. Resultados Fase I

A partida do R_1 ocorreu em 24 de dezembro de 2018, teve duração de 94 dias. O Reator 2 só teve seu início no 28º dia de operação, sendo ativado com as configurações aplicadas em Reator 1. Os temporizadores dos reatores foram sincronizados de maneira a operar com os mesmos tempos de enchimento, aeração e sedimentação. Inocularam-se dois volumes de lodo com característica flocular, porém desenvolvido em reator de bateladas sequenciais. As concentrações e os volumes podem ser observados na Tabela 9.

Tabela 9 Concentrações e volumes adicionados em na partida de R_1 e R_2 .

Reator	Dia	Parâmetro	Concentração	Volume
Reator 1	1	SSV	2804 (mg/L)	40 L
Reator 2	28	SSV	2761 (mg/L)	50 L

Com 728 e 708 mg SSV/L em R_1 e R_2 ao final do 30º dia, estudou-se o crescimento da biomassa em condições de A/M média de 1,1 g DQO/g SSV.dia (0,61 g DBO/g SSV.dia), com o desenvolvimento quinzenal apresentado nas Tabela 10 e Tabela 11.

Tabela 10 Desenvolvimento de R1, Fase I.

Parâmetro		Quinzena 3	Quinzena 4	Quinzena 5	Quinzena 6
SSV Lodo	Média	728 ± 42	788 ± 148	1633 ± 273	2230 ± 254
	Mínimo	700	610	1300	2020
	Máximo	810	1010	1940	2650
SST Efluente	Média	78 ± 15	70 ± 12	43 ± 21	32 ± 7
	Mínimo	62	58	26	30
	Máximo	104	88	66	48
DQO Total Efluente	Média	289 ± 12	326 ± 25	306 ± 22	186 ± 33
	Mínimo	276	285,3	273	156
	Máximo	301	355	322	242
DQO Sol Efluente	Média	121 ± 2	114 ± 10	92 ± 9	38 ± 12
	Mínimo	118	107	78	28
	Máximo	125	136	101	61
P-Total Efluente	Média	-	6,5 ± 0,5	6,2 ± 0,2	5,8 ± 0,2
	Mínimo	-	6,2	6,0	5,5
	Máximo	-	7,5	6,4	6,0
P-Sol Efluente	Média	-	4,1 ± 0,5	3,5 ± 0,2	3,6 ± 0,3
	Mínimo	-	3,7	3,3	3,4
	Máximo	-	4,9	3,8	4,1

Tabela 11 Desenvolvimento de R2, Fase I.

Parâmetro		Q3	Q4	Q5	Q6
SSV Lodo	Média	708 ± 59	975 ± 220	1588 ± 286	2953 ± 462
	Mínimo	650	700	1330	2630
	Máximo	800	1350	1980	3835
SST Efluente	Média	88 ± 19	56 ± 5	40 ± 9	31 ± 7
	Mínimo	55	49	38	30
	Máximo	110	62	58	45
DQO Total Efluente	Média	299,4 ± 11,9	322,1 ± 29,1	317,9 ± 20,9	208,9 ± 43,6
	Mínimo	288,3	275,8	288,0	169,5
	Máximo	315,2	358,3	334,2	273,1
DQO Sol Efluente	Média	143,6 ± 18	105,9 ± 19,5	71,3 ± 14,5	33 ± 14
	Mínimo	119,5	79,1	50,3	19
	Máximo	162,0	129,8	83,7	60
P-Total Efluente	Média	-	6,8 ± 0,6	6,1 ± 0,4	6,1 ± 0,5
	Mínimo	-	6,2	5,8	5,8
	Máximo	-	7,9	6,7	7,0
P-Sol Efluente	Média	-	4,4 ± 0,5	3,7 ± 0,5	3,1 ± 0,6
	Mínimo	-	3,9	3,3	2,7
	Máximo	-	5,0	4,3	4,2

O controle da aeração foi estabelecido para corrigir as variações das medidas observadas nos rotômetros. Em relação à velocidade ascensional das bolhas de ar de referência de 2,55 cm/s ao longo desta fase dos experimentos. Mediu-se os valores das concentrações de oxigênio dissolvido nos reatores, sendo que, normalmente nos primeiros 10 minutos foram atingidos 40% da saturação, e valores acima de 7 mg O₂/L nos instantes finais da reação.

5.1.1. Concentração de sólidos nos reatores e efluentes – Fase I

A evolução do tratamento foi acompanhada primeiramente em relação à concentração de sólidos nos lodos dos reatores e efluentes tratados. Nos dias de análise foram coletados aproximadamente 300 mL em cada ponto de amostragem dos reatores, no tanque de equalização de esgoto e no reservatório de efluentes tratados. Os resultados do monitoramento do lodo encontram-se dispostos na forma de gráfico apresentados na Figura 24.

Figura 24 Concentrações de SST, SSV e SSF no lodo de R1 e R1 ao longo da Fase I.

Como é possível notar, o reator R₂ teve um crescimento de sólidos ligeiramente superior ao do R₁. Uma das explicações para esta divergência deve-se à instabilidade mecânica notada no sistema de bombeamento de R₁, com a manutenção realizada no 79º dia de operação. O controle da idade de lodo foi aplicado no 68º dia resultou em redução significativa das concentrações de sólidos nos efluentes dos reatores.

Nas imagens apresentadas nas Figuras 25 e 26 nota-se a formação de uma massa de lodo capaz de se separar da fase líquida, em ambos os reatores. Em todo o período as amostras coletadas apresentaram lodos com boas condições de sedimentação, porém, sem se notar a presença de grânulos.

Figura 25 Lodo do R1 ao fim da Fase I.

Figura 26 Lodo desprendido por flotação, Fase I).

Em relação aos efluentes dos reatores, a ocorrência de flocos leves levou ao carreamento acentuado de biomassa. A implementação de reduções progressivas no tempo de sedimentação, resultou picos de concentração de sólidos nos dias subsequentes a cada alteração.

Na Figura 27 são lançados em gráfico os resultados de concentração de sólidos do efluente final. Assim como na literatura, são observadas as maiores perdas de

sólidos ao longo da partida. Até o fim da etapa de seleção de sólidos foram registradas concentrações de SST de 90 e 83 mg/L em R₁ e R₂, respectivamente. Com o desenvolvimento da biomassa, observou-se conjuntamente uma melhoria gradual na qualidade do efluente tratado.

No 42º dia foi realizado o primeiro descarte de lodo, sendo aplicado a uma idade de lodo de 6 dias e realizada três vezes por semana em descarga única. No dia de sua aplicação foram obtidas as concentrações de 64 e 73 mg SST/L e subsequente à sua, o efluente final demonstrou significativa clarificação até os valores finais de 28 e 34 mg/L para R₁ e R₂, nesta ordem.

Figura 27 Concentrações de SST, SSV e SSF no efluente de R1 e R2 ao longo da Fase I.

Em consequência dos descartes de lodo, houve um rápido clareamento do efluente tratado como mostrado na Figura 28. Estas imagens foram tomadas 12 dias após, demonstrando a importância do controle do tempo de residência celular.

Figura 28 Efluente tratado Fase I, antes e depois do controle da idade do lodo.

O pH dos efluentes dos reatores esteve estável durante toda fase I, mantendo-se entre 6,5 e 7,1 até o último dia. Estudou-se a necessidade de adição de carbonato de sódio ao tratamento, porém as alcalinidades das amostras se demonstraram estáveis acima de 55 e 62 mg CaCO₃/L.

Notou-se que para o período de dezembro a março o as temperaturas dos dois reatores mantiveram-se entre 21 e 26°C. Esta variação se deve à exposição dos reatores ao ambiente externo, onde houve predominância de temperaturas acima de 22°C, dado ao período de verão característico de países tropicais. As temperaturas mais elevadas como no Brasil são tratadas na literatura como mais favoráveis à estabilidade dos processos bioquímicos no tratamento de esgoto, em relação a países da Europa.

5.1.2. Índice Volumétrico do Lodo dos reatores – Fase I

A sedimentabilidade dos lodos granulares dos dois reatores foi analisada com base nos resultados de Índice Volumétrico de Lodo (IVL). Segundo de Kreuk (2006), os lodos granulares são capazes de sedimentar rapidamente, à medida que a relação entre os valores de IVL tomados a 5 e a 30 minutos sejam similares. Nas Figuras 29, 30 e 31 são lançados em gráfico os resultados de IVL dos reatores. Mesmo com o aumento da biomassa nos reatores, os IVL₅ e IVL₃₀ oscilaram similarmente entre 85 e 120 mL/g SST, assemelhando aos lodos ativados sob boas condições de sedimentação, porém estes valores estão bem acima dos apresentados na literatura para LGA, com IVL inferiores a 50 mL/g SST.

Figura 29 Resultados do IVL de 5 minutos de R1 e R2, Fase I.

Figura 30 Resultados do IVL de 30 minutos de R1 e R2, Fase I.

Figura 31 Relação entre os IVLs de 5 e 30 minutos de R1 e R2, Fase I.

Na análise de avaliação dos resultados de IVL, percebe-se que ao contrário do que se esperava, a razão IVL_5/IVL_{30} teve uma gradual elevação. Como apontado anteriormente no texto deste trabalho, os reatores em que são observados grânulos concisos têm este valor aproximando-se de 1, indicando que o volume ocupado pela manta de lodo aos 5 minutos é similar ao de 30. De acordo com os resultados obtidos os reatores receberam um lodo com IVL_5/IVL_{30} de 1,26 e finalizaram a Fase I com 1,35 e 1,30 para R₁ e R₂, respectivamente.

5.1.3. Análises de remoção da DQO – Fase I

Para a avaliação da remoção de matéria orgânica do esgoto, as variáveis de controle utilizadas foram a DQO total e DQO solúvel. No caso do esgoto tratado, a fração solúvel da DQO é de grande interesse, por isolar o efeito de arraste de sólidos

em suspensão com o efluente do reator. Assim, um efluente que apresenta DQO solúvel elevada demonstra que não se está conseguindo as condições necessárias para a ocorrência de floculação ou de granulação, enquanto a DQO particulada em elevadas quantidades no efluente tratado demonstra que os sólidos biológicos estão sendo formados, porém uma parcela não suficientemente densa para ser retida nos tanques.

Na Figura 32, foram lançados os resultados das concentrações de DQO no esgoto afluyente e esgoto efluente dos dois reatores em forma de gráfico para a Fase I. Nota-se que em ambos os reatores a concentração de DQO solúvel se mostrou predominantemente decrescente, encontrando-se melhores resultados após o controle da idade do lodo. Até o 68º dia, obteve-se 95 e 74 mg DQOs/L nos reatores 1 e 2 respectivamente, enquanto que ao final da Fase I estas concentrações eram de 29 e 19 mgDQOs/L, indicando que o descarte do excesso de lodo exerceu papel ativo na melhoria da qualidade dos efluentes finais.

Figura 32 Concentrações residuais de DQO Total e Solúvel nos efluentes de R1 e R2, Fase I.

A DQO particulada por sua vez manteve-se elevada ao longo de todo o tratamento. Durante os dias destinados à seleção de sólidos era admitido que a perda de biomassa fosse elevada, entretanto nos dias seguintes o reator apresentou um leve crescimento do lodo após o 40º dia. Com o desenvolvimento microbiano no reator, novos sólidos foram formados, sendo os menos lavados com facilidade. Após o 68º dia, com a implementação do controle da idade do lodo, observou-se uma redução substancial na concentração de DQO total e solúvel, indicando a melhoria do processo em função do controle da retenção celular.

5.1.4. Análise da remoção de fósforo – Fase I

Pode ser verificado na Figura 33 que assim como a eficiência na remoção de matéria orgânica, os reatores R₁ e R₂ mostraram melhorias na remoção das frações totais e solúveis do fósforo ao longo do tempo.

Ao longo da Fase I, a remoção do fósforo solúvel apresentou um forte crescimento nas proximidades do 50º dia, sugerindo que a parcela de lodo recém formada não era capaz de realizar a captura P de maneira adequada. Outro indício desta característica se dá em um breve aumento de fósforo solúvel no efluente tratado após o 73º dia, em que R₁ após uma breve parada para manutenção teve uma redução na concentração de sólidos. Em R₂ a melhoria do tratamento retratou melhor a evolução dos sólidos no reator, devido à estabilidade ao longo de todo período analisado.

Figura 33 Concentrações residuais de fósforo total e solúvel nos efluentes de R1 e R2 ao longo da Fase I

Em relação ao esgoto afluente, o lodo flocular sob as condições impostas pelo RBS demonstrou capacidade de reduzir as concentrações de fósforo solúvel a partir de uma concentração de 5,77 mg P/L ao final da seleção de sólidos obteve-se resultado médio em ambos os reatores de 4,27 mg P/L, correspondendo a 26% de redução. No dia em que se introduziu o controle da idade do lodo, as concentrações em R₁ e R₂ eram de 3,12 e 3,22 respectivamente. Dada a perda de lodo de R₁, os resultados finais no tratamento deste reator foram comprometidos, finalizando as

análises com 3,55 mg P/L, representando 39% de remoção. Para R₂, após a imposição do descarte de lodo chegou-se a 2,69 mg P/L, correspondente a 55% de remoção.

A fração total de fósforo acompanhou diretamente a perda de sólidos no efluente. Assim como observado anteriormente, a mínima retenção ocorreu no intervalo entre o 40º e o 68º dia, e assim como nos resultados para a fração solúvel, ao final da Fase I, o reator R₁ apresentou maiores concentrações no efluente tratado. Iniciando-se com concentrações de 6,80 e 6,38 mg P/L, os efluentes dos reatores chegaram ao 68º dia com um residual de 5,97 mg P/L, e rapidamente decaindo para 5,20 no tratado de R₂.

5.2. Resultados Fase II

A Fase II teve suas operações desempenhadas no decorrer de 136 dias, caracterizada pela implementação de mudança de estratégia em relação à Fase I. Diante dos resultados obtidos na primeira tentativa de granulação, que foi conduzida por 94 dias e apresentou eficiências inferiores às obtidas na literatura, mudou-se o modo com o qual a partida foi efetuada.

Primeiramente optou-se por trabalhar com a inoculação de elevadas quantidades de lodo, para reduzir o período de crescimento da biomassa. O lodo aplicado nesta etapa foi coletado na estação de tratamento de esgotos Jesus Netto, operada pela SABESP. Cada reator recebeu um volume de 60 litros de lodo ativado e 40 litros de lodo de Reator UASB. As concentrações destas frações estão dispostas na Tabela 12.

Tabela 12 Concentrações de SST e volumes adicionados aos reatores na partida do tratamento.

Origem	SST (mg/L)	Volume (L)	Massa (g)
Lodo Ativado	4775	60	286,5
Reator UASB	21094	40	843,8

Após a adição do lodo, os reatores foram preenchidos com esgoto até a cota de exaustão da fração tratada para que se pudessem dar andamento aos experimentos.

Diferentemente da Fase I, a taxa de aplicação de matéria orgânica deste estudo foi mantida na razão A/M entre 0,30 a 0,50 mg DQO/mg SSV.d, de forma a promover

maior incidência de metabolismo endógeno, uma vez que os reatores já apresentavam elevadas concentrações de microrganismos. Para atender a A/M desejada, foram regulados os tempos de alimentação e vazão de esgoto afluente, de modo a aplicar uma velocidade ascensional de esgoto média de 1,86 m/h.

5.2.1. Concentração de sólidos nos reatores e efluentes – Fase II

Como esperado, os bio-sólidos inoculados de lodo ativado e o lodo de reator UASB sofreram forte pressão quanto às mudanças hidrodinâmicas causadas pela configuração dos RBS, ocorrendo intensa perda de sólidos com o efluente. Devido a elevada quantidade de material particulado no efluente tratado, as análises laboratoriais no período tiveram como caráter o acompanhamento da concentração de lodo e pH. O aumento das concentrações da biomassa no reator ocorreu após o 31º dia da partida. Neste período não se alterou o tempo de sedimentação inicial do reator (35 minutos).

Os dados referentes à concentração do lodo estão lançados na Figura 34. Entre os 32º e 71º dias aplicou-se a redução progressiva dos tempos de sedimentação, subtraindo-se 6 minutos a cada 10 dias. Optou-se por realizar os trabalhos somente em R₂, onde o lodo seria repartido igualmente para a Fase III.

Figura 34 Concentração de SST, SSV e SSF de R2 durante a Fase II.

Observa-se que mesmo durante as reduções progressivas dos tempos de sedimentação, houve uma pequena elevação na concentração de sólidos no reator. Desta maneira sugere-se que o período de 31 dias destinado à aclimação do lodo

exerceu grande auxílio na seleção dos sólidos com boas características de sedimentação.

Na Fase II percebeu-se que o desenvolvimento do lodo pode ser altamente beneficiado pela utilização de grandes quantidades de lodo de inóculo, o que nem sempre é possível em estações de tratamento reais. A ideia de se inocular o reator com lodo misto deveu-se ao fato de que o lodo ativado possui grande diversidade de grupos microbiológicos, mas em estado flocular, porém o lodo de reator UASB, mesmo que menos rico em seu consórcio microbiano, é granular e mais denso. Um dos fatores que contribuíram para a evolução acelerada de R_2 foi o fato de não se observar a formação intensa de espuma no topo do reator, reduzindo a parcela de sólidos voláteis perdidos do volume de controle por transbordo.

Após a implementação do controle da idade do lodo, no 108º dia, registrou-se uma queda pontual após o grande volume de lodo descartado em dois dias consecutivos, entretanto o crescimento foi retomado. Aplicou-se o tempo de residência celular de 10 dias. Esta faixa intermediária de idade do lodo é normalmente utilizada em quaisquer processos com base em lodo ativado em que se deseja aumentar a remoção biológica de fósforo, que exige tempo de retenção celular baixa, ao mesmo tempo em que se deseja a nitrificação do esgoto, onde se demanda idade do lodo alta.

Figura 35 Primeiros grânulos visualizados a olho nu no 83º dia.

Fonte: O autor (2020)

Por volta do 69º dia de operação, foram vistos os primeiros pontos mais densos na mistura do lodo e no 83º o aumento expressivo de sólidos bem definidos (Figura 35). As semanas subsequentes foram marcadas pelo aumento da presença das

pequenas estruturas esféricas, apontando que a metodologia escolhida viabilizou a formação do LGA utilizando o esgoto produzido no campus. Ao final dos 136 dias de análise, as amostras observadas nas provetas eram predominantemente granulares, porém alta presença de flocos (Figura 36).

Figura 36 Mistura completa do lodo nos 1º e 136º dias da Fase II.

Fonte: O autor (2020)

Na Figura 37 apresentadas imagens coletadas após a “lavagem” do lodo para a separação das partículas finas:

Figura 37 LGA após remoção da parcela flocular.

Fonte: O autor (2020)

Figura 38 LGA de maiores dimensões encontrados no fundo do reator (3 a 4 mm).

Fonte: O autor (2020)

Durante a Fase II não se registraram os efeitos da sazonalidade das atividades da universidade, onde as concentrações médias de matéria orgânica e de nutrientes ao longo dos 136 dias não apresentaram grandes flutuações. Isso possibilitou trabalhar-se com as trocas volumétricas planejadas no início do projeto, garantindo a razão A/M desejada reduzindo o arraste de sólidos junto ao efluente final.

Com base nos resultados obtidos na primeira tentativa de granulação, na Fase I, o controle da idade do lodo imediatamente após o processo de seleção de sólidos pode ser um dos indícios para a dificuldade na formação da estrutura granular. Decidiu-se, portanto, prolongar a operação dos reatores sem o controle da idade do lodo na Fase II. Com esta mudança de estratégia percebeu-se a formação de pequenos sólidos com aspecto esférico no 108º dia.

Na Figura 39 são apresentados os resultados das análises mensais do diâmetro das partículas. Como esperado, o crescimento no número de sólidos granulares foi crescente ao longo do tempo, sendo observado nestas leituras uma fração majoritária de dimensões granulares a partir de agosto (90 dias da partida do reator). Em comparação com os sólidos observados nas Figura 37 e 38, em que foram coletadas junto ao ponto P₁ (30 cm da base) pode-se observar que mesmo sendo registrado no Malvern os maiores diâmetros como 1,2 mm, no fundo do reator havia sólidos superando 2 mm.

Figura 39 Análise granulométrica do lodo, Fase II

5.2.2. Índice Volumétrico do Lodo do reator – Fase II

Os testes de sedimentabilidade do lodo do reator foram executados da mesma forma que na fase anterior, com o auxílio de uma proveta graduada de 1 L e períodos de sedimentação de 5 e 30 minutos. O IVL_5 e o IVL_{30} resultaram em valores médios de 110 e 66 mL/g SST, respectivamente, na primeira metade do intervalo de estudo, representando lodos com boas condições de sedimentação. Em reatores com lodo ativado, dificilmente consegue-se um IVL_{30} tão baixo quanto 66 mL/g, no entanto os reatores com lodo granular costumam apresentar valores na ordem de 40 mL/g ou inferiores.

Figura 40 IVL para 5 e 30 minutos de R2, Fase II.

À medida com que o tempo de sedimentação foi gradualmente reduzido, ocorreu a diminuição do IVL do lodo. Como pode ser visto no gráfico da Figura 40, após o controle da idade do lodo, o IVL se manteve estável, com baixos volumes ocupados pela manta de lodo. O lodo final apresentou IVL de 5 e 30 minutos de 61 e 51 mL/mg SST, com uma razão IVL_5/IVL_{30} entre 1,1 e 1,2 nas semanas finais, uma condição bastante favorável a granulação (Figura 41).

Figura 41 Relação dos IVLs de 5 e 30 minutos para R2 durante a Fase II.

Na Figura 42 estão dispostos os valores das concentrações de sólidos do efluente tratado.

Figura 42 Concentração de sólidos no efluente de R2, Fase II.

Observa-se neste gráfico que a perda de sólidos em suspensão na mistura do efluente se manteve elevada na maior parte da Fase II, quando comparada ao que normalmente ocorre em reatores com lodo ativado, operando com biomassa de estrutura flocular. Em efluentes tratados em estações com lodo ativado floculado, é comum que se obtenha concentrações de SSV inferiores a 20 mg/L, dependendo da idade do lodo. Esta ordem de grandeza corresponde aos menores valores encontrados durante a Fase II, após o controle da idade do lodo.

De acordo com a teoria cinética de lodo ativado, cada mg de SSV no lodo possui cerca de 0,5 mgDBO e 1,5 mgDQO, assim sendo uma perda de 20 mgSSV/L representa um acréscimo de 10 mgDBO/L e 30 mgDQO/L a serem somadas às respectivas DBO e DQO solúveis do efluente. Desta maneira, caso não se consiga um pleno controle da perda de sólidos com o efluente, o processo não se torna viável quando este parâmetro se configura como restrição limitante de emissão, o que não pode ser admitido no caso do uso desta tecnologia avançada com emprego de reator com Lodo Granular Aeróbio.

A maior quantidade de perda de sólidos no efluente foi registrada ao longo dos primeiros 15 dias de operação, chegando a registrar valores superiores a 200 mg SSV/L. Rapidamente os resultados reduziram-se à metade entre os 20º e 42º dias, sendo acompanhado de um novo pico de concentrações. Com a última modificação no tempo de sedimentação ocorrida no 71º dia, notou-se expressivo crescimento da biomassa, e conseqüentemente as perdas maciças de lodo com o efluente.

Iniciou-se o controle do tempo de retenção celular, removendo-se o lodo a partir do ponto P₃ durante a aeração. Foi notado significativo clareamento do esgoto tratado, contribuindo para uma melhoria global nos do sistema de tratamento. Isso se deve pela remoção da mistura de lodo contendo, além de lodo granular e denso, uma fração substancial de flocos e grânulos leves portando elevadas quantidades de microrganismos filamentosos. Na Figura 43 é mostrado o efluente tratado ao final da Fase II.

Figura 43 Efluente clarificado após controle celular.

Fonte: O autor (2020)

Assim como na Fase I, operou-se o sistema sem a adição de carbonato de sódio para o controle do pH, ou introdução de alcalinidade. Foram notados valores de pH entre 6,2 e 7,1 ao longo da operação. A alcalinidade do efluente manteve-se próxima a 90 mg CaCO_3/L no momento da partida, porém com a evolução do reator esta concentração foi reduzida a 55 mg CaCO_3/L . Sabe-se que o processo de lodo ativado pode apresentar instabilidade de pH quando para alcalinidades inferiores a 40 mg CaCO_3/L , o que não foi observado na Fase II.

Na Figura 44 é apresentada a variação da relação Alimento/Microrganismo ao longo da Fase II. Esta relação foi calculada a partir da fração solúvel da DQO existente no esgoto aplicado ao reator. Como exposto anteriormente, a necessidade de constantes ajustes nas vazões de alimentação exigiu análises realizadas rapidamente, o que não seria possível somente com a aplicação da DBO.

Figura 44 Razão alimento/microrganismo aplicada ao R2, Fase II.

Vale ressaltar que em reatores com lodo granular aeróbio normalmente se aplicam idades de lodo mais baixas do que aos processos de lodos ativados com aeração prolongada. Quanto mais baixa for a idade do lodo, maior será a razão A/M correspondente, necessitando maior vazão de esgoto. Com a idade do lodo usada nos processos com LGA, espera-se a digestão complementar do lodo em excesso removido do sistema.

Dois fatores que levam a uma menor demanda de volume útil de reatores por parte dos processos com LGA, em relação ao processo de lodo ativado, é a possibilidade de se trabalhar com concentrações mais elevada de SSV nos reatores biológicos devido à compactação dos sólidos e menores tempos de sedimentação e os menores tempo de sedimentação dos sólidos. Mesmo que os resultados na Fase II apresentem maior quantidade de biomassa em relação à fase anterior, a relação A/M utilizada para a formação do LGA se assemelhou aos valores típicos de lodos ativados.

5.2.3. Análises de remoção da DQO e DBO – Fase II

A variação das concentrações de DQO_{Total} e $DQO_{Solúvel}$ foram monitoradas no esgoto e no efluente tratado por R_2 durante a Fase II. Nas Figuras 45 e 46 são apresentados os resultados de DQO e DBO, respectivamente, total e solúvel, do efluente do reator R_2 .

Figura 45 Variação de DQO total e solúvel no efluente de R_2 e do esgoto afluente, Fase II.

Figura 46 DBO residual total e solúvel no efluente de R2, Fase II.

Os elevados resultados de DBO e DQO total concentram-se nos períodos com maiores perdas de sólidos junto ao efluente final, durante a aclimação do lodo, redução do tempo de sedimentação e o crescimento excessivo da biomassa antes do controle da idade do lodo. A concentração da DQO particulada se manteve predominantemente acima de 160 mg/L, demonstrando que é de fundamental importância o descarte de excesso de lodo, a fim de se reduzir a quantidade de sólidos no efluente, sem que haja necessidade de instalação de estruturas para remoção suplementar de partículas residuais, como a filtração ou tanques de decantação secundários. Foram obtidos nos dias precedentes ao controle da idade do lodo concentrações de 270 mg DQO/L, e imediatamente após o descarte de lodo uma redução para 98 mg DQO/L.

A fração solúvel da DQO apresentou menores variações ao longo das análises, tendo deus valores mais elevados momentos antes do controle da idade do lodo. Foram registrados valores médios de 42 mg DQOs/L ao final da seleção de sólidos, com progressiva melhoria no tratamento, encerrando aa Fase II com valores médios de 12 mg DQOs/L.

Assim como nas análises de DQO, a demanda bioquímica de oxigênio teve sua elevação frente à perda de sólidos. O controle da idade do lodo se mostrou novamente fundamental para a melhoria da qualidade do efluente tratado, a partir da redução da biomassa carregada. Neste experimento percebeu-se que a ausência do descarte de lodo levou a concentrações de 132 mg DBO/L, superando o padrão de lançamento de esgotos. Quanto a DBO solúvel, obteve-se um valor mínimo de 8 mg/L

5.2.4. Análise da remoção de nitrogênio – Fase II

Nas Figuras 49 e 50 são lançados em gráfico os resultados das concentrações das diversas formas de nitrogênio medidas no efluente final, NTK, Nitrogênio Amoniacal, Nitrito e Nitrato. Embora o objetivo principal desta pesquisa seja a remoção de fósforo no tratamento com lodo granular aeróbio, o estudo dos compostos nitrogenados é necessário, uma vez que existem relações entre os diversos grupos de microrganismos, por exemplo a dependência do crescimento de organismos acumuladores de fósforo (PAO's) e as baixas (ou ausência de) concentrações de nitrito durante o enchimento do reator.

Figura 47 Concentração de NKT e nitrogênio amoniacal no efluente de R2 e no esgoto afluente, Fase II.

Figura 48 Concentração de nitrito e nitrato no efluente de R2, Fase II.

Como observado na Figura 47, o reator apresentou 50% de remoção de N-amoniacal logo nas primeiras análises em meados da etapa de seleção de sólidos,

onde rapidamente alcançou níveis de elevada oxidação da amônia após o 77º dia, resultando em concentrações inferiores a 2,50 mg N/L, atendendo aos padrões de lançamento de esgotos tratados vigente na legislação brasileira.

Outro ponto a se analisar é que a intensidade de aeração fornecida ao reator foi adequada para obter nitrificação e desnitrificação simultânea. Ainda que sob elevada perda de sólidos, as concentrações de N-NH_4^+ , NO_2^- e NO_3^- não tiveram suas concentrações aumentadas, porém o NTK se manteve elevado devido à presença de nitrogênio orgânico existente na matéria particulada no efluente tratado.

A queda nas concentrações de NO_2^- e NO_3^- só se mostrou efetiva à medida que o adensamento das partículas no reator foi crescente, alcançando concentrações de nitrito abaixo de 5mg/L logo após o reator alcançar os tempos mínimos de sedimentação. Desta forma eram esperados melhores desempenhos de remoção do fósforo logo após o 71º dia.

As concentrações de nitrato em R_2 permaneceram baixas durante todo o experimento, oscilando entre 2,5 e 2,7 mg NO_3^-/L ao final das análises. Até o 50º dia não foi notada sua formação, sugerindo que crescimento dos organismos nitratantes ocorrem de forma mais lenta do que o de nitritantes no tratamento de esgotos sanitários. Esta característica é comumente observada em reatores aeróbios operados em regiões de temperaturas elevadas, como reatores biológicos em climas tropicais.

Foram acompanhadas as variações de pH e alcalinidade do efluente tratado. Os resultados das análises estão dispostos em gráfico na Figura 49. Como é possível ser notado no 40º dia, em meados da etapa de seleção de sólidos, a alcalinidade residual no efluente foi de 76 mg CaCO_3/L , em meio a uma remoção de 21,9 mg $\text{N-NH}_4^+/\text{L}$. Segundo exposto no texto deste trabalho, aponta-se o valor teórico de 7,14 mg CaCO_3/L para o processo de nitrificação. Deste modo seriam consumidos 156 mg CaCO_3/L para esta etapa.

Figura 49 Alcalinidade e pH do esgoto afluyente e do efluente de R2 - Fase II.

Com uma concentração média de 38 mg N-NH₄⁺/L no esgoto afluyente ao longo da Fase II, obteve-se no 77º dia bons resultados de oxidação do nitrogênio amoniacal. Neste período registrou-se uma concentração residual de 48 mg CaCO₃/L, porém a alcalinidade teórica requerida para a nitrificação de toda amônia é de aproximadamente 270 mg CaCO₃/L. Desta forma houve uma depleção do pH em relação ao encontrado no esgoto afluyente de 6,98 a 6,50.

Nas análises seguintes houve tendência de queda da alcalinidade, com um leve residual no efluente tratado chegando ao final da Fase II com 31 mg CaCO₃/L. Dado que houve o crescimento da presença dos sólidos granulares no reator, as baixas concentrações de nitrito e nitrato no efluente tratado, sugere-se que a alcalinidade requerida para a oxidação da amônia possa ser oriunda da presença de zona anóxica no interior das partículas, capaz de realizar a desnitrificação. Apesar dos baixos valores de alcalinidade, o pH do efluente (e da mistura) se mantiveram superiores a 6,3 sem a realização de controle externo por adição de carbonato de sódio. Como esta fase teve prioridade de se testar o desenvolvimento do lodo granular nas condições existentes no esgoto sanitário utilizado, decidiu-se pela adição de Na₂CO₃ na fase final, com objetivo de se manter a alcalinidade residual superior a 70 mg CaCO₃/L.

Na Figura 50 são apresentados os valores da concentração de O₂ nos meses de julho, agosto, setembro e outubro. Buscou-se trabalhar com elevada taxa de aeração ao longo de toda a Fase II, de modo a oferecer oxigênio suficiente para os processos bioquímicos de remoção da matéria orgânica e nitrificação, bem como garantir a mistura completa do reator com 3 metros de altura. Nota-se que as concentrações de

oxigênio se mantiveram acima de 7,0 mg O₂/L na segunda metade da etapa de aeração, medidos sempre entre os pontos P₂ e P₃ (a 2 metros do difusor de bolhas).

Figura 50 Perfis de concentração de oxigênio ao longo da etapa de aeração do ciclo - Fase II.

5.2.5. Análise da remoção de fósforo – Fase II

Como nutriente de grande interesse desta pesquisa, os resultados das análises das concentrações de fósforo total e sua quota solúvel, no esgoto doméstico e no efluente biologicamente tratado, estão dispostos na Figura 51.

Figura 51 Fósforo total e solúvel no efluente de R2 e no esgoto afluente, Fase II.

Percebe-se a partir da comparação dos resultados de concentração de fósforo no esgoto afluente e no efluente final, a incorporação do nutriente ao longo da Fase II. Houve uma progressiva melhoria no efluente tratado, estabilizando-se ao fim do período analisado em torno de 1,7 mg P_{solúvel}/L. O fósforo total também teve sua redução constatada, e com sua curva praticamente paralela à da fração solúvel. A concentração de fósforo total teve uma redução acentuada após o início do controle

da idade do lodo, passando-se de 4,8 a 3,5 mg P/L e estabilizando-se neste valor até o fim das análises. Apesar da redução da fração particulada, a ordem de grandeza foi muito menor à mudança vista na concentração de SSV.

Pode-se observar que assim como constatado na Fase I, novamente o grau de maturação dos lodos inseridos na partida do reator exerceu influência direta na remoção de fósforo. Entretanto a remoção iniciada em 25% alcançou eficiência de 41% até o 108º dia, evoluindo para 61% de remoção de P_{total} e 69% para $P_{solúvel}$ frente o descarte de lodo. Nota-se igualmente que a remoção do fósforo solúvel apresenta uma breve melhora próximo ao 70º dia, reforçando o exposto por Coma et al. (2012) sobre a inibição de PAOs causada pela elevada concentração de nitrito na massa fluida do reator.

Ao final da Fase II concluiu-se que para as condições aplicadas a remoção de fósforo obtida em bom estado de granulação não atingiu concentrações de fósforo total inferiores a 2,55 mg P/L enquanto que a parcela solúvel atingiu 1,77 mg P/L no ponto de maior eficiência do sistema. Estes valores podem tornar o tratamento um impeditivo quando se pretende despejar o efluente de estação de tratamento em corpos hídricos de regimes lênticos ou de classes mais restritivas.

5.3. Resultados Fase III

A Fase III teve duração de 137 dias, para a observação da influência do coagulante Cloreto Férrico na formação e desempenho do lodo granular. Para esta fase era previsto o uso da biomassa formada na Fase II, porém o lodo foi perdido após uma sobrecarga na rede elétrica, em que resultou no travamento da válvula solenoide de controle de abertura e fechamento do ponto de saída do efluente tratado. Após a normalização e reparo do equipamento, mediu-se uma concentração de 900 mg SSV/L, inviabilizando o objetivo inicial de se utilizar o lodo desenvolvido. Sendo assim, esvaziou-se os reatores, adicionando 90 litros de lodo em cada um dos reatores. O lodo utilizado foi coletado de outro reator granular existente no parque experimental, usado no tratamento do mesmo esgoto afluente. Foram registrados em R_1 e R_2 concentrações de sólidos de 2740 e 2400 mg/L respectivamente.

Esta fase foi subdividida em estágios, conforme a dosagem de Cloreto Férrico. O Estágio 1 teve início no 40º dia, após a imposição da seleção de sólidos e teve

duração de 60 dias. No Estágio 2, foi prevista a aplicação de FeCl_3 em dosagem de 20 mg/L do produto, tendo sua duração de 37 dias, sendo interrompido por suspensão das atividades do campus devido ao COVID-19, inviabilizando completar-se os testes nesta dosagem e cancelando o Estágio 3 em que seria utilizado 30 mg/L.

Como será apresentado, os resultados mostraram que para dosagens mais econômicas de 10 e 20 mg/L do coagulante notou-se a rápida formação de estruturas granulares e melhores resultados de remoção de fósforo, em relação ao reator em que não se aplicou o Cloreto Férrico.

O tempo de duração de cada etapa do ciclo dos estágios 1 e 2 é apresentado na Figura 52.

Figura 52 Operação do R2 após ativação da dosagem de coagulante.

Ambos os reatores foram programados para trabalhar com as mesmas A/M e velocidade ascensional de esgoto e intensidade de aeração da Fase II, com objetivo de se estudar o efeito do coagulante como fator principal nos resultados da Fase III.

Para a seleção das dosagens de Cloreto Férrico com melhores resultados ao propósito da pesquisa, foram testados volumes de amostras da Fase II sob concentrações de 5, 10, 20, 30, 40 e 50 mg FeCl_3/L em equipamento de *Jar-Test*, mostrado na Figura 53. Para 40 e 50 mg FeCl_3/L o lodo sedimentou rapidamente, porém percebeu-se elevada fragmentação dos sólidos devido à acidez provocada ao se adicionar o coagulante, elevando a demanda por reagente neutralizante (Figura 53).

Figura 53 Registo do ensaio Jar-Test para as dosagens de 10, 20, 30 e 40 mg FeCl_3/L .

Figura 54 Fragmentação de lodo granular aeróbio no ensaio com 40 mg FeCl_3/L .

São apresentados na Tabela 13 os resultados resumidos obtidos nas últimas 6 análises de cada estágio, com objetivo de apresentar pontualmente as concentrações e os IVL_5 e IVL_{30} do lodo nos reatores R_1 e R_2 (reator ao qual se adicionou cloreto férrico) ao fim de cada estágio.

Tabela 13 Valores de concentração de lodo, IVL₅ e IVL₃₀ ao final dos estágios 1 e 2 da Fase III

Parâmetro	Unidade	Estágio I		Estágio II	
		R ₁	R ₂	R ₁	R ₂
SSV	g SSV/L	2,6 ± 0,2	3,0 ± 0,3	2,7 ± 0,1	3,7 ± 0,4
IVL ₅	mL/g	92,9 ± 8,5	56,3 ± 5,8	110,2 ± 11,4	72,4 ± 5,1
IVL ₃₀	mL/g	57,6 ± 5,2	40,5 ± 6,2	86,8 ± 12,0	63,8 ± 4,9
IVL ₅ /IVL ₃₀	-	1,6 ± 0,1	1,4 ± 0,1	1,3 ± 0,2	1,1 ± 0,2

Na Tabela 14 são apresentados de mesma forma os resultados das 6 últimas para as concentrações dos constituintes analisados no efluente tratado pelos reatores.

Tabela 14 Valores de concentração de DQO, SSV e Fósforo no efluente tratado ao final dos estágios 1 e 2 da Fase III

Parâmetro	Unidade	Estágio I		Estágio II	
		R ₁	R ₂	R ₁	R ₂
DQO _{Sol}	mg DQO/L	15 ± 7	12 ± 5	14 ± 3	7 ± 3
DBO _{Sol}	mg DBO/L	18 ± 2	15 ± 1	7 ± 2	6 ± 2
SSV	mg SSV/L	41 ± 13	42 ± 12	30 ± 19	21 ± 11
P	mg P/L	4,9 ± 0,4	3,9 ± 0,5	3,9 ± 0,3	3,2 ± 0,4
P _{Sol}	mg P _{Sol} /L	3,0 ± 0,3	1,0 ± 0,3	1,3 ± 0,7	0,3 ± 0,3

5.3.1. Concentração de sólidos nos reatores e efluentes – Fase III

Os valores das concentrações de lodo foram inseridos na forma de gráfico na Figura 55. Como visto nesta imagem, houve uma rápida redução na concentração de lodo em ambos reatores no início do estágio 1. Durante o período foram obtidas na composição do esgoto afluente DQO total acima de 450 mg DQO/L e a DQO solúvel 175 mg DQO/L, suficiente para a manutenção das atividades microbiológicas. Partindo-se de concentrações iniciais de 2567 e 2100 mg SSV/L em R₁ e R₂, nesta ordem, registrou-se uma forte queda nas concentrações de lodo em reflexo à passagem do tempo de sedimentação de 17 para 11 minutos carreando o lodo ainda em suspensão. Registrou-se no 56º dia os menores valores de biomassa nos reatores, sendo estes de 1450 e 1100 mg SSV/L.

Ainda no período em que se mediu as menores concentrações na mistura do lodo, foram notadas estruturas com aspecto esférico no reator em que se adicionou o Cloreto Férrico, após 15 dias do início da dosagem a 10 mg FeCl₃/L. A elevação na dosagem do coagulante para 20 mg FeCl₃/L no estágio 2 resultou no aumento

expressivo da concentração do lodo de R₂. Em apenas 30 dias após esta mudança o reator apresentava valores superiores a 3500 mg SSV/L enquanto que R₁ se manteve abaixo de 2700 mg SSV/L.

Figura 55 Crescimento do lodo em R1 e R2, Fase III.

Em R₁ os sólidos com características granulares só foram vistos no 108º dia de operação. Ao contrário do ocorrido no reator 2, o lodo de R₁ apresentou maior uniformidade entre as dimensões dos sólidos. Nas Figuras 56 e 57 são apresentadas as imagens coletadas dos grânulos formados ao final dos estágios 1 e 2. Ambos os reatores foram capazes de produzir o lodo granular, porém, o Cloreto Férrico contribuiu para a formação de partículas maiores.

Figura 56 Granulação do reator R2 ao fim do estágio I.

Figura 57 Lodo granular aeróbio de R1 e R2 após lavagem, dia 117 (estágio II).

Na Figura 58 são apresentados os valores acumulados da granulometria do lodo inoculado, e das frações dos respectivos reatores deste experimento ao longo dos Estágios 1 e 2. Como pode-se observar, R₂ apresentou em seus sólidos diâmetros superiores aos de R₁ nas duas amostragens realizadas. Outro ponto a ser notado nas partículas de R₂ é o aumento da presença de partículas com diâmetros inferiores a 600 μm sob uma dosagem superior de coagulante. Complementarmente a isso, nota-se que no Estágio 1 100% dos sólidos detinham diâmetros inferiores a 1000 μm , ao passo que isso só foi observado no estágio seguinte 1416 μm .

Figura 58 Curva da análise granulométrica do lodo de R₁ e R₂, Fase III.

A microscopia dos sólidos, realizada quinzenalmente também indicou efeito benéfico em relação à estrutura física dos grânulos. Na Figura 59 são apresentados os sólidos nos 65º, 90º, 105º e 130º dias.

Figura 59 Análise microscópica dos sólidos dos reatores R₁ e R₂ durante a Fase III.

Fonte: O autor (2020)

5.3.2. Índice Volumétrico do Lodo do reator – Fase III

A análise de sedimentabilidade dos lodos dos reatores foi realizada da mesma maneira que nas fases anteriores, medindo-se os valores de IVL aos 5 e 30 minutos em uma proveta graduada de 1 litro. Nas Figuras 60 e 61 são apresentados, em gráfico, os resultados obtidos nos ensaios dos índices volumétricos para 5 e 30 minutos e da razão IVL_5/IVL_{30} .

sFigura 60 IVL de 5 e 30 minutos para R1 e R2, Fase III.

Figura 61 Relação IVL_5/IVL_{30} para os sistemas R1 e R2, Fase III.

Como é possível notar na sFigura 60, o uso de Cloreto Férrico resultou em lodo com menor volume da manta de lodo por massa sólida para ambos IVL de 5 e 30

minutos após o 63º dia. Ao longo do estágio 1 o reator R_1 não demonstrou melhoria significativa na separação dos sólidos da mistura, assemelhando-se aos resultados das fases anteriores. R_2 por outro lado apresentou sua manta de lodo suspensa por maior tempo nos dias iniciais, e gradualmente evoluindo para valores próximos a 60 mL/g SST para IVL_5 e inferiores a este para IVL_{30} .

Junto ao início da dosagem do Cloreto Férrico com 10 mg/L, percebe-se o aumento abrupto dos valores do IVL, bem como a razão IVL_5/IVL_{30} . As amostras analisadas foram coletadas aos 169 minutos do ciclo, minuto final de mistura rápida após a adição do coagulante em R_2 . É apontado como um dos possíveis fatores responsáveis pela elevação do IVL de R_2 nos dias iniciais do estágio 1 a formação e precipitação dos flocos leves gerados a partir da adição do coagulante.

Pela primeira vez nesta pesquisa os lodos formados apresentaram IVL_{30} inferiores a 50 mL/g SST, o que é recomendado para as operações com lodo granular. Ao final da Fase III, com a formação de grânulos nos dois reatores, ocorreu uma acentuada redução na razão entre os valores de IVL.

Em R_1 o melhor resultado obtido para a razão IVL_5/IVL_{30} foi de 1,19, porém, ao se analisar os valores de IVLs de 5 e 30 minutos isoladamente, percebe-se que os resultados se assemelham com os de lodos ativados em boas condições de sedimentação, variando entre 50 e 100 mL/g SST para o IVL_{30} . Em R_2 a curva da razão IVL_5/IVL_{30} manteve-se predominantemente inferior à obtida em R_1 . No reator 2, o lodo alcançou valores de IVL_5/IVL_{30} estáveis próximos a 1,11 entre os 121º e 131º dias da Fase III. Os valores de IVL aos 5 e 30 minutos foram satisfatórios para um período de formação de lodo granular com a utilização do sal metálico, sendo inferiores a 60 mL/g SST em maior parte desta fase, ocorrendo uma leve elevação nos dias finais.

Nas Figuras 62 e 63 são observados os registros da sedimentação do lodo coletados no 116º dia, na metade da etapa de aeração dos reatores. Nelas foram registradas as imagens obtidas após os tempos de 0, 2, 5 e 30 minutos de sedimentação em proveta graduada de 1 litro.

Figura 62 Sedimentação do lodo para os reatores R₁ (à esquerda) e R₂ (à direita) nos tempos 0 e 2 minutos.

Figura 63 Sedimentação do lodo para os reatores R₁ (à esquerda) e R₂ (à direita) nos tempos 5 e 30 minutos.

O reator em que se utilizou o Cloreto Férrico, apresentou uma coloração amarelada do volume sobrenadante. Esta coloração se perpetuou até os dias finais do Estágio 1. Na Figura 64 é possível notar que a tonalidade causada pelo coagulante deixou de ser percebida nos dias finais de operação.

Figura 64 Lodo sedimentado no 135º dia de operação.

Fonte: O autor (2020)

Como já citado anteriormente, a formação de espuma foi presente ao longo de todas as fases estudadas neste trabalho, porém a adição do Cloreto Férrico elevou o volume gerado no início do estágio 1, resultando em maiores perdas de sólidos não registradas na mistura do efluente tratado durante a Fase III. Na Figura 65 é apresentada uma imagem em que se registrou o carreamento de sólidos junto à espuma do reator R₂.

Figura 65 Transbordamento de escumas formadas com adição do coagulante.

Em relação às características do efluente tratado, com exceção do período das grandes perdas de sólidos no início do estágio 1, as concentrações médias de SST nos efluentes de ambos os sistemas tiveram valores médios de $55,1 \pm 17,4$ mg SST/L e $44,7 \pm 12,3$ mg SST/L para R₁ e R₂ respectivamente (Figura 66) ao longo desta fase.

Os resultados das curvas de concentração de SST demonstraram que o uso do Cloreto Férrico possibilitou obter um efluente tratado com menor concentração de sólidos. Os dois reatores apresentaram evoluções semelhantes dado o desenvolvimento de partículas com características granulares, com progressiva redução destas no efluente final. O carreamento de sólidos junto ao efluente final tem sido recorrentemente reportado nos estudos envolvendo reatores com lodo granular aeróbio, apontando que a ocorrência de granulação intensa e predomínio de partículas de grandes dimensões não garantiu a obtenção de um efluente tratado com baixa concentração de sólidos em suspensão.

Como apresentado no gráfico de análise de diâmetro das partículas, em reatores com lodo granular aeróbio é comum a coexistência de partículas com diferentes granulometrias. Apesar da predominância de partículas de grandes e médias dimensões, a parcela constituída de flocos pode apresentar baixa velocidade de sedimentação e ser renovada continuamente a cada ciclo, na presença de condições favoráveis ao desenvolvimento de microrganismos filamentosos ou flocos de pequenas dimensões.

Até o dia em que os reatores foram mantidos em operação, ocorreu uma leve tendência de redução da perda de sólidos no efluente. Para R₂ seria necessária a continuidade dos trabalhos com a aplicação de concentrações de Cloreto Férrico acima do empregado no estágio 2 para verificar se a tendência de redução da concentração de SST no efluente seria mantida, a ponto de garantir efluente com SST da ordem de 20 mg/L apenas, assim como atingido ao final da Fase II.

Na Figura 66 são destacados os períodos em que foram registradas ocorrências quanto a interrupção de aeração (azul) e redução da concentração do esgoto (vermelho). O lodo do reator em que se aplicou o Cloreto Férrico, demonstrou maior resiliência para tratar esgoto com baixa concentração de matéria orgânica. Por outro lado, este lodo (de R₂) se demonstrou mais sensível à exposição a longos períodos sem aeração na qual ocorreu maior ressuspensão de sólidos.

Figura 66 Concentrações de SST no efluente de R1 e R2, Fase III.

Nos testes laboratoriais, nas amostras que receberam doses de 20 mg FeCl_3/L ocorreu rebaixamento do pH, de 6,7 a 5,3. Como forma de impedir a acidificação da mistura, uma solução de carbonato de sódio (50 g $\text{Na}_2\text{CO}_3/\text{L}$) foi preparada e adicionada instantes antes ao coagulante a uma vazão de 1,5 L/min. A alcalinidade (medida em CaCO_3) no efluente final do R₁ manteve-se entre 55 a 68 mg/L, enquanto o do R₂ variou de 61 a 72 mg/L.

5.3.3. Análises de remoção da DQO e DBO – Fase III

Os valores da DQO nos efluentes foram lançados em forma de gráfico nas Figuras 67 e 68. Pode ser notado que a concentração de DQO total nos efluentes dos dois reatores resultaram em valores muito próximos, durante toda a Fase III. Observa-se que, nos efluentes de ambos reatores, a DQO total estabilizou-se em torno de 100 mg/L, sendo insatisfatório, e havendo a necessidade de se investigar a proporção entre a DQO solúvel, que indica a eficiência dos processos de floculação ou granulação e a fração particulada, associada ao arraste de sólidos em suspensão com o efluente. É oportuno levar em consideração nessa avaliação que o R₂ apresentou concentração mais elevada de SST e predomínio de partículas de maior dimensão no lodo.

Os valores encontrados para a DQO solúvel (Figura 68) indicam que o uso do Cloreto Férrico proporcionou um ambiente favorável ao reator 2. Durante a Fase III, a concentração de DQO filtrada do efluente de R₂ foi significativamente inferior à do R₁, indicando maior intensidade da floculação biológica assistida pela floculação química.

Registra-se 50 e 39 mg DQOs/L nos efluentes de R₁ e R₂, respectivamente, como valores médios após o novo crescimento do lodo e a, partir do 79º dia, as concentrações médias nos efluentes foram 14 mg/L no reator 1 e 4mg/L no reator 2, surpreendentemente baixos, bastante favoráveis.

O controle da idade do lodo, iniciado no 67º, teve o tempo de retenção celular fixado em 10 dias. A DQO particulada teve uma redução acentuada após a execução deste procedimento, porém as perdas de lodo se elevaram ao final do da Fase III. A baixa concentração de DQO filtrada por outro lado, indicou condições favoráveis ao crescimento da biomassa, e observado no sucesso da formação dos grânulos. O controle da idade do lodo mais uma vez se mostrou fundamental ao tratamento do esgoto em sistemas com LGA, porém o controle da fração particulada não obteve resultados satisfatórios para uma idade de 10 dias, e poderá acarretar em um processo adicional de filtração do efluente.

Figura 67 Concentrações de DQO total no efluente de R1 e R2, e no esgoto afluente Fase III.

Figura 68 Concentrações de DQO solúvel no efluente de R1 e R2, e no esgoto afluente, Fase III.

Os resultados das análises da $DBO_{5,20}$ estão apresentados na forma de gráfico na Figura 69. Assim como nos resultados de DQO, a DBO particulada não apresentou melhoria significativa entre os efluentes de ambos reatores durante o estágio 1, resultando em 67 mg DBO/L, ainda considerada elevada. Durante o estágio 2 os efluentes de R₁ e R₂ apresentaram melhoria gradual até as concentrações de 28 e 20 mg DBO/L, contrariando a elevação observada de DQO total.

Figura 69 DBO total e solúvel residuais nos efluentes de R₁ e R₂, e no esgoto afluente, Fase III.

Os resultados da DBO solúvel, por outro lado, tiveram comportamento similar aos da DQO nos dois estágios da Fase III. Inicialmente o controle da idade do lodo levou a uma redução significativa da concentração da DBO filtrada no efluente tratado de ambos os reatores. Contudo, a maior presença de lodo granular em R₂ potencializou a remoção da matéria orgânica solúvel. Os efluentes reatores apresentaram concentração média de 38 mg DBOs/L antes da execução do controle da idade do lodo, rapidamente decaindo a 19 e 8 mg DBOs/L, no estágio 1, em R₁ e R₂ respectivamente. Ao final do estágio 2, as concentrações medidas foram 7 e 4 mg DBOs/L, nesta ordem. Similar ao comportamento no tratamento da DQO, a evolução da remoção da DBO se mostrou progressiva ao longo de toda Fase III. De acordo com a concentração de SSV nos efluentes dos reatores, temos para o 123º dia 11 mgSSV/L para o efluente de R₁ e 12 mgSSV/L no de R₂, compatível com a produção de DBO na razão 1 mgSSV/ 0,5 mgDBO.

5.3.4. Análise da remoção de nitrogênio – Fase III

Os valores das concentrações de nitrogênio amoniacal, Nitrogênio Kjeldahl Total, nitrito e nitrato são apresentadas na forma de gráfico nas Figuras 70, 71 e 72. Novamente o estudo da remoção dos compostos nitrogenados teve por objetivo auxiliar na compreensão dos resultados obtidos em relação ao comportamento do fósforo, objetivo principal deste estudo, uma vez que o desenvolvimento dos organismos acumuladores de fósforo depende do equilíbrio entre os demais processos bioquímicos envolvidos. O acúmulo de nitrito no lodo após a etapa de aeração, por exemplo, pode dificultar a síntese de PHAs durante o enchimento anaeróbio do reator, sendo estes essenciais para a posterior incorporação de fósforo pelos PAOs durante a aeração.

Figura 70 Concentração de NKT no efluente de R1, R2 e no esgoto afluente, Fase III.

No período em que se registraram as grandes perdas de sólido no início do estágio 1, a nitrificação nos reatores não apresentou resultados relevantes. Até o 60º dia, as concentrações de NKT e N-NH_4^+ encontradas no efluente dos reatores pouco divergiram dos valores do esgoto aplicado. Nota-se uma evolução ao longo da Fase III para remoção praticamente completa dos compostos nitrogenados presentes no esgoto afluente. Como reflexo da presença de sólidos no efluente tratado, a concentração de NTK teve sua curva de remoção menos acentuada, afetada pela presença de nitrogênio orgânico particulado do SSV. Os valores para a remoção do NKT tiveram comportamento similar aos observados na Fase II, com concentrações médias ao final do estudo de 9,8 e 7,7 mgN/L em R₁ e R₂, respectivamente.

Figura 71 Concentração de nitrogênio amoniacal no efluente de R1, R2 e no esgoto afluente, Fase III.

De acordo com o gráfico obtido a partir das concentrações de nitrogênio amoniacal, percebe-se a remoção quase completa em R₁ no dia 93. O mesmo feito foi atingido no reator R₂ no 77º dia, sugerindo que a evolução do lodo a estado granular levou a melhores condições de remoção do N-NH₄⁺. Conclui-se, portanto, que as condições operacionais de vazão do esgoto e a taxa de aeração aplicada são capazes de atender as classes mais restritas para a descarga do efluente quanto ao nitrogênio amoniacal.

Figura 72 Concentração de NO₂⁺ e NO₃⁺ no efluente de R1 e R2, Fase III.

Os níveis de NO₂⁺ se mantiveram elevados ao longo de todo estágio 1. É de extrema importância que suas concentrações sejam inferiores a 5 mg NO₂⁺/L, visto que tem efeito inibidor sob os organismos acumuladores de fósforo. Segundo os padrões de lançamento de efluentes em corpos hídricos, os reatores atenderam os valores máximos no 119º dia para o reator 1 e no 100º no reator 2. As concentrações de nitrito no efluente de ambos reatores se mantiveram similares até o início do

controle da idade do lodo ao 67º dia. Após o descarte do excesso de lodo, houve melhoria significativa na oxidação dos compostos nitrogenados, demonstrando ser esta prática benéfica para a manutenção do lodo dos reatores.

Os resultados da concentração de NO_3^+ , por sua vez, indica o uma tendência de elevação da presença deste composto no efluente final. Ainda que os valores obtidos para R₂ fossem levemente inferiores aos de R₁, ambos reatores não apresentaram completa desnitrificação ao 131º dia, necessitando um período mais prolongado para melhores conclusões, porém os valores obtidos satisfazem aos padrões de lançamento em corpos hídricos, sob concentrações de nitrato de 2,97 mg/L no efluente de R₁ e 1,81 mg/L no de R₂.

As principais publicações sobre remoção de nutrientes demonstram que os LGAs são capazes promover a Simultânea Nitrificação e Desnitrificação (SND), desta forma, a baixa formação de nitrato é apontada nestes estudos como resultado da existência de grupos de desnitrificadoras capazes de consumir o nitrito para a formação do nitrogênio gasoso. A rápida redução nos níveis de nitrogênio orgânico, assim como nitrito e nitrato reforçam que tanto a formação granular, quanto o controle da idade do lodo tiveram papel fundamental na redução dos compostos nitrogenados no efluente tratado.

Para melhor compreensão da remoção de nitrogênio amoniacal, são apresentados em gráfico na Figura 73 os resultados de pH e alcalinidade da Fase III de ambos os reatores.

Figura 73 Alcalinidade e pH dos efluentes tratados de R1 e R2 - Fase III.

Após as baixas concentrações de alcalinidade obtidas na Fase II, optou-se por dosar carbonato de sódio nos dois reatores. Sob uma solução de 50 g $\text{Na}_2\text{CO}_3/\text{L}$, em R_1 a dosagem ocorreu a partir do acionamento de uma pequena bomba fornecendo volumes entre 100 a 400 ml no meio da reação aeróbia, de acordo com a demanda, com objetivo de se manter concentrações no efluente acima de 70 mg CaCO_3/L , porém devido às limitações de precisão da bomba utilizada, os valores obtidos foram entre 55 e 68 mg/L, sendo a maior estabilidade ao final do trabalho.

Para R_2 a dosagem de base necessitou maior volume para balancear a acidificação que sofreria ao se adicionar o coagulante posteriormente. Para melhor controle do volume necessário, utilizou-se a bomba dosadora reserva, uma vez que esta era mais precisa e de melhor qualidade. Assim como para R_1 , buscou-se para o reator R_2 valores superiores a 70 mg CaCO_3/L , no entanto observa-se na Figura 73 que a concentração no efluente final variou de 61 a 72 mg CaCO_3/L .

Na Figura 74 são apresentados os resultados de concentração de oxigênio ao longo na etapa de aeração durante 139 minutos. Dado que se manteve a mesma vazão de ar da fase anterior, a curva de concentração apresentou evolução similar. Nos primeiros 20 minutos as concentrações eram de 4,31 e 5,53 mg O_2/L respectivamente, permanecendo acima de 7 mg O_2/L nos últimos 90 minutos de reação.

Figura 74 Concentração de oxigênio em R_1 e R_2 ao longo da aeração - Fase III.

5.3.5. Análise da remoção de fósforo – Fase III

Os resultados das análises de fósforo total ao longo da Fase III estão lançados na forma de gráfico na Figura 75.

Figura 75 Concentração de fósforo total no efluente de R1 e R2, e esgoto afluyente, Fase III.

Com base nas curvas apresentadas na imagem, a remoção da fração particulada do fósforo demonstrou tendência de melhoria em ambos reatores ao longo dos dois estágios analisados. Percebe-se que entre os dias 56 e 67 (início do controle da idade do lodo), a adição do Cloreto Férrico levou ao aumento de sólidos sedimentados a partir do efeito do coagulante, medindo-se neste intervalo as concentrações de 4,61 e 4,21 mg P/L nos efluentes de R₁ e R₂ respectivamente. Após a execução do controle da retenção de sólidos, os resultados obtidos para R₂ foram significativamente melhores em relação a R₁, apresentando em média $0,88 \pm 0,30$ mg P/L menos entre o 67º e o 137º dia. Ao final do estágio 1 foram encontradas concentrações de 4,93 mg P/L em R₁ e 3,97 em R₂ enquanto que ao fim do estágio 2 os mesmos reatores atingiram 4,01 e 3,36 mg P/L respectivamente.

Na Figura 76 foram dispostos os resultados das análises das concentrações de fósforo solúvel no esgoto afluyente e nos efluentes finais dos reatores.

Figura 76 Concentração de fósforo solúvel no efluente de R1 e R2, e esgoto afluente, Fase III.

Em relação à remoção de fósforo solúvel, a evolução do tratamento se deu em estágios, quatro fatores podem ser destacados: a adição do Cloreto Férrico, a granulação, a concentração de nitrito no lodo e o controle da idade do lodo. Primeiramente, ao longo de ambos estágios a aplicação do coagulante favoreceu a precipitação dos ortofosfatos, mostrando diferenças significativas desde os primeiros resultados. Não obstante, em R₂ a formação de partículas robustas foi percebida por volta do 55º dia, enquanto que em R₁ os grânulos vistos a olho nu foram notados no início do estágio 2, e o crescimento dos mesmos próximo do 120º dia, acompanhados da melhoria da remoção do fósforo solúvel.

O controle da idade do lodo, teve seu papel importante para a remoção efetiva do fósforo do tratamento. Após sua implementação, uma leve melhoria na remoção da parcela solúvel foi notada. Como já tratado anteriormente a elevada concentração de nitrito na mistura dos reatores pode ser um dos indícios para a forte mudança na remoção do fósforo, onde a partir do 92º dia houve uma melhora significativa em R₂ enquanto que a concentração de nitrito em R₁ permaneceram acima de 5 mg NO₂⁻/L até o 101º dia.

No estágio 1, R₂ apresentou resultados de concentração média de fósforo solúvel de $1,87 \pm 0,10$ mg P/L ($n = 11$) no período entre os dias 67 e 93. Nos 7 dias seguintes, dada a menor concentração do nitrito em R₂, obteve-se 1,06 mg P/L, enquanto que o reator R₁, com elevada presença de nitrito, apresentou ao final do estágio 1 3,02 mg P/L. Ao final da Fase III, uma melhora significativa foi observada em ambos reatores, sendo de maior variação em R₁ devido tanto o crescimento das

partículas, quanto a baixa presença de nitrito. Foram obtidos resultados finais de 1,04 e 0,22 mg P/L em R₁ e R₂ respectivamente.

Em suma, pode-se dizer que o Cloreto Férrico atuou duplamente para aumentar a remoção do fósforo durante a Fase III, primeiramente na precipitação dos ortofosfatos solúveis e, assim como no auxílio para a redução da perda de sólidos junto à mistura do efluente. Embora resultados ainda mais favoráveis provavelmente deveriam ser alcançados com a elevação da dosagem do Cloreto Férrico, o fato de se obter valores tão baixos quanto 0,22 mg P/L com a dosagem de 20 mg FeCl₃/L, pode-se entender que o caminho para o aumento da eficiência na remoção de fósforo está muito mais relacionado com os esforços para se reduzir a perda de sólidos com o efluente do reator. Deste modo, estes resultados demonstram que esta pesquisa, embora interrompida abruptamente, não necessitaria o aumento da dosagem do Cloreto Férrico, como se pretendia inicialmente.

Foram realizados dois ensaios de perfil para a remoção de fósforo (Figura 77) e DQO (Figura 78) nos reatores ao final da Fase III. Os valores lançados em gráfico nas figuras são apresentados os resultados para a análise ao longo de um típico ciclo de 3 horas deste experimento em reator SBR. No dia da análise, foram medidos como concentrações de fósforo e de DQO no esgoto, em suas frações solúveis, 9,43 mg P/L e 322 mg DQO/L respectivamente.

Figura 77 Perfil das concentrações de fósforo solúvel ao longo de um ciclo, 123º dia da Fase III.

Figura 78 Perfil das concentrações de DQO solúvel ao longo de um ciclo, 123º dia da Fase III.

Percebe-se que a matéria carbonácea é rapidamente consumida durante a etapa de alimentação dos reatores, enquanto ocorreu a liberação de fósforo solúvel na mistura. Ao final da alimentação anaeróbia dos reatores foram obtidas as concentrações de 7,2 mg P/L e 60 mg DQO/L em R₁ enquanto R₂ atingiu 6,7 mg P/L e 50 mg DQO/L. Como já mencionado no trabalho, este intervalo compreendeu o processo de captura da matéria orgânica carbonácea para o armazenamento na forma de PHBs, e a liberação de fosfato à fração líquida.

Durante a etapa de aeração, foram coletadas e filtradas as amostras a cada 15 minutos para uma compreensão do comportamento das curvas de remoção de fósforo e DQO solúveis. Percebe-se que a variação da concentração de fósforo solúvel presente na mistura variou de 7,2 a 2,0 mg P/L em R₁ e de 6,7 a 1,47 em R₂.

Na Figura 79 foram dispostos os resultados dos minutos finais de análise da concentração de fósforo solúvel nos reatores.

Figura 79 Concentração de fósforo solúvel na mistura dos reatores durante os últimos 20 minutos do ciclo.

Ao se iniciar a etapa de sedimentação, percebe-se que a remoção de fósforo não apresentou variação significativa em R_1 nos últimos 10 minutos do ciclo. Em R_2 , por outro lado, teve variação de 1,50 a 0,99 mg P/L durante a sedimentação. Ao se observar que os valores de DQO solúvel se mantiveram similares aos encontrados ao final da aeração, sugere-se que a diferença da concentração de fósforo é decorrente da precipitação de ortofosfatos.

6. Conclusão

A partir dos resultados obtidos nesta pesquisa, observou-se a formação do lodo granular a nível macroscópico em ambos reatores, sem e com a adição do Cloreto Férrico. Ressalta-se que a aplicação do controle da idade do lodo demonstrou papel indispensável para a melhoria da qualidade do efluente tratado e maior definição da separação da interface sólido/líquido nas análises do IVL. Contudo, para uma idade de lodo de 6 dias não se alcançou a granulação do lodo, ao passo que os biossólidos granulares foram observados em aplicação do tempo de residência celular de 10 dias.

Quanto à sedimentação dos sólidos, a aplicação do coagulante demonstrou menores variações nos IVL de 5 e 30 minutos, mantendo-os mais próximos aos valores indicados na literatura para lodos granulares aeróbios. A adição do coagulante, mesmo que em baixas dosagens, levou à ocorrência de partículas bem definidas em menos de 15 dias após o início da dosagem de Cloreto Férrico, ao passo que nos reatores sem seu uso, nas Fases II e III, os grânulos foram observados aproximadamente 85 dias da partida do reator.

A elevada perda de sólidos com o efluente final esteve presente ao longo de todo o trabalho, atingindo valores inferiores a 20 mg SST/L em poucas ocasiões. A ocorrência do processo de desnitrificação durante as etapas anaeróbias do tratamento pode ser apontada como das principais responsáveis pela ressuspensão não desejada dos sólidos. O ideal controle do escape de partículas com o efluente tratado pode vir a resultar para estas menores concentrações de matéria orgânica e nutrientes.

Em relação à carga orgânica, as fases em que se controlou a A/M entre 0,33 e 0,50 g DQO/g SSV.dia demonstraram sucesso na formação dos grânulos, em contraste ao aspecto flocular da Fase I com a aplicação de 1,00 g DQO/g SSV.dia. O controle deste parâmetro pode levar ao controle do crescimento excessivo de novos sólidos em suspensão, os quais são arrastados com maior facilidade junto ao fluxo líquido.

Assim como esperado, notou-se a nitrificação nos primeiros dias de análise devido à inoculação de lodo flocular maduro formado em outros reatores. A elevada remoção de nitrogênio amoniacal foi rapidamente alcançada nos reatores em que os grânulos mais robustos foram observados. A desnitrificação por sua vez não foi completa, havendo valores residuais no efluente tratado. As baixas concentrações

destes compostos oxidados, sugere que mesmo em partículas de menores diâmetros, a desnitrificação pode ser alcançada. O nitrogênio total por sua vez manteve-se elevado, em decorrência da fração orgânica presente na biomassa presente no efluente tratado.

A nitrificação completa do nitrogênio é desejada nos reatores de bateladas sequenciais em que se objetiva a elevada remoção de fósforo no tratamento de esgoto. O nitrito, quando em grandes quantidades, causa efeito inibitório em PAOs levando a menor capacidade de remoção do fósforo durante o tratamento do esgoto, o que refletiu em ganhos consideráveis na qualidade do efluente tratado após a redução da concentração de nitrito nos reatores.

Além de beneficiar o desenvolvimento das partículas rapidamente a ação do coagulante levou à menor concentração de fósforo total e solúvel no esgoto tratado, restando maior quantidade de sólidos e precipitando o ortofosfato. Entretanto, os valores fósforo encontrados neste experimento podem não ser suficientemente satisfatório para o lançamento do efluente final em corpos hídricos mais restritivos.

7. Sugestões para trabalhos futuros

- A operação em reatores com elevadas relações de H/D promove o elevado aproveitamento do ar bombeado ao sistema, porém a proximidade das paredes pode facilitar o extravasamento das espumas geradas na reação aeróbia. Isso foi observado tanto em reatores com 30, como no de 50 cm de diâmetro do parque experimental. Recomenda-se dessa forma o uso de uma H/D inferior a 10, tendo em vista os custos para a construção dos reatores e de equipamentos para bombeamento de esgoto e ar para elevadas colunas d'água;
- A nível experimental, as instabilidades observadas levaram ao arraste de grandes quantidades da biomassa gerada nos reatores, isto poderia ser contornado com a utilização de reservatórios de coleta dos efluentes tratados com diferentes níveis de exaustão, permitindo com que os sólidos perdidos em eventos pontuais sejam recuperados do fundo destes tanques.
- Verificar a possibilidade de beneficiamento à curto prazo para concentrações de cloreto férrico em uma dosagem superior a 20 mg FeCl_3/L de esgoto. Assim como indicado neste projeto, a adição do coagulante deve ser programada para ser realizada em um período que não cause uma depressão brusca do pH localmente, o que resultaria na fragmentação dos grânulos;
- Os estudos até hoje produzidos não apontam para um controle ideal para o tempo de retenção celular nos reatores, levando a cada projeto adotar medidas empíricas baseadas em modelos existentes em tratamentos convencionais;
- Deve-se também explorar com maiores propriedades as questões nitrificação e desnitrificação simultâneas, uma vez que existam caminhos mais curtos como Anammox, levando à redução de nitrito a uma velocidade maior, o que beneficia diretamente a capacidade de absorção do fósforo.

8. Referências bibliográficas

ADAV, S.S.; LEE, D.J.; SHOW, K.Y.; TAY, J.H. Aerobic granular sludge: Recent advances. **Biotechnol**, v. 26, n. 5, 411-423, 2008.

ADUAN, R.; VILELA, M.; JÚNIOR, F. **Os grandes ciclos biogeoquímicos do planeta**. Planaltina, DF: Embrapa Cerrados, 2004.

AIELLO A.E.; LARSON M.S.; SEDLAK R. Hidden heroes of the health revolution. Sanitation and personal hygiene. *Am J Infect Control*, v. 36, 128–51, 2008.

ALVES, C. **Tratamento de águas de abastecimento**, 2a Edição, Publindústria 2007.

BASSIN, J. P. **Remoção biológica de nutrientes em sistemas compactos e estudo da diversidade microbiana por técnicas de biologia molecular**. p. 230, 2012

BASSIN, J. P. (2018). “**Aerobic Granular Sludge Technology.**” *Advanced Biological Processes for Wastewater Treatment*, Springer International Publishing, Cham, 75–142.

BRASIL. Ministério do Desenvolvimento Urbano e Meio Ambiente/CONAMA. **Resolução nº357 de 17 de Março de 2005**. Disponível em: <<http://www.mma.gov.br/port/conama/res/res05/res35705.pdf>>. Acesso em: 12 fev 2019.

BURIAN S.J.; NIX S.J.; DURRANS S.R.; Pitt R.E.; Fan C.Y.; Field R. Historical Development of Wet-Weather Flow Management. **Journal of Water Resources Planning and Management** v. 125, n. 1, 3-13, 1999.

BRATBY.J. **Coagulation and Flocculation in Water and Wastewater Treatment**. IWA Publishing, 3º edition, 2016.

CAI, W., JIN, M., ZHAO, Z., LEI, Z., ZHANG, Z., ADACHI, Y., & LEE, D.J. (2018) **Influence of ferrous iron dosing strategy on aerobic granulation of activated sludge and bioavailability of phosphorus accumulated in granules**. *Bioresource Technology Reports*, 2, 7–14.

CEVIK, U.; BALTAS, H.; TABAK, A.; DAMLA, N. **Radiological and chemical assessment of phosphate rocks in some countries.** Journal of Hazardous Materials v. 182, 531–535 2010.

COMEAU, Y.; Hall K.J.; Hancock R.E.W; Oldham W.K. **Biochemical model for enhanced biological phosphorus removal.** Water Res. V. 20, 1511–1521, 1986.

COMEAU, Y.; Rabinowitz B.; Hall K.J.; Oldham W.K. Phosphate release and uptake in enhanced biological phosphorus removal from wastewater. J. **Water Pollut. Control Fed.** 59, 707 – 715, 1987.

COOPER PF. **Historical aspects of wastewater treatment.** Decentralised sanitation and reuse: concepts, systems and implementation. IWA, 2007.

DAVIS, L. D; MASTEN, S. J. **Principles of environmental engineering and science.** McGraw-Hill, 2004.

de KREUK, M. K.; VAN LOOSDRECHT, M. C. M. **Selection of slow growing organisms as a means for improving aerobic granular sludge stability.** Water Science and Technology, v. 49, n. 11–12, p. 9–17, 2004

de KREUK, M.K., HEIJNEN, J.J., van LOOSDRECHT, M.C.M. **Simultaneous COD, nitrogen, and phosphate removal by aerobic granular sludge.** Biotechnol. Bioeng. v. 90, 761–769, 2005a.

de KREUK, M.K.; PRONK, M.; van LOOSDRECHT, M.C.M. **Formation of aerobic granules and conversion processes in an aerobic granular sludge reactor at moderate and low temperatures.** Water Res v. 39, n. 18, 4476-4484 2005b.

de KREUK, M.K. **Aerobic Granular Sludge Scaling up a new technology.** 2006.

ECKENFELDER, W. W. **Industrial water pollution control.** 3th Edition, McGraw-Hill, 2000.

ERDAL, U. G.; ERDAL, Z. K.; RANDALL, C. W. 2003 **The competition between PAOs (phosphorus accumulating organisms) and GAOs (glycogen accumulating organisms) in EBPR (enhanced biological phosphorus removal)**

systems at different temperatures and the effects on system performance. Water Sci. Technol. 47, n. 11, 1–8, 2003.

EKAMA G.A., AND WENTZEL M.C. **A predictive model for the reactor inorganic suspended solids concentration in activated sludge systems.** Wat. Res. 38(19), 4093-4106. 2004

FRANCA, R. D. et al. **Stability of aerobic granules during long-term bioreactor operation.** Biotechnology Advances, v. 36, n. 1, p. 228-246, 2018.

FILIPE, C.D.M.; DAIGGER, G.T.; GRADY, C.P.L. **pH as a key factor in the competition between glycogen-accumulating organisms and phosphorus-accumulating organisms.** Water Environ. Res. V.73, n. 2, 223–232, 2001.

FYTIANOS, K.; VOUDRIAS, E.; RAIKOS, N. (1998). **Modelling of phosphorus removal from aqueous and wastewater samples using ferric iron.** Environmental Pollution v. 101, 123-130, 1998.

GUIMARÃES, Lorena Bittencourt. **Caracterização Microbiológica Do Lodo Granular Na Remoção De Nutrientes E Potencial Em Reatores Em Bateladas Sequenciais** Microbiological Characterization of Granular Sludge for Nutrient Removal and Potential of Exopolymer Recovery From Effluents in Sequen. p. 261, 2017.

HAO, W.; LI, Y.; LV, J.; CHEN, L.; ZHU, J. **The biological effect of metal ions on the granulation of aerobic granular activated sludge.** Journal of Environmental Sciences (China), v. 44, p. 252–259, 2016.

HODGE AT. **Roman aqueducts & water supply.** 2nd Edition. London: Gerald Duckworth & Co. Ltd; 2002.

HOPKINS J. **The cloaca maxima and the monumental manipulation of water in archaic Rome.** Waters Rome. 41-15, 2007.

JIANG, H.L., TAY, J.H., LIU, Y., TAY, S.T.L. **Ca²⁺ augmentation for enhancement of aerobically grown microbial granules in sludge blanket reactors.** Biotechnol. Lett. 25, 95–99. 2003

KANG, A.J.; YUAN, Q. **Long-term stability and nutriente removal efficiency of aerobic granules at low organic loads.** Bioresour. Technol. V. 234, 336-342, 2017.

KARAGEORGIOUS, K.; PASCHALIS, M.; ANASTASSAKIS, G.N.; **Removal of phosphate species from solution by absorption onto calcite used as a natural absorbent.** J. Hazard. Mater. v. 139. 447-452, 2007.

KAMPSCHREUR M.J., KLEEREBEZEM R., DE VET W.W.J.M., VAN LOOSDRECHT M.C.M. (2011) **Reduced iron induced nitric oxide and nitrous oxide emission.** Water Res 45:5945–5952

KOCATURK, I.; ERGUDER, T.H. 2016. **Influent COD/TAN ratio affects the carbon and nitrogen removal efficiency and stability of aerobic granules.** Ecol. Eng. v. 90, 12-24, 2016.

LI, Y.; LIU, Y.; XU, H.L. **Is sludge retention time a decisive factor for aerobic granulation in SBR?** Bioresour. Technol. V. 99, n. 16, 7672-7677, 2008.

Li, A.J., Li, X.Y., Yu, H.Q. **Effect of the food-to-microorganism (F/M) ratio on the formation and size of aerobic sludge granules.** Process Biochem. 46, n. 12, 2269-2276. 2011

LI, J.; DING, L.B.; CAI, A.; HUANG, G.X.; ORN, H. **Aerobic sludge granulation in a full-scale sequencing batch reactor.** Biomed Res. Int. v. 2014, 2014-2026, 2014.

LIN, Y.M. **Development of P-accumulating microbial granules in SBR.** Interim PhD Report, Singapore: Nanyang Technological University, 2003.

LIU, Y.; TAY, J.H. **The essential role of hydrodynamic shear force in the formation of biofilm and granular sludge.** Water Res. v. 36, n. 7, 1653-1665, 2002.

LIU, Y.; TAY, J.H. **State of the art of biogranulation technology for wastewater treatment.** Biotechnol. Adv. v. 22, n. 7, 533-563, 2004.

LIU, Y.; WANG, Z.W.; QIN, L.; LIU, Y.Q.; TAY, J.H. **Selection pressure- driven aerobic granulation in a sequencing batch reactor.** Appl Microbiol Biotechnol v. 67, n.1, 26- 32, 2005.

LIU, Y.; XU, H. **Equilibrium, thermodynamics and mechanisms of Ni²⁺ biosorption by aerobic granules.** BioChem. Eng. J. 35, n. 2, 174-182, 2007.

LIU, Y.-Q., Kong, Y., Tay, J.-H., Zhu, J., 2011. **Enhancement of start-up of pilot-scale granular SBR fed with real wastewater.** Separation and Purification Technology 82, 190–196.

LIU, Z., LIU, Y., ZHANG, A.N., ZHANG, C., WANG, X., 2014. **Study on the process of aerobic granule sludge rapid formation by using the poly aluminum chloride (PAC).** Chem. Eng. J. 250, 319–325.

LOPEZ-VAZQUEZ, C.M.; HOOIJMANS, C.M.; BRDJANOVIC, D.; GIJZEN, H.J., van LOOSDRECHT, M.C.M. **Temperature effects on glycogen accumulating organisms.** Water Res. v43, n. 11, 2852–2864, 2009.

MADIGAN, T.M., MARTINKI, J.M., PARKER, J. **Brock biology of microorganisms.** Prentice Hall, Inc., 8a ed, N.Y., 1997.

MANAHAN, S. E. **Environmental Chemistry.** 7th Edition, Lewis Publishers, 2009.

Mantelli F, Temporelli G. **L'acqua nella storia.** Milano, Italy: Franco Angeli Editore; 2007.

MAURER, M.; BOLLER, M. **Modelling of Phosphorus precipitation in wastewater treatment plants with enhanced biological phosphorus removal.** Water & Science Technology v. 39, n. 1. 147-163. 1999.

MENGEL, K. **Agronomic measures for better utilization of soil and fertilizer phosphates.** European Journal of Agronomy 7, 221–233. 1997.

METCALF e EDDY. **Wastewater engineering, treatment, disposal and reuse.** 4a edição. Nova Iorque: McGraw - Hill, International Editions. 2003.

METCALF e EDDY. **Wastewater engineering, treatment, disposal and reuse.** 5a edição. Nova Iorque: McGraw - Hill, International Editions. 2014.

METCALF e EDDY. **Tratamento de efluentes e recuperação de recursos.** 5a edição. Nova Iorque: McGraw - Hill, International Editions. 2016.

MORGENROTH, E.; SHERDEN, T.; van LOOSDRECHT, M.C.M.; HEIJNEN, J.J.; WILDERER, P.A. **Aerobic granular sludge in a sequencing batch reactor.** Water Res.v. 31, n. 12, 3191-3194, 1997.

MOSQUERA-CORRAL, A.; de KREUK, M.K.; HEIJNEN, J.J.; van LOOSDRECHT, M.C.M. **Effects of oxygen concentration on N-removal in an aerobic granular sludge reactor**. Water Res. v. 39, n. 12, 2676-2686, 2005.

OEHMEN, A.; VIVES, M.T.; LU, H.; YUAN, Z.; KELLER, J. **The effect of pH on the competition between polyphosphate accumulating organisms and glycogen-accumulating organisms**. Water Res. v.39, n. 15. 3727–3737, 2005.

OEHMEN, A.; SAUNDERS, A.M.; VIVES, M.T.; YUAN, Z.; KELLER, J. **Competition between polyphosphate and glycogen accumulating organisms in enhanced biological phosphorus removal systems with acetate and propionate as carbon sources**. J. Biotechnol. v.123, n. 1, 22–32, 2006.

PATHAK B. **Our toilets** — Indian experience. First world toilet summit 2001 conference. Singapore: Rest Room Associations; 2001.

PIVELI, R.P. **Qualidade da Água**. Apostila do Curso de Especialização em Engenharia em Saúde Pública e Ambiental da Fac. De Saúde Pública – USP, 1996.

PORTO, R.M. **Hidráulica Básica**. EESC USP, 4º ed. 2006.

PRONK, M.; de KREUK, M. K.; de BRUIN, B.; KAMMINGA, P.; KLEEREBEZEM, R.; van LOOSDRECHT, M. C. M. **Full scale performance of the aerobic granular sludge process for sewage treatment**. Water Research vol. 84, 207-217. 2015

ROLLEMBERG, S. L. S; BARROS, A. R. M.; FIRMINO, P. I. M; Santos, A. B. **Aerobic granular sludge: cultivation parameters and removal mechanisms**. Bioresource Technology (2018)

SAJJAD, M., & KIM, K. S. **Influence of Mg 2+ catalyzed granular sludge on flux sustainability in a sequencing batch membrane bioreactor system**. Chemical Engineering Journal, 281, 404–410. 2015

SAWYER, C.; MCCARTY, P.; PARKIN, G. **Chemistry for environmental engineering**. 4th Edition. McGraw-Hill, 1994.

SCHLESINGER, W.H. **Biogeochemistry: An Analysis of Global Change**. Academic Press, Inc., San Diego, 1991.

SHAPIRO J. **Chemical and Biological Studies on the Yellow Organic Acids of Lake Water**, *Limnol and Ocean*. 1957.

SORCINELLI P. **Storia sociale dell'acqua. Riti e Culture**. Milano: Mondadori; 1998.

SORI E. **La città e i rifiuti** — Ecologia urbana dal Medioevo al primo Novecento. Saggi, Bologna: Il Mulino; 2001.

SPELLMAN, F. R. **Handbook of water and wastewater treatment plant operations**. Lewis Publishers, 2003.

TAY, J.H.; LIU, Q.S.; LIU, Y. **The effects of shear force on the formation, structure and metabolism of aerobic granules**. *Appl. Microbiol. Biotechnol.* v. 57, n. 1-2, 227-233, 2001.

Tay, J.H., Liu, Q.S., Liu, Y. **Effect of organic loading rate on aerobic granulation. I: reactor performance**. *J. Environ. Eng.* 130, n. 10, 1094-1101. 2004

TOLLE-KASTENBEIN R. **Archeologia dell'Acqua**. Longanesi; 2005.

VAN LOOSDRECHT, M.C.M. **The Water Institute 2018 RBC Distinguished Lecture**. University of Waterloo, Waterloo. 2018. Disponível em: <https://www.youtube.com/watch?v=L0aJWy0ylQs&t=3411s>> Acesso em: 5 de jun. 2019.

VON SPERLING, M. **Introdução à qualidade das águas e ao tratamento de esgotos – Princípios do tratamento biológico de águas residuárias**. Departamento de engenharia Sanitária e Ambiental – Universidade Federal de Minas Gerais, vo. 1, 1996.

VON SPERLING, M., 1997, **Princípio do Tratamento Biológico de Águas Residuárias**. Volume 4 – Lodos Ativados, DESA, UFMG, Brasil.

WANG, S.G.; Liu, X.W.; Gong, W.X.; Gao, B.Y.; Zhang, D.H.; Yu, H. Q. **Aerobic granulation with brewery wastewater in a sequencing batch reactor**. *Bioresour. Technol.* v. 98, n. 11, 2142-2147, 2007.

WOLFE P. **History of wastewater**. World of water 2000—the past, present and future. Water World/Water and Wastewater International Supplement to Penn Well Magazines, Tulsa, OH, USA; 1999.

WU, D.; ZHANG, Z.; YU, Z.; ZHU, L. **Optimization of F/M for stability of aerobic granular process via quantitative sludge discharge**. Bioresour. Technol. v. 252, 150-156, 2018.

YILMAZ, G., BOZKURT, U., & MAGDEN, K. A. (2016). **Effect of iron ions (Fe^{2+} , Fe^{3+}) on the formation and structure of aerobic granular sludge**. Biodegradation, 28(1), 53–68.

ZHENG, Y.M., YU, H.Q., LIU, S.H., LIU, X.Z. **Formation and instability of aerobic granules under high organic loading conditions**. Chemosphere. v. 63, n. 10, 1791-1800, 2006.

ZHU, L., YU, Y., DAI, X., XU, X., QI, H., **Optimization of selective sludge discharge mode for enhancing the stability of aerobic granular sludge process**. Chem. Eng. j. 213, 442-446, 2013.