MARCEL ZANETTI SANDOVAL

Partida de reator em bateladas sequenciais visando à identificação das condições operacionais necessárias para a formação de lodo granular aeróbio.

São Paulo
2019

MARCEL ZANETTI SANDOVAL

Partida de reator em bateladas sequenciais visando à identificação das condições operacionais necessárias para a formação de lodo granular aeróbio.

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

São Paulo
2019

MARCEL ZANETTI SANDOVAL

Partida de reator em bateladas sequenciais visando à identificação das condições operacionais necessárias para a formação de lodo granular aeróbio

Dissertação apresentada à Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, no processo de obtenção do título de Mestre em Ciências.

Área de Concentração: Engenharia Hidráulica e Ambiental.

Orientador: Prof. Livre-Docente Roque Passos Piveli.

São Paulo

2019

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, _____ de_____de_____

Assinatura do autor: _____

Assinatura do orientador: _____

Catalogação-na-publicação

Sandoval, Marcel
Partida de Reator em Bateladas Sequenciais Visando à Identificação das Condições Operacionais Necessárias para a Formação de Lodo Granular Aeróbio / M. Sandoval -- versão corr. -- São Paulo, 2019.
144 p.

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

1.Granulação 2.Batelada 3.Hidrodinâmica 4.Sedimentação I.Universidade de São Paulo. Escola Politécnica. Departamento de Engenharia de Hidráulica e Ambiental II.t.

AGRADECIMENTOS

Ao Professor Dr. Roque Passos Piveli, pela orientação e confiança e principalmente pela amizade.

Ao técnico de laboratório e professor Dr. Fábio Campos e ao técnico de laboratório Laerte Cícero de Carvalho Apolinario, pelas colaborações e instruções e pelo apoio na montagem e operação dos reatores de bancada e piloto durante o desenvolvimento deste trabalho.

Ao professor Dr. Rodrigo de Freitas Bueno, pela ajuda na montagem e operação dos reatores de bancada e piloto.

À Dra. Natália Guimarães, pela ajuda na operação do reator piloto e pela orientação e compartilhamento da experiência acadêmica no desenvolvimento dos artigos elaborados escritos neste tema.

Aos colegas de laboratório, Matheus Ribeiro, Renato Fenerich, Danilo Andrade, Amanda Campos, Vitor Chaves e Andrei Gusmão, pela ajuda, parceria e companheirismo.

À equipe de eletromecânica do Centro Tecnológico de Hidráulica (CTH) da USP, pelos serviços de manutenção e adequações no reator piloto.

À Wandréa Dantas, do Departamento de Engenharia Hidráulica e Ambiental.

Ao Eng. Carlos Meszaros Filho e à Nova Opersan Resíduos Industriais Ltda, que permitiram e apoiaram o desenvolvimento desta dissertação concomitantemente à jornada de trabalho.

Ao meu pai, Celso Barbosa Sandoval, à minha mãe, Célia Christina Zanetti Sandoval, e à Marina de Franca Freitas, pelo apoio emocional durante a execução deste trabalho.

A todos os demais que contribuíram direta ou indiretamente na execução deste trabalho.

RESUMO

O presente estudo teve como objetivo principal identificar as condições necessárias para a formação de lodo granular aeróbio em um reator de bateladas sequenciais, desenvolvendo uma estratégia de partida para obter a granulação e também avaliando as propriedades morfológicas do lodo formado. Ao longo da pesquisa, também foram avaliados os resultados que podem ser alcançados mediante a aplicação deste tipo de tratamento para esgoto universitário, em termos de remoção de matéria orgânica, nitrogênio e fósforo.

Dividiu-se a pesquisa em duas fases, onde na primeira, desenvolvida no Laboratório de Saneamento da Escola Politécnica, utilizou-se um reator em escala de bancada e na segunda, desenvolvida no Centro Tecnológico de Hidráulica, um reator em escala piloto, ambos operando em bateladas sequenciais e com uma mesma razão altura diâmetro (H/D) de aproximadamente 10. Ambas as fases foram divididas em cinco etapas, cujo critério de divisão foi a redução progressiva do tempo de sedimentação do ciclo da batelada, inicialmente em 30 minutos, na etapa 1, e 5 minutos na etapa 10. Primeiramente, foi operado o reator de bancada por 330 dias, onde alimentou-se o sistema com efluente sintético. Em seguida, o reator piloto foi operado também por aproximadamente 330 dias, o qual foi alimentado com esgoto universitário. A pesquisa pode ser caracterizada como um período de partida para ambas as fases, onde não se obteve uma operação estável dos reatores, não sendo possível atingir um regime estacionário, uma vez que não foi realizado descarte de lodo intencional, devido à alta perda de sólidos com o efluente tratado ao final de cada ciclo.

Os resultados mostraram que é possível obter a granulação aeróbia, indicando que as condições essenciais são a hidrodinâmica do reator, ou seja, a forte aeração gerando uma alta força de cisalhamento sobre as partículas e a alimentação de efluente pelo fundo do reator, fazendo com que este escoe em contato com o lodo em um ambiente anaeróbio. A estratégia operacional que envolve redução progressiva do período disponibilizado para a sedimentação do lodo contribui para aumentar a porção de biomassa granular dentro do sistema e assim favorecendo o desenvolvimento e crescimento das partículas granulares maiores e mais pesadas.

No final da Etapa I foi pela primeira vez observada à presença de partículas granulares. A morfologia dos grânulos foi avaliada em termos do diâmetro de Feret e

circularidade das partículas presentes. Outras propriedades do lodo foram avaliadas, como os índices volumétricos de lodo, sólidos sedimentáveis, as propriedades de remoção de carga orgânica e nutrientes. Os valores de Índice Volumétrico de Lodos (IVL) observados ficaram na faixa tipicamente observada para lodo floculento de boa sedimentabilidade. Ocorreram boas remoções de carga orgânica (DBO solúvel de 87% e DQO solúvel de 82%), assim como a eficiência de remoção de amônia, cuja média na fase I foi de 68%. Também ocorreu desnitrificação, com valores de nitrito e nitrato no efluente tratado com médias de 2,62 e 3,26 mg/L respectivamente. A remoção de fósforo foi avaliada em termos de fósforo solúvel, onde a eficiência média obtida foi de 41%. Observaram-se grânulos cujos diâmetros médios ficaram em torno de 0,3 mm, sendo que a média dos valores máximos de cada Etapa da Fase I foi de 2,3 mm. Com aproximadamente 250 dias de operação surgiram organismos filamentosos aderidos às superfícies dos grânulos formados. O crescimento de tais organismos foi progressivo, primeiramente refletindo na queda do coeficiente de circularidade dos grânulos, conferindo forma mais irregular aos mesmos e depois levando à finalização da operação do reator de bancada aos 330 dias, quando a proliferação acentuada de filamentosos resultou na quebra dos grânulos e desaparecimento destes.

Na fase II, operou-se o reator em escala piloto por aproximadamente 330 dias. Nesta fase da pesquisa aplicou-se um fator de carga volumétrica e uma relação alimento-microrganismos menor do que na Fase I, contudo também foi possível observar o início do processo de granulação ainda sob tempos de sedimentação elevados (25 minutos), sendo que a granulação evoluiu ao longo da operação do reator, onde realizou-se a redução progressiva do período de sedimentação do ciclo da batelada. Os diâmetros médios dos grânulos, durante todo esse período, foram de 0,8 mm, sendo que a média dos diâmetros máximos de cada Etapa da Fase II foi de 4,8 mm. Os valores de índice volumétrico de lodo foram baixos, mostrando evolução do processo de granulação, contudo ainda na faixa considerada para lodo floculento, evidenciando ainda a presença de uma parcela considerável da biomassa na forma de flocos. Os resultados obtidos para as velocidades de sedimentação por zona também levaram à mesma conclusão. As propriedades de tratamento do lodo foram monitoradas e os resultados mostraram uma remoção de carga de 91% para DBO solúvel e 88% para DQO solúvel. A remoção de amônia apresentou eficiência média para o período de 50% e a

remoção de nitrogênio kjeldahl total foi de 52%. Observaram-se valores baixos de nitritos e nitratos ao longo de toda a segunda fase, indicando a ocorrência de desnitrificação. As remoções de fósforo total e solúvel apresentaram média para o período de 75% e 76%, respectivamente. Não ocorreu proliferação de organismos filamentosos durante a operação do reator piloto.

Palavras-chave: Granulação, Batelada, Hidrodinâmica, Sedimentação.

ABSTRACT

The present study's main objective was to identify the necessary conditions for the formation of aerobic granular sludge in a sequential batch reactor, developing a starting strategy to obtain granulation and also evaluating the morphological properties of the formed sludge. It was also evaluated the aerobic sludge's treatment properties in terms of organic matter, nitrogen and phosphorus removal, the main contaminants present in the low strength wastewater fed to the reactor.

The research was divided into two phases, where the first one a bench scale reactor was operated and a second one where a pilot scale reactor was used, both in sequential batch mode and with the same height diameter ratio (H/D) ratio of approximately 10. Phase I, (bench scale reactor) lasted for 330 days, and the system was fed with synthetic effluent. Then the pilot reactor was also operated for about 330 days (Phase II), which was fed with low strength wastewater. The research can be characterized as a start-up period for both phases, where a steady state for the reactor was not obtained, once no intentional sludge discharge was performed and an increased suspended solids concentration was observed in the effluent withdrawn at the end of each cycle during all the survey.

The results showed that the essential conditions to obtain aerobic granulation

are the hydrodynamics/flow patterns inside the reactor, that is, the strong aeration generating a high shear force over the particles surface and the plug flow effluent feed from the bottom of the reactor, in an anaerobic environment. The operational strategy that involves progressive reduction of the batch settling period creates a selective pressure that increases the portion of granular biomass within the system and thus favoring the development and growth of larger and heavier granular particles.

At the end of phase I the presence of granular particles was observed for the first time. The morphology of the granules was evaluated in terms of the Feret's diameter and the circularity coefficient from the particles present in the sludge. Other properties of the sludge were evaluated, such as the sludge volumetric index, settleable solids and organic load and nutrient removal capacities. The observed values of SVI remained within a range typically correlated for flocculent sludge with good settling properties. Satisfactory organic load removal (87% soluble BOD and 82% soluble COD) was observed, as well as ammonia removal, which average value was around 68%. Denitrification also occurred, once nitrite and nitrate values in the

treated effluent were low throughout the bench reactor operation. The removal of phosphorus was evaluated in terms of soluble phosphorus, where the average removal efficiency obtained was 41%. The granules average Feret's diameter for all this period was 0.3 mm and the average maximum value for all the stages of the first phase was 2.3 mm. With approximately 250 days of operation, filamentous organisms appeared adhered to the formed granules surfaces. The growth of these organisms was progressive, firstly reflecting in the drop of the circularity coefficient, resulting in a more irregular shape of the granules surface and then leading to the reactor's failure at 330 days of operation, when the filamentous overgrowth resulted in the granules breaking and disappearance.

In phase II a pilot scale reactor was operated for approximately 330 days. In this phase, a lower volumetric loading factor and food to microorganism feed ratio were applied, compared to Phase I. However, it was also possible to observe the beginning of the granulation process still under high settling periods (25 minutes), with development of the granulation process throughout Phase II, using the same strategy based on the progressive reduction of the batch settling interval. The average Feret's diameter during this whole period was 0.8 mm, and the average maximum value for all the stages of the second phase was 4.8 mm. The values of sludge volumetric index decreased indicating evolution of the granulation process, yet still in the range considered for flocculent sludge, evidencing also the presence of a considerable amount of flocculant biomass. The results obtained for settling velocities also led to the same conclusion. The sludge treatment properties were monitored, and the results showed a 91% removal efficiency for soluble BOD and 88% removal efficiency for soluble COD. The average ammonia removal efficiency for the period was 50% and the average total kjeldahl nitrogen removal of 52%. Low nitrite and nitrate values were observed throughout the second phase in the treated effluent, indicating the occurrence of denitrification. The average total and soluble phosphorus removal for the period was 75% and 76%, respectively. No filamentous overgrowth was observed during the pilot reactor operation.

Keywords: Granulation, Batch, Hydrodynamics, Settling.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Configuração básica de um sistema de lodos ativados de fluxo contínuo. 23
Figura 2 – Configuração de sistema de lodos ativados adaptado para remoção de nitrogênio. 26
Figura 3 - Representação esquemática de um sistema de lodo ativado pelo processo Bardenpho de três estágios. 27
Figura 4 – Representação esquemática do metabolismo anaeróbio (esquerda) e aeróbio (direita) dos PAOs. 28
Figura 5 – Representação esquemática das fases operacionais de um reator em bateladas sequenciais. 31
Figura 6 - Representação esquemática da formação dos grânulos e dos mecanismos envolvidos em cada etapa. 35
Figura 7 – Esquemas das principais reações que ocorrem no lodo granular submetido ao regime “feast-famine” de operação. 46
Figura 8 – Reservatório de efluente sintético e bomba dosadora. 51
Figura 9 – Sistema de bancada experimental da Fase I (Reator de Bancada). 52
Figura 10 – Sistema de bancada experimental da Fase I (Reator de Bancada). 52
Figura 11 – Esquema da montagem experimental para a Fase I. 54
Figura 12 – Arduino usado para controle do ciclo de operação do reator. 55
Figura 13 – Desenho esquemático do sistema de tratamento preliminar e do reator piloto. 59
Figura 14 – Reator piloto em bateladas sequencias instalado no Centro Tecnológico de Hidráulica (CTH). 60
Figura 15 – Etapas envolvidas no processamento das imagens do lodo obtidas com uso do Software ImageJ. 70
Figura 16 – Concentração de sólidos suspensos totais do lodo do lodo durante a fase de aeração, para a Fase I da pesquisa. 74
Figura 17 – Concentração de sólidos suspensos voláteis do lodo durante a fase de aeração, para a Fase I da pesquisa. 75
Figura 18 – Oxigênio dissolvido do lodo durante a fase de aeração do ciclo de operação. . 78
Figura 19 - Histórico do monitoramento da temperatura ambiente do Laboratório de Saneamento da Escola Politécnica da USP. 80
Figura 20 – Valores de Sólidos Sedimentáveis do lodo durante a Fase I da Pesquisa. 81
Figura 21 – Valores de IVL do lodo durante a Fase I da Pesquisa. 82
Figura 22 – Imagem do lodo durante a Etapa 1 da Fase I da pesquisa. 83
Figura 23 – Imagens tiradas de amostras coletadas do lodo granular, durante a fase de aeração, para as Etapas 2, 3, 4 e 5 da Fase I da pesquisa. 84
Figura 24 – Fotografias tiradas com uso de microscópio ótico e as respectivas imagens obtidas com uso do Software ImageJ, de amostras coletadas do lodo granular durante as Etapas de 2 (imagem superior esquerda) a 5 (inferior direita) da Fase I. 85
Figura 25 – Evolução do diâmetro de Feret durante a Fase I da pesquisa. 86
Figura 26 – Evolução do coeficiente de circularidade durante a Fase I da pesquisa. 87
Figura 27 – Valores de Demanda Química de Oxigênio (DQO) solúvel no afluente e no efluente para todas as etapas da Fase I da pesquisa. 89
Figura 28 – Valores de DBO solúvel no afluente e no efluente o para todas as etapas da Fase I da 91
Figura 29 – Valores de nitrogênio amoniacal no afluente e no efluente e de nitrito e nitrato no efluente para todas as etapas da Fase I da pesquisa. 93
Figura 30 – Valores de fósforo solúvel ($P\text{-}PO_4$) no afluente e no efluente para todas as etapas da Fase I da pesquisa. 95
Figura 31 – Concentração de sólidos suspensos totais do lodo no reator, durante a fase de aeração, para as etapas de 1 a 5 da Fase II da pesquisa 97

Figura 32 – Concentração de sólidos suspensos voláteis do lodo no reator, durante a fase de aeração, para as etapas de 1 a 5 da Fase II da pesquisa. 98
Figura 33 – Resultados obtidos para o IVL_5, IVL_{10} e IVL_{30} do lodo do reator piloto e as respectivas curvas das razões IVL30/IVL5 e IVL30/IVL10. 102
Figura 34 – Fotografias do arranjo experimental montado para a realização do ensaio de sedimentação por zona (VSZ). 103
Figura 35 – Curvas de Sedimentação Obtidas nos Ensaios de VSZ realizados com o lodo do reator piloto nas etapas 3,4 e 5 da Fase II da pesquisa 104
Figura 36 – Fotografias obtidas durante a realização do ensaio de determinação das curvas de sedimentação nas etapas 3 e 4 da Fase II da pesquisa. 106
Figura 37 – Curvas de Sedimentação obtidas no ensaio realizado de VSZ na etapa 4 da Fase II da pesquisa. 107
Figura 38 – Gráficos utilizados para Determinação de k e V_0 da Equação de Vesilind. 108
Figura 39 – Imagem dos grânulos formados após 200 dias de operação (etapa 3 da Fase II da pesquisa). 109
Figura 40 – Valores obtidos para o diâmetro de Feret das partículas contidas nos registros fotográficos do lodo e analisadas com uso do Software ImageJ para a Fase II da pesquisa. 110
Figura 41 – Valores obtidos para o coeficiente de circularidade das partículas contidas nos registros fotográficos do lodo e analisadas com uso do Software ImageJ para a Fase II da pesquisa. 111
Figura 42 – Imagens do lodo durante a Fase II da pesquisa. a) de 0 a 30 dias; b) de 30 a 60 dias; c) de 60 a 90 dias; d) de 90 a 120 dias; e) e f) de 120 a 150 dias; g) de 150 a 180 dias; h) de 180 a 210 dias; i) de 210 a 240 dias. 112
Figura 43 – Micrografias de microscopia eletrônica de varredura (MEV) do grânulo. a) visão geral do grânulo; b) visão detalhada da superfície do grânulo; c) Detalhe da superfície da colônia bacteriana, mostrando detalhe da EPS retraída. 113
Figura 44 – Resultados de DQO solúvel para o afluente e efluente, durante a Fase II da pesquisa. 115
Figura 45 – Resultados de DBO solúvel para o afluente e efluente, durante a Fase II da pesquisa. 116
Figura 46 – Resultados de nitrogênio amoniacal e nitrogênio kjeldahl total para o afluente e efluente e de nitrito e nitrato no efluente, durante a Fase II da pesquisa. 117
Figura 47 – Resultados de alcalinidade do afluente e efluente, durante a Fase II da pesquisa. 121
Figura 48 – Resultados de fósforo total para o afluente e efluente, durante a Fase II da pesquisa. 125
Figura 49 – Resultados de fósforo solúvel para o afluente e efluente, durante a Fase II da pesquisa. 125

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Estratégia de operação do reator aerado em bateladas sequenciais para a Fase I da pesquisa. 55
Tabela 2 – Características do lodo de inóculo do reator em bateladas. 61
Tabela 3 – Estratégia de operação do reator em bateladas sequenciais para a Fase II da pesquisa. 63
Tabela 4 – Controle analítico da operação do reator de bancada (Fase I). 64
Tabela 5 – Controle analítico da operação do reator piloto (Fase II). 65
Tabela 6 – Principais parâmetros operacionais do Reator de Bancada da Fase I da pesquisa. 73
Tabela 7 – Valores de SST e SSV do lodo durante a aeração e do efluente tratado para todas as etapas da Fase I da pesquisa. 75
Tabela 8 – Idade do lodo média calculada para cada etapa da Fase I da pesquisa. 77
Tabela 9 – pH do lodo durante a fase de aeração do ciclo de operação. 78
Tabela 10 – Valores médios de DQO solúvel no afluente e no efluente e as respectiva remoções médias de cada etapa da Fase I da pesquisa. 88
Tabela 11 – Valores médios de DBO solúvel no efluente bruto e tratado e as respectiva remoções médias de cada etapa da Fase I da pesquisa. 89
Tabela 12 – Valores médios de nitrogênio amoniacal no afluente e no efluente e as respectivas remoções médias e os valores de nitrito e nitrato no efluente de cada etapa Fase I da pesquisa 92
Tabela 13 – Valores médios de fósforo solúvel no afluente e efluente e as respectivas remoções médias de cada etapa da Fase I da pesquisa. 94
Tabela 14 – Parâmetros operacionais do Reator piloto para as etapas de 1 a 4 da Fase II da pesquisa 96
Tabela 15 – Valores de SSV do lodo durante a aeração e do efluente, volume de troca diária de efluente e a idade de lodo calculada para as etapas 3, 4 e 5 da Fase II da pesquisa. 99
Tabela 16 – Valores de pH, do lodo durante as etapas de 2 a 5 da Fase II da pesquisa. 100
Tabela 17 – Valores de temperatura do lodo durante as etapas 3, 4 e 5 da Fase II da pesquisa. 100
Tabela 18 - Valores de oxigênio dissolvido do lodo durante as etapas 2, 3, 4 e 5 da Fase II da pesquisa. 101
Tabela 19 – Resultados do teste de velocidade de sedimentação por zona. 103
Tabela 20 – Velocidades de sedimentação por zona. 105
Tabela 21 – Resultados das determinações de k e V_0 da Equação de Vesilind. 109
Tabela 22 - Valores médios de DQO solúvel no afluente e efluente e as respectivas remoções médias de cada etapa da Fase II da pesquisa. 114
Tabela 23 - Valores médios de DBO solúvel no afluente e efluente e as respectivas remoções médias de cada etapa da Fase II da pesquisa. 115
Tabela 24 - Valores médios de nitrogênio amoniacal no afluente e efluente e as respectivas remoções médias e os valores de nitrito e nitrato no efluente tratado de cada etapa Fase II da pesquisa. 118
Tabela 25 - Valores médios de nitrogênio kjeldahl total no afluente e efluente e as respectivas remoções médias de cada etapa Fase II da pesquisa. 119
Tabela 26 - Valores médios de alcalinidade no afluente e efluente e as respectivas remoções médias de cada etapa Fase II da pesquisa. 120
Tabela 27 – Balanço teórico do consumo de alcalinidade e comparação com o consumo de alcalinidade observado. 122
Tabela 28 - Valores médios de fósforo total no afluente e efluente e as respectivas remoções médias de cada etapa Fase II da pesquisa. 123
Tabela 29 - Valores médios de fósforo solúvel no afluente e efluente e as respectivas remoções médias de cada etapa Fase II da pesquisa. 124

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AGV – Ácidos Graxos Voláteis

A/M – Razão Alimento Microorganismos

BOA – Bactérias Oxidadoras de Amônio

BON – Bactérias Oxidadoras de Nitrito

CRUSP – Conjunto Residencial da Universidade de São Paulo

DBO – Demanda Bioquímica de Oxigênio

DGAO – Denitrifying Glycogen Accumulating Organisms

DQO – Demanda Química de Oxigênio

DPAO – Denitrifying Phosphorus Accumulating Organisms

EBPR – Enhanced Biological Phosphorus Removal

EPS - Extracellular Polymeric Substance

ETE – Estação de Tratamento de Efluentes

GAO – Glycogen Accumulating Organisms

H/D – Razão Altura Diâmetro

IVL – Índice Volumétrico de Lodo

MEV – Microscopia Eletrônica de Varredura

NIH – National Institute of Health

NO – Óxido Nítrico

N2O – Óxido Nitroso

N2 – Nitrogênio Gasoso

$N\text{-}NH_4+$ - Nitrogênio Amoniacal

$N\text{-}NO_2$ – Nitrito

NTK – Nitrogênio Total Kjeldahl;

PAO – Phosphorus Accumulating Organisms

Poli-P – Poli-fostato Intracelular

PHA – Polihiidroxialcanoatos

PT – Fósforo Total

RBS – Reatores em Bateladas Sequenciais

SST – Sólidos Suspenos Totais

SSV – Sólidos Suspensos Voláteis

TDH – Tempo de Detenção Hidráulica

USP – Universidade de São Paulo

UASB – Upflow Anaerobic Sludge Blanket

V_{ar} – Velocidade Ascensional de Ar

VSZ – Velocidade de Sedimentação por Zona

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO 20

2. OBJETIVOS 22

2.1. Objetivo geral 22

2.2 Objetivos específicos 22

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA 23

3.1. Lodo Ativado 23

3.2. Remoção de Matéria Orgânica. 24

3.3. Remoção de Nitrogênio 24

3.4. Remoção de Fósforo 27

3.5. Reator em Bateladas Sequenciais (RBS) 29

3.6. Lodo Granular Aeróbio 31

3.6.1. Contexto 31

3.6.2. Definição 32

3.6.3 Mecanismos de Granulação 32

3.6.4. O Processo de Granulação 34

3.6.5. Propriedades do Lodo Granular Aeróbio 35

3.6.6. Principais Condições Operacionais Necessárias para a Granulação 36

3.6.7 Aplicações em Larga Escala: 48

4. MATERIAIS E MÉTODOS 49

4.1. Pesquisa em escala de bancada (Fase I) 49

4.2. Pesquisa em escala piloto (Fase II) 57

4.3. Controle do processo 63

4.4. Ensaios especiais 67

4.4.1. Caracterização morfológica dos grânulos aeróbios 67

4.4.2. Microscopia eletrônica de varredura (MEV) 70

4.4.3. Análise de índice volumétrico do lodo e velocidade de sedimentação por zona (VSZ) 71

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO 72

5.1. Pesquisa em escala de bancada (Fase I) 72

5.1.1. Principais parâmetros operacionais 72

5.1.2. Sedimentabilidade e índice volumétrico do lodo 80

5.1.3 Caracterização morfológica dos grânulos aeróbios 82

5.1.4 Remoção de matéria orgânica 87
5.1.5 Remoção de nitrogênio 91
5.1.6 Remoção de fósforo 93
5.2. Pesquisa em escala piloto (Fase II) 96
5.2.1. Principais parâmetros operacionais 96
5.2.2 Índice volumétrico do lodo e velocidade de sedimentação por zona (VSZ) 102
5.2.3. Caracterização morfológica dos grânulos aeróbios 109
5.2.4. Microscopia eletrônica de varredura (MEV) 112
5.2.5 Remoção de matéria orgânica 114
5.2.6 Remoção de nitrogênio 117
5.2.7 Alcalinidade 120
5.2.8 Remoção de fósforo 123
5.3. Discussão 126
5.3.1. Pesquisa em escala de bancada (Fase I) 126
5.3.2. Pesquisa em escala piloto (Fase II) 128

6. CONCLUSÃO 131

7. RECOMENDAÇÕES FINAIS 133

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS 134

1. INTRODUÇÃO

As companhias de saneamento brasileiras têm procurado aumentar o índice de atendimento com esgoto tratado e pode-se vislumbrar um longo caminho a ser percorrido. A primeira necessidade para melhorar a qualidade das águas naturais brasileiras é a remoção de matéria orgânica. Porém, as estações de tratamento devem estar preparadas para a remoção conjunta de matéria orgânica, nitrogênio e fósforo, pois a preocupação com a eutrofização dos reservatórios brasileiros é crescente e em diversas situações a condição pode ser considerada alarmante.

O processo de lodo ativado é reconhecido pela sua capacidade de remoção de nutrientes, sendo flexível para adaptações em inúmeras configurações. A operação sob o regime de bateladas sequenciais tem-se demonstrado bastante atrativa, principalmente por possibilitar a manutenção de condições anaeróbias, anóxicas e aeróbias, necessárias para a remoção de nitrogênio e fósforo, em um único reator, compactando os sistemas e reduzindo os custos de implantação e de operação dos sistemas de tratamento, pois não há necessidade de bombas para recirculação de lodo e construção de outros tanques.

Recentemente, foi descoberta a possibilidade de se obter a granulação do lodo de um reator operando em bateladas sequenciais. Recorre-se como principal recurso à manipulação dos intervalos de sedimentação, que gradativamente reduzidos permitem a formação seletiva de grânulos de dimensões substancialmente maiores do que as dos flocos normais de lodo ativado, com maior densidade. Como resultado, tem-se observado a formação de um lodo com ótimas propriedades de tratamento. O lodo pode ser mantido com concentrações de sólidos biológicos bem acima da que ocorre normalmente em processos de lodo ativado, dotando-o de grande capacidade de recebimento de carga. Outro aspecto bastante atraente é a possibilidade de se controlar a aeração de forma a manter condições anóxicas no interior dos grânulos e assim permitir a ocorrência da desnitrificação do esgoto, simultaneamente à nitrificação do esgoto (na parte mais externa dos grânulos) que deverá ser garantida mediante a imposição de idade do lodo adequada. Além disso, tem sido observado que, mantendo-se a fase de enchimento do reator em fluxo ascendente, com boa distribuição pelo fundo e sem aeração, fazendo com que o efluente percorra pela manta de lodo, favorece-se o crescimento de organismos acumuladores de fósforo, tornando possível a remoção mais eficiente

deste importante constituinte do esgoto, além de resultar em um granulo mais coeso e estável do que os grânulos cuja predominância é de bactérias heterotróficas de rápido crescimento.

Em síntese, é possível realizar um tratamento com excelentes propriedades técnicas, em sistemas mais compactos e econômicos em comparação com as diversas opções disponíveis. Porém, além de ser uma alternativa recente, as principais informações são provenientes de pesquisas em países de clima temperado, de forma que se entende ser oportuno o reconhecimento das condições necessárias para a formação dos grânulos em países tropicais. Além disso, a maioria das pesquisas nessa área foram realizadas com uso de efluentes sintéticos em escala laboratorial ou com emprego de efluentes industriais de alta carga orgânica, o que motiva a proposta desta pesquisa, onde utiliza-se primeiramente um reator de bancada alimentado com esgoto sintético e posteriormente um reator em escala piloto, alimentado com esgoto universitário.

2. OBJETIVOS

2.1. Objetivo geral

O objetivo geral do presente estudo é a identificação das condições necessárias para o desenvolvimento de lodo granular aeróbio em dois reatores de bateladas sequenciais, sendo um de bancada, alimentado com efluente sintético, e outro, em escala piloto, alimentado com esgoto sanitário proveniente de rede coletora de um campus universitário.

2.2 Objetivos específicos

Os objetivos específicos deste estudo são:

- Identificar os principais fatores operacionais necessários à ocorrência da granulação do lodo ativado em um reator em bateladas sequenciais inoculado com lodo ativado convencional;
- Desenvolver uma estratégia de partida de um reator em bateladas sequenciais visando o desenvolvimento de lodo granular aeróbio;
- Avaliar as características morfológicas e a sedimentabilidade do lodo granular aeróbio;
- Avaliar as propriedades de tratamento do lodo granular aeróbio quanto à remoção de matéria orgânica, nitrogênio e fósforo de efluente sintético e de esgoto universitário (efluentes de baixa e média carga).

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

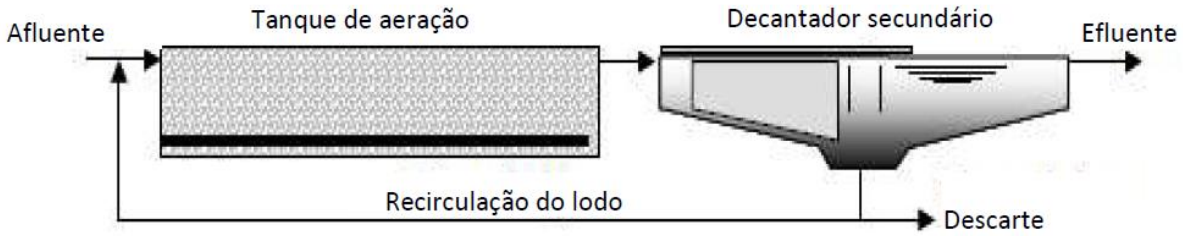
3.1. Lodo Ativado

O sistema de lodos ativados é o tratamento biológico mais utilizado na atualidade para tratar esgoto doméstico devido à sua alta eficiência (HREIZ et al., 2015). Nesta tecnologia, utiliza-se uma comunidade microbiológica diversificada, consistindo em vírus, fungos, algas, protozoários e, predominantemente, bactérias, sendo estas últimas as principais responsáveis pelo tratamento do esgoto. O crescimento da biomassa no sistema de lodos ativados é dado na forma de flocos que utilizam o substrato presente no esgoto bruto para se desenvolver no reator, acarretando na remoção de matéria orgânica, e em determinadas condições, nitrogênio e fósforo (VON SPERLING, 2002).

Por definição, o sistema básico de lodos ativados de fluxo contínuo, conforme ilustrado na Figura 1 abaixo, é composto pelas seguintes etapas unitárias (TCHOBANOGLOUS et al., 2003):

- Tanque de aeração, o qual consiste no reator onde os microrganismos responsáveis pelo tratamento são mantidos em suspensão (mistura completa);
- A unidade de separação da fase sólida da fase líquida, normalmente consistindo no tanque de clarificação (decantador secundário);
- O sistema de recirculação de sólidos (biomassa) para retorno destes até o tanque de aeração;
- O sistema de descarte de lodo em excesso.

Figura 1 – Configuração básica de um sistema de lodos ativados de fluxo contínuo de aeração prolongada.



Fonte: Adaptado de Kreuk, 2006.

3.2. Remoção de Matéria Orgânica.

A remoção de matéria orgânica é realizada principalmente por organismos heterotróficos, predominantemente bactérias, porém também por fungos. Os microrganismos presentes nos sistemas de lodos ativados realizam a quebra da matéria orgânica por dois processos distintos, sendo eles a oxidação biológica (Equação 1) e a biossíntese (Equação 2), sendo que ambos os processos resultam na remoção da matéria orgânica (Demanda Bioquímica de Oxigênio) presente nas águas residuárias (GRAY et al., 2004).

Material particulado e carbono orgânico coloidal precisam ser antes hidrolisados para então serem incorporados (metabolizados pelos microrganismos). A parcela de carbono orgânico particulado não biodegradável é incorporada pelos flocos do lodo biológico e removidos do sistema através do descarte do excesso de lodos (Figura 1).

$$Matéria\ Orgânica\ +\ 02\ +\ bactérias\ = CO2 + NH3 + outros\ produtos + energia$$

(1)

$$Matéria\ Orgânica\ +\ 02\ +\ bactérias\ = C5H7NO2\ (crescimento\ celular)$$

(2)

Apesar dos principais processos de remoção de matéria orgânica acontecer em condições aeróbicas, à matéria orgânica também pode ser oxidada através da ocorrência de processos relacionados à remoção de nutrientes. Por exemplo, alguns organismos heterotróficos são capazes de oxidar carbono orgânico usando nitrito ou nitrato com aceptor de elétrons em condições anóxicas (desnitrificação). Ainda existem também processos de remoção de matéria orgânica em condições anaeróbias que envolvem a remoção de fósforo, que será explicado a seguir.

3.3. Remoção de Nitrogênio

A eliminação de nitrogênio das águas residuais envolve duas etapas distintas: a nitrificação e a desnitrificação. Durante a nitrificação, o amônio passa o nitrato em

condições aeróbias, tendo o oxigênio como aceptor de elétrons na cadeia respiratória, (BASSIN, 2012). Nesta etapa, a alcalinidade é consumida durante a oxidação do amônio (METCALF; EDDY, 2016).

Na desnitrificação, o nitrato é convertido a nitrogênio gasoso (N_2), tendo como possíveis intermediários gasosos óxido nítrico (NO) e óxido nitroso (N_2O), igualmente lançados na atmosfera (BASSIN, 2012). Para que ocorra a desnitrificação, é necessário ambiente anóxico, onde microrganismos específicos atuam nessas etapas de conversão biológica.

Inicialmente, o amônio é aerobicamente convertido a nitrito através da ação de bactérias oxidadoras de amônio (BOA); em seguida o nitrito é oxidado a nitrato pela ação de bactérias oxidadoras de nitrito (BON).

As bactérias envolvidas no processo de nitrificação são autotróficas, uma vez que utilizam o CO_2 (Dióxido de Carbono) como fonte de carbono e requerem oxigênio dissolvido para oxidar compostos inorgânicos ($N\text{-}NH_4^+$ ou $N\text{-}NO_2$) e obter energia para as células (METCALF; EDDY, 2016).

Os fatores mais influentes no processo de nitrificação são temperatura, pH, oxigênio dissolvido e tempo de retenção celular. De acordo com Surampalli et al. (1997), condições ótimas para nitrificação são: temperatura entre 25 e 35 ºC, pH entre 7,5 e 9 e concentração de oxigênio dissolvido superior a 2 $mg \cdot L^{-1}$. Além disso, como as bactérias nitrificantes apresentam crescimento lento, são necessários tempos de retenção celular relativamente elevados para que elas sejam mantidas no interior do reator (BASSIN, 2012).

Durante a desnitrificação, o nitrito e o nitrato são reduzidos a nitrogênio gasoso pela ação de micro-organismos heterotróficos sob condições anóxicas.

A maior parte das bactérias desnitrificantes são organismos facultativos aeróbios com habilidade de utilizar oxigênio, nitrito, nitrato e alguns podem ainda, efetuar fermentação na ausência de nitrato ou oxigênio (METCALF; EDDY, 2016).

O doador de elétrons na desnitrificação é a fonte de carbono, que normalmente é adicionada às águas residuais - metanol ou etanol, por exemplo, enquanto os compostos de nitrogênio atuam como aceptores de elétrons (LU et al., 2014).

A perda de alcalinidade durante a nitrificação pela liberação de íons H+ pode ser contornada por sua produção durante a desnitrificação.

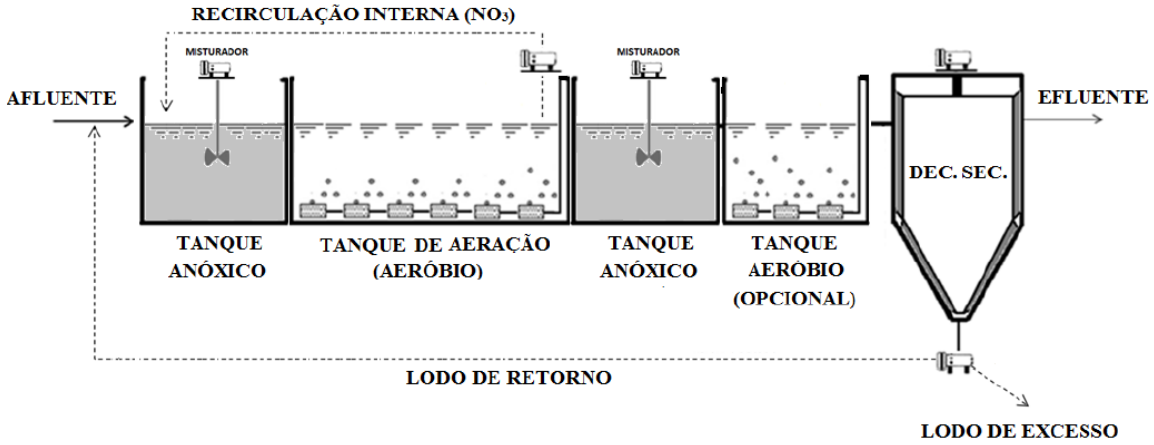
A configuração dos sistemas de remoção de nitrogênio (Figura 2) consiste em uma modificação dos sistemas de tratamento de lodos ativados para remoção de matéria orgânica, a qual consiste na inclusão de uma câmara anóxica (reator) antes do tanque de aeração. Uma recirculação interna, entre o tanque de aeração e a câmara anóxica é realizada, e seu objetivo é enviar o nitrato gerado no tanque de aeração (processo de nitrificação) para a câmara anóxica, onde ocorrerá a desnitrificação, com utilização da carga orgânica afluente contida no efluente bruto (DANTAS, 2018).

Figura 2 – Configuração de sistema de lodos ativados adaptado para remoção de nitrogênio.

Fonte: Adaptado de Coma Bech, 2011.

Além do processo de remoção de nitrogênio com a câmara anóxica instalada antes do reator aeróbio (pré-desnitricação) existe a configuração no qual a zona anóxica é posicionada no processo, após o reator aeróbio, variação conhecida por pós-desnitrificação. O processo Bardenpho de três estágios corresponde a uma combinação de dois arranjos (pré-desnitrificação e pós-desnitrificação) e está apresentado a seguir na Figura 3.

Figura 3 - Representação esquemática de um sistema de lodo ativado pelo processo Bardenpho de três estágios.



Fonte: Adaptado de VON SPERLING, 2002; VAN HANDEL e MARAIS, 1999.

3.4. Remoção de Fósforo

Nas águas residuarias, o fósforo pode estar presente nas formas de ortofosfato, polifosfato e fósforo orgânico, sendo a primeira a formar-se mais facilmente removível (SURAMPALLI et al., 1997).

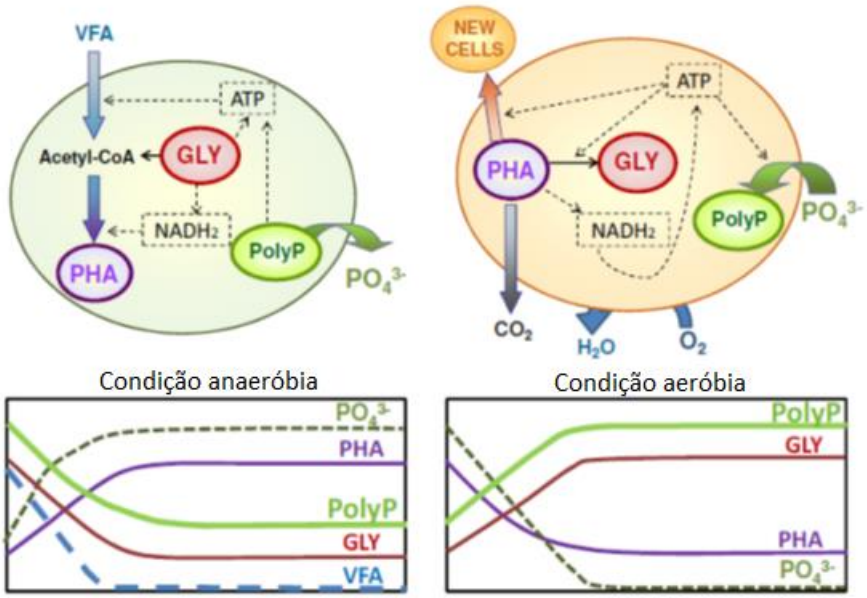
O método tradicional para remover fósforo de águas residuárias é baseado na dosagem de agentes químicos (ferro, alumínio ou hidróxido de cálcio) visando à precipitação do fósforo. A remoção de fósforo físico-química apresenta alta eficiência, contudo resulta em uma alta geração de lodo. Outra desvantagem dessa alternativa é a possibilidade de conferir toxicidade ao efluente devido à adição de produtos químicos e os altos custos operacionais envolvidos devido aos insumos químicos demandados e à alta geração de lodo (PUIG, 2008).

A remoção biológica de fósforo é baseada na bioacumulação de fósforo, de forma que o nutriente fica imobilizado dentro das células dos microrganismos. Os organismos responsáveis pela incorporação do fósforo são chamados de PAOs (do inglês phosphorus accumulating organisms). Esses organismos são capazes de armazenar fosfato como um polifosfato intracelular (Poli-P), de forma que quando realizado o descarte de lodo do sistema, resulta-se na remoção do fósforo presente no efluente (OEHMEN et al., 2007).

A remoção biológica de fósforo é alcançada pela combinação de condições anaeróbias e aeróbias, conforme apresentado abaixo na Figura 4. Durante a fase

anaeróbia (ausência de oxigênio, nitrito ou nitrato) os PAOs são capazes de incorporar matéria orgânica facilmente biodegradável (ácidos voláteis) na forma de Polihiidroxialcanoatos (PHAs) (MINO et al., 1987). A energia obtida pela hidrólise dos polifosfatos armazenados internamente resultam na liberação de fosfato no meio líquido durante esta fase. Na fase aeróbica na sequência, os PAOs utilizam seus PHAs armazenados previamente como fonte de energia para crescimento da biomassa e para reposição de glicogênio e de Poli-P, resultando na remoção de fósforo do meio líquido uma vez que o nutriente é bioacumulado dentro das células. No balanço final, sendo a taxa de incorporação de fósforo na fase aeróbia maior do que a liberação de fósforo na fase anaeróbia, obtêm-se e remoção de fósforo do sistema. Na Figura 4, as linhas sólidas representam o perfil de concentrações dos produtos armazenados e as linhas pontilhadas os perfis de concentração no meio líquido.

Figura 4 – Representação esquemática do metabolismo anaeróbio (esquerda) e aeróbio (direita) dos PAOs.



Fonte: Adaptado de Coma Bech, 2011.

Uma das principais causas da deterioração do desempenho dos sistemas de remoção biológica de fósforo está associada à competição entre PAO e organismos acumuladores de glicogênio, GAO - do inglês, glycogen accumulating organisms (BASSIN, 2012). Assim como PAO, GAO são capazes de proliferar sob sistemas

com alternância de condições anaeróbias e aeróbias, no entanto não liberam nem absorvem polifosfato, não contribuindo, portanto, para a remoção de fósforo nos sistemas EBPR - do inglês, enhanced biological phosphorus removal (OEHMEN et al., 2007). Em condições anaeróbias, GAO obtém energia a partir do glicogênio para metabolizar os ácidos graxos voláteis (AGV) e armazenar PHA; já em condições aeróbias, o PHA armazenado é oxidado, levando à restauração das reservas de glicogênio e ao crescimento celular (BASSIN, 2012). Uma vez que os GAOs consomem AGV sem contribuir com a remoção de fósforo, estes organismos são indesejáveis nos sistemas EBPR (OEHMEN et al., 2007).

Fósforo também pode ser capturado em ambiente anóxico, pela atividade dos organismos acumuladores de fósforo desnitrificantes (DPAO). Sob condições anóxicas, esses organismos usam nitrito ou nitrato em vez de oxigênio como aceptor de elétrons e, portanto, realizam simultaneamente a absorção de fósforo e desnitrificação (OEHMEN et al., 2007).

Um tipo de configuração existente para um sistema de lodos ativados cujo objetivo, além da remoção de matéria orgânica e a remoção também de nitrogênio e de fósforo, é o sistema Bardenpho^{TM} modificado de cinco estágios o qual consiste na combinação de condições anaeróbias, aeróbias e anóxicas (PUIG, 2008).

3.5. Reator em Bateladas Sequenciais (RBS)

O reator em bateladas sequenciais (RBS) consiste em um único reator de mistura completa, no qual ocorrem todos os processos envolvidos no sistema de lodos ativados de fluxo contínuo (DE KREUK, 2006). Usualmente o ciclo de um RBS consiste nas etapas de enchimento, reação, sedimentação, descarte e repouso. A seguir explica-se com brevemente cada etapa do ciclo de um reator RBS:

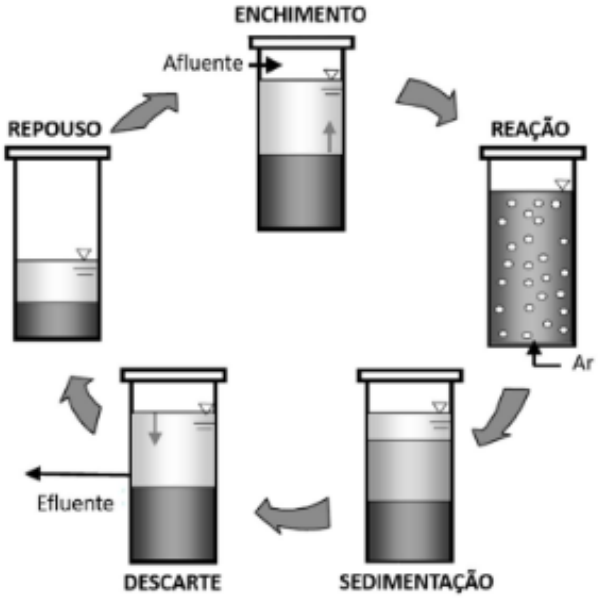
- Fase de enchimento: o esgoto bruto alimenta e enche o tanque até o nível superior de operação (JORDÃO; PESSOA, 2011). Há três formas de alimentação do RBS: enchimento estático, enchimento com mistura e enchimento com reação. O enchimento estático envolve a introdução de esgoto sem mistura ou aeração, sendo mais comum em estações que objetivam a remoção de nutrientes. Nestas aplicações, percola pela manta de lodo sedimentada, de forma que os micro-organismos estejam expostos a uma quantidade suficiente de substrato, sob condições

anóxicas ou anaeróbias. Já no enchimento com reação, tanto a mistura quanto a aeração são efetuados (VON SPERLING, 2002).

- Fase de reação: consiste na fase de aeração quando o lodo biológico consome a carga orgânica sob condições controladas, que pode ser apenas aeração ou aeração cíclica e mistura, para possibilitar a nitrificação e desnitrificação visando remoção de nitrogênio (METCALF; EDDY, 2016).
- Fase de sedimentação: nesta fase desliga-se a aeração de forma a permitir que o reator funcione de forma análoga a um decantador secundário em uma Estação de Tratamento de Efluentes (ETE) convencional. Desta forma é possível realizar a separação sólido/líquido, resultando em um sobrenadante clarificado, o qual poderá ser descartado do reator como efluente tratado na fase de descarga (METCALF; EDDY, 2016).
- Fase de descarga: durante esta fase ocorre o esvaziamento do reator com a retirada do sobrenadante. Para tal, visando minimizar o arraste de lodo, são utilizados vertedores flutuantes para retirar o clarificado no nível d'água, ou seja, o mais longe possível da manta de lodo. A manta de lodo no fundo do reator permanece pois mantém-se uma pequena altura de proteção do clarificado acima da manta de lodo, também conhecida por altura de transição (JORDÃO; PESSOA, 2011).

Na Figura 5 a seguir são ilustradas todas as fases que compõem o ciclo de operação de um reator em bateladas sequenciais (RBS).

Figura 5 – Representação esquemática das fases operacionais de um reator em bateladas sequenciais.



Fonte: Adaptado de DE KREUK, 2006.

Como será mencionado, os RBS são ideais para o cultivo de lodo granular aeróbio uma vez que possibilitam a aplicação de condições de alto estresse hidrodinâmico, com situações anaeróbias, anóxicas e aeróbias, que são necessárias para o processo de granulação. Por isso, os grânulos aeróbios são quase que exclusivamente produzidos em RBS (SARMA et al., 2017).

3.6. Lodo Granular Aeróbio

3.6.1. Contexto

A tecnologia de lodo granular foi inicialmente concebida para sistemas anaeróbios em 1980, sendo a formação dos grânulos realizada em reatores anaeróbios de fluxo ascendente e manta de lodo (GONZALEZ-GIL et al., 2001).

O processo de granulação foi primeiramente observado por Lettinga et al. (1980) que desenvolveram grânulos anaeróbios em reator de manta de lodo e fluxo ascendente, popularmente conhecido como UASB (da terminologia inglesa Upflow Anaerobic Sludge Blanket). Apesar das altas eficiências de remoção alcançadas pelo UASB e o baixo custo atrelado ao tratamento, esses reatores apresentam

longos períodos de partida (start-up), temperatura de operação relativamente alta, inadequação para o tratamento de esgoto de baixa carga, além da incapacidade de remover nutrientes (LIU et al., 2007a). Visando superar estas lacunas, foi desenvolvida a tecnologia de lodo granular aeróbio, inicialmente reportada por Mishima e Nakamura (1991) e sendo extensivamente estudada por diversos pesquisadores desde então, como MORGENROTH et al., 1997, BEUN et al., 1999; QIN et al., 2004; NI et al, 2009, DERLON et al, 2016; CETIN et al., 2018.

A primeira patente dessa tecnologia foi concedida a Heijnen e Van Loosdrecht (2002). Representando um dos grandes avanços em biotecnologia ambiental, a tecnologia de granulação aeróbia é promissora e inovadora para a área de tratamento de águas residuárias.

3.6.2. Definição

Os grânulos aeróbios são agregados microbianos esféricos ou elípticos automobilizados, isto é, consistem em um caso especial de biofilme que não requer o uso de material suporte. Esses sistemas biológicos apresentam uma grande diversidade de micro-organismos, incluindo bactérias aeróbias e facultativas, cada qual com sua função específica na degradação dos poluentes presentes em águas residuárias (LIU; TAY, 2004). Primordialmente, a biogranulação envolve interações entre células, contemplando fenômenos biológicos, físicos e químicos, os quais estão relacionados com a formação de associações multicelulares bastante estáveis e contíguas. Para que as bactérias presentes em uma cultura se agreguem, diversas condições devem ser asseguradas (KHAN et al., 2012). Hoje já existem aplicações em larga escala que mostram resultados tanto na remoção de carga orgânica, quanto de nitrogênio e fósforo, com um consumo energético menor do que os sistemas de lodos ativados tradicionais (PRONK et al., 2015).

3.6.3 Mecanismos de Granulação

Um dos principais mecanismos de granulação comumente apontado em estudos prévios é o aumento da hidrofobicidade das células microbianas, o que leva a intensificação das interações célula-célula propiciando a formação de bioagregados estáveis e coesos (TAY et al., 2005). Alguns dos fatores operacionais

apontados como causa do aumento da hidrofobicidade das células é à força de atrito hidrodinâmica, atuante nos grânulos (ou flocos) existentes no reator, causada pela velocidade ascensional do ar em reatores de coluna de bolhas, podendo levar a um aumento da relação entre proteínas extracelulares e polissacarídeos resultando no aumento da hidrofobicidade das células (KHAN et al., 2012).

Quando expostos a ambientes tais como os reatores de colunas de bolhas sob forte aeração, os grânulos aumentam a produção de uma substância hidrofóbica chamada de EPS (da terminologia inglesa "*Extracellular Polymeric Substance*"). EPS são macromoléculas orgânicas secretadas pelos micro-organismos (principalmente bactérias), submetidos a tais condições ambientais, que formam uma matriz tridimensional que atua como base estrutural para a agregação da cultura de células, levando a formação dos grânulos (YAN et al., 2012). Estudos apontam que a quantidade de EPS verificada em grânulos aeróbios é muito maior do que é verificado em flocos de sistemas convencionais de lodos ativados (ADAV et al., 2007).

Portanto, conclui-se que a formação de EPS tem papel importante na granulação aeróbia, principalmente devido a três fatores:

- Aumento da hidrofobicidade da superfície celular, que resulta numa redução da energia livre de Gibbs que propicia uma maior capacidade de coagulação entre as células (LIU et al., 2003);
- Diminuição da carga líquida superficial das células: normalmente a superfície de células de micro-organismos é negativamente carregada, o que causa repulsão eletrostática entre células, dificultando a agregação. Desta forma a excreção de EPS resulta na diminuição da carga líquida negativa da superfície das células, contribuindo para a ocorrência de agregação de diferentes organismos unicelulares, levando à formação dos agregados estáveis na forma granular (SHOW et al., 2012);
- Função de ponte intercelular: o polímero extracelular (EPS) pode servir como uma ponte adesiva para conectar diferentes microcolônias (pequenos grânulos) em grânulos maiores. Pesquisas prévias mostraram que a função de ponte na formação de grânulos é intensificada quando é verificada a produção de EPS (JIANG et al., 2002).

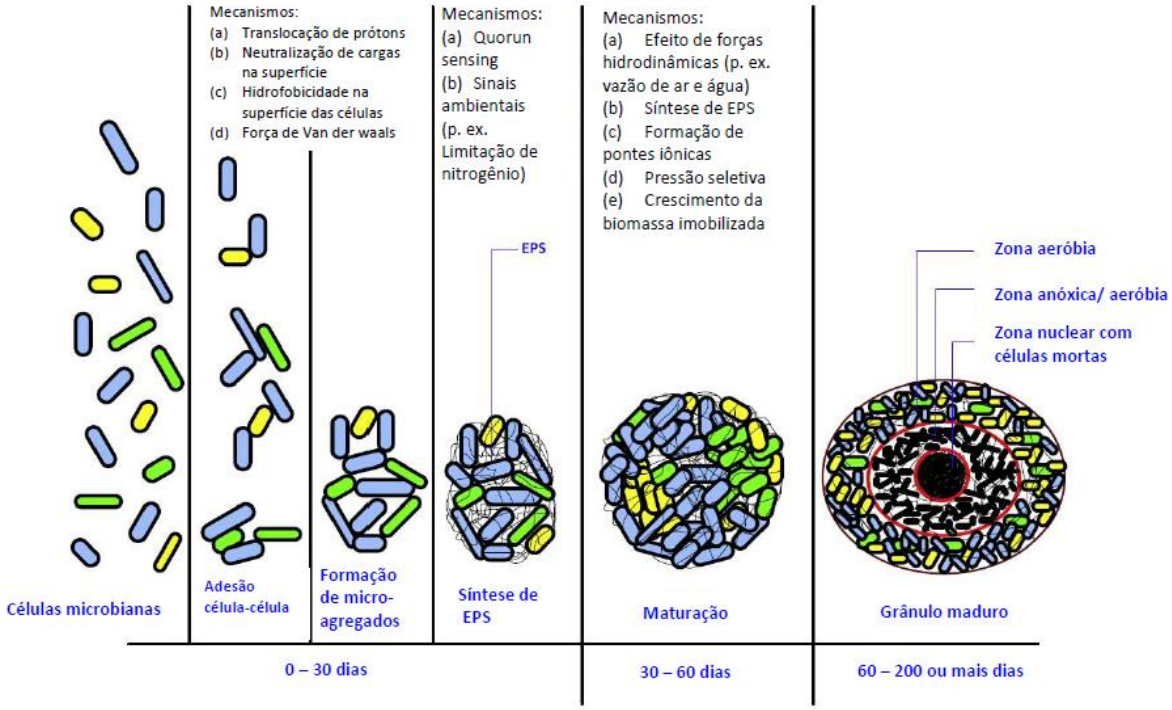
3.6.4. O Processo de Granulação

Em linhas gerais, a granulação aeróbia consiste em um processo gradual envolvendo a transformação de lodo ativado em agregados compactos, os quais posteriormente adquirem a forma de lodo granular e finalmente de grânulos maduros (TAY et al., 2001).

Existem várias teorias para explicar o processo de granulação, sendo uma das mais recentes a proposta por Zhang et al. (2016). Segundo este mecanismo (Figura 6), o processo de granulação ocorre em quatro etapas, descritas simplificadamente a seguir:

- Ligação inicial célula-célula dando princípio ao processo de granulação;
- Desenvolvimento de microagregados por essas células auto-fixadas;
- Biossíntese de substâncias poliméricas extracelulares (EPS do inglês extracelular polymeric substance) pelos microrganismos agregados;
- Maturação dos grânulos em resposta aos parâmetros hidrodinâmicos externos aplicados pela configuração do reator e condições de operação.

Figura 6 - Representação esquemática da formação dos grânulos e dos mecanismos envolvidos em cada etapa.



Fonte: Adaptado de SARMA et al., 2006.

Uma peneira pode ser utilizada para classificação dos grânulos e para observar a proporção de grânulos no total de biomassa. O processo de granulação é considerado completo quando a percentagem de grânulos for equivalente a 80% do total de sólidos presentes no reator (DE KREUK et al., 2005).

3.6.5. Propriedades do Lodo Granular Aeróbio

O lodo granular aeróbio não coagula em tensões hidrodinâmicas reduzidas e sua velocidade de sedimentação é muito superior àquela apresentada pelo lodo ativado (DE KREUK et al., 2005). O lodo granular apresenta velocidade de sedimentação que varia de 18 a 90 m/h (XIAO et al., 2008). O índice volumétrico de lodo (IVL), outro parâmetro relacionado à sedimentação, é menor que 80 mL/L (LEE et al., 2004). No caso dos grânulos aeróbios, o IVL_5 é o mesmo do IVL_{30}. O diâmetro dos grânulos é maior que 0,2 mm, podendo alcançar até 16 mm (BEUN et al., 1999; ZHENG et al., 2006).

Algumas importantes características apresentadas pelo lodo granular aeróbio são (BEUN et al., 1999; LIU; TAY, 2004; DE KREUK; van LOOSDRECHT, 2004; GAO et al., 2011):

- Excelente sedimentabilidade, favorecendo a separação entre os sólidos e o efluente;
- Forma regular, lisa e praticamente arredondada;
- São visíveis e formam uma fase separada no líquido durante as fases de aeração e sedimentação;
- Possibilitam a retenção de altas concentrações de biomassa no reator e permitem a operação com altos tempos de retenção celular e o tratamento de efluente com altas cargas orgânicas;
- Estrutura microbiana densa e forte, capaz de suportar altas velocidades de fluxo e altas forças de cisalhamento e resultando em alta sedimentabilidade;
- Presença de porosidade permitindo a difusão e transporte de matéria orgânica (substrato), nutrientes e aceptores de elétrons (oxigênio molecular e NO_X) para dentro do grânulo permitindo a manutenção da bioativiade;
- Presença de zonas anaeróbias e anóxicas no interior da estrutura granular, permitindo a ocorrência de diferentes processos biológicos na mesma unidade reacional, tais como nitrificação e desnitrificação simultâneas, nitritação parcial do amônio a nitrito, a reação Anammox e a desfosfatação desnitrificante;
- Menores custos de operação em comparação com o processo convencional de lodos ativados, devido e um reator menor, quando comparado com sistemas SBRs convencionais, uma vez que o reator em batelada granular atinge concentrações de lodo maiores e aceita maiores cargas de aplicação do que os SBRs convencionais.

3.6.6. Principais Condições Operacionais Necessárias para a Granulação

Uma das primeiras pesquisas que descreveu a formação e o desenvolvimento de lodo granular aeróbio foi realizada por Beun et al. (1999), em um reator em batelada sequencial (RBS). Subsequentemente, diversos estudos reportaram a

formação de grânulos aeróbios no mesmo tipo de biorreator (TAY et al., 2002; LIU; TAY, 2002). O processo de granulação é influenciado por diversos fatores, tais como composição de substrato (TAY et al., 2001), inóculo (LIU; TAY, 2004), carga orgânica (LI et al., 2006), estratégia de alimentação (DE KREUK; VAN LOOSDRECHT, 2004), configuração do reator (LIU et al., 2005), tempo de sedimentação (QIN et al., 2004), temperatura (DE KREUK et al., 2005), concentração de oxigênio dissolvido (STURM; IRVINE, 2008) e forças hidrodinâmicas promovidas pela aeração (TAY et al., 2001).

Portanto, devem-se criar condições operacionais específicas no sistema RBS para prover uma combinação de condições favoráveis para a formação e acumulação de grânulos no reator de batelada sequencial (SHENG et al., 2010). Dentre as principais condições operacionais importantes para obtenção da granulação, pode-se citar:

Composição do substrato: a variação da composição do substrato afluente ao reator pode resultar em grânulos com diferentes características morfológicas, uma vez que a microestrutura dos grânulos, assim como a diversidade biológica presente nos grânulos é determinada pelo tipo de substrato fornecido ao sistema. Lodo aeróbio granular tem sido cultivado com uma grande variedade de substratos com diferentes fontes de carbono, desde glicose, acetato, etanol até efluentes sintéticos (GAO et al., 2011).

Taxa de aplicação de substrato: a formação de grânulos em reatores aeróbios já foi observada em sistemas com diferentes taxas de alimentação de substrato. A granulação é possível sob altas taxas de alimentação de substrato, como 15 kg de DQO/m^3.dia sem comprometer a estabilidade dos grânulos. Ao mesmo tempo, estudos como o de Liu et al. (2003) mostraram que a granulação é possível sob taxas mais baixas de alimentação de substrato, como da ordem de 2,5 kg de DQO/m^3.dia. Boas remoções de carga orgânica foram obtidas operando quatro reatores granulares em batelada com taxas de alimentação orgânica variando de 0,7 a 5,0 kg DQO/m^3.dia (del Río et al., 2012). Contudo, deve-se considerar uma taxa de aplicação média ao sistema, pois altas taxas de alimentação orgânica podem levar a formação de grânulos muito grandes, podendo ocorrer limitação de substrato disponível nas regiões interiores dos grânulos (devido a limitações de difusão do substrato para as regiões interiores). Desta forma, é possível a ocorrência

de atividade anaeróbia acentuada dentro dos grânulos, com a produção de ácidos orgânicos e biogás, enfraquecendo a estrutura interna do grânulo (ZHENG et al., 2006) ou ainda a inativação da atividade microbiana no interior dos grânulos e por consequência a morte e lise dos núcleos dos mesmos, ocorrendo a desagregação e perda da granulação. Assim, a biomassa desagregada perde a boa sedimentabilidade, sendo a mesma extraída do sistema junto com o efluente descartado.

Força de cisalhamento hidrodinâmica: estudos prévios (LIU; TAY, 2002) apontam que a presença de uma alta força de cisalhamento devido a ação hidrodinâmica da velocidade ascensional do ar (da ordem de 1,2 cm/s) nos reatores de coluna tipo RBS propicia a formação de grânulos aeróbios mais compactos, densos e estáveis. A explicação se baseia na ideia de que quando submetida às condições de stress, devido à ação da força de cisalhamento hidrodinâmica, a comunidade microbiana se agrega na forma de grânulos visando à proteção e a integridade física (SHOW et al., 2012). Quanto maior for a força hidrodinâmica, mais compactos, menores e densos serão os grânulos, deixando-os isentos dos efeitos adversos da limitação de difusão do substrato para o seu interior, garantindo boas condições de operação do reator, e mantendo desta forma a qualidade espera no efluente tratado e descartado do sistema (TAY et al., 2001b). De acordo com Liu e Tay (2002), a formação, estrutura e metabolismo da imobilização da comunidade microbiana estão ligados à força de cisalhamento hidrodinâmico nos reatores. Segundo Sturm e Irvine (2008), isso pode ser descrito em termos de velocidade superficial do gás de fluxo ascendente, ou seja, é a taxa de aeração aplicada sobre a área da base do reator. Grânulos mais compactos, estáveis e densos estão relacionados com uma força de cisalhamento hidrodinâmica maior (LIU; TAY, 2002). Em termos de engenharia, essa força pode ser manipulada, como um parâmetro de controle, para aumentar o processo de granulação microbiana (LIU; TAY, 2002).

Beun et al. (1999) observaram que altas velocidades do fluxo gasoso são as principais causas de forças de cisalhamento nas estruturas biológicas (floculares ou granulares). A uma taxa de fluxo de gás de 4,1 cm/s, observou-se desprendimento de organismos filamentosos das estruturas granulares, permitindo a obtenção de grânulos mais lisos e compactos e com melhor sedimentabilidade. Já os organismos filamentosos desprendidos, foram removidos devido à baixa sedimentabilidade

destes, quando desprendidos dos grânulos.**Tempo de sedimentação:** em reatores RBS para granulação do lodo aeróbio, este fator é umas das mais importantes pressões de seleção utilizadas para se obter a granulação (ZHU et al., 2012). Pequenos tempos de decantação devem ser aplicados para que somente partículas com alta velocidade de sedimentação sejam retidas no reator. Em contrapartida, partículas com velocidades de sedimentação menores, tais como os flocos microbianos e organismos de natureza filamentosa são arrastados do sistema. Consequentemente, altas cargas volumétricas podem ser aplicadas, resultando em uma configuração compacta, pois o lodo granular possui rápida sedimentação, resultando em uma alta retenção de sólidos no reator, o que equivale a altas concentrações de biomassa no sistema (em termos de SST/SSV), o que confere uma alta capacidade do sistema granular para tratar substratos de alta carga orgânica (TAY et al., 2004). Caso elevados tempos de decantação sejam empregados, a biomassa pouco sedimentável não será removida efetivamente e pode competir com as partículas formadoras de grânulos. Consequentemente, o processo de granulação pode vir a falhar (LIU et al., 2005). Estudos prévios apontam que o tempo de sedimentação de sistemas de lodo granular em reatores RBS deve ficar entre 2 e 10 minutos (SHOW et al., 2012) quando se considera reatores de coluna de bolhas em escala laboratorial (alta relação H/D), sendo que já se observou ótimos resultados de granulação do lodo, quando aplicado ao sistema um tempo de sedimentação de 5 minutos (ADAV et al., 2009). Mais importante do que o tempo de sedimentação, é fixar uma velocidade de sedimentação e, desta forma, o tempo de sedimentação imposto ao sistema será definido como função da altura da coluna do reator, do ponto onde é feito o descarte do efluente tratado e da vazão de descarte. Aplicando baixos tempos de sedimentação nos sistemas, visando a obtenção da granulação do lodo pode indiretamente impor uma idade baixa do lodo ao sistema, da ordem de 10 dias (conforme o estudo de SHENG et al., 2010), pois a biomassa flocular e filamentosa acaba sendo removida do sistema junto com o efluente tratado e descartado. Depois que é obtida uma boa granulação do reator (porcentagem mássica de grânulos da ordem de 80% em relação ao total de biomassa do sistema) naturalmente o sistema operará com maiores idades de lodo, uma vez que a biomassa granular não é descartada junto com o efluente tratado.

Relação A/D: a relação entre a altura da coluna do reator RBS e o diâmetro da coluna de bolhas do reator é uma variável construtiva que influencia a granulação do lodo, incluindo sua forma e natureza (ZHU et al., 2008). Uma alta relação H/D resulta em grânulos com uma alta razão proteínas/polissacarídeos favorecendo a formação de grânulos fortes e com alta sedimentabilidade.

Tempo de detenção hidráulica: Khan et al. (2012) apontaram que curtos tempos de detenção hidráulica são favoráveis à granulação. Estudos mostram que os grânulos de sistema com curtos TDH's apresentaram maiores diâmetros, maior força e coeficientes de integridade (IC), além de uma maior hidrofobicidade e relação de proteína/polissacarídeos (PAN et al., 2004). O Tempo de Detenção Hidráulica (TDH) é resultado de dois outros parâmetros operacionais, os quais são a Razão de Troca Volumétrica e o Tempo do Ciclo de Operação do reator RBS. Por exemplo, uma Razão de Troca Volumétrica de 55% combinada com um Tempo de Ciclo de Operação de 3 horas resulta num TDH de 5,45 horas.

Razão de troca volumétrica: por definição, a razão de troca volumétrica é o volume de líquido do reator descartado ao final de cada ciclo operacional. Este volume é função da altura do ponto de descarte em relação à base do reator e pode ser expresso em termos de porcentagem do volume do reator. Estudos prévios (WANG et al., 2006) demonstraram que o reator RBS operando em altas razão De Troca Volumétrica atingiram rápida granulação, além de resultar em um lodo granular com ótimas características morfológicas e operacionais (IVL, tamanho, densidade, conteúdo de cálcio e EPS). A aplicação de altas razões de troca volumétrica só é viável nos sistemas de lodo granular devido às altas razões de sedimentação deste tipo de lodo, pois caso contrário a biomassa seria extraída do sistema junto com o efluente descartado.

Concentração de oxigênio dissolvido: altas concentrações de oxigênio dissolvido são indiretamente impostas ao sistema uma vez que se aplicam altas taxas de aeração visando a obtenção de altas forças hidrodinâmicas de cisalhamento. Estudos prévios já demonstraram que é possível obter granulação de lodo com diferentes concentrações de oxigênio dissolvido, desde de 0,7 mg/L (DANGCONG et al., 2001) até 2 mg/L (TAY et al., 2002b), contudo muitos estudos apontam que concentrações de OD da ordem de 40% da saturação de oxigênio não garantem um sistema granular estável em longo termo (DE KREUK et al., 2005).

Desta forma, é possível afirmar que altas concentrações de OD são importantes principalmente na partida do sistema para obter granulação. Além disso, baixas concentrações de OD combinadas com altas taxas de aplicação de substrato podem favorecer a proliferação de organismos filamentosos e floculentos, levando a perda de biomassa de sistemas operados com curtos tempos de sedimentação (LI; TAY, 2007). Contudo, em um sistema que já apresenta boa granulação do lodo, pode-se abaixar a concentração de OD no reator sem que seja observada uma diminuição na taxa de remoção de substrato. Isso pois em menores concentrações de OD, a remoção anóxica de substrato é favorecida. Apesar de a remoção anóxica de substrato ocorrer a menores taxas de conversão, nestas situações, a zona anóxica dos grânulos aumenta, devido a menor penetração de oxigênio dentro dos mesmos, fazendo com que a remoção de substrato se mantenha no mesmo patamar de sistema granulares operados em maiores níveis de OD. Já em relação à remoção de nitrogênio dos sistemas granulares, observou-se que apesar de baixas concentrações de oxigênio dissolvido a taxa de oxidação autotrófica de amônia diminuir (nitrificação), por outro lado a taxa de desnitrificação aumenta, levando à uma maior remoção global de nitrogênio em sistema operados com menores níveis de OD (DE KREUK et al., 2005).

Temperatura: a temperatura de operação do sistema de reatores RBS pode influenciar o desempenho assim como a própria granulação. Hailei et al. (2006) reportaram que temperaturas muito elevadas ou muito baixas podem afetar a granulação, sendo a influência da temperatura menor, quando o reator é operado dentro da faixa de 29 a 38 ºC. DE KREUK et al. (2005) demonstrarem que a partida de sistema RBS visando a granulação é dificultada em baixas temperaturas (8 ºC), pois é observada nestas condições a presença de substrato disponível na fase aeróbia e desta forma, é favorecido o surgimento de organismos filamentosas, resultando em grânulos instáveis e perda da biomassa do sistema. Contudo, o mesmo estudo demonstrou que sistemas que já apresentam boa granulação podem operar posteriormente a baixas temperaturas, sem comprometimento da estabilidade dos grânulos e da retenção da biomassa no sistema, contudo, sob tais condições, é verificada alta penetração de oxigênio no grânulo (devido à baixa atividade metabólica das camadas aeróbias exteriores do granulo), diminuindo o tamanho da

zona anóxica e, portanto, inibindo a desnitrificação e reduzindo a remoção global de nitrogênio do sistema.

pH: apesar de não ser apontado como um dos principais fatores responsáveis pela granulação aeróbia do lodo, o pH quando mantido numa faixa um pouco acima da neutra (7,5) favorece a granulação, porém, um valor mais elevado (da ordem de 8,5) pode inibir a granulação, conforme Hailei et al. (2006). Um pH levemente ácido pode resultar em grânulos compostos predominantemente por fungos cuja estrutura celular pode apresentar características filamentosas. Portanto, o controle da alcalinidade no efluente (substrato) é um fator importante para garantir uma boa granulação.

Relação A/M (alimentos/microrganismos): esta relação influencia a granulação, principalmente no que diz respeito ao tamanho dos grânulos. Desta forma, é esperado que quanto maior a relação A/M maior é o tamanho dos grânulos, devido à maior disponibilidade de substrato (LOBOS et al., 2008). Uma alta relação AM pode ser equivalente a altas taxas de alimentação de substrato, cuja consequência observada em outros estudos é a geração de grânulos de grande tamanho (LI et al., 2011). Analogamente, baixas relações A/M aplicadas resultam em grânulos menores. Desta forma, deve-se controlar esse parâmetro numa faixa ótima para garantir uma boa operação do sistema, de forma que não sejam formados grânulos muito grandes e que sofram limitação de difusão interna do substrato (MOY et al., 2002). Li et al., 2006 sugerem que se deve aplicar na partida do sistema uma alta relação A/M para favorecer a granulação e uma vez obtida a granulação do sistema, deve-se trabalhar com menores razões A/M.

Presença de íons divalentes de metais (Ca^{2+} e Mg^{2+}): estudos prévios demonstraram que a presença de cátions de Ca^{2+} ou Mg^{2+} aceleram o processo de granulação (YU et al., 2001), o que pode ser explicado por alguns mecanismos. Morgan et al. (1990) apontaram que os íons divalentes reduzem a carga negativa superficial dos grânulos, facilitando a agregação da biomassa, permitindo grânulos maiores e mais densos. Yu et al. (2001) propuseram que os íons divalentes atuam como pontes de cátions para aumentar a agregação, além de se ligar também com as moléculas de EPS, formando ligações do tipo EPS-Ca^{2+}-EPS, fortalecendo a estrutura granular. Grânulos com presença de cálcio precipitado em seu interior apresentaram maiores resistências à compressão (REN et al., 2008).

Regime "feast-famine" e processos simultâneos: consiste em uma estratégia de operação que busca o favorecimento de organismos de crescimento lento: um dos principais fatores responsáveis pela densidade e estabilidade dos grânulos é a taxa de crescimento dos micro-organismos. Organismos de crescimento lento, tais como os nitrificantes, formam grânulos mais densos e estáveis do que organismos que crescem rapidamente, tais como os heterotróficos (DE KREUK; VAN LOOSDRECHT, 2004). Grânulos menos estáveis são indesejáveis uma vez que são suscetíveis às tensões de cisalhamento e podem facilmente se desintegrar. Um método para selecionar organismos de crescimento lento em sistemas alimentados com substratos altamente biodegradáveis é fornecer condições para que estes microrganismos (PAO's e DPAO's) possam converter o substrato disponível em reservas energéticas na forma de polímeros intracelulares como polihidroxialcanoatos (PHA).

Essa conversão pode ser obtida por meio da aplicação de um regime *feast-famine* em um sistema descontínuo. Esse regime consiste num esquema operacional no qual o substrato é alimentado (período "feast") no reator com ausência de aeração, o que resulta em uma alimentação anaeróbia do substrato. Nesta fase "*feast"*, há abundância de substratos facilmente biodegradáveis, que são convertidos em PHA pelos organismos acumuladores de fósforo (PAO). Como essa etapa é realizada em condições anaeróbias, organismos acumuladores de polifosfato (PAO) e/ou organismos acumuladores de glicogênio (GAO) são favorecidos e podem ser selecionados desta forma (DE KREUK; VAN LOOSDRECHT, 2004).

Tais organismos possuem uma taxa de crescimento similar às bactérias nitrificantes. A fase seguinte, chamada de período "famine" é marcada pela presença de oxigênio (aeração), porém pela ausência de substrato facilmente biodegradável no efluente (que foi incorporado na forma de PHA pelos PAOs). Esta fase, comumente chamada de "aerobic starvation" possui maior tempo de duração do que a fase "famine", pois é nesta fase que ocorre o crescimento lento dos PAOs a partir da utilização dos polímeros PHAs acumulados no interior de suas células na fase anterior. Portanto, o período "famine" ou "aerobic starvation" favorecem a agregação da biomassa na forma de grânulos, sendo esta uma estratégia dos micro-organismos contra as condições ambientais de ausência de substrato (TAY et al.,

2001). Os polímeros armazenados intracelularmente conseguem ser utilizados para o crescimento e manutenção durante o período "*famine"*, (no qual o substrato externo é limitado) a partir da incorporação do fosfato (presente no efluente) na forma de poli-P, com consumo das moléculas de PHA acumuladas no regime anterior. Desta forma, o desenvolvimento de PAO's no lodo granular aeróbio possibilita a remoção de fosfato da água residuária, se o lodo granular for descartado do sistema no período aeróbio ("famine"), quando o mesmo possui fósforo incorporado intracelularmente na forma de poli-P. Entretanto, caso a fase "*feast"* seja mantida em condições aeróbias, o crescimento de outras bactérias heterotróficas será favorecido. Consequentemente, grânulos de forma irregular irão aparecer nos sistemas, prejudicando as propriedades de sedimentação e levando ao arraste de biomassa do reator.

O crescimento baseado em PHA é geralmente mais lento que aquele baseado em substratos facilmente biodegradáveis (BEUN et al., 2002). Com isso, a formação de polímeros de reserva auxilia o desenvolvimento de grânulos densos e estáveis (BEUN et al., 2002). Desta forma, pode-se dizer que o favorecimento de organismos de crescimento lento (PAOs e organismos desnitrificantes e desnitrificantes acumuladores de fósforo-DPAOs), fazendo com que os mesmos predominem no sistema, possibilita a formação de grânulos estáveis, além de resultar em sistemas que possibilitam a remoção simultânea de carga orgânica, fósforo e nitrogênio do efluente. Isso ocorre, pois, os PAOs são capazes de crescer na fase aeróbia, mesmo com ausência de substrato, uma vez que eles utilizam suas próprias reservas internas de substrato (BEUN et al., 1999).

Em sistemas de lodo granular, é possível se obter a remoção simultânea de matéria orgânica, nitrogênio e fósforo. Ao invés de diferentes compartimentos utilizados nos processos baseados em lodos ativados, os procedimentos paralelos ocorrem no mesmo sistema, em diferentes zonas no interior dos grânulos.

O sistema "feast-famine" deve operar de forma que a alimentação seja preferencialmente tendendo para um regime de alimentação por pulso, fazendo com que ocorra um pico de concentração do substrato na fase anaeróbia ("feast"). Desta forma, a eficiência da conversão do substrato do efluente em reservas internas na forma de PHA pelos PAOs é maximizada, fazendo com que haja uma efetiva fase de "aerobic starvation". Ainda mais, Beun et al. (2002) apontam que a alimentação do

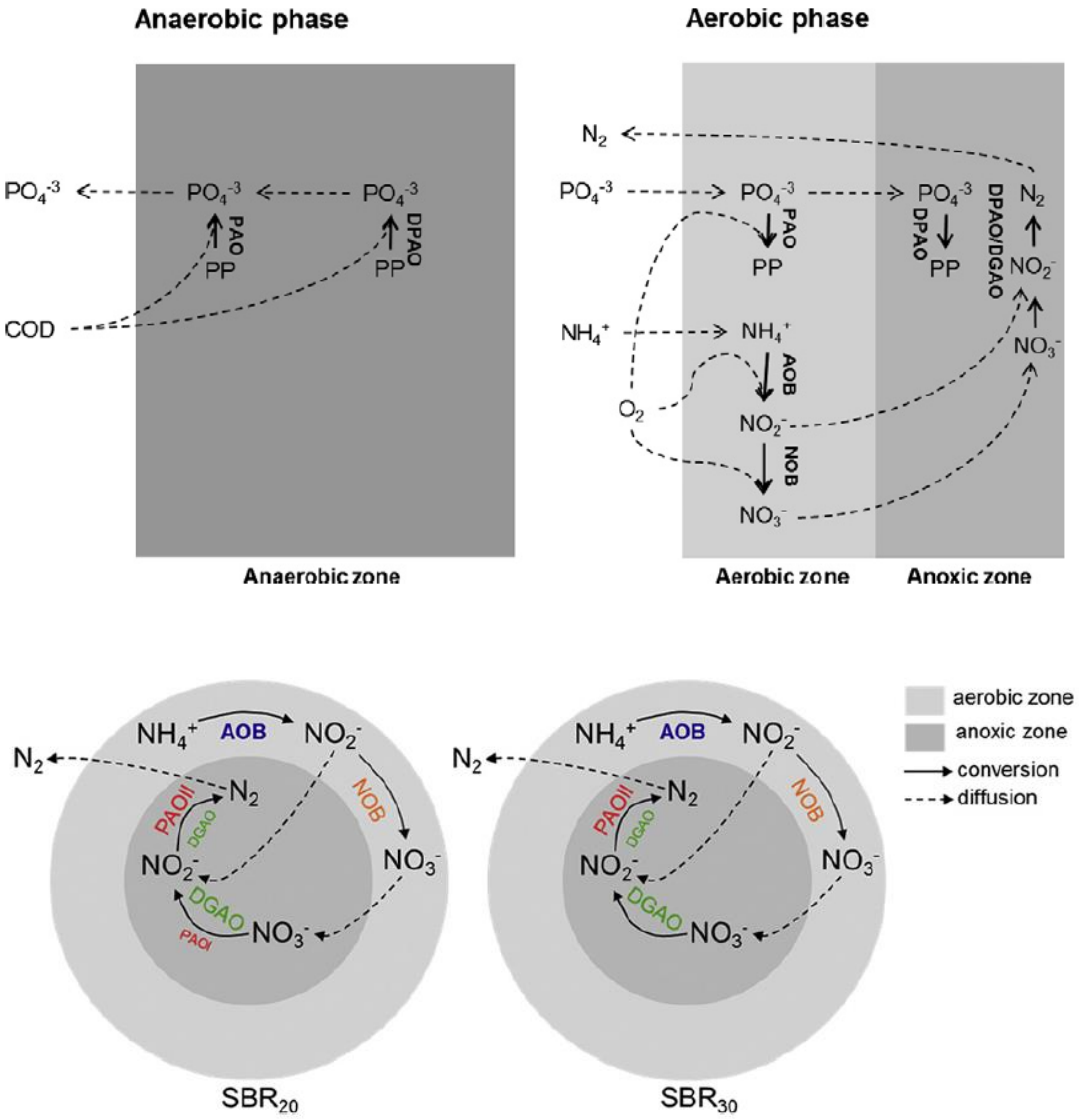
substrato na forma de pulso garante uma maior penetração do substrato dentro dos grânulos devido à maior concentração de substrato no líquido, observado no momento da alimentação por pulso. Caso a alimentação de substrato fosse contínua e resultando em menores concentrações de substratos no líquido, a penetração do mesmo seria menor, e desta forma as células alocadas em camadas mais profundas dos grânulos ficariam privadas do substrato, levando a grânulos menos densos e estáveis.

Na fase “famine” o consumo do PHA pelos PAOs é realizado com a assimilação de fosfato presente no efluente para construção das cadeias intracelulares de Poli-P resultando no crescimento celular. Em paralelo, organismos autotróficos nitrificantes utilizam o oxigênio para oxidar amônia para a forma de nitrato (nitrificação). Por sua vez, o nitrato, por difusão, atinge as camadas internas e anóxicas dos grânulos, ficando disponível para os organismos desnitrificantes presentes (BIN et al., 2011), que utilizam o nitrato como aceptor de elétrons para metabolizar o substrato residual (que não foi consumido na fase anaeróbia pelos PAOs e demais heterotróficos anaeróbios), processo este chamado de desnitrificação, levando a redução do nitrato e nitrito à forma de nitrogênio gasoso, resultando na remoção global de nitrogênio do sistema (BASSIN et al., 2012).

Além disso, pode ocorrer também a utilização do nitrato pelos DPAOs (organismos acumuladores de fósforo desnitrificantes) como aceptor de elétron para metabolizar o PHA acumulado na fase anaeróbia visando à construção de cadeias de fósforo (Poli-P) com o fosfato presente no efluente, processo este que resulta na remoção tanto de nitrogênio como de fósforo do sistema.

A Figura 7 a seguir (BASSIN et al., 2012) resume os principais organismos envolvidos nos processos bioquímicos comentados e as principais conversões que ocorrem tanto na fase anaeróbia quanto na fase aeróbia.

Figura 7 – Esquemas das principais reações que ocorrem no lodo granular submetido ao regime "feast-famine" de operação.



Fonte: Bassin et al. (2012)

Conforme mostra a Figura 7, na fase anaeróbia todo o grânulo encontra-se em condição anaeróbia, não havendo estratificação do substrato, diferentemente da fase aeróbia. No esquema inferior da Figura 1 acima, não foram representadas as reações de acúmulo de PHA na fase anaeróbia dos PAOs, DPAOs, de organismos acumuladores de glicogênio (GAOs) e organismos acumuladores de glicogênio desnitrificantes (DGAOs).

Bassin et al. (2012) mostraram que é possível obter sistemas granulares estáveis com altas remoções de nitrogênio e fósforo através de nitrificação e

desnitrificação completas e desfosfatação desnitrificante em regimes de baixas concentrações de oxigênio (OD < do que 2 mg/L).

Estudos prévios demonstraram que parte da remoção global de fósforo pode ser devida á contribuição da remoção resultante da precipitação de fósforo na forma de hidroxiapatita (Ca5(PO4)3OH), mineral insolúvel dentro dos grânulos. A formação da hidroxiapatita ocorre devido à presença de íons Ca^{2+} e fosfato liberado pelos organismos PAO's na fase "feast" anaeróbia resultando na formação do mineral hidroxiapatita e a precipitação do mesmo na estrutura matricial dos grânulos (PAMBRUN, 2005), maximizando desta forma a remoção global de fósforo. Angela et al. (2011) apontaram que a contribuição da precipitação de fósforo pode corresponder em até 45% da remoção total de fósforo do sistema de lodo granular. Liu et al. (2005) demonstraram que existe uma forte correlação entre a acumulação de cálcio e magnésio dentro dos grânulos com o conteúdo de Poli-P dos mesmos.

Quando são aplicadas etapas sequenciais, anaeróbia e aeróbia, ocorre uma série de conversões bioquímicas no lodo granular. Nessas condições, a comunidade microbiana do reator tende a ser composta primordialmente de organismos acumuladores de fósforo, bactérias nitrificantes e bactérias desnitrificantes. É importante ressaltar que a composição microbiana é diretamente influenciada pela composição da água residuária, inóculo e condições de operação.

Durante a fase aeróbia de um RBS de lodo granular, os processos de nitrificação e desnitrificação ocorrem simultaneamente nas diferentes camadas dos grânulos aeróbios. A nitrificação ocorre na região externa dos grânulos, onde as bactérias autotróficas nitrificantes estão localizadas. O nitrito e nitrato formados durante a nitrificação podem se difundir para o interior do grânulo (região anóxica) e serem desnitrificados. Os PHA armazenados durante a fase anaeróbia podem funcionar como doador de elétrons para a desnitrificação, etapa que é geralmente acoplada à remoção anóxica de fosfato (desfosfatação desnitrificante). Esse último processo é realizado por organismos acumuladores de polifosfato desnitrificantes (DPAO). A eficiência de remoção de nitrogênio depende da distribuição das zonas aeróbias e anóxicas, fato relacionado à concentração de oxigênio no meio líquido (DE KREUK et al., 2005). Em decorrência de suas características singulares, a tecnologia de granulação aeróbia vem sendo aplicada com sucesso para a remoção de matéria orgânica (del RÍO et al., 2012), nutrientes (nitrogênio e fósforo), (DE

KREUK et al., 2005), substâncias tóxicas (TAY et al., 2004) e biossorção de metais pesados (LIU et al., 2002; LIU et al., 2003). Maiores detalhes sobre o processo de granulação aeróbia podem ser encontrados na revisão escrita por Bassin (2011).

3.6.7 Aplicações em Larga Escala:

Recentemente a tecnologia de lodo aeróbio granular foi implementada para aplicações de larga escala, tais como o tratamento de esgoto sanitário em Estações de Tratamento de Esgotos (ETEs) municipais. A planta municipal de tratamento de efluente doméstico Garmerwolde, na Holanda, foi ampliada para receber a tecnologia granular, com start-up da nova unidade em 2013. A unidade granular foi concebida para tratar 41% da vazão afluente (aproximadamente 28.600 m^3/dia) em dois reatores granulares de diâmetro de 41 metros e altura de 7,4 metros. A tecnologia granular aplicada em larga escala apresentou bons resultados, apresentando 80% dos grânulos maiores do 0,2 mm e 60% maior do que 1 mm. O desempenho da estação permitiu o atendimento aos requisitos legais quanto à remoção de fósforo e nitrogênio e o consumo energético mostrou-se da ordem de 60% menor do que sistemas de lodos ativados convencionais (PRONK et al., 2015).

4. MATERIAIS E MÉTODOS

A pesquisa foi desenvolvida no Laboratório de Saneamento da Escola Politécnica e no Centro Tecnológico de Hidráulica da USP. A estratégia consistiu inicialmente (Fase I) em utilizar um reator em escala de bancada, alimentado com esgoto sintético (preparado para simular as características físico-químicas de esgoto sanitário), de modo a investigar os fatores intervenientes na granulação do lodo ativado. A Fase I da pesquisa teve início em julho de 2016 e término em maio de 2017.

Em seguida (Fase II), foi estudado o desenvolvimento de lodo granular aeróbio em escala piloto, a partir de um reator alimentado com esgoto universitário real, proveniente do Conjunto Residencial da USP (CRUSP), recebendo pré-tratamento por peneiramento, desarenação e remoção de gordura. Essa fase da pesquisa teve início em janeiro de 2017 e término em dezembro de 2017.

Em ambas as fases, o reator biológico foi operado sob o regime de bateladas sequenciais.

Apresentam-se em seguida as principais características dos sistemas das duas fases operacionais desenvolvidas e posteriormente o monitoramento implementado em ambas as jornadas.

4.1. Pesquisa em escala de bancada (Fase I)

A composição do efluente sintético utilizado na Fase I baseou-se nos estudos de Smolders et al**.** (1995), aplicando-se acetato de sódio como fonte de carbono. Para a simulação do esgoto sanitário foram diluídos os seguintes reagentes em 200 litros de água de forma a preparar o reservatório de efluente sintético:

- 170 g de Acetato de Sódio ($NaAc.3H_20$);
- 21,4 g de Cloreto de Amônio (NH_4Cl);
- 15,1 g de Fosfato de Sódio Dibásico ($NaH_2PO_4.2H_2O$);
- 18 g de Sulfato de Magnésio ($MgSO_4.7H_2O$);
- 2,8 g de Cloreto de Cálcio ($CaCl_2.H_2O$).

Além da solução preparada conforme descrição acima, também foi preparada uma solução traço, com a seguinte dosagem para um litro de água:

- 1,5 g de Cloreto Férrico ($FeCl_3.6H_2O$);
- 0,15 g de Ácido Bórico (H_3BO_3);
- 0,03 g de Sulfato de Cobre ($CuSO_4$-$5H_2O$);
- 0,18 g de Iodeto de Potássio (Kl);
- 0,12 g de Cloreto de Manganês ($MnCl_2.4H_20$);
- 0,06 g de Molibdato de Sódio ($NaM_0O_4.2H_2O$);
- 0,12 g Sulfato de Zinco ($ZnSO_4$-$7H_2O$);
- 0,15 g de Cloreto de Cobalto ($CoCl_2$_$6H_2O$);
- 10 g de Ácido Etilenodiamino Tetracético (E.D.T.A. – $C_{10}H_{16}N_2O_8$).

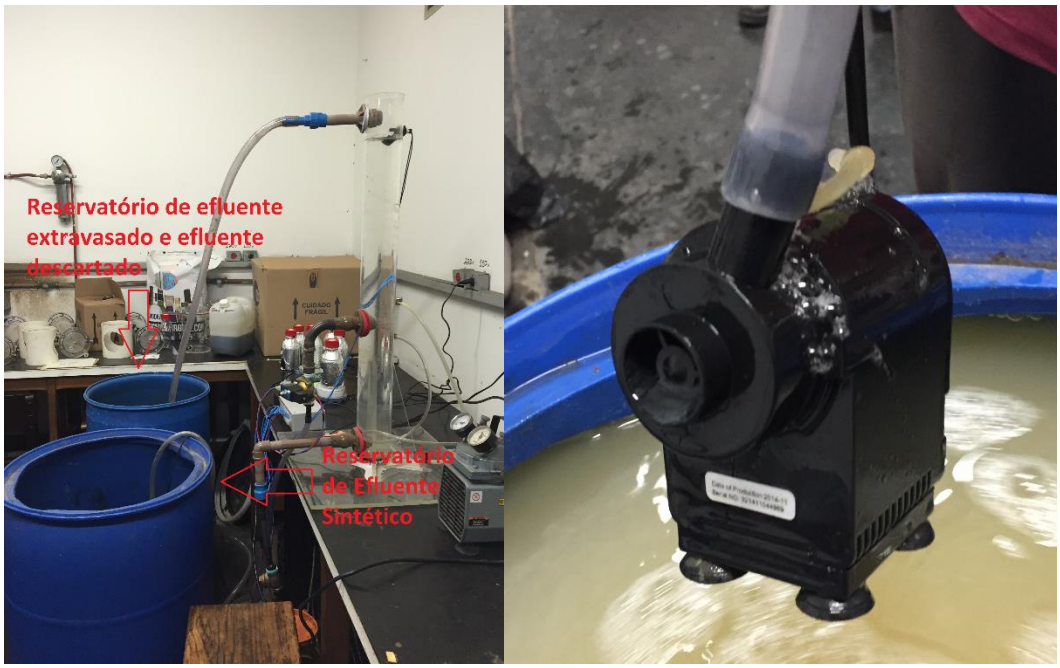
A solução traço preparada, conforme as dosagens descritas acima, foi dosada na proporção de 0,3 mL/L no efluente sintético, correspondendo a 60 mL de solução traço para os 200 litros de efluente sintético preparado. Desta forma, o efluente sintético visou à reprodução das concentrações médias observadas no esgoto sanitário, ou seja:

- Demanda Bioquímica de Oxigênio (DBO): 300 mg/L;
- Demanda Química de Oxigênio (DQO): 400 mg/L;
- Nitrogênio Total Kjeldahl (NTK): 28 mgN/L;
- Fósforo Total (Pt): 15 mgP/L.

O efluente foi armazenado em um reservatório de 200 litros de onde foi bombeado para o reator de bancada por meio de uma bomba dosadora. Considerando o volume de reservatório de 200 litros (195 litros de volume útil) e um consumo diário de 25,6 litros de efluente sintético, conclui-se que a autonomia do reservatório de efluente é de aproximadamente 7,6 dias.

As imagens da Figura 8 ilustram o reservatório utilizado para armazenamento do efluente e a bomba dosadora que alimentou o reator com o efluente.

Figura 8 – Reservatório de efluente sintético e bomba dosadora.

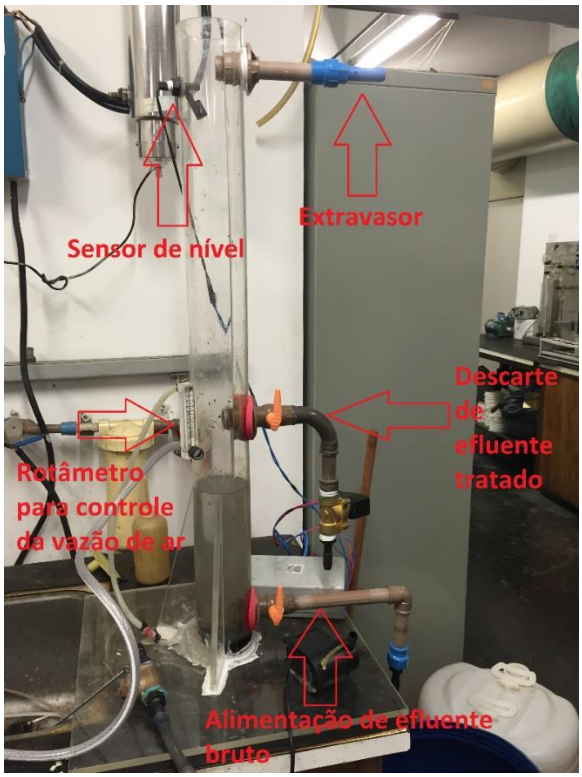


Fonte: Autor (2018).

O reator (colunas de bolhas) foi construído em acrílico com as seguintes dimensões: 100 cm de altura e 10 cm de diâmetro externo (9,1 cm de diâmetro interno) correspondendo a um volume total de 6,5 litros, sendo que a porção útil é de 5,655 litros (altura útil de 87 cm). A relação H/D resultante para esse sistema é de 9,56, considerando a altura útil do reator.

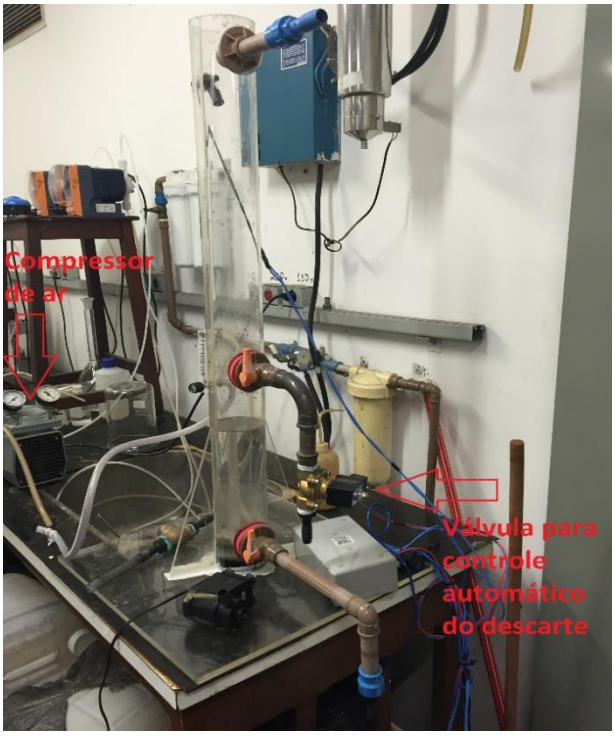
As imagens das Figuras 9 e 10 mostram o sistema de bancada.

Figura 9 – Sistema de bancada experimental da Fase I (Reator de Bancada).



Fonte: Autor (2018).

Figura 10 – Sistema de bancada experimental da Fase I (Reator de Bancada).



Fonte: Autor (2018).

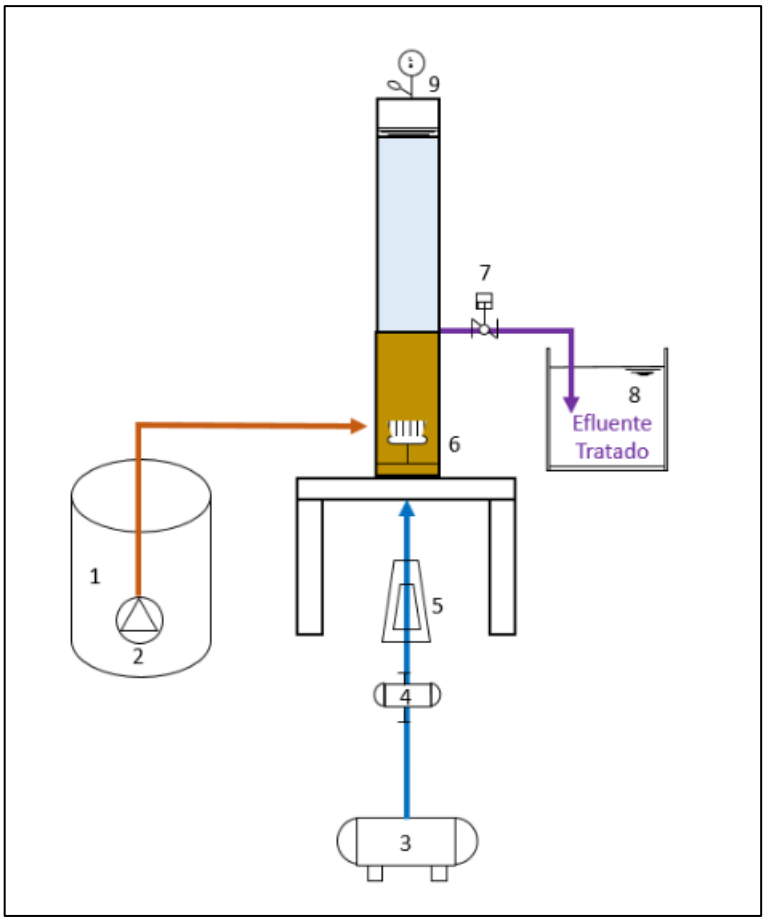
Conforme indicado nas Figura s 9 e 10 acima, o efluente é alimentado pela base do reator, enquanto que o efluente tratado é retirado do sistema a 38 cm acima do fundo do reator, equivalente a um volume de 3,2 litros removido no final de cada ciclo. Este volume de efluente descartado é equivalente a uma Razão de Troca Volumétrica de 56%.

O esgoto será introduzido no reator por meio de bomba dosadora (indicada na figura acima), sendo esta regulada para uma dosagem de aproximadamente 4,2 L/h, considerando a Razão De Troca Volumétrica citada acima e o tempo de alimentação de efluente de 45 minutos.

Um compressor foi utilizado para prover ar atmosférico ao reator com o objetivo de obter uma concentração de oxigênio dissolvido no reator próxima a saturação (OD em torno de 7,5 mg/L), correspondente a uma vazão de cerca de 7 L/min, cujo controle do valor foi feito através de um rotâmetro instalado na tubulação de alimentação de ar no reator. A velocidade ascensional de ar (fluxo ascendente de ar) é definida como a razão entre a vazão de ar alimentada ao sistema e a área da base do reator de coluna de bolhas, e desta forma, oscila em torno de 1,8 cm/s. A geração de bolhas finas (visando à maximização da transferência de oxigênio para o líquido) será realizada com uso de uma pedra porosa instalada na base do reator.

O esquema operacional pretendido nesta fase experimental foi baseado no estudo de Beun et al. (1999), representado na Figura 11, porém com a diferença de que o efluente é alimentado pela base do reator, enquanto que no estudo citado, a alimentação era pelo topo do reator, conforme comentado anteriormente.

Figura 11 – Esquema da montagem experimental para a Fase I.



1 – Reservatório de armazenamento de afluente; 2 – Bomba de alimentação do reator; 3 – Compressor de ar de bancada; 4 – Filtro regulador; 5 – Rotâmetro; 6 – Difusor de pedra porosa; 7 – Válvula solenoide de controle de descarte de efluente; 8 – Reservatório de coleta de efluente; 9 – Chave de controle de nível máximo.

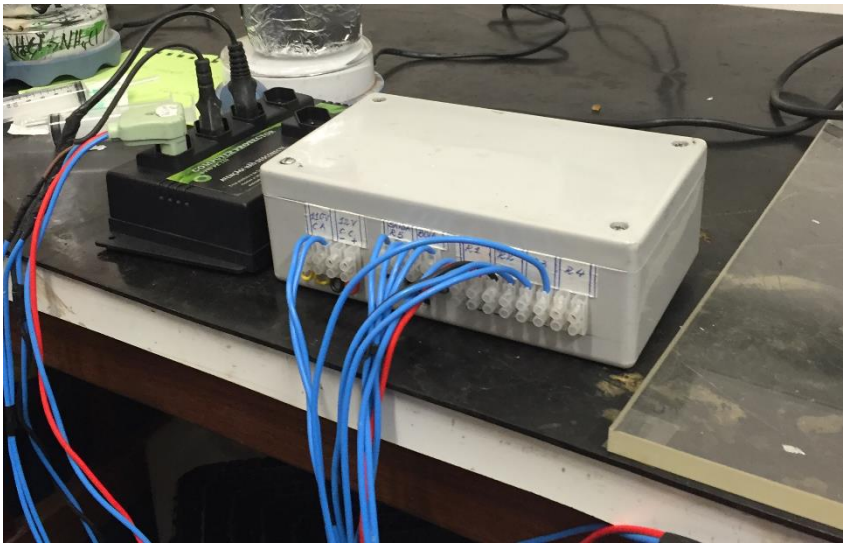
Fonte: Autor (2018).

A estratégia de operação consistiu em dividir o experimento em 5 etapas operacionais as quais tiveram seus tempos de aeração progressivamente aumentados, ao mesmo tempo em que o tempo de decantação é progressivamente reduzido. Os ciclos operacionais terão duração total de 3 horas, sendo casa fase de operação com as seguintes durações:

- Enchimento (anaeróbio): 45 min;
- Aeração: de 105 min (no início), 110 min, 115 min e 120 min (no final);
- Sedimentação: 30 min (no início), 25 min, 20 min, 15 min e 10 min (no final);
- Descarte: 5 min.

O Tempo de Detenção Hidráulica (TDH) do sistema operado com uma troca volumétrica de 56% e ciclo operacional de 3 horas é resultante em 5,35 horas. O consumo esperado de efluente para operar o sistema 24 horas por dia, 7 dias por semana, foi de 768 litros por mês. O controle dos ciclos das bateladas sequenciais (enchimento, aeração, sedimentação e descarte) foi realizado por meio de um controlador automatizado (Arduino – Foto da Figura 12). A estratégia operacional da Fase I é descrita na Tabela 1.

Figura 12 – Arduino usado para controle do ciclo de operação do reator.



Fonte: Autor (2018).

Tabela 1 – Estratégia de operação do reator aerado em bateladas sequenciais para a Fase I da pesquisa.

Parâmetro	Etapa 1	Etapa 2	Etapa 3	Etapa 4	Etapa 5
Duração total do Ciclo (min)	180	180	180	180	180
Dias de operação (dias)	0-150	150-220	220-250	250-280	280-330
Enchimento (min)	45	45	45	45	45
Reação (min)	100	105	110	115	120
Sedimentação (min)	30	25	20	15	10
Descarte (min)	5	5	5	5	5

Fonte: Autor (2018).

Conforme observado na Tabela 1, a estratégia operacional consiste na redução progressiva no período de sedimentação com a intenção de induzir um processo de seleção de grânulos. Portanto, considerando um tempo de sedimentação inicial de 30 minutos e a altura da coluna d'água acima do ponto de descarte do efluente tratado de 51 cm, resulta-se na retenção de biomassa com uma velocidade de sedimentação maior do que 1,7 cm/min. Desta forma na etapa 5, onde o tempo de sedimentação foi reduzido à apenas 10 minutos, resulta-se em uma velocidade mínima de sedimentção de 5,1 cm/min. No final desta estapa, apenas a biomassa cuja velocidade de sedimentação é maior do que 5,1 cm/min será mantida no sistema, biomassa essa esperada que seja de natureza granular.

Na partida do sistema, o reator foi preenchido com lodo ativado proveniente de um sistema de MBR (da terminologia inglesa Membrane Bio Reactor) da ETE Capivari II, da SANASA, com aeração prolongada e projetada para remoção de nutrientes, dotada de câmara anóxia e câmara anaeróbia.

O lodo utilizado como inócuo possui concentração aproximada de SSV de 15 g/L. Sendo assim, foi realizada uma diluição do lodo antes da introdução do mesmo no reator, de forma que a concentração do lodo introduzido no reator de bancada seja de aproximadamente 10 g/L. A manta de lodo ocupa o volume de aproximadamente 2,3 litros do reator, ou seja, o nível da manta de lodo é de aproximadamente 36 cm (imediatamente abaixo do ponto de descarte do efluente tratado). Desta forma, a massa total de lodo introduzida no sistema é de 23 gramas. Consequentemente, na fase inicial de partida, a concentração de lodo biológico no reator (na fase de aeração) será de aproximadamente 4,03 g/L considerando o volume útil do reator de 5,7 litros. Contudo, é esperado que as concentrações de SST e SSV no reator se reduzam ao longo do desenvolvimento do estudo, devido à estratégia adotada de redução gradativa do tempo de sedimentação, que resulta em perda de sólidos do reator no efluente tratado.

O descartado de lodo ocorrido não foi intencional. Pois devido ao curto tempo de sedimentação imposto ao sistema e à geometria do reator (alta relação H/D), grande parte da biomassa floculenta e de baixa velocidade de sedimentação é removida do sistema juntamente com o efluente tratado, ao final de cada ciclo, resultando desta forma uma idade de lodo baixa, cujo valor será aferido com o início

da operação por meio da medição do valor de sólidos suspenso totais do lodo na aeração e no efluente tratado.

O reator foi mantido em temperatura ambiente e o pH do lodo será mantido na entre 6,5 e 7,5. Já o controle de pH foi realizado a partir da aplicação de solução de Soda Cáustica (NaOH 1M) ou HCl, caso necessário e o ajuste do mesmo será através de dosagem manual.

A Taxa de Aplicação de Carga Orgânica inicialmente esperada foi de 1,85 kg de DQO/m³.dia considerando uma alimentação de 3,3 litros de efluente com aproximadamente 400 mg/L de DQO por ciclo (de 3 horas de duração) no reator cujo volume útil é de 5,7 litros.

A relação de alimento/microrganismos (A/M) incialmente pode ser estimada como a relação entre a carga diária de DBO aplicada ao sistema pela quantidade de biomassa do sistema. Ou seja, como a quantidade de lodo total na partida do sistema foi de 23 gramas e a carga de DBO foi de 7,68 g/dia (considerando uma DBO no afluente de 300 mg/L e vazão de 25,6 L/dia de alimentação no reator) resulta-se numa relação A/M de 0,33 kg DBO/kgSSV.dia. Após a partida do reator, o monitoramento de SST e SSV no reator combinado com o monitoramento da DBO no efluente sintético, permitirão o monitoramento da variação da relação A/M à medida que o sistema evoluir para uma biomassa granular.

4.2. Pesquisa em escala piloto (Fase II)

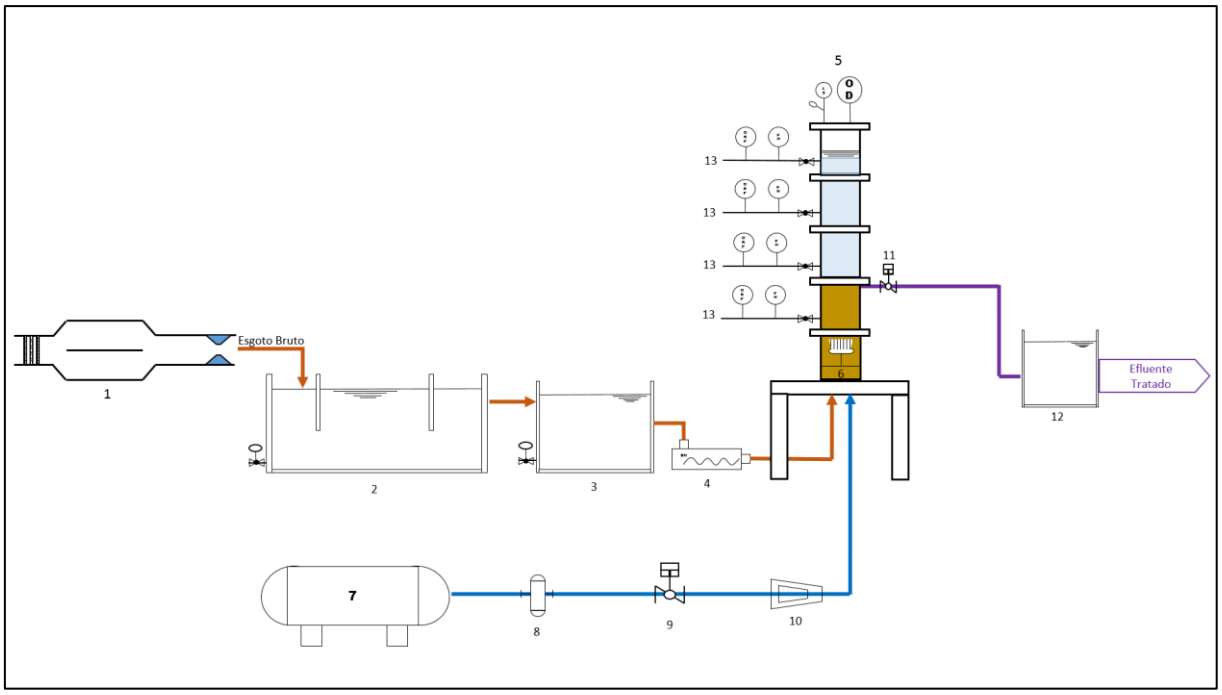
Na Figura 13 apresenta-se a configuração da unidade piloto incluindo as etapas de tratamento preliminar do esgoto proveniente do CRUSP. O arranjo operacional utilizado na pesquisa consiste em um sistema de tratamento preliminar composto por um canal com sistema de gradeamento mecanizado e caixa de areia dotada de calha Parshall, para regularização da velocidade do escoamento e controle da vazão afluente de esgoto. Após passar por essas unidades, o esgoto bruto segue para uma caixa separadora de água e óleo (caixa de gordura), cujo objetivo é separar a matéria graxa não emulsionada da fase líquida. Na etapa unitária, o esgoto é descartado por gravidade no poço de sucção, por onde uma bomba de deslocamento positivo recalca-o para dentro do Reator Granular em Bateladas.

O esgoto entra no reator pelo fundo, fase no qual o sistema de aeração está desligado. A chave de controle de nível desliga a bomba de recalque quando o máximo do reator é atingido. Após a fase de enchimento no painel de controle do sistema ocorre a abertura da válvula solenoide de ar, permitindo que o compressor envie o ar atmosférico para dentro do reator, através do difusor de bolhas finas instaladas na base do mesmo. Terminada a fase de aeração, vem à fase de sedimentação, na qual o sistema fica em repouso de forma a permitir a separação da parte sólida do líquido. A última fase do ciclo de operação é a de descarte do esgoto tratado, do qual abre-se automaticamente a válvula solenoide de descarte, permitindo a saída de toda a coluna d'água de efluente tratado. Antes de seguir para a rede pública, todo o volume de esgoto tratado passa por uma caixa de coleta (caixa de passagem) onde são realizadas as coletas para o monitoramento do processo.

O reator granular em batelada possui pontos de coleta de lodo em quatro alturas diferentes conforme apresentado no fluxograma do arranjo operacional, de forma a permitir a coleta de amostras do lodo, durante a fase de aeração, para mediação de oxigênio dissolvido, pH, temperatura e para realização de demais análises.

O reator possui 0,5 m de diâmetro interno e 5,0 m de altura total, sendo a altura útil de 4,0 m. O volume útil do reator é de 785 litros. O ponto de descarte de efluente fica 1,92 m acima da base do reator, correspondendo a uma razão de troca volumétrica de 52% e um TDH de 5,76 horas.

Figura 13 – Desenho esquemático do sistema de tratamento preliminar e do reator piloto.



1 – Canal de gradeamento, caixa de areia e calha Parshall; 2 – Caixa de Retenção de Gordura; 3 – Poço de Sucção; 4 – Bomba de alimentação de esgoto bruto; 5 – Reator Granular em Batelada; 6 – Difusor de bolhas finas; 7 – Compressor; 8 – Filtro Regulador; 9 – Solenoide de Ar; 10 – Rotâmetro; 11 – Ponto de descarte de efluente tratado; 12 – Caixa de coleta de efluente tratado; 13 – Pontos de amostragem de lodo.

Fonte: Autor (2018).

A imagem da Figura 14 mostra o arranjo operacional do reator piloto em bateladas instalado no Centro Tecnológico de Hidráulica (CTH).

Figura 14 – Reator piloto em bateladas sequencias instalado no Centro Tecnológico de Hidráulica (CTH).

Fonte: Autor (2018).

Foi utilizado como lodo de inóculo uma mistura de lodo granular proveniente de reator anaeróbio do tipo UASB com lodo aeróbio floculado proveniente de um processo de lodo ativado com nitrificação, da ETE Jesus Netto da SABESP, com o objetivo de tentar acelerar o processo de granulação aeróbio, uma vez que o lodo do reator UASB é tipicamente composto por grânulos anaeróbios. Misturou-se os dois lodos conforme as quantidades informadas na Tabela 2 e aplicou-se o ciclo operacional com três horas de duração total.

Tabela 2 – Características do lodo de inóculo do reator em bateladas.

Variável	Lodo UASB	Lodo Ativado	Lodo Total
Volume introduzido (L)	250	300	550
SSV (mg.L^{-1})	14.422	5.080	-
SST (mg.L^{-1})	36.547	9.360	-
Massa Introduzida (kgSSV)	4,36	1,52	5,88
Massa Introduzida (kgSST)	9,14	2,81	11,95

Fonte: Autor (2018).

Após a introdução dos lodos, o reator foi preenchido com esgoto bruto até a altura de 4,0 m (altura útil) e a concentração de SSV resultou em 7,5 kg/m³.

A aeração e velocidade ascensional de ar (Var) foram monitoradas por meio do rotâmetro instalado na linha de entrada buscando aplicar uma vazão de ar no reator da ordem de 200 L/min, o que equivale a uma V_{ar} de 1,7 cm/s.

O esgoto é introduzido pelo fundo do reator de forma distribuída. O ar injetado foi através de um difusor instalado no fundo do reator por meio de compressor e a concentração de oxigênio dissolvido controlada a partir da coleta de amostras do lodo durante a fase de aeração para medição do OD com uso de um medidor portátil de oxigênio dissolvido da marca HACH modelo HQ430D equipado com o sensor por luminescência LDO101. O reator foi dotado de pontos de coleta em diferentes alturas, possibilitando amostragem e retirada de lodo excedente e efluente em diferentes pontos.

A vazão de operação da bomba de enchimento foi regulada de forma a encher o volume de troca do reator em 45 minutos, por meio de um inversor de frequência. Contudo, uma chave de nível alta para desarmar a bomba, foi instalada para atuar como dispositivo de segurança evitando o transbordamento e, por consequência, perda de lodo do sistema. O sistema de aeração consiste em um compressor de ar, um filtro regulador para ajuste de vazão, pressão, uma válvula solenoide e um disco difusor instalado, com o objetivo de criar bolhas finas de ar para garantir uma boa hidrodinâmica e transferência de oxigênio para o meio líquido.

O reator possui diâmetro de 0,5 m e, com altura do trecho reacional de 4,0 m, a relação H/D resultante é de 8. A manta de lodo ocupará o volume de

aproximadamente 376 litros. O volume útil do reator é de 785 litros, ou seja, a troca volumétrica por ciclo é de 408 L (razão de troca de 52%).

É esperado que, imediatamente após a partida, as concentrações de SST e SSV no reator sejam reduzidas devido ao processo de seleção de partícula de maior velocidade de sedimentação. Já as concentrações de sólidos suspensos totais e voláteis serão monitoradas por meio de análises periódicas para verificar qual será a concentração de lodo obtida até se atingir uma operação estável do reator e com granulação efetiva da biomassa.

Espera-se que a Taxa de Aplicação de Carga Orgânica inicial seja da ordem de 1,85 kg de DQO/m³/dia considerando uma alimentação de 453 litros de efluente por ciclo, com aproximadamente 400 mg/L de DQO (8 ciclos de 3 horas de duração por dia).

A relação de alimento/microrganismos (A/M) pode ser definida como a relação entre a carga de DBO aplicada ao sistema e a quantidade de biomassa dentro do reator. Ou seja, como a quantidade de lodo total na partida do sistema foi de 5,88 kg (considerando 7,12 g/L de SSV e volume útil na aeração de 825 litros) e de carga de DBO 1,1 kg/dia (considerando DBO no afluente de 300 mg/L e vazão de 3.656 L/dia de alimentação no reator) resulta numa relação A/M de 0,2 kg DBO/ kd SSV.dia. Após a partida do reator, o monitoramento de SST/SSV no reator combinado com o monitoramento da carga diária afluente, permitirão o monitoramento da relação A/M à medida que o sistema evoluir para uma biomassa granular.

A partida do reator piloto foi realizada de forma semelhante à Fase I, isto é, de acordo com o ciclo operacional proposto na Tabela 3, em que se propõe a redução progressiva do intervalo de sedimentação. O ciclo de 3 horas de duração total também foi mantido, com período de sedimentação progressivamente reduzido até 10 minutos.

Tabela 3 – Estratégia de operação do reator em bateladas sequenciais para a Fase II da pesquisa.

Parâmetro	Etapa 1	Etapa 2	Etapa 3	Etapa 4	Etapa 5
Duração total do Ciclo (min)	180	180	180	180	180
Dias de operação (dias)	0-60	60-150	150-240	240-320	320-330
Enchimento (min)	45	45	45	45	45
Aeração (min)	90	95	100	105	105
Sedimentação (min)	30	25	20	15	10
Descarte (min)	15	15	15	15	15

Fonte: Autor (2018)

4.3. Controle do processo

Em todas as fases, foram avaliadas as respectivas remoções de carga orgânica (DBO e DQO), nitrogênio (amoniacal e Kjeldahl total), nitrito, nitrato e de fósforo solúvel. Especificamente com relação à carga orgânica, optou-se por avaliar a mesma por meio do controle da DBO e DQO solúvel apenas, pois estas indicam a ocorrência da atividade biológica de remoção da matéria orgânica, ou seja, a essência do processo. A DBO e a DQO totais, são influenciadas pelo arraste de sólidos no efluente, que em situações de partida espera-se que seja elevado, resultando em menores remoções de carga orgânica, não refletindo a real propriedade de tratamento do lodo. Esta metodologia pode subestimar a remoção de carga orgânica pois existe a possibilidade da ocorrência de hidrólise de carga orgânica particulada no afluente dentro do reator, o que significa que a concentração de DQO ou de DBO real pode ser maior do que a monitorada, e portando a remoção real também ser maior do que a monitorada.

O afluente, efluente e o lodo dos dois reatores foram avaliados por meio de exames físicos, análises químicas e observações microbiológicas, além de alguns ensaios especiais a serem descritos subsequentemente.

Na fase II também foi avaliada a remoção de nutrientes em termos de fósforo total e NTK, ou seja, com análises destes parâmetros das amostras coletadas do afluente e efluente do reator.

A granulação do lodo na Fase I, foi avaliada por meio de analises da concentração de SST/SSV, IVL, sólidos sedimentáveis, diâmetro de Feret e do coeficiente de circularidade, sendo estes dois parâmetros obtidos por meio da leitura

de imagens com uso do Software ImageJ (cuja metodologia foi detalhada na sessão 4.4.1).

Na Fase II, a granulação foi avaliada através da concentração de SST/SSV durante a aeração, no índice volumétrico do Lodo (IVL_5 e IVL_{30}) e sólidos sedimentáveis do lodo, da velocidade de sedimentação por zona, das análises da caracterização morfológica e da análise de microscopia eletrônica de varredura (MEV). O monitoramento do IVL é um dos indicadores da granulação, pois quanto mais o valor do IVL_5 se aproximar do IVL_{30}, melhor será a granulação obtida.

Em ambas as fases, foram realizadas diariamente as inspeções de rotina, o ajuste da vazão de ar e da bomba de alimentação do efluente sintético, a limpeza de sensores e demais equipamentos, entre outras atividades. Foi exercido o controle laboratorial conforme programação proposta na Tabela 4 para a Fase I da pesquisa e conforme a Tabela 5 para a Fase II da pesquisa.

Tabela 4 – Controle analítico da operação do reator de bancada (Fase I).

Variáveis	Afluente	Lodo (liquor misto)	Efluente	Standard Methods
pH	**2 x semana**	**1 x semana**	**2 x semana**	**4500-H+**
OD	**-**	**1 x semana**	**-**	**4500-O**
DQO solúvel	**1 x semana**	**-**	**1 x semana**	**5220**
DBO solúvel	**2 x mês**	**-**	**2 x mês**	**5220**
SST	**2 x mês**	**2 x semana**	**2 x mês**	**2540**
SSV	**2 x mês**	**2 x semana**	**2 x mês**	**2540**
N-NH_3-	**1 x semana**	**-**	**1 x semana**	**4500 – N-NH_3-**
N-NO_2-	**-**	**-**	**1 x semana**	**4500 – NO_2-**
N-NO_3-	**-**	**-**	**1x semana**	**4500 – NO_3-**
P-PO_4 solúvel	**1 x semana**	**-**	**1 x semana**	**4500- PO_4**

Fonte: Autor (2018)

Tabela 5 – Controle analítico da operação do reator piloto (Fase II).

Variáveis	Afluente	Lodo	Efluente	Standard Methods
pH	2 x semana	1 x semana	2 x semana	4500-H+
OD	-	1 x semana	-	4500-O
DQO solúvel	2 x semana	-	2 x semana	5220
DBO solúvel	2 x mês	-	2 x mês	5220
SST	1 x semana	2 x semana	1 x semana	2540
SSV	1 x semana	2 x semana	1 x semana	2540
$N\text{-}NH_3^-$	1 x semana	-	1 x semana	4500 – $N\text{-}NH_3^-$
$N\text{-}NO_2^-$	-	-	1 x semana	4500 – NO_2^-
$N\text{-}NO_3^-$	-	-	1 x semana	4500 – NO_3^-
N-NTK	1 x semana		1 x semana	4500 – N-NTK
$P\text{-}PO_4$ solúvel	1 x semana	-	1 x semana	4500- PO_4
Pt	1 x semana		1 x semana	4500- Pt
Alcalinidade	1 x semana	-	1 x semana	2320 B

Fonte: Autor (2018)

Apesar da idade de lodo e durante ambas as fases da pesquisa não terem sido controladas, a mesma foi monitorada, sendo resultado do descarte não intencional de lodo, ou seja, calculada como a razão entre a quantidade de lodo dentro do reator e a quantidade de lodo arrastada com o efluente descartado.

Assim, o cálculo da idade de lodo baseou-se na análise da massa total de sólidos voláteis dentro do reator e a massa perdida no efluente. Em posse da concentração de sólidos voláteis do reator, durante a fase de aeração, como uma média das quatro medidas realizada ao longo da altura do reator, multiplica-se esse valor pelo volume útil de forma a obter a massa total dentro do reator. A massa de lodo perdida consiste na concentração de sólidos voláteis do efluente tratado multiplicada pelo volume de efluente tratado por dia. Divide-se a massa total de lodo do reator pela massa perdida de lodo junto com o efluente tratado para obter a idade

de lodo do sistema. Desta forma têm-se a equação 3 para o cálculo da idade de lodo dos reatores das duas fases da pesquisa:

$$R_S = \frac{V_{TA} * Xv}{Ve * Xv_E * N} \quad (3)$$

Em que:
R_S = idade do lodo (dia);
Vta = volume útil do reator em bateladas (m^3);
Xv = concentração de sólidos suspensos voláteis do lodo durante a fase de aeração (kg/m^3);
Ve = volume de enchimento por ciclo (m^3/ciclo);
N = número de ciclos por dia (ciclos/dia);
X_{Ve} = concentração de sólidos suspensos voláteis do efluente tratado (kg/m^3).

A hidrodinâmica dentro do reator foi avaliada por meio do parâmetro velocidade superficial ascensional de ar, cujo parâmetro é um fator importante nos sistemas de lodo granular aeróbio, pois sua adequação pode favorecer a transferência de massa e propriedades físicas da biomassa.

A aeração (vazão de ar) no reator, durante as Fases I e II da pesquisa, foi monitorada por meio de um rotâmetro instalado na linha de alimentação de ar. Desta forma é possível calcular a velocidade ascensional do ar (V_{ar}) de ar dentro do reator, sendo esta a razão entre a vazão de ar e a área do fundo do reator. Esta variável foi relacionada com as características morfológicas dos grânulos. A equação 4 abaixo apresenta a fórmula utilizada para o cálculo da velocidade ascensional de ar (V_{ar}).

$$Var = \frac{Qar}{Sb} * 100 \quad (4)$$

Em que:
V_{ar} – velocidade superficial ascensional do ar ($cm^3 \cdot s^{-1}$);
Q_{ar} – vazão de ar aplicada ($m^3 \cdot s^{-1}$);
Sb – área da base do reator (m^2).

Outros dois importantes parâmetros de avaliação do processo são a relação alimento/microrganismos (A/M) e a carga orgânica volumétrica aplicada ao reator. Estes parâmetros permitem avaliar a disponibilidade de substrato para o lodo e podem ser calculados em função da DBO e DQO no afluente, respectivamente, conforme as equações 5 e 6:

$$A/M = \frac{DBO*N*Ve}{Xv.Vta} \quad (5)$$

Em que:

A/M = relação alimento/microrganismo (kg DBO/kg SSV.dia $^{-1}$)

V_{ta} = volume útil do reator em bateladas (m³);

X_v = concentração de sólidos suspensos voláteis do lodo durante a fase de aeração (kg/m³);

DBO = demanda bioquímica de oxigênio no afluente (kg/m³);

V_e = volume de enchimento por ciclo (m³/ ciclo);

N = número de ciclos por dia (ciclos/dia).

$$CV = \frac{DQO*N*Ve}{Vta} \quad (6)$$

Em que:

C_V = carga volumétrica (kg.DQO/m³.dia)

V_{ta} = volume útil do reator em bateladas (m³);

DQO = demanda química de oxigênio no afluente (kg/m³);

V_e = volume de enchimento por ciclo (m³/ ciclo);

N = número de ciclos por dia (ciclos/dia).

4.4. Ensaios especiais

A seguir, alguns ensaios especiais que foram realizados com amostras de lodo coletado dos dois sistemas (Fase I e Fase II).

4.4.1. Caracterização morfológica dos grânulos aeróbios

Durante as Fases I e II, a análise morfológica dos grânulos aeróbios foi realizada por meio de análise de imagens, conforme descrito por Campos e Prado (2009). Segundo Santos et al. (2004), as partículas em suspensão encontradas em efluentes de sistemas de tratamento de esgoto são estruturas tridimensionais, em sua maior parte irregulares, com tamanhos variados e diferentes propriedades físico-químicas.

O princípio da esfera equivalente consiste em relacionar algumas propriedades da partícula, como maior ou menor dimensão, perímetro da área projetada, área superficial, entre outras, ao diâmetro de uma esfera. Para a técnica de análise de imagem, pode ser adotado como esfera equivalente, uma esfera de igual comprimento máximo de igual área projetada, de igual diâmetro de Feret (SANTOS et al., 2004). No presente estudo, como sistema de análise de imagens será utilizado o software livre ImageJ, versão 1.45s. Segundo Ferreira e Rasband (2011), o ImageJ é um software de domínio público para processamento de imagem desenvolvido pela NIH Imagem para Macintosh, capaz de calcular área, distâncias, ângulos, diâmetros, entre outras diversas funções que auxiliam na obtenção de dados de análise de imagens de maneira mais rápida e precisa, se comparada ao método manual. Neste estudo, enfoca-se a obtenção dos diâmetros dos grânulos denominado pelo software de diâmetro de *Feret.* Considerando como diâmetro de Feret, a maior distância entre dois pontos ao longo da fronteira de seleção, também conhecida como calibre máximo.

Em ambas as fases, as fotos foram tiradas de amostras do lodo coletadas durante a fase de aeração dos reatores, ou seja, uma amostra do lodo em mistura completa, aproximadamente na meia altura útil do reator.

Para obter o dimensionamento dos grânulos aeróbios, a amostra coletada foi diluída em água destilada com fator a ser definido em função da concentração do lodo, porém, este pode variar de acordo com as características dos grânulos, uma vez que para realizar a análise de imagem não pode haver sobreposição dos mesmos. Portanto, as amostras do lodo foram diluídas em aproximadamente 15 vezes, de forma a permitir uma visualização melhor dos grânulos após a diluição, 1mL da amostra é pipetada na Câmara de Sedgwick Rafter, que será colocada no microscópio para que haja a captura da imagem com uso de microscópio ótico (com lente de 4 vezes de aumento que quando combinada com a ocular atinge-se 40

vezes de aumento). Após a captura, é necessário que a imagem passe por uma sequência de processos, visando que o programa não interfira na estrutura do grânulo e consiga dimensioná-lo de forma mais precisa.

Tal sequência de processos, consiste em (BUENO et al., 2013):

1) A partir da imagem inicial, selecionar a região de interesse. No caso de uso de uma lente de aumento de 40 vezes no microscópio óptico, as dimensões do retículo são de 0,158 mm x 0,158 mm. No caso do uso do reticulo da capsula de sedwick rafter, o retículo possui dimensões de 1 mm x 1 mm.

2) Atribuição de escala por meio do conhecimento das dimensões do retículo, onde se indica o tamanho, em mm, em relação ao pixel da imagem.

3) Com objetivo de se remover o retículo da imagem, uma vez que não se deseja que esta estrutura seja confundida com flocos e considerada na análise das partículas, é aplicada a ferramenta Fast Filters.

4) Para correção da luz do plano de fundo, aplica-se o Substract Background.

5) Enhance Contrast, que faz com que as partículas fiquem bem definidas, destacando-se do seu plano de fundo.

6) A partir de então, faz-se necessário passar a imagem para 8-Bit, passando para uma escala de cinza.

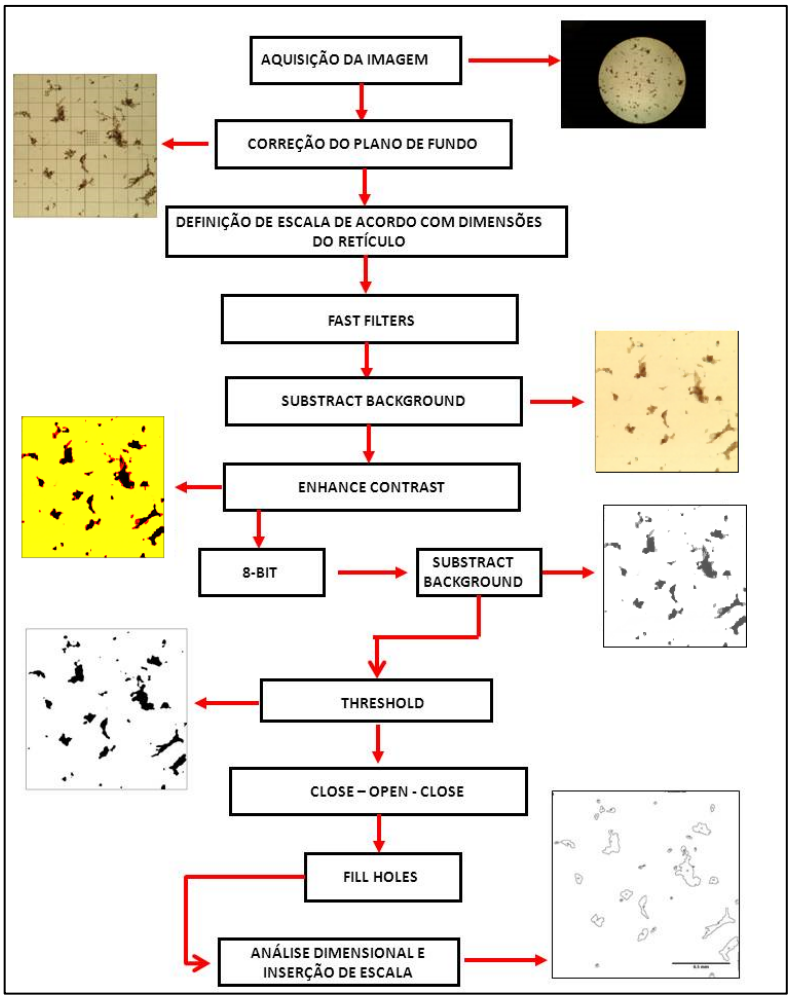
7) Em seguida aplica-se a ferramenta Threshold.

8) Para a finalização do tratamento, aplica-se a função Fill Holes, a fim de preencher lacunas nas partículas de interesse.

9) Por último, se realizam as medições das estruturas contidas na imagem por meio da função “Analiyze Particles” a qual calcula as dimensões e parâmetros de interesses escolhidas pelo usuário.

O resultado é disponibilizado em planilha eletrônica (Microsoft Excel). A Figura 15 mostra as principais etapas envolvidas no processamento das imagens.

Figura 15 – Etapas envolvidas no processamento das imagens do lodo obtidas com uso do Software ImageJ.



Fonte: Bueno et al. (2013)

4.4.2. Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Durante a Fase II da pesquisa foi realizada uma análise de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). Os grânulos foram coletados em mistura completa na fase de aeração, desidratados em temperatura ambiente, sem adição de químicos ou substâncias fixadoras. Após secagem foram selecionados recobertos com platina 25 mm e analisados em um microscópio eletrônico de varredura (FEI, QUANTA 650) operado em 10kv com spot size 3 e detector de elétrons secundários.

4.4.3. Análise de índice volumétrico do lodo e velocidade de sedimentação por zona (VSZ)

Com o intuito de avaliar as características de sedimentabilidade do lodo formado no reator, foram realizados ensaios para determinação do índice Volumétrico do Lodo (IVL) na Fase II da pesquisa. Contudo, em se tratando de lodo granular, o procedimento mais indicado consiste na determinação do volume do lodo após 5, 10 e 30 minutos de sedimentação (SCHWARZENBECK et al., 2004). Considera-se o processo de granulação completo quando a relação entre o IVL_{10} e o IVL_{30} está em torno de 90% (DE KREUK; KISHIDA; LOOSDRECHT, 2007; LIU; TAY, 2007; SCHWARZENBECK et al., 2004).

O teste de IVL pode ser calculado como mostra a Equação 7:

$$IVL = \frac{Vls}{SST_{TA})} \quad (7)$$

Em que:
IVL= índice volumétrico de lodo (ml/g);
V_{LS} = volume de lodo sedimentado (mL/L);
SST_A = sólidos suspensos totais no reator durante a fase de aeração (g/L).

Já a determinação da Velocidade de Sedimentação por Zona (VSZ) consiste em medir, com auxílio de um cilindro graduado, o nível da interface lodo/líquido em diversos intervalos de tempo, para diferentes concentrações de sólidos da amostra de lodo, e em seguida plotar um gráfico da altura da interface (eixo Y) contra o tempo (eixo X), de onde se obtém, no trecho retilíneo do gráfico, a inclinação da reta gerada a qual corresponde à velocidade de sedimentação em zona (von SPERLING, 2002).

Os testes realizados na Fase II da pesquisa basearam-se na proposta de van Haandel e Marais (1999), onde, do volume de lodo inicial, era gradualmente retirada uma porcentagem de volume da amostra e acrescido o mesmo valor com água, para obter novas diluições e assim, concentrações cada vez menores de sólidos.

Com base no gráfico construído ajustou-se uma curva conforme a equação de Vesilind (Equação 8) para a determinação da velocidade em zona do lodo.

$$V = V_0 \times e^{(-K \times Xt)} \quad (8)$$

Em que:

V = velocidade de sedimentação em zona em qualquer tempo (VSZ) em m/h;

e = número ou constante de Euler (e = 2,718281828 ...);

X_t = concentração de sólidos em suspensão (gSST/L);

V_0, K = coeficientes de sedimentação em zona (velocidade de sedimentação inicial (m/h) e coeficiente de compressibilidade (L/g).

OBS: V_0 corresponde à velocidade de sedimentação quando a concentração de sólidos em suspensão tende a zero.

A partir da tomada dos logaritmos de ambos os termos da equação 6 tem-se a equação linear abaixo (Equação 9) onde a interseção da reta com o eixo Y é o ln V_0, e a inclinação da reta é o coeficiente K:

$$ln\, V = ln\, V_0 - K \times C \quad (9)$$

De posse desses dados (K e V_0), foi possível avaliar as características de sedimentabilidade do lodo, conforme a proposição de van Haandel e Marais (1999).

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1. Pesquisa em escala de bancada (Fase I)

5.1.1. Principais parâmetros operacionais

O reator de bancada foi operado por 330 dias, aproximadamente, entre os meses de julho de 2016 e maio de 2017. Na Tabela 6 são apresentadas as condições operacionais impostas ao reator, como a razão alimento/microrganismos (Equação 4) e a carga volumétrica (Equação 5) aplicadas no reator, ambas monitoradas ao longo de sua operação (média para cada etapa da Fase I). Também são apresentadas a vazão de ar enviada para o sistema e a respectiva velocidade ascensional do ar, para cada etapa da operação do reator de bancada, conforme a Equação 3.

Tabela 6 – Principais parâmetros operacionais do Reator de Bancada da Fase I da pesquisa.

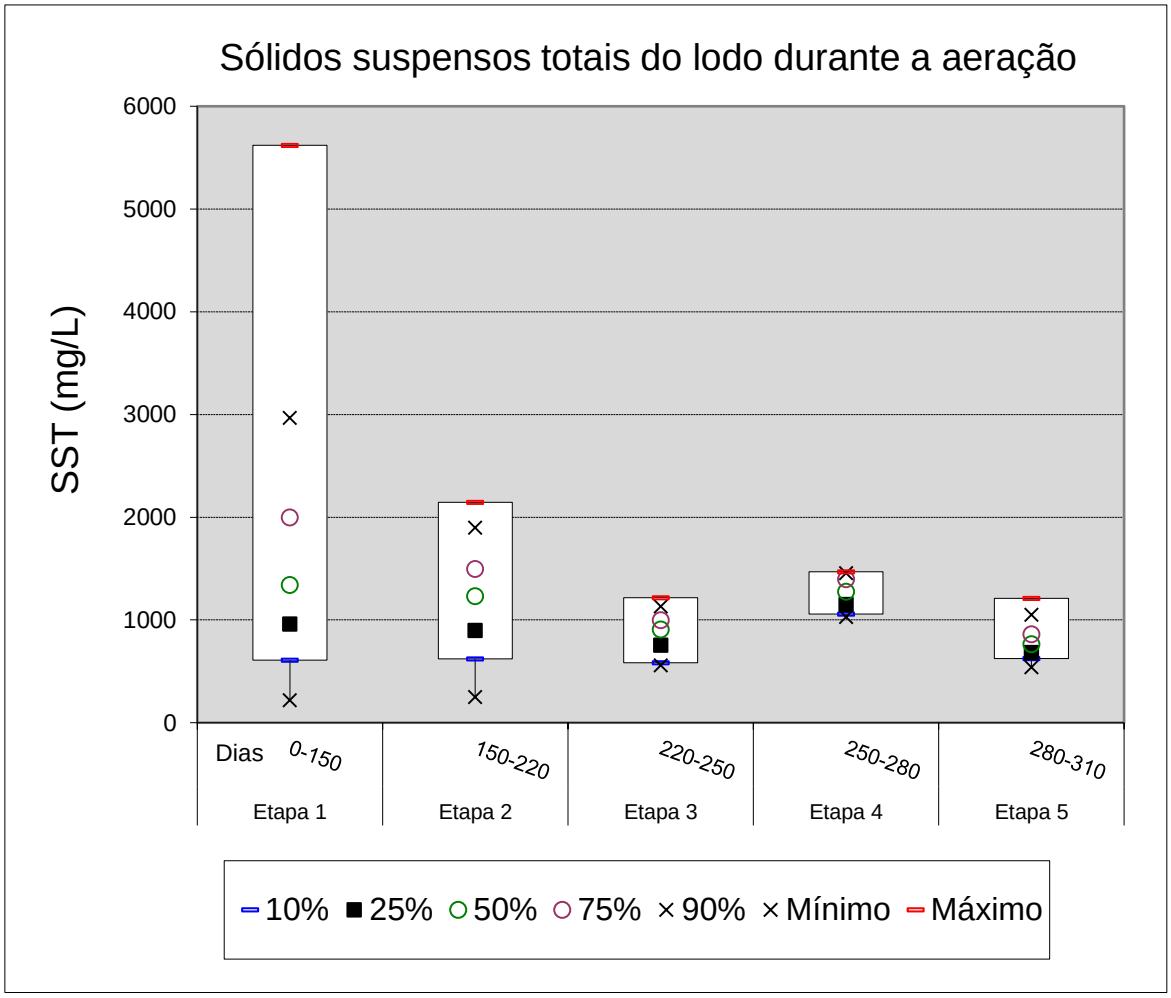
Parâmetro	Etapa 1	Etapa 2	Etapa 3	Etapa 4	Etapa 5
A/M (kg DBO/kgSSV.dia)	0,94	1,08	1,55	0,84	1,56
CV (kg DQO/m³.dia)	1,60	1,36	1,57	0,85	0,95
Aeração (L/min)	7,00	7,75	4,00	6,00	8,00
V_{ar} (cm/s)	1,49	1,65	0,85	1,27	1,70

Fonte: Autor (2018)

Os valores de A/M aplicados na Fase I da pesquisa refletem a estratégia de formação de grânulos. Conforme Li et al. (2011), valores de A/M na faixa de 1,1 kg DBO/kgSSV.dia são recomendados para a fase de partida, onde busca-se o processo de granulação e posteriormente, na fase de maturação, deve-se aplicar um menor valor deste parâmetro, da ordem de 0,3 DBO/kgSSV.dia. Já com relação á carga volumétrica, admite uma variação maior, sendo que Long et al. (2015), investigaram a estabilidade de lodo granular sob diferentes valores de CV, verificando que é possível manter a estabilidade do lodo granular aplicando valores variando entre 0,5 e 15 kg DQO/m³.dia. O valor do parâmetro V_{ar} necessário para a manutenção de grânulos estáveis deve ser maior do que 1,2 cm/s, segundo Beun et al. (1999), indicando que a valor aplicado na Fase I é coerente com a estratégia de obtenção da granulação. O mesmo pode ser dito em relação à aeração, que conforme Adav et al. (2007), cujos valores devem manter se acima de 3 L/min.

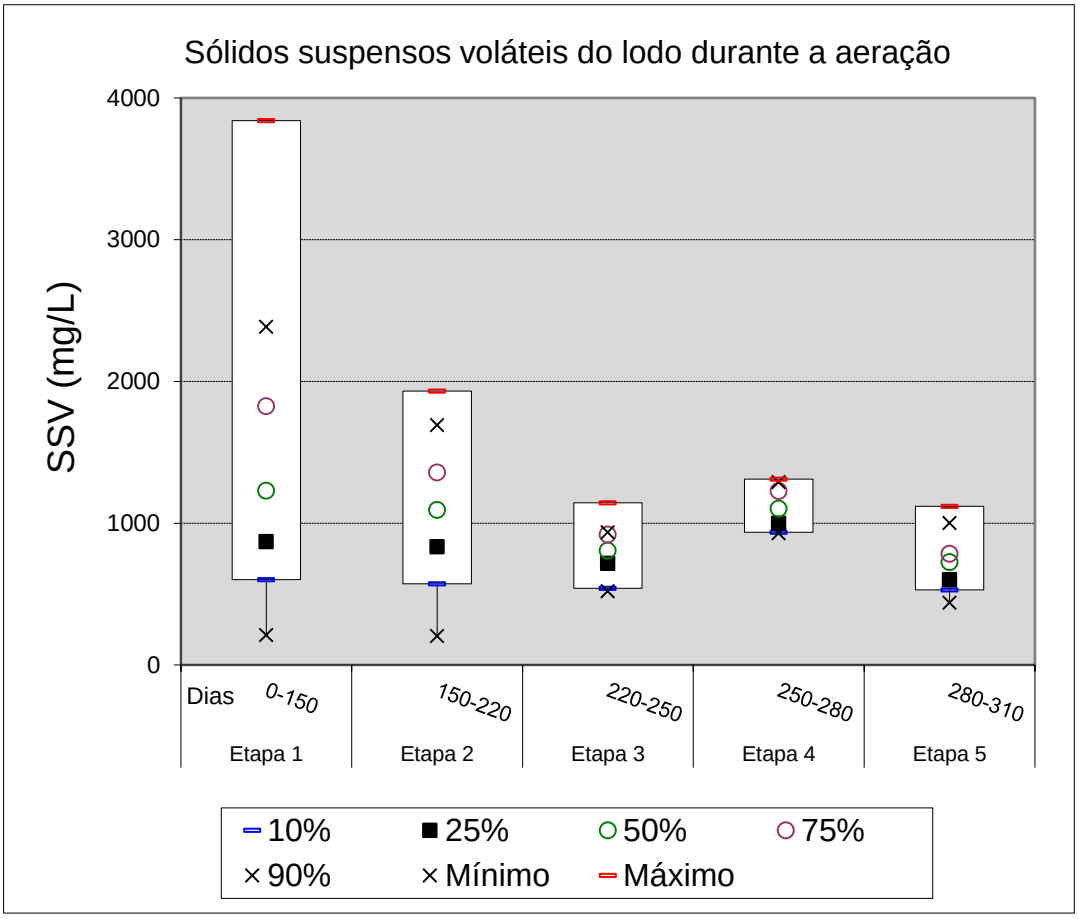
Durante a Fase I da pesquisa, as concentrações de sólidos suspensos totais e voláteis do lodo na fase de aeração, foram monitoradas e os resultados estão apresentados nos gráficos das Figuras 16 e 17.

Figura 16 – Concentração de sólidos suspensos totais do lodo do lodo durante a fase de aeração, para a Fase I da pesquisa.



Fonte: Autor (2018).

Figura 17 – Concentração de sólidos suspensos voláteis do lodo durante a fase de aeração, para a Fase I da pesquisa.



Fonte: Autor (2018).

Na Tabela 7 constam os valores observados para o SST e SSV do lodo durante a aeração e o SST e SSV no efluente descartado para cada etapa da Fase I da pesquisa.

Tabela 7 – Valores de SST e SSV do lodo durante a aeração e do efluente tratado para todas as etapas da Fase I da pesquisa.

Parâmetro		**Etapa 1**	**Etapa 2**	**Etapa 3**	**Etapa 4**	**Etapa 5**
SST (mg/L)	Média	1.592	1.194	881	1.266	798
	Desvio Padrão	967	488	200	161	203
	Mínimo	220	250	560	1.030	540
	Máximo	5.620	2.146	1.217	1.470	1.210
	n	48	21	14	8	8

SSV (mg/L)	Média	1.428	1.163	801	843	887
	Desvio Padrão	769	440	169	127	198
	Mínimo	210	205	520	940	440
	Máximo	3.840	1.931	1.144	1.310	1.120
	n	48	21	14	8	8
SST eflu (mg/L)	Média	143	90	77	101	111
	Desvio Padrão	110	14	10	8	23
	Mínimo	24	88	70	102	90
	Máximo	500	130	95	123	135
	n	15	6	4	4	6
SSV eflu (mg/L)	Média	159	106	84	111	127
	Desvio Padrão	113	8	10	9	17
	Mínimo	16	79	63	90	82
	Máximo	450	105	87	112	115
	n	15	6	4	4	6

Fonte: Autor (2018).

O alto arraste de sólidos no efluente resultou em baixas concentrações de sólidos suspensos totais e voláteis dentro do reator e numa idade do lodo reduzida. Este cenário é típico de fase de partida de sistemas de batelada que visam a granulação do lodo aeróbio, pois segundo Sadrzadeh et al. (2013) a perda de lodo no efluente ocorre no período de partida, de forma que quando o processo de granulação avança e a operação do reator é estabilizada, observa-se a redução da quantidade de lodo arrastada junto com o efluente.

A idade do lodo foi calculada em função do descarte não intencional, ou seja, devido ao arraste de sólidos do reator junto com o efluente descartado ao final de cada ciclo. Considerando oito ciclos de batelada por dia e um volume de troca de efluente de 3,2 L por ciclo, calculou-se a idade de lodo conforme a equação 3, ou seja, a respectiva idade média para cada etapa da Fase I calculada com base nos valores médios de SSV do lodo durante a aeração e do SSV médio no efluente tratado. Os resultados desse monitoramento estão apresentados na Tabela 8. Conforme é possível observar, os baixos resultados de idade do lodo, próximos ao limite para lodo ativado, representam um efeito negativo para a ocorrência do

processo de nitrificação, porém, ao mesmo tempo, um efeito positivo para a remoção de fósforo.

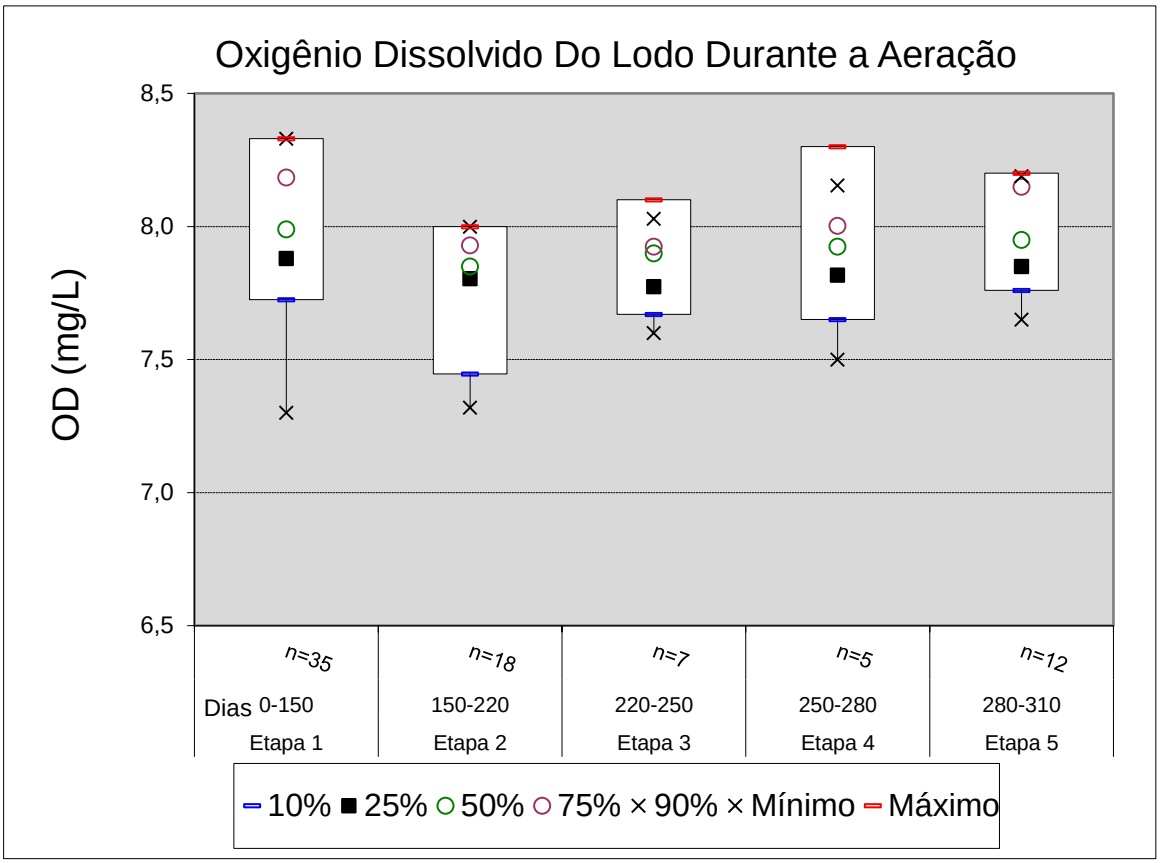
Tabela 8 – Idade do lodo média calculada para cada etapa da Fase I da pesquisa.

Parâmetro	Etapa 1	Etapa 2	Etapa 3	Etapa 4	Etapa 5
Idade do Lodo Média (dias)	2,20	2,85	2,31	1,84	1,76

Fonte: Autor (2018).

O gráfico da Figura 18 apresenta os valores de oxigênio dissolvido do lodo, monitorado durante a aeração do ciclo da batelada. Pode-se verificar que o oxigênio dissolvido ficou sempre próximo à saturação no meio líquido, como resultado da forte aeração aplicada ao sistema como estratégia adotada para o estimulo de uma alta produção de EPS com o objetivo de propiciar a granulação dos flocos biológicos.

Figura 18 – Oxigênio dissolvido do lodo durante a fase de aeração do ciclo de operação.



Fonte: Autor (2018).

A Tabela 9 mostra os valores monitorados de pH do lodo durante a fase de aeração do ciclo da batelada. Os valores observados foram altos, ficando sempre acima de 7,0 ao longo de toda a Fase I, sendo que foram frequentemente observados valores acima de 8,0. Já o valor médio do afluente foi de 7,12 (n=37), o que indica um leve aumento deste parâmetro quando se compara o pH do lodo dentro do reator na mistura (fase de aeração) com o do afluente, o que pode ser uma indicação da ocorrência de nitrificação e desnitrificação resultando num saldo final de reposição de alcalinidade no meio (lodo em mistura com o efluente sintético dentro do reator). Na seção de apresentação dos resultados sobre remoção de nitrogênio, da Fase II da pesquisa, esse ponto será discutido com maior profundidade, quando será realizado um balanço de alcalinidade.

Tabela 9 – pH do lodo durante a fase de aeração do ciclo de operação

Etapa	Parâmetro	pH
1	**Média**	**7,3**

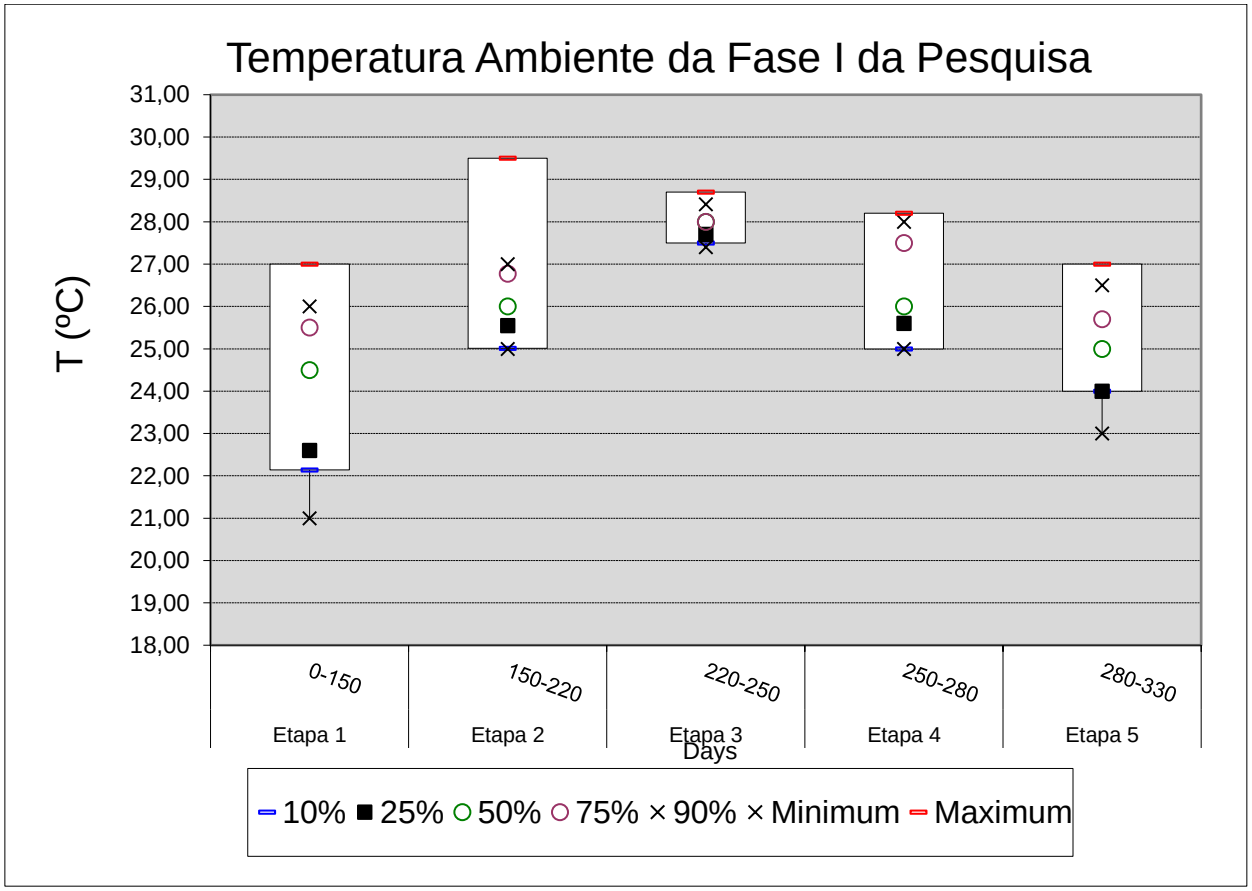
	Desvio Padrão	**0,4**
	Mínimo	**6,9**
	Máximo	**8,1**
	n	**40**
2	**Média**	**8,0**
	Desvio Padrão	**0,1**
	Mínimo	**7,8**
	Máximo	**8,2**
	n	**17**
3	**Média**	**7,56**
	Desvio Padrão	**0,3**
	Mínimo	**7,1**
	Máximo	**7,9**
	n	**10**
4	**Média**	**8,1**
	Desvio Padrão	**0,1**
	Mínimo	**8,0**
	Máximo	**8,2**
	n	**5**
5	**Média**	**8,0**
	Desvio Padrão	**0,1**
	Mínimo	**7,8**
	Máximo	**8,2**
	n	**8**

Fonte: Autor (2018).

Ao longo de toda a Fase I da pesquisa, a temperatura do reator de bancada não foi monitorada, contudo, a temperatura ambiente do Laboratório de Saneamento da Escola Politécnica da USP durante este período foi monitorada (CULI, 2018), cujos resultados estão apresentados na Figura 19, como uma referência para a temperatura do reator. Durante toda a operação do reator de bancada (Fase I) as temperaturas observadas apresentaram pouca variação devido ao isolamento

término da sala do laboratório, todavia, ocorreu um pequeno aumento da temperatura no meio do período operacional da Fase I correspondendo aos meses de verão. Pode-se observar valores de temperatura mais elevados do que as temperaturas típicas dos países de origem do processo de lodo granular, favorecendo todos os processos bioquímicos envolvidos.

Figura 19 - Histórico do monitoramento da temperatura ambiente do Laboratório de Saneamento da Escola Politécnica da USP.



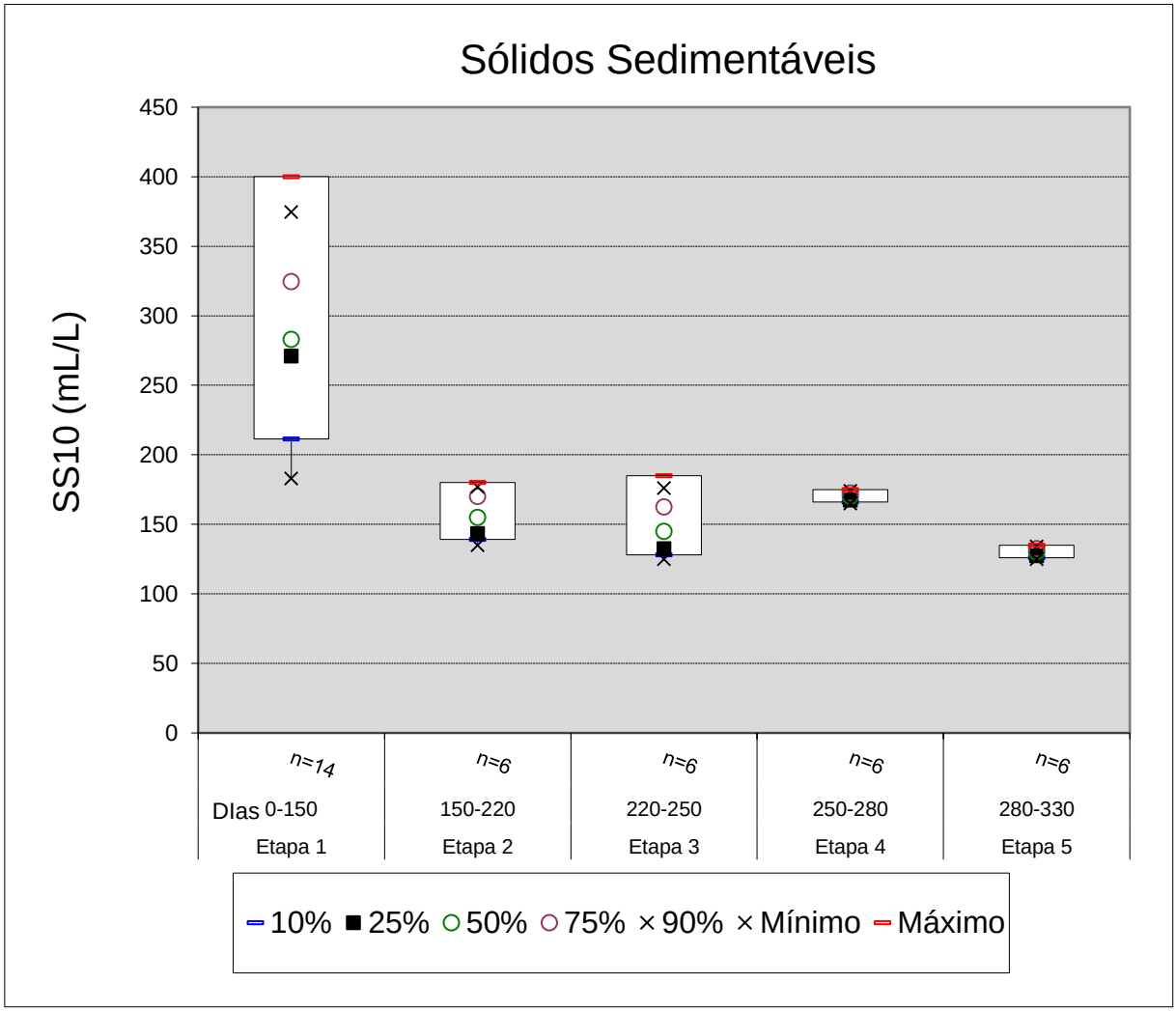
Fonte: Adaptado de CULI, 2018.

5.1.2. Sedimentabilidade e índice volumétrico do lodo

O gráfico da Figura 20 apresenta os valores de sólidos sedimentáveis (SS) do lodo observados e os respectivos valores de Índice Volumétrico de Lodo calculados (Figura 21) com base nos valores de SST e SS medidos durante a Fase I da pesquisa. Os valores desses sólidos foram analisados durante a fase de sedimentação do ciclo operacional, sendo que o volume de lodo sedimentado foi medido 10 minutos após o início da fase de sedimentação. Não houve retirada de

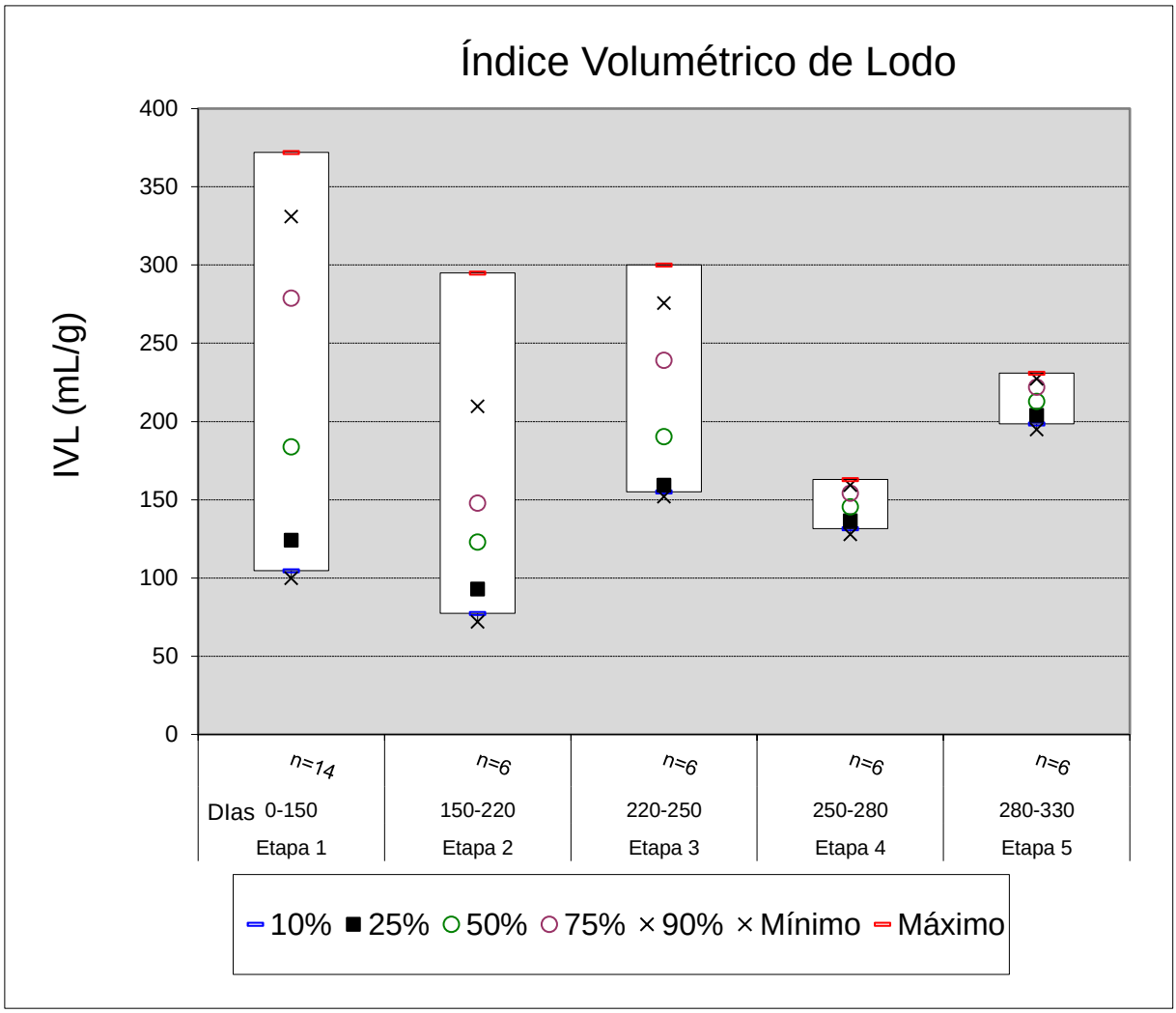
lodo do reator (devido ao pequeno volume do mesmo) de forma que o volume de lodo sedimentado foi medido a partir de uma graduação volumétrica na parede do reator. Conforme apresentado na estratégia de operação do reator de bancada, o tempo de sedimentação sofreu gradual redução ao longo da Fase I. Desta forma, a análise de SS foi feita sempre com 10 minutos de sedimentação, cujo intervalo de tempo ocorreu em todas as etapas da Fase I da pesquisa.

Figura 20 – Valores de Sólidos Sedimentáveis do lodo durante a Fase I da Pesquisa.



Fonte: Autor (2018).

Figura 21 – Valores de IVL do lodo durante a Fase I da Pesquisa.



Fonte: Autor (2018).

5.1.3 Caracterização morfológica dos grânulos aeróbios

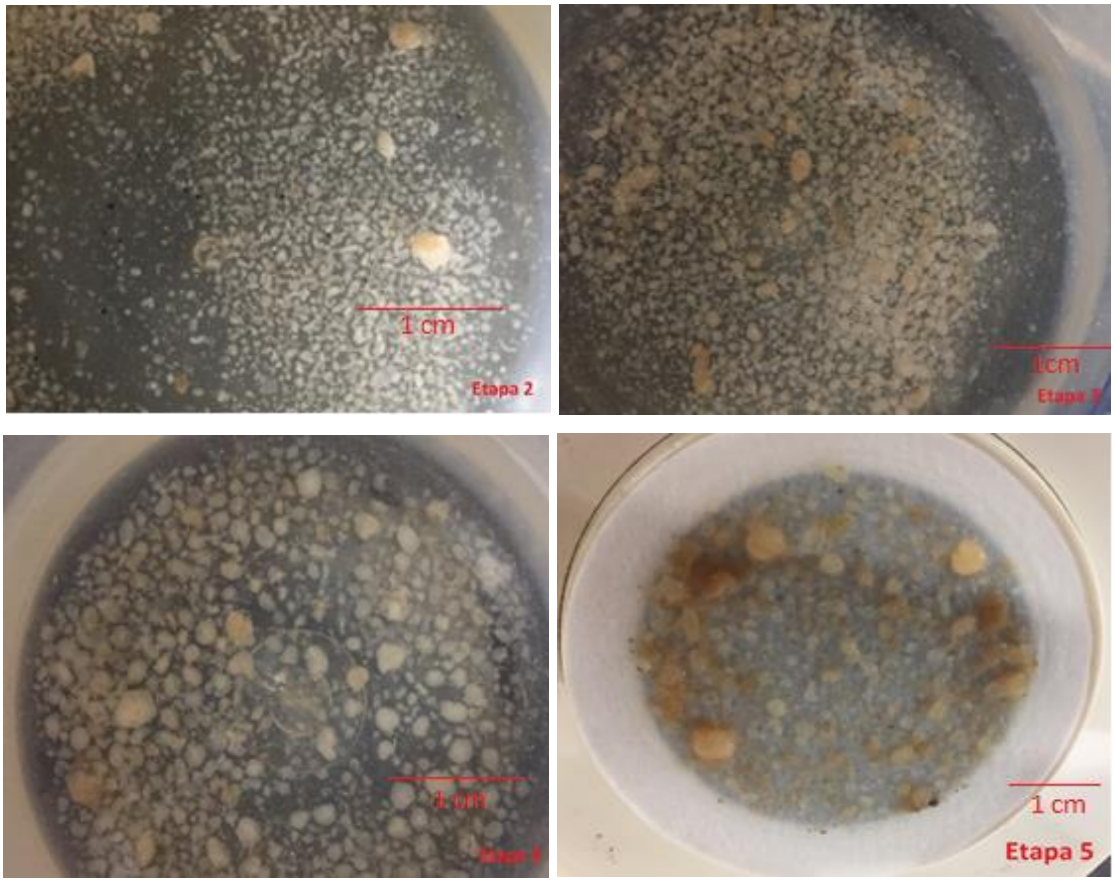
Mesmo operando o reator com elevado tempo de sedimentação, foi observado o início do processo de granulação no final da Etapa 1, conforme as imagens da Figura 22, mostrando o surgimento de grânulos de formato irregular e pequenas dimensões juntamente com uma alta quantidade de lodo floculento presente.

Figura 22 – Imagem do lodo durante a Etapa 1 da Fase I da pesquisa.

Fonte: Autor (2018).

Posteriormente à etapa 1 foi possível observar o crescimento dos grânulos. Durante as etapas 2 e 3 foi registrado um aumento gradual do diâmetro dos grânulos. Na etapa 4 foi verificado crescimento no diâmetro dos grânulos, no entanto com menor taxa e neste momento foi registrado o surgimento de filamentos aderidos à superfície dos grânulos. Já na etapa 5 o tamanho médio dos grânulos apresentou estabilidade e a presença de filamentos aderidos ainda foi observada em maior intensidade. As imagens da Figura 23 mostram o lodo durante as etapas de 2 a 5 da Fase I da pesquisa.

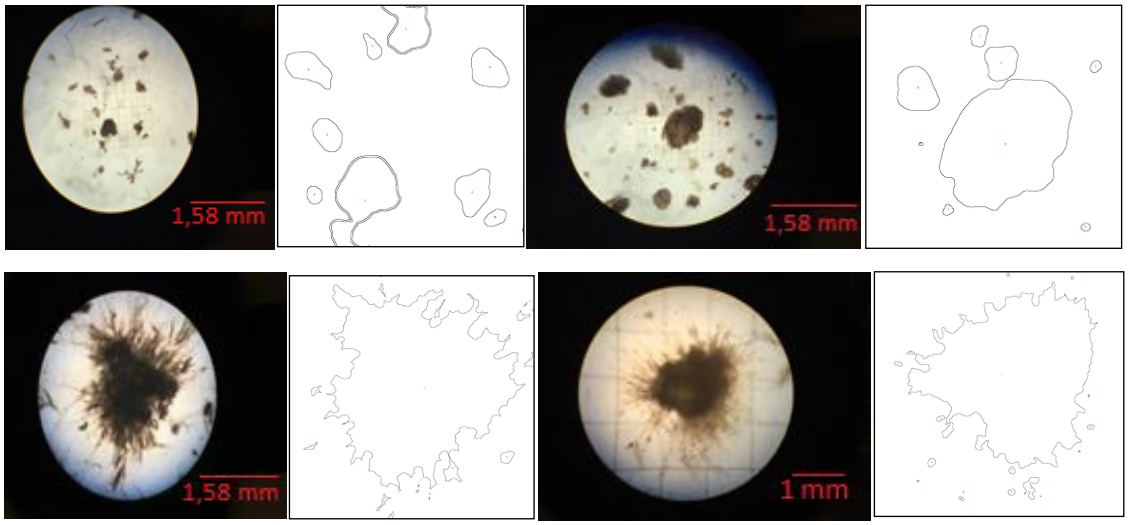
Figura 23 – Imagens tiradas de amostras coletadas do lodo granular, durante a fase de aeração, para as Etapas 2, 3, 4 e 5 da Fase I da pesquisa.



Fonte: Autor (2018)

Na Figura 24 são apresentadas algumas das imagens tiradas do lodo, obtidas com uso de microscópio ótico (40 vezes de aumento), durante as etapas de 2 a 5 da Fase I da pesquisa. Essas imagens correspondem às amostras do lodo coletadas durante a fase de aeração do reator de bancada, sendo que realizada diluição do lodo de aproximadamente 15 vezes, de forma a permitir uma visualização melhor dos grânulos, evitando a sobreposição dos mesmos. Sua captação foi através do Software Image J (resultando nas imagens com fundo branco) com o objetivo de calcular alguns parâmetros geométricos de interesse dos grânulos, como o diâmetro de Feret (mm) e o coeficiente de circularidade (0 – linear, 1- circular).

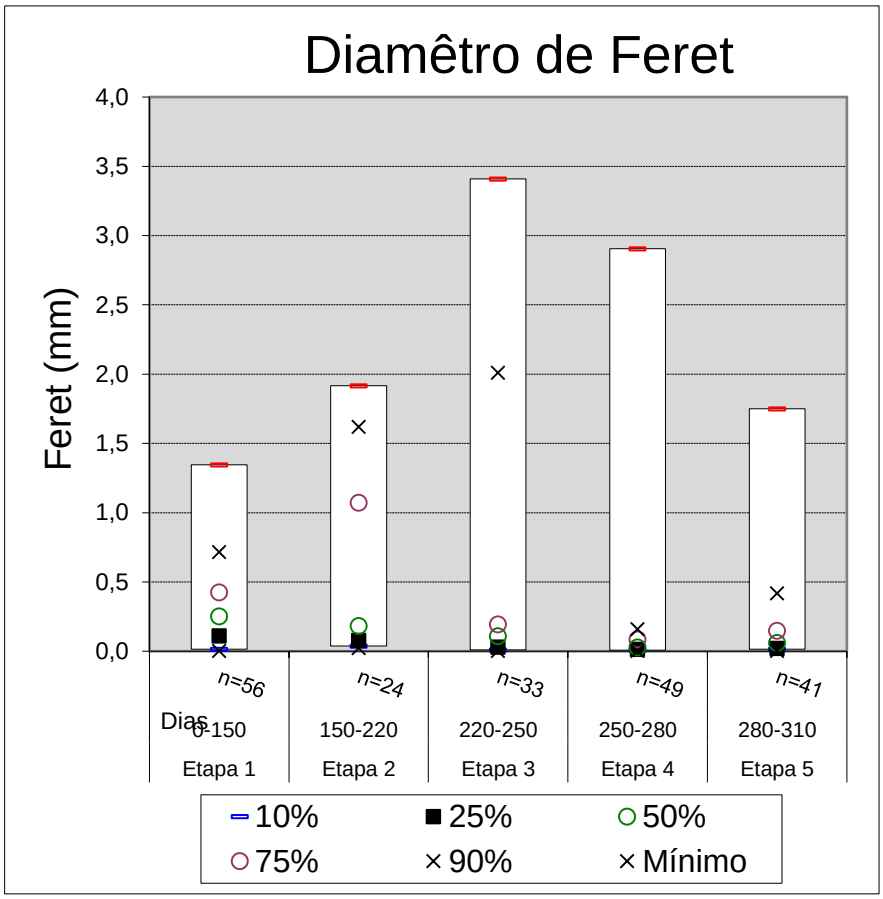
Figura 24 – Fotografias tiradas com uso de microscópio ótico e as respectivas imagens obtidas com uso do Software ImageJ, de amostras coletadas do lodo granular durante as Etapas de 2 (imagem superior esquerda) a 5 (inferior direita) da Fase I.



Fonte: Autor (2018).

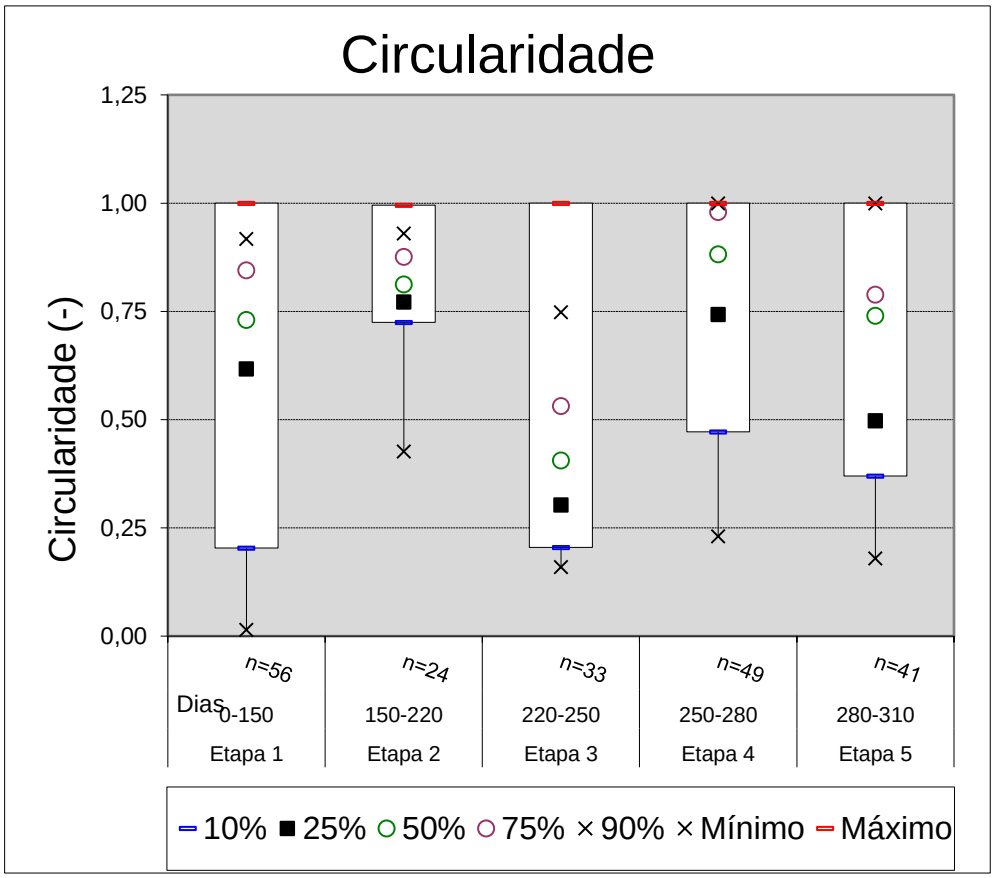
Os gráficos das Figuras 25 e 26 abaixo apresentam os valores observados dos parâmetros morfológicos dos grânulos analisados (diâmetro de Feret e circularidade), ao longo da primeira fase da pesquisa.

Figura 25 – Evolução do diâmetro de Feret durante a Fase I da pesquisa.



Fonte: Autor (2018).

Figura 26 – Evolução do coeficiente de circularidade durante a Fase I da pesquisa.



Fonte: Autor (2018)

5.1.4 Remoção de matéria orgânica

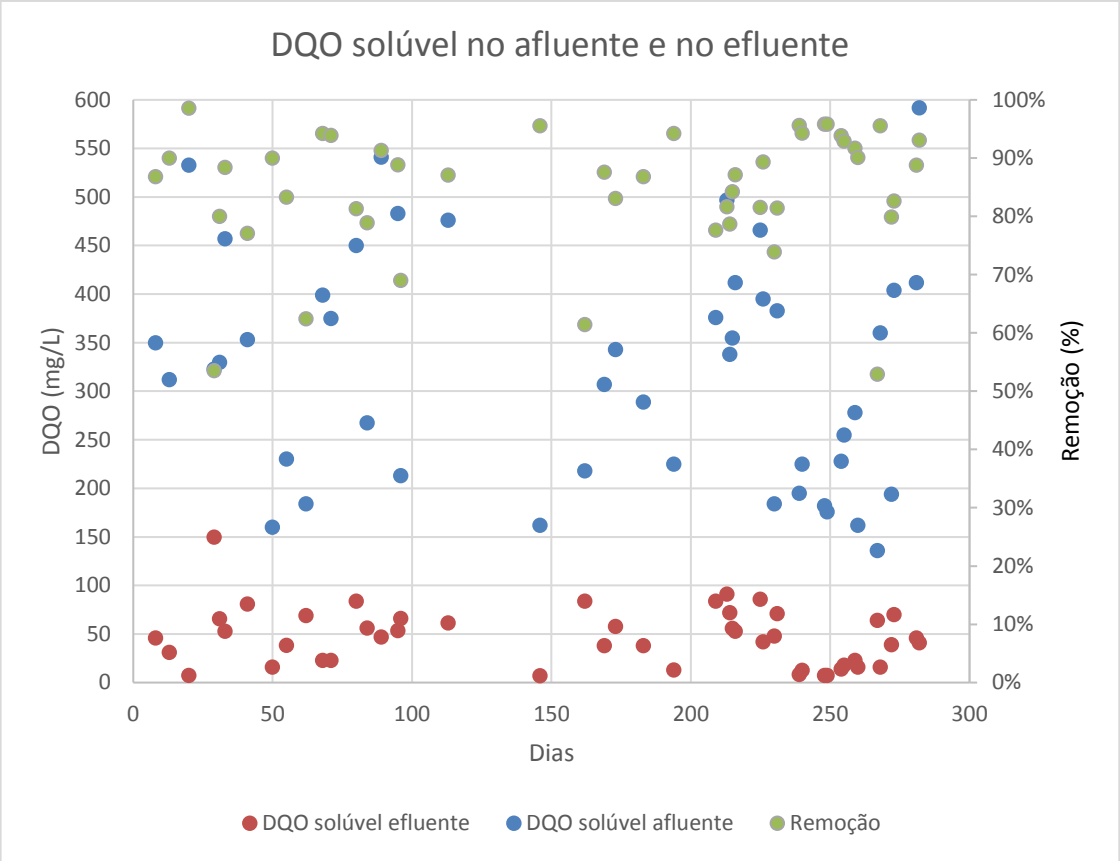
Ao longo de todas as cinco etapas da Fase I da pesquisa a remoção de matéria orgânica do reator foi monitorada por meio da realização de análises de DBO solúvel e DQO solúvel no afluente e no efluente. Os resultados estão apresentados nos gráficos das Figuras 27 e 28. Pode-se verificar que a remoção média ao longo da operação do reator de bancada foi de 87 e 82 % respectivamente para DQO solúvel e DBO solúvel e ocorreu nas fases de alimentação anaeróbia pelo fundo e na fase de aeração. Nas Tabelas 10 e 11 abaixo são apresentados os valores médios destes parâmetros no afluente e no efluente para todas as 5 etapas e as respectivas remoções de cada etapa da Fase I.

Tabela 10 – Valores médios de DQO solúvel no afluente e no efluente e as respectiva remoções médias de cada etapa da Fase I da pesquisa.

Etapa	Parâmetro	DQO afluente (mg/L)	DQO efluente (mg/L)	Remoção média (%)
1	**Média**	349,4	51,5	85,2
	Desvio Padrão	116,4	33,0	
	Mínimo	160,0	7,2	
	Máximo	541,0	150,0	
	n	20,0	20,0	
2	**Média**	336,0	58,7	85,5
	Desvio Padrão	79,3	23,4	
	Mínimo	218,0	13,0	
	Máximo	497,0	91,0	
	n	10,0	10,0	
3	**Média**	275,7	35,4	87,1
	Desvio Padrão	110,7	29,2	
	Mínimo	176,0	7,3	
	Máximo	466,0	86,0	
	n	8,0	8,0	
4	**Média**	252,1	32,5	87,1
	Desvio Padrão	87,2	21,3	
	Mínimo	136,0	14,0	
	Máximo	404,0	70,0	
	n	8,0	8,0	
5	**Média**	502,0	43,5	91,3
	Desvio Padrão	90,0	2,5	
	Mínimo	412,0	41,0	
	Máximo	592,0	46,0	
	n	8,0	8,0	

Fonte: Autor (2018).

Figura 27 – Valores de Demanda Química de Oxigênio (DQO) solúvel no afluente e no efluente para todas as etapas da Fase I da pesquisa.



Fonte: Autor (2018).

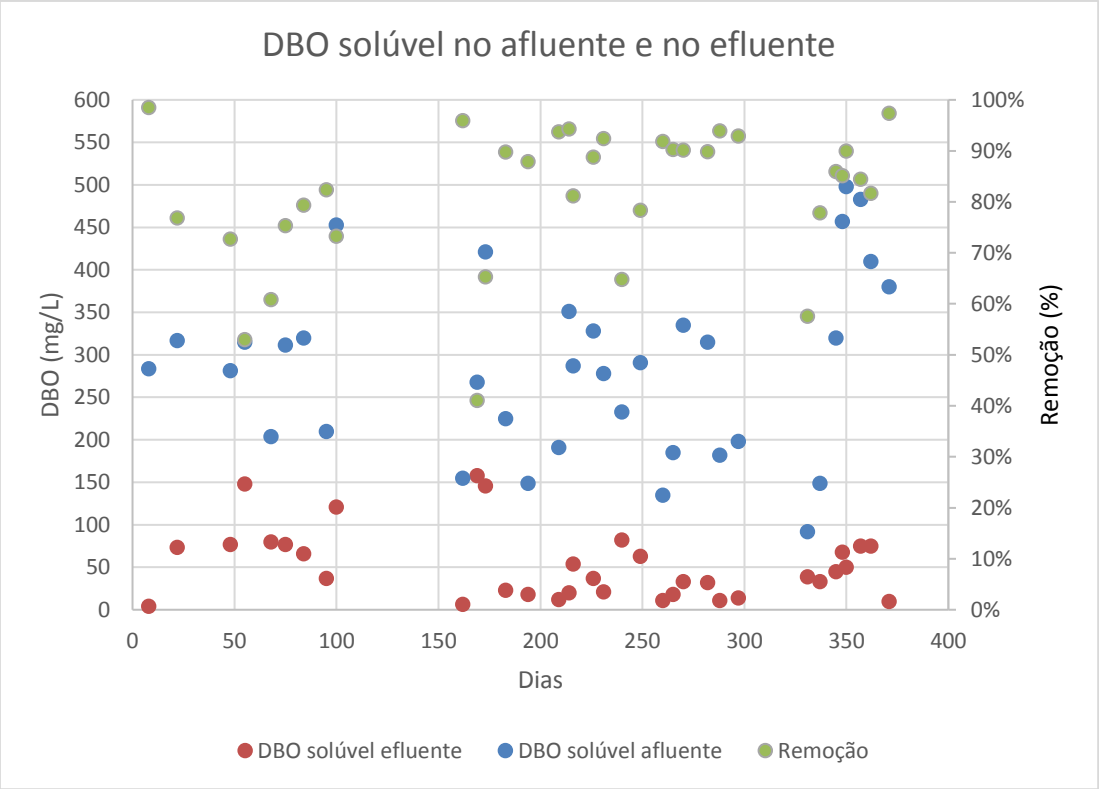
Tabela 11 – Valores médios de DBO solúvel no efluente bruto e tratado e as respectiva remoções médias de cada etapa da Fase I da pesquisa.

Etapa	Parâmetro	DBO afluente (mg/L)	DBO efluente (mg/L)	Remoção média (%)
1	**Média**	299,5	75,9	74,7
	Desvio Padrão	68,7	39,5	
	Mínimo	203,8	4,2	
	Máximo	453,0	148,0	
	n	9,0	9,0	
2	**Média**	255,9	54,7	78,6
	Desvio Padrão	89,6	57,8	
	Mínimo	149,0	6,3	
	Máximo	421,0	158,0	

	n	8,0	8,0	
3	**Média**	282,5	50,7	82,1
	Desvio Padrão	34,0	23,5	
	Mínimo	233,0	21,0	
	Máximo	328,0	82,0	
	n	4,0	4,0	
4	**Média**	218,3	20,7	90,5
	Desvio Padrão	85,0	9,2	
	Mínimo	135,0	11,0	
	Máximo	335,0	33,0	
	n	4,0	4,0	
5	**Média**	196,8	24,0	87,8
	Desvio Padrão	79,3	11,8	
	Mínimo	92,0	11,0	
	Máximo	315,0	39,0	
	n	4,0	4,0	

Fonte: Autor (2018).

Figura 28 – Valores de DBO solúvel no afluente e no efluente o para todas as etapas da Fase I da Pesquisa.



Fonte: Autor (2018).

5.1.5 Remoção de nitrogênio

A remoção de nitrogênio foi avaliada durante a Fase I da pesquisa em termos de nitrogênio amoniacal e nitrogênio kjeldahl total, porém este parâmetro apenas na última fase da pesquisa. Também foram realizadas análises de nitrito e nitrato no efluente.

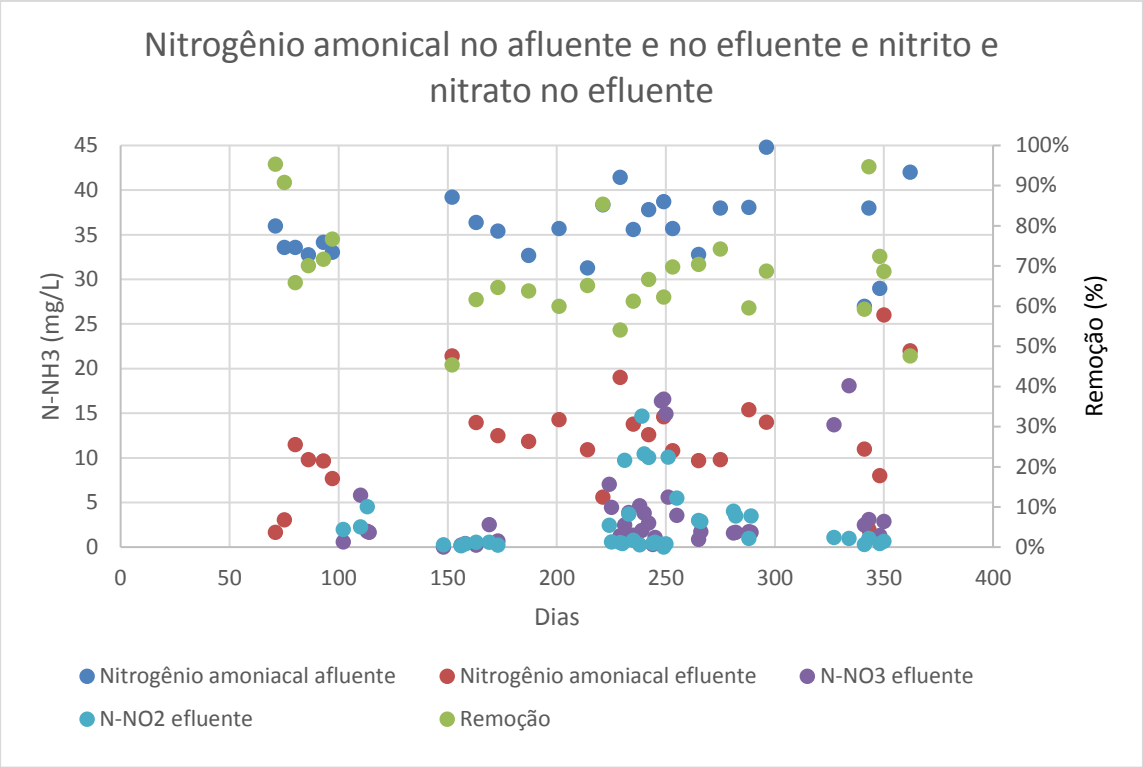
O gráfico da Figura 29 mostra os resultados obtidos para o nitrogênio amoniacal no afluente e efluente, nitrito e nitrato no efluente. A remoção de nitrogênio amoniacal, sem considerar a ocorrência de conversão de nitrogênio orgânico para amônia, ou seja, apenas analisando a concentração de amônia do afluente e no efluente, apresentou média para a Fase I de 68%, evidenciando a ocorrência do processo de nitrificação ao longo de toda a operação do reator de bancada, conforme apresentado na Tabela 12, o que mostra um grande potencial dos sistemas de lodo granular para atendimento às legislações, em termos do parâmetro amônia.

Tabela 12 – Valores médios de nitrogênio amoniacal no afluente e no efluente e as respectivas remoções médias e os valores de nitrito e nitrato no efluente de cada etapa Fase I da pesquisa

Etapa	Parâmetro	N-NH3 afluente (mg/L)	N-NH3 efluente (mg/L)	Remoção média (%)	N-NO3 efluente (mg/L)	N-NO2 efluente (mg/L)
1	**Média**	33,9	7,2	78,6	2,5	2,3
	Desvio Padrão	1,1	3,6		2,0	1,5
	Mínimo	32,8	1,7		0,6	0,3
	Máximo	36,0	11,5		5,8	4,5
	n	6,0	6,0		5,0	5,0
2	**Média**	35,1	14,2	59,7	0,8	0,4
	Desvio Padrão	2,6	3,5		0,9	0,2
	Mínimo	31,3	10,9		0,2	0,2
	Máximo	39,2	21,4		2,5	0,6
	n	6,0	6,0		5,0	5,0
3	**Média**	38,4	13,1	65,8	5,3	3,5
	Desvio Padrão	2,1	4,9		5,4	4,7
	Mínimo	35,6	5,6		0,3	0,0
	Máximo	41,4	19,0		16,6	14,7
	n	5,0	5,0		16,0	16,0
4	**Média**	35,5	10,1	71,6	2,9	5,4
	Desvio Padrão	2,1	0,5		1,8	2,9
	Mínimo	32,8	9,7		0,9	2,9
	Máximo	38,0	10,8		5,6	10,1
	n	4,0	4,0		4,0	4,0
5	**Média**	43,1	14,1	67,4	4,8	1,6
	Desvio Padrão	17,3	7,6		5,7	1,4
	Mínimo	27,0	2,0		1,3	0,3
	Máximo	83,0	26,0		18,1	4,0
	n	7,0	7,0		10,0	10,0

Fonte: Autor (2018).

Figura 29 – Valores de nitrogênio amoniacal no afluente e no efluente e de nitrito e nitrato no efluente para todas as etapas da Fase I da pesquisa.



Fonte: Autor (2018).

Os valores de nitrito e nitrato no efluente foram monitorados desde o final da etapa 1 até o término da Fase I (Etapa 5). Os valores observados apresentaram média geral de 2,62 e 3,27 mg/L, respectivamente, para nitrito e nitrato, sendo que a maior parte dos valores de ambos os parâmetros ficaram abaixo de 5 mg/L na maior parte do tempo, conforme apresentado no gráfico da Figura 29 e na Tabela 12. A remoção global de nitrogênio amoniacal pelo lodo do reator de bancada foi de 68%. Do total de amônia nitrificada, gera-se uma quantidade de nitrito e nitrato da mesma ordem de grandeza da remoção de amônia. Portanto, o fato dos resultados de nitrito e nitrato no efluente terem sido baixos, ao longo de toda Fase I, indica que a desnitrificação provavelmente ocorreu, embora este estudo não levou em conta a quantidade de nitrogênio incorporado pelo lodo e a quantidade perdida com o lodo que sai do sistema arrastado no efluente descartado ao final de cada ciclo.

5.1.6 Remoção de fósforo

Durante a Fase I da pesquisa a remoção de fósforo foi monitorada por meio de análises de fósforo solúvel no afluente e no efluente. O gráfico da Figura 30 abaixo apresenta os resultados obtidos para esse parâmetro ao longo das cinco etapas da Fase I da pesquisa. A remoção de fósforo solúvel pelo sistema apresentou média geral referente a todo o período operacional da Fase I de 37%. A Tabela 13 resume os valores médios de fósforo solúvel no afluente e no efluente e as respectivas eficiências obtidas em cada etapa da Fase I.

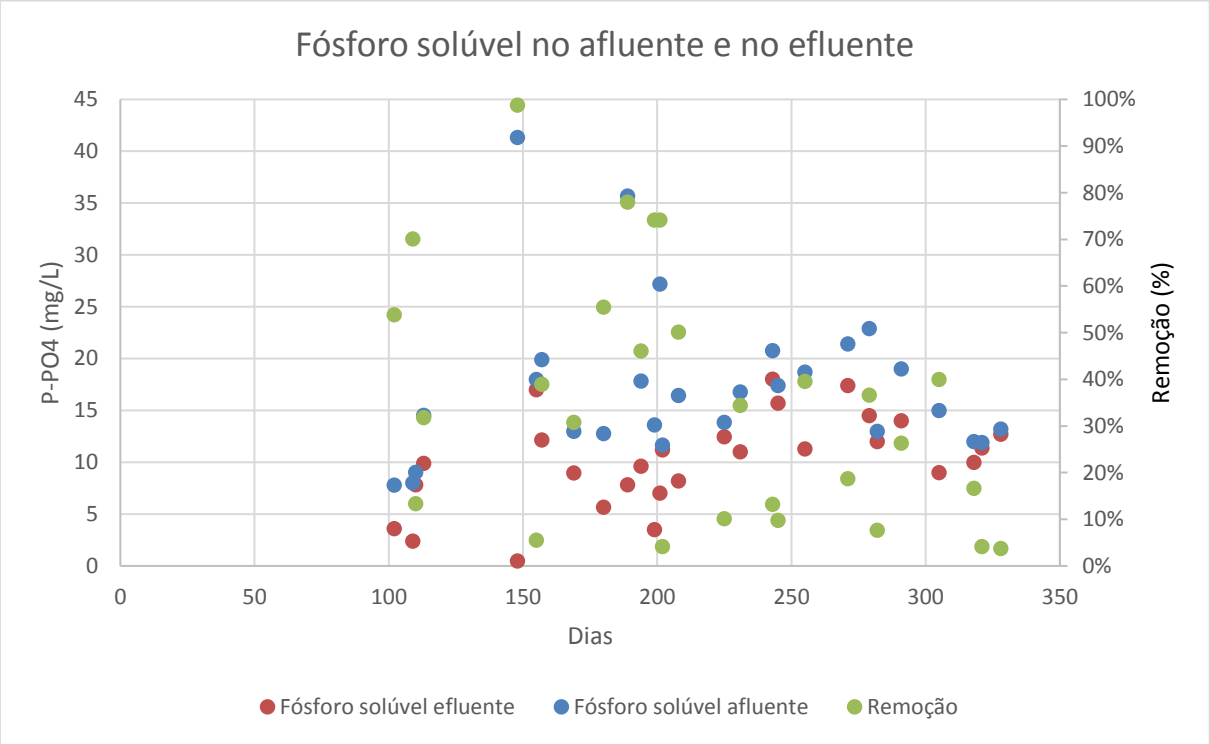
Tabela 13 – Valores médios de fósforo solúvel no afluente e efluente e as respectivas remoções médias de cada etapa da Fase I da pesquisa.

Etapa	Parâmetro	$P\text{-}PO_4$ afluente (mg/L)	$P\text{-}PO_4$ efluente (mg/L)	Remoção média (%)
1	**Média**	16,2	4,9	70,0
	Desvio Padrão	12,8	3,5	
	Mínimo	7,8	0,5	
	Máximo	41,3	9,9	
	n	5,0	5,0	
2	**Média**	18,6	9,1	51,0
	Desvio Padrão	7,2	3,6	
	Mínimo	11,7	3,5	
	Máximo	35,7	17,0	
	n	10,0	10,0	
3	**Média**	17,2	14,3	16,9
	Desvio Padrão	2,5	2,7	
	Mínimo	13,9	11,0	
	Máximo	20,8	18,0	
	n	4,0	4,0	
4	**Média**	21,0	14,4	31,4
	Desvio Padrão	1,7	2,5	
	Mínimo	18,7	11,3	
	Máximo	22,9	17,4	

	n	4,0	4,0	
5	**Média**	14,0	11,5	17,8
	Desvio Padrão	2,5	1,7	
	Mínimo	11,9	9,0	
	Máximo	19,0	14,0	
	n	6,0	6,0	

Fonte: Autor (2018).

Figura 30 – Valores de fósforo solúvel (P-PO_4) no afluente e no efluente para todas as etapas da Fase I da pesquisa.



Fonte: Autor (2018).

Apesar de não ter sido realizado descarte de lodo durante a fase de aeração, a remoção de fósforo solúvel observada indica que o lodo incorporou fósforo, podendo ser devido ao metabolismo das bactérias heterotróficas. No entanto, a baixa remoção de fósforo observada indica a não formação de PAOs, pelo menos em quantidade expressiva. O lodo perdido junto com o efluente tratado possivelmente ainda possuía fósforo incorporado e como foi retirado do sistema, contribui para sua

remoção, caso contrário, o fósforo incorporado poderia ser devolvido ao meio líquido na fase anaeróbia de enchimento.

5.2. Pesquisa em escala piloto (Fase II)

5.2.1. Principais parâmetros operacionais

O reator piloto foi operado por 330 dias aproximadamente, entre os meses de janeiro e novembro de 2017. Na Tabela 14 abaixo apresenta a razão alimento/microrganismos e a carga volumétrica aplicados. Estes parâmetros foram calculados conforme as equações 4 e 5. A vazão de ar também foi monitorada e utilizada para calcular a velocidade ascensional das bolhas de acordo com a equação 4.

Tabela 14 – Parâmetros operacionais do Reator piloto para as etapas de 1 a 4 da Fase II da pesquisa

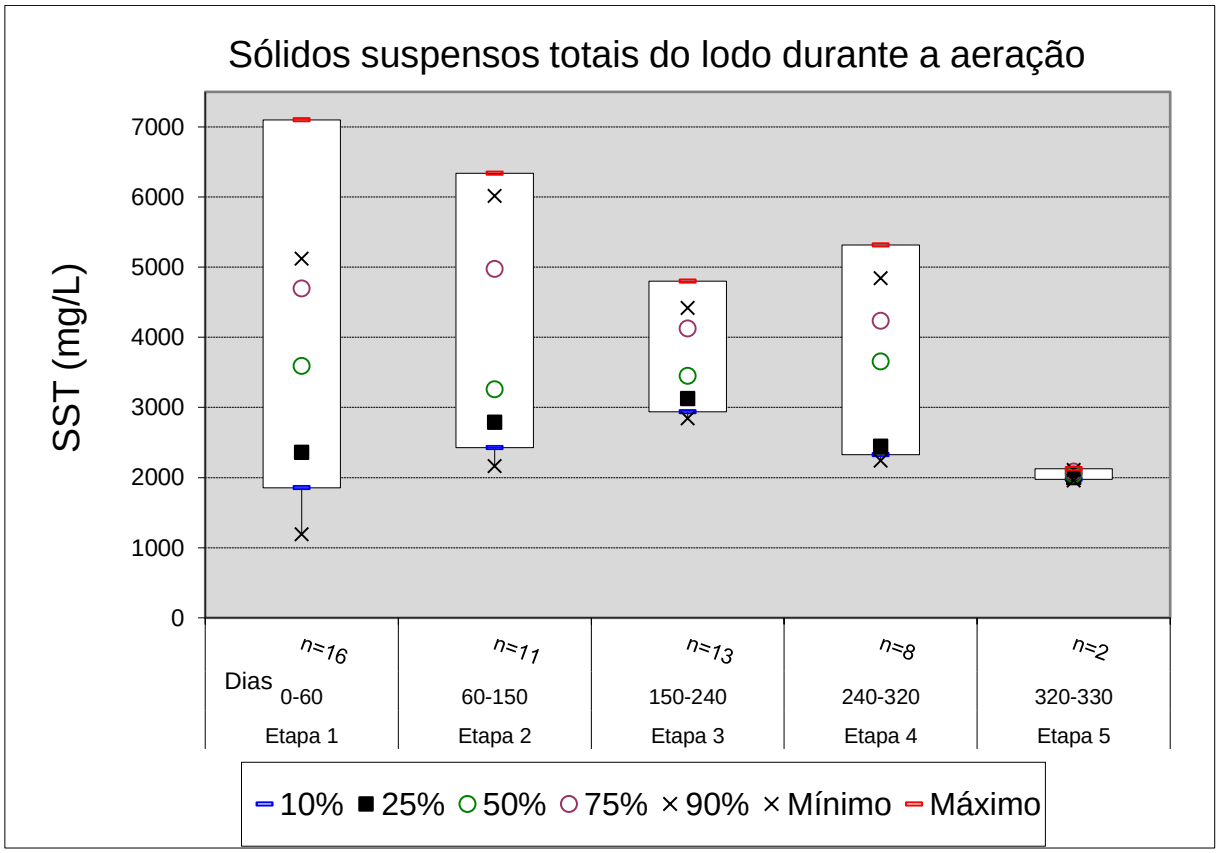
Parâmetro	Etapa 1	Etapa 2	Etapa 3	Etapa 4
A/M (kg DBO/kgSSV.dia)	0,32	0,27	0,26	0,19
CV (kg DQO/m³.dia)	0,95	1,14	1,10	1,16
Aeração (L/min)	220	208	210	216
V_{ar} (cm/s)	1,87	1,76	1,78	1,84

Fonte: Autor (2018).

Apesar dos valores de A/M aplicados na Fase II da pesquisa terem sido menores do que os valores verificados na Fase I, nesta fase também foi possível obter granulação do lodo (conforme será mencionado). Tay et al. (2004) aplicou valores de A/M da ordem de 0,33 kg DBO/kgSSV.dia, obtendo grânulos aeróbios estáveis, significando que este parâmetro pode variar e mesmo assim obter a granulação. Já os valores de carga volumétrica ficaram muito próximos dos valores aplicados na Fase I. Os valores de aeração foram maiores do que na Fase I, isso pois a área da base do reator piloto é maior do que a base do reator de bancada. Entretanto, o valor da $V_{ar,}$ medida logo na saída do difusor, ficou numa faixa de valor muito semelhante ao reator de bancada, mostrando que a aplicação de ar foi proporcional às áreas das bases dos reatores e também em linha com Adav et al. (2007).

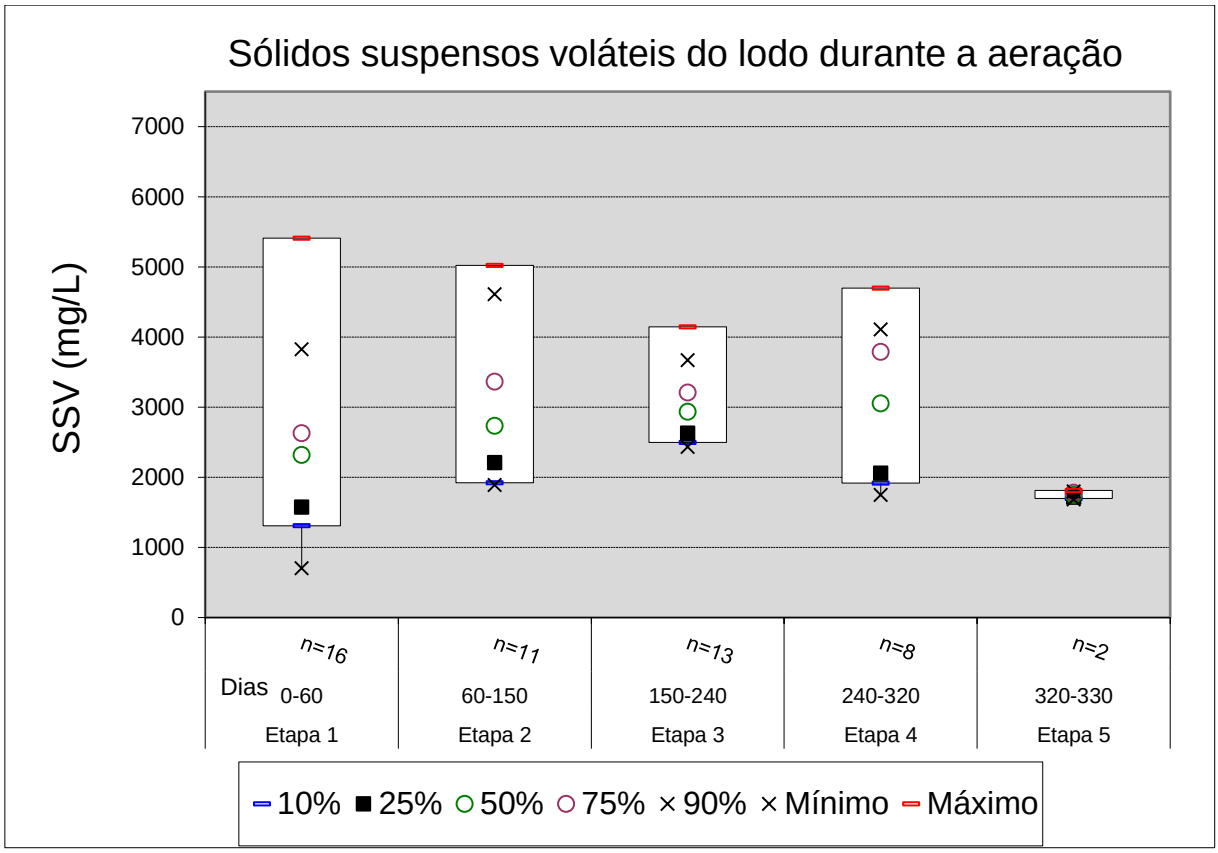
As concentrações de sólidos suspensos totais e voláteis do reator durante a aeração (mistura completa) foram monitoradas a partir da coleta de amostras do lodo compostas por coletas em quatro alturas diferentes do reator, conforme apresentado no fluxograma do arranjo operacional do reator piloto (Figura 13). Os gráficos das Figuras 31 e 32 mostram os resultados obtidos para esses parâmetros durantes as etapas de 1 a 5 da Fase II da pesquisa.

Figura 31 – Concentração de sólidos suspensos totais do lodo no reator, durante a fase de aeração, para as etapas de 1 a 5 da Fase II da pesquisa



Fonte: Autor (2018).

Figura 32 – Concentração de sólidos suspensos voláteis do lodo no reator, durante a fase de aeração, para as etapas de 1 a 5 da Fase II da pesquisa.



Fonte: Autor (2018).

A idade do lodo variou de maneira semelhante à Fase I, em função de descarte não intencional de lodo, ou seja, o descarte ocorreu devido ao arraste de sólidos do reator com o efluente descartado ao final de cada ciclo. Considerando-se 8 ciclos de batelada por dia calculou-se a idade de lodo conforme a Equação 3. Considerando que o volume de enchimento variou ao longo do período operacional da Fase II, uma vez que a chave de controle de nível alto apresentou variação no seu ajuste, o volume de troca de efluente por ciclo foi monitorado por meio da medição do volume de efluente acumulado na caixa de acrílico de recebimento. Os resultados desse monitoramento estão apresentados abaixo na Tabela 15. Na mesma, constam os valores observados para SSV do lodo durante a aeração, o SSV no efluente, o volume de enchimento de efluente correspondente à cada medição a e a idade de lodo resultante para as etapas 3, 4 e 5 da Fase II da pesquisa.

Tabela 15 – Valores de SSV do lodo durante a aeração e do efluente, volume de troca diária de efluente e a idade de lodo calculada para as etapas 3, 4 e 5 da Fase II da pesquisa.

Etapa	Dias	SSV lodo (kg/m³)	SSV efluente (kg/m³)	Volume de troca diária (m³/dia)	Idade do lodo (dia)
3	**179**	3,085	0,036	3,48	20,3
	182	3,213	0,016	2,864	57,7
	192	2,933	0,182	2,456	5,4
	196	3,208	0,26	3,024	3,4
	204	3,388	0,21	2,352	5,6
	211	2,568	0,114	3,224	5,8
	218	4,145	0,166	2,56	8
	225	3,79	0,154	2,56	7,9
	232	4,698	0,148	3,28	8
	239	3,963	0,13	3,224	7,8
4	**246**	3,545	0,228	3,28	3,9
	248	4,195	0,234	3,072	4,8
	263	3,204	0,128	3,328	6,2
	278	3,053	0,125	3,36	5,9
	296	2,53	0,042	3,04	16,2
	317	2,06	0,042	3,04	13,2
	320	1,958	0,152	3,2	3,3
5	**326**	1,813	0,152	3,2	3,1
	331	1,685	0,152	3,2	2,9

Fonte: Autor (2018).

Foram coletadas amostras do lodo, durante a fase de aeração do ciclo operacional, para o monitoramento *in loco* de algumas variáveis como o oxigênio dissolvido, pH e temperatura. Segundo Sadrzadeh et al. (2013) foi possível obter concentrações de SST e SSV do lodo durante a fase de aeração bem maior do que os valores observados para a Fase I desta pesquisa. Nestes estudos verifica-se que o lodo apresenta crescimento até que certo ponto a perda de sólidos suspensos no efluente se intensifica e o crescimento de lodo dentro do reator cessa.

Na Tabela 16 apresenta-se os valores registrados de pH, na Tabela 17 os valores de temperatura e na Tabela 18 os valores de oxigênio dissolvido registrados durante a Fase II da pesquisa.

Tabela 16 – Valores de pH, do lodo durante as etapas de 2 a 5 da Fase II da pesquisa

Etapa	Parâmetro	pH
2	**Média**	7,4
	Desvio Padrão	0,0
	Mínimo	7,3
	Máximo	7,5
	n	3,0
3	**Média**	7,6
	Desvio Padrão	0,2
	Mínimo	7,3
	Máximo	7,8
	n	6,0
4	**Média**	7,2
	Desvio Padrão	0,2
	Mínimo	7,5
	Máximo	6,9
	n	8,0
5	**Média**	7,3
	Desvio Padrão	0,1
	Mínimo	7,5
	Máximo	7,2
	n	3,0

Fonte: Autor (2018)

Tabela 17 – Valores de temperatura do lodo durante as etapas 3, 4 e 5 da Fase II da pesquisa.

Etapa	Parâmetro	Temperatura (ºC)
3	**Média**	19,3
	Desvio Padrão	1,7

	Mínimo	17,0
	Máximo	21,0
	n	3,0
4	**Média**	23,0
	Desvio Padrão	2,5
	Mínimo	20,0
	Máximo	27,0
	n	9,0
5	**Média**	23,7
	Desvio Padrão	1,7
	Mínimo	22,0
	Máximo	26,0
	n	3,0

Fonte: Autor (2018).

Tabela 18 - Valores de oxigênio dissolvido do lodo durante as etapas 2, 3, 4 e 5 da Fase II da pesquisa.

Etapa	**Parâmetro**	**Oxigênio Dissolvido (mg/L)**
2	**Média**	5,9
	Desvio Padrão	0,8
	Mínimo	4,9
	Máximo	7,5
	N	15,0
3	**Média**	5,9
	Desvio Padrão	0,7
	Mínimo	5,0
	Máximo	7,4
	N	58,0
4	**Média**	5,6
	Desvio Padrão	0,4
	Mínimo	5,1

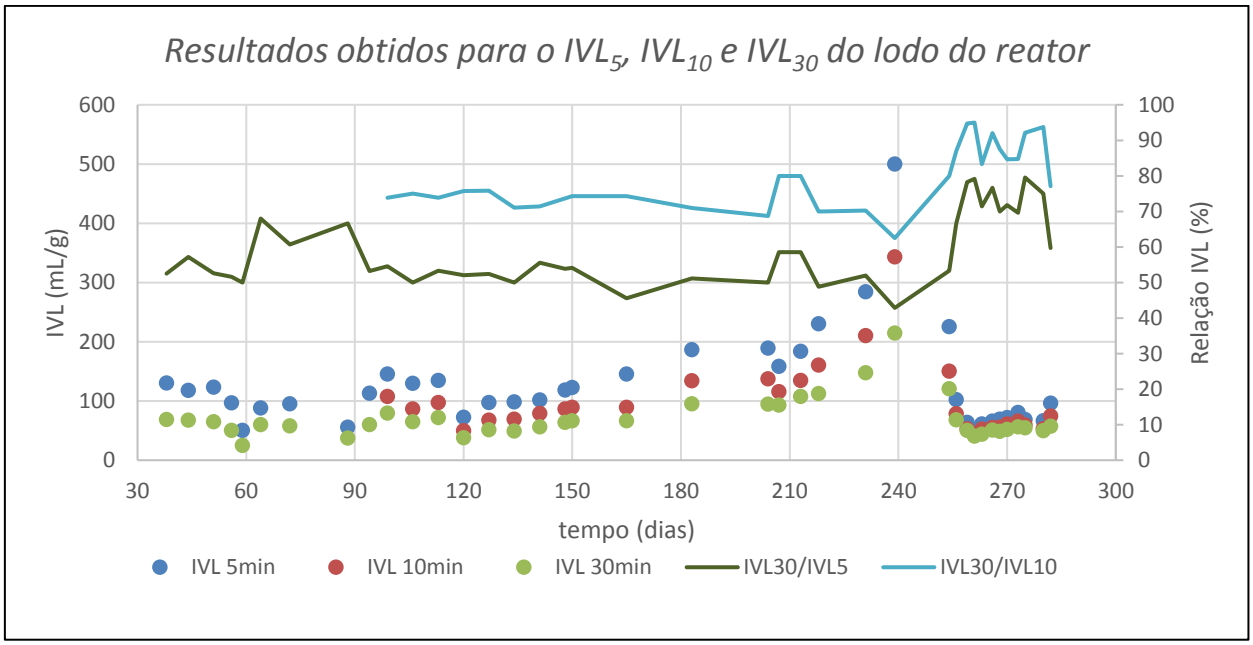
	Máximo	6,5
	N	8,0
5	**Média**	5,3
	Desvio Padrão	0,1
	Mínimo	5,1
	Máximo	5,4
	N	3,0

Fonte: Autor (2018).

5.2.2 Índice volumétrico do lodo e velocidade de sedimentação por zona (VSZ)

A sedimentabilidade do lodo granular foi avaliada mediante valores de Índice Volumétrico de Lodo, a Velocidade de Sedimentação por Zona e por meio da obtenção dos coeficientes da Equação de Vesilind. Na Figura 33 são apresentados os resultados obtidos de IVL_5, IVL_{10} e IVL_{30} para a Fase II da pesquisa, onde são apresentadas também as curvas de tendência para IVL_{30}/IVL_{10} e IVL_{30}/IVL_5.

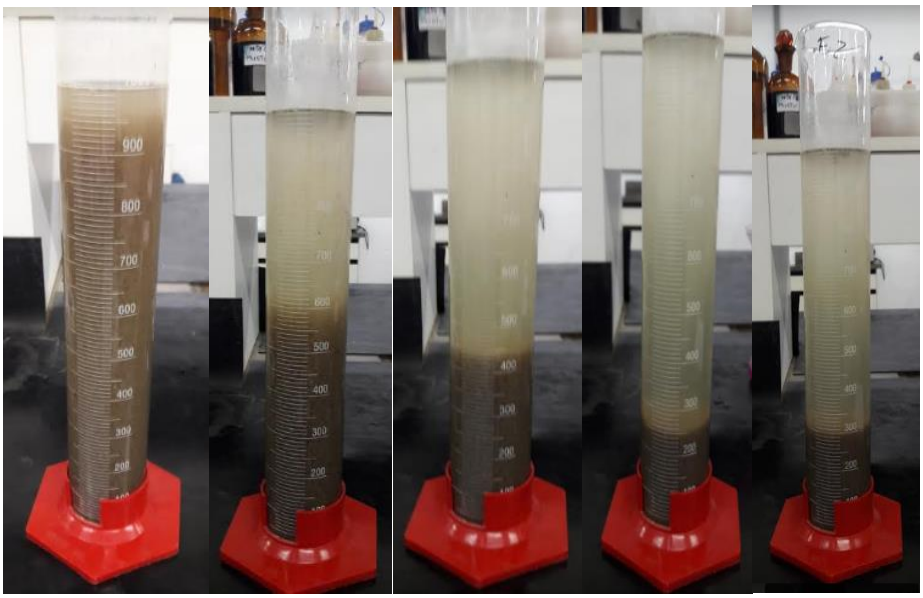
Figura 33 – Resultados obtidos para o IVL_5, IVL_{10} e IVL_{30} do lodo do reator piloto e as respectivas curvas das razões IVL30/IVL5 e IVL30/IVL10.



Fonte: Autor (2018).

As imagens da Figura 34 mostram os resultados dos ensaios de sedimentação realizados com o lodo do reator piloto, durante a Fase II da pesquisa.

Figura 34 – Fotografias do arranjo experimental montado para a realização do ensaio de sedimentação por zona (VSZ), sendo os respectivos tempos de sedimentação 2, 6, 10, 14 e 18 minutos.



Fonte: Autor (2018)

Na Tabela 19 são apresentados os resultados das medidas da altura da interface lodo/líquido sobrenadante ao longo do intervalo de sedimentação de 30 minutos.

Tabela 19 – Resultados do teste de velocidade de sedimentação por zona.

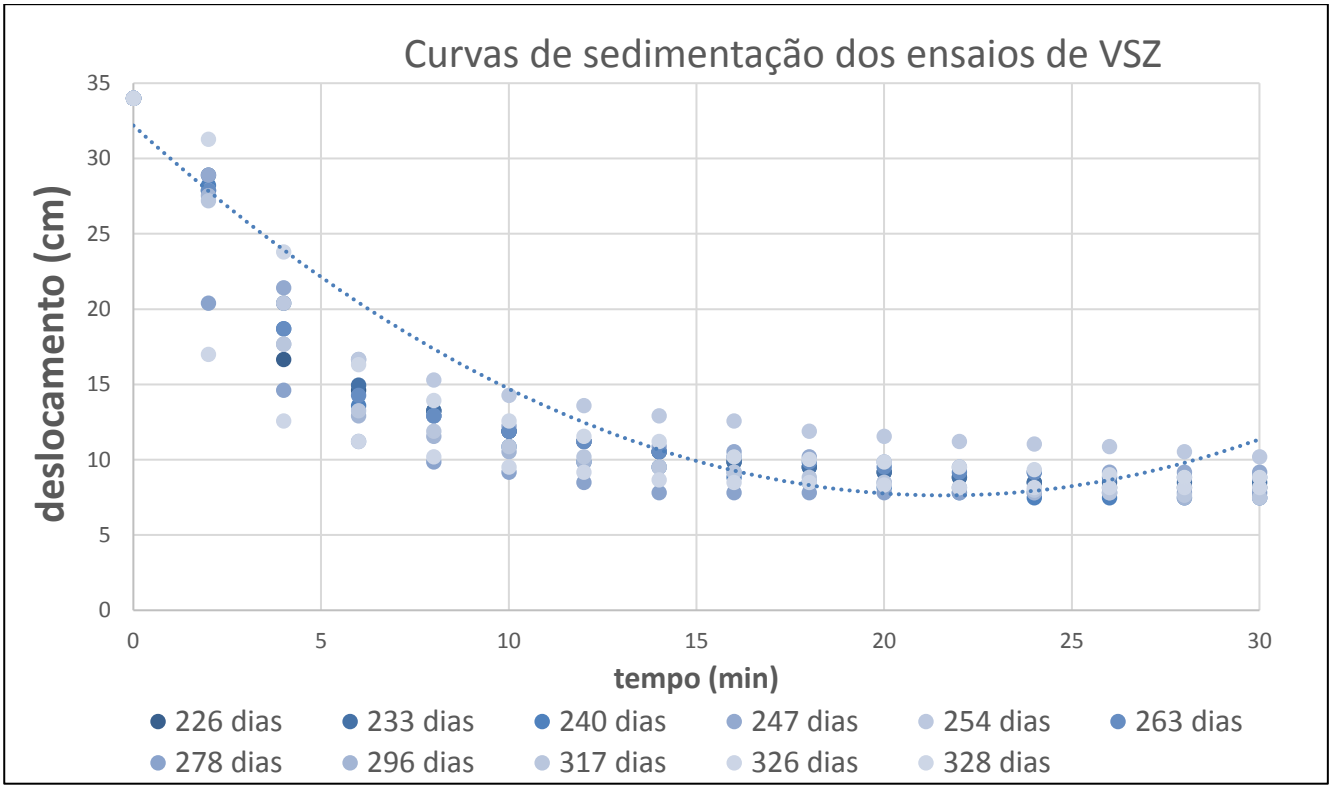
Etapa	**3**				**4**					**5**	
Dias	**226**	**233**	**240**	**247**	**254**	**263**	**278**	**296**	**317**	**326**	**328**
Tempo (min)	**Deslocamento da interface (cm)**										
2	27,9	28,9	28,2	28,9	27,9	27,9	20,4	27,5	27,2	17,0	31,3
4	16,7	20,4	18,7	21,4	20,4	18,7	14,6	17,7	17,7	12,6	23,8
6	14,6	15,0	13,6	16,7	16,7	14,3	11,2	12,9	13,3	11,2	16,3
8	13,3	13,3	12,9	12,9	15,3	12,9	9,9	11,6	11,9	10,2	13,9
10	11,9	11,9	10,9	12,2	14,3	11,9	9,2	10,5	10,9	9,5	12,6
12	11,2	11,2	9,9	11,2	13,6	11,2	8,5	9,9	10,2	9,2	11,6
14	10,5	10,5	9,5	10,9	12,9	10,5	7,8	9,5	9,5	8,7	11,2
16	9,9	9,9	8,8	10,5	12,6	10,2	7,8	9,2	9,2	8,5	10,2

18	9,5	9,5	8,5	10,2	11,9	9,9	7,8	8,5	8,8	8,5	10,0
20	9,2	9,2	8,2	9,9	11,6	9,5	7,8	8,5	8,5	8,3	9,9
22	8,8	8,8	7,8	9,5	11,2	9,2	7,8	8,2	8,2	8,2	9,5
24	8,5	8,5	7,5	9,2	11,1	9,2	7,8	7,8	8,0	8,2	9,4
26	8,2	8,5	7,5	9,2	10,9	8,8	7,8	7,8	7,8	8,2	9,0
28	8,2	8,5	7,5	9,2	10,5	8,8	7,8	7,5	7,7	8,2	8,8
30	8,2	8,5	7,5	9,2	10,2	8,8	7,8	7,5	7,5	8,2	8,8

Fonte: Autor (2018)

Estes resultados estão apresentados no gráfico da Figura 35, a partir dos quais são calculadas as velocidades de sedimentação (inclinação da reta hxt) apresentadas na Tabela 20.

Figura 35 – Curvas de Sedimentação Obtidas nos Ensaios de VSZ realizados com o lodo do reator piloto nas etapas 3,4 e 5 da Fase II da pesquisa



Fonte: Autor (2018).

A partir destes gráficos, é possível determinar a Velocidade de Sedimentação por Zona (VSZ), a qual consiste na inclinação da reta média obtida com os pontos plotados no gráfico da Figura 37. Neste caso, observa se que em todos os ensaios a

partir do 10º minuto, aproximadamente, inicia-se a sedimentação por compressão. Considerando-se as declividades iniciais, podem ser determinadas as velocidades de sedimentação apresentadas na Tabela 19.

Tabela 20 – Velocidades de sedimentação por zona.

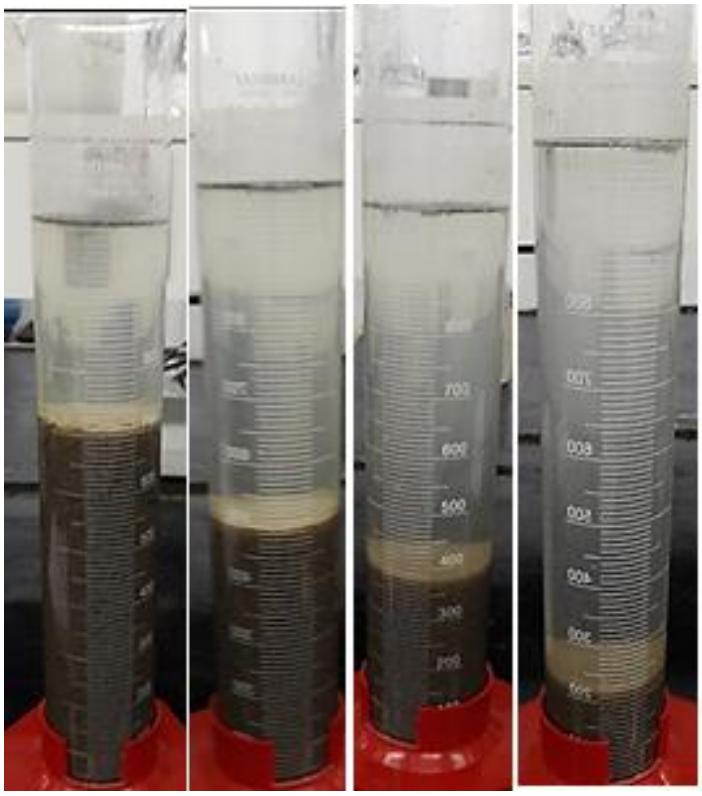
Etapa	Dias	cm/min	R^2(%)	m/h
3	226	0,5	97	0,3
	233	3,5	98	2,1
	240	3,7	97	2,2
	247	2,6	97	1,6
	254	2,8	96	1,7
4	263	3,4	96	2,0
	278	4,8	95	2,9
	296	3,6	98	2,2
	317	3,6	98	2,2
5	326	5,3	90	3,2
	328	5,3	90	3,2

Fonte: Autor (2018)

Foram realizados ensaios visando exploração da Equação de Vesilind para aprofundamento do conhecimento sobre as características de sedimentação do lodo misto, granular e floculado, conforme a metodologia apresentada acima no item 4.4.3.

Na Figura 36 são mostradas as fotografias do arranjo experimental montado para a obtenção das curvas de sedimentação do lodo em diferentes concentrações, conforme o procedimento recomendado para a obtenção dos coeficientes da Equação de Vesilind.

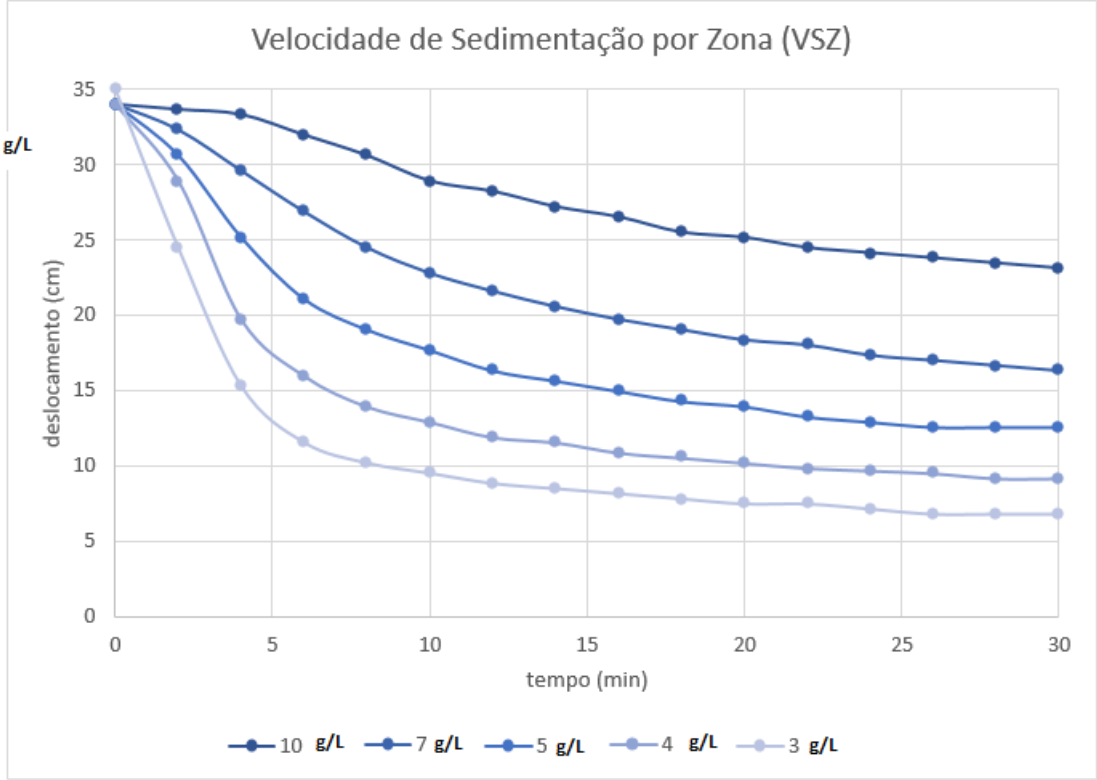
Figura 36 – Fotografias obtidas durante a realização do ensaio de determinação das curvas de sedimentação nas etapas 3 e 4 da Fase II da pesquisa.



Fonte: Autor (2018).

O gráfico da Figura 37 abaixo apresenta os resultados obtidos (curvas de sedimentação) do lodo.

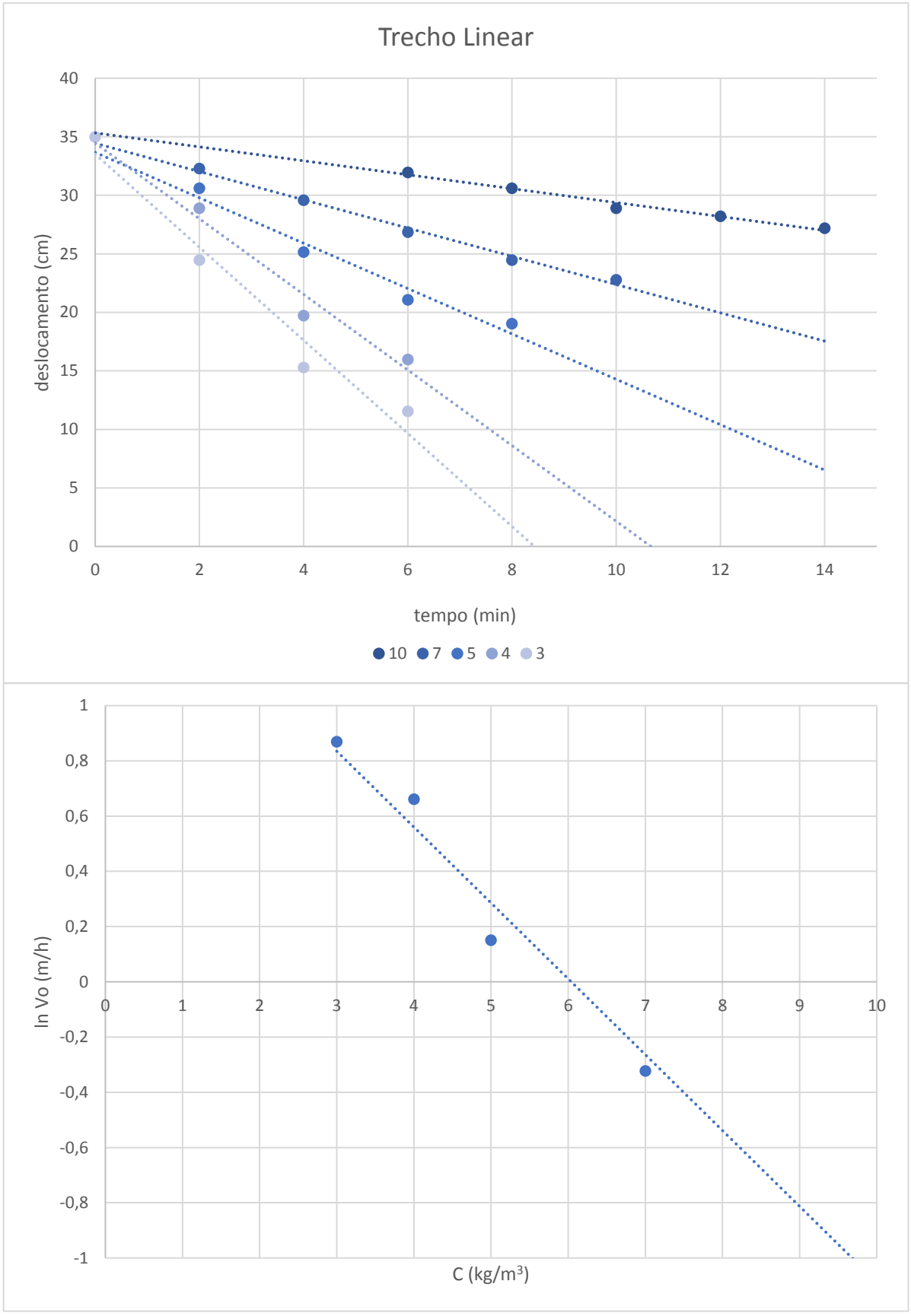
Figura 37 – Curvas de Sedimentação obtidas no ensaio realizado de VSZ na etapa 4 da Fase II da pesquisa.



Fonte: Autor (2018).

A partir do gráfico obtido acima, na Figura 39, consideram-se os trechos lineares iniciais dos mesmos para o cálculo da inclinação destes trechos e assim determinar os valores de k e V_0 da equação de Vesilind. A Figura 38 apresenta os gráficos utilizados para os cálculos dos coeficientes da equação da Vesilind.

Figura 38 – Gráficos utilizados para Determinação de k e V_0 da Equação de Vesilind.



Fonte: Autor (2018)

Na Tabela 21 são apresentados todos os resultados obtidos nos ensaios realizados.

Tabela 21 – Resultados das determinações de k e V_0 da Equação de Vesilind.

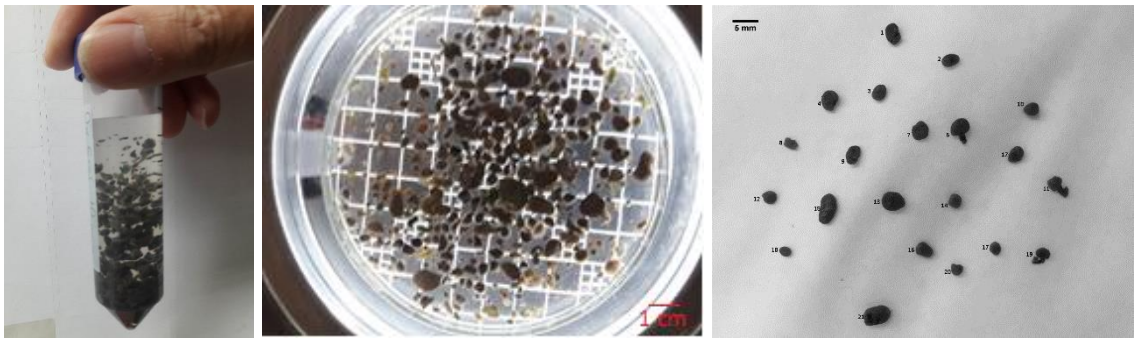
Etapa	Dias	k (L/g)	V_0 (m/h)	R^2
3	233	0,4	9,7	0,99
3	240	0,2	4,3	1,00
4	247	0,2	4,9	0,98
4	/.263	0,3	5,3	0,98

Fonte: Autor (2018).

5.2.3. Caracterização morfológica dos grânulos aeróbios

Na Figura 39 apresenta-se imagem de grânulos removidos do reator e lavados para a separação dos flocos. Já as imagens da Figura 41 foram obtidas na etapa 3 da Fase II da pesquisa, com aproximadamente 200 dias de operação.

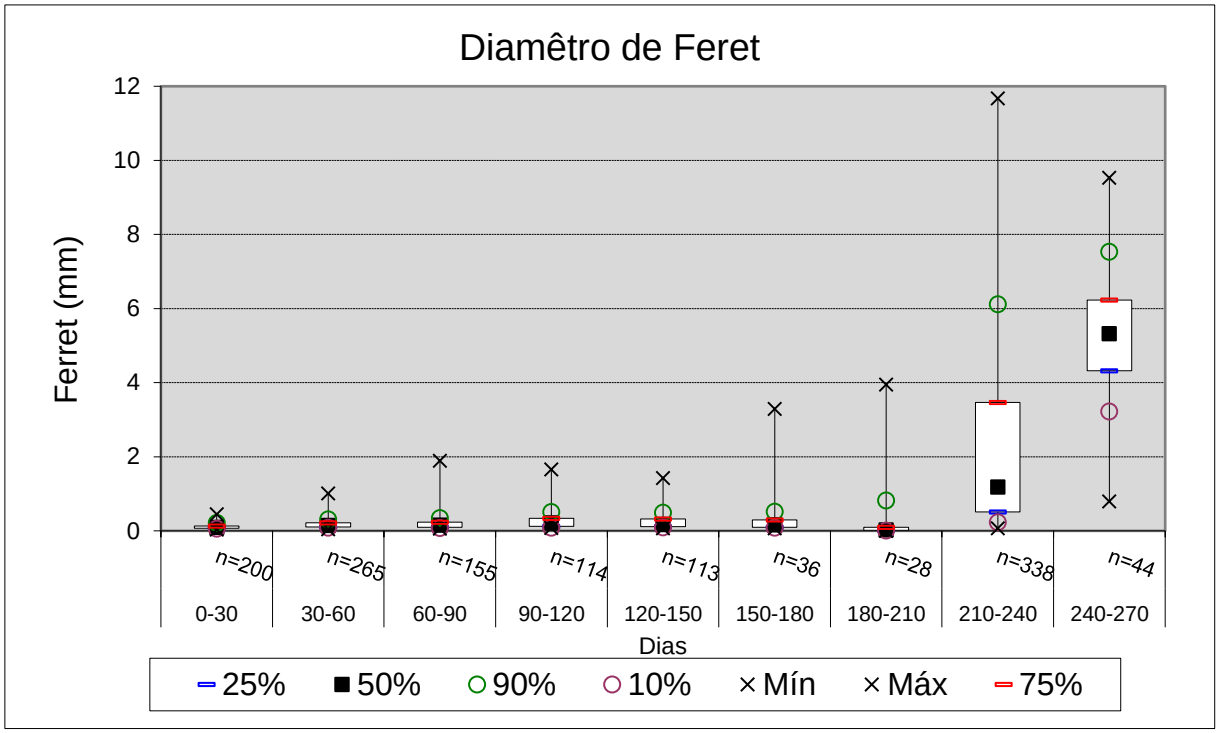
Figura 39 – Imagem dos grânulos formados após 200 dias de operação (etapa 3 da Fase II da pesquisa).



Fonte: Autor (2018).

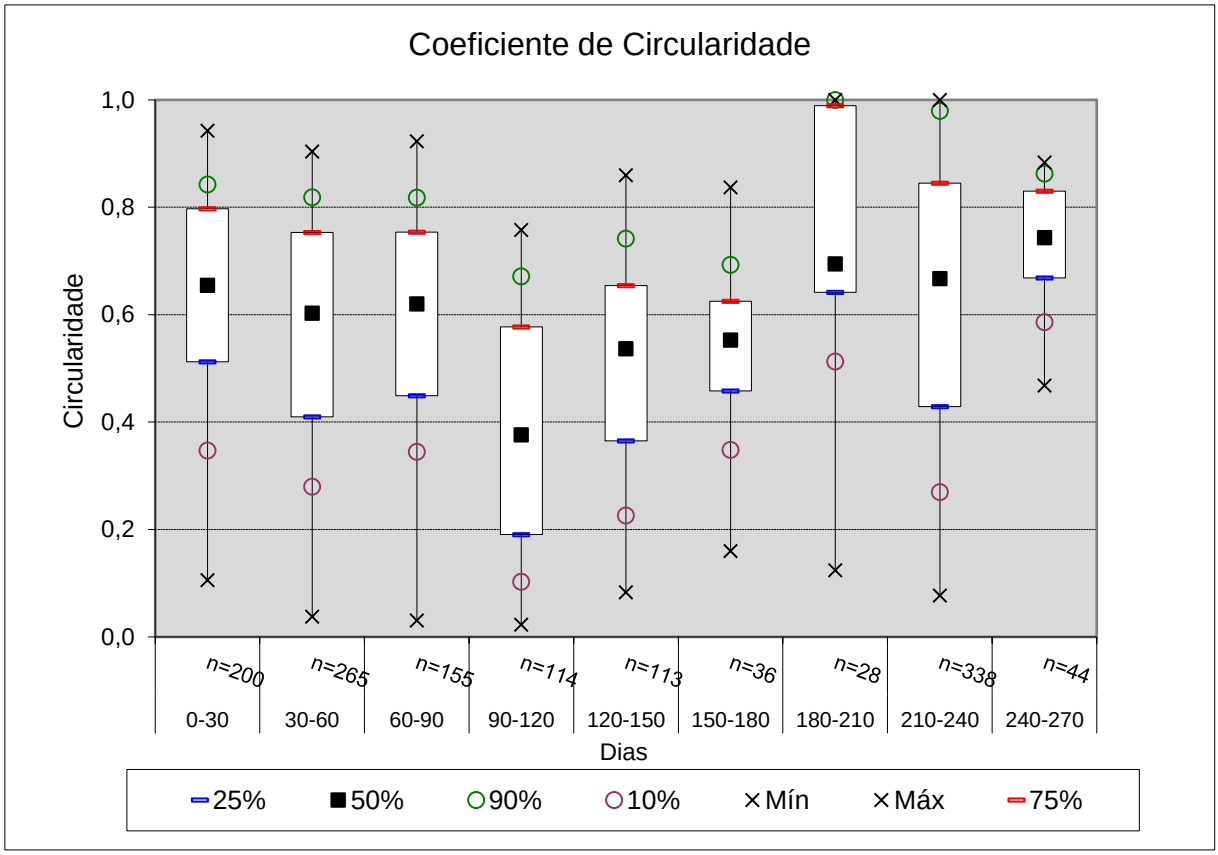
Ao longo de toda a Fase II da pesquisa, foram obtidas imagens (registros fotográficos) de amostras de lodo e após o trabalho das mesmas com uso do software Image J, conforme o procedimento descrito no item 4.4.1, foram calculados os valores do diâmetro de Feret e do coeficiente de circularidade. Os gráficos das Figuras 40 e 41 abaixo apresentam os resultados obtidos para esses dois parâmetros.

Figura 40 – Valores obtidos para o diâmetro de Feret das partículas contidas nos registros fotográficos do lodo e analisadas com uso do Software ImageJ para a Fase II da pesquisa.



Fonte: Autor (2018).

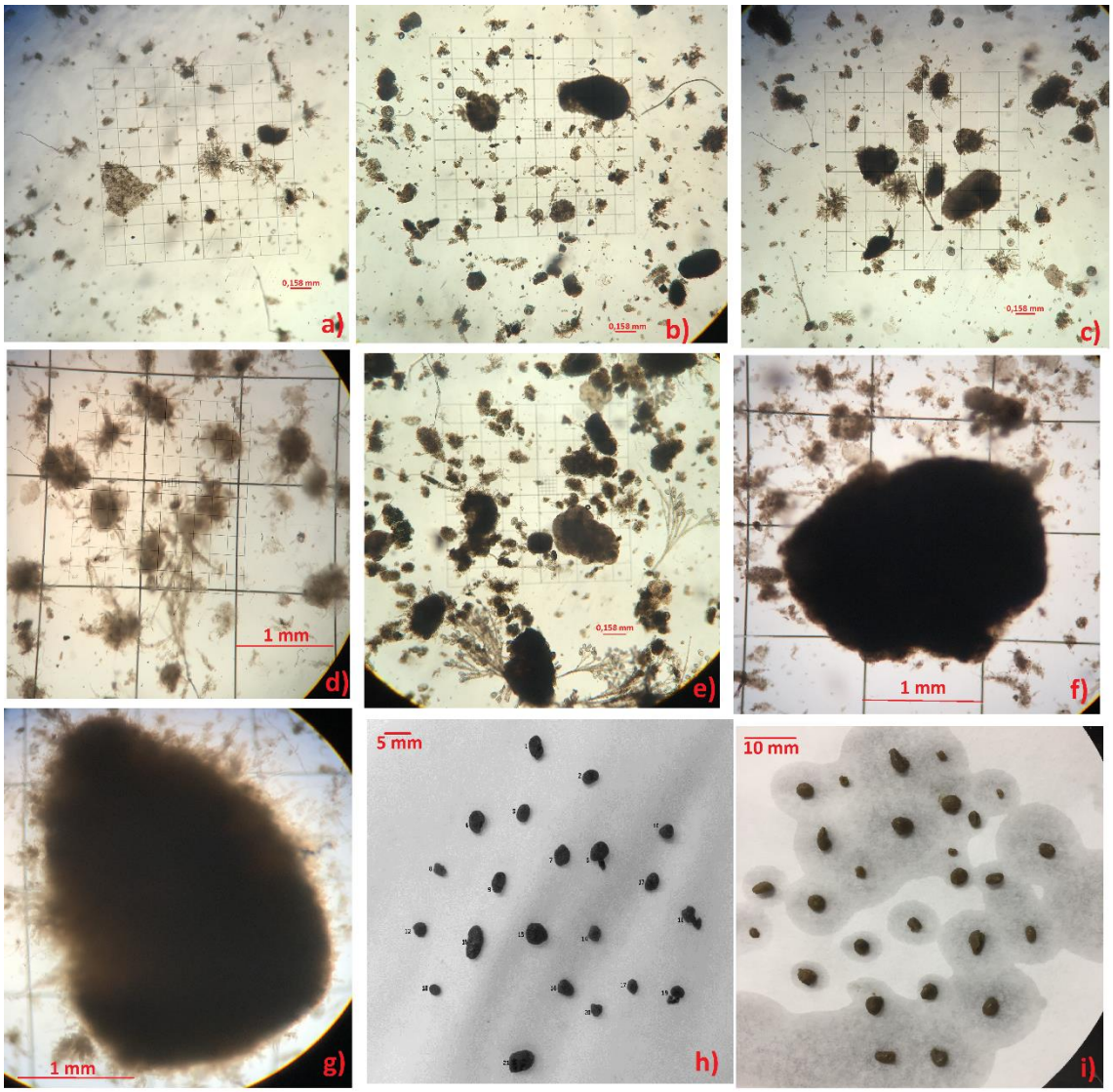
Figura 41 – Valores obtidos para o coeficiente de circularidade das partículas contidas nos registros fotográficos do lodo e analisadas com uso do Software ImageJ para a Fase II da pesquisa.



Fonte: Autor (2018).

As imagens da Figura 42 mostram a evolução da morfologia do lodo ao longo da Fase II da pesquisa, imagens estas obtidas com uso do microscópio ótico (40 vezes de aumento). As imagens a e b referem-se à primeira etapa, as fotos c, d, e, f à segunda etapa e as imagens g, h, i à terceira etapa da Fase II.

Figura 42 – Imagens do lodo durante a Fase II da pesquisa. a) de 0 a 30 dias; b) de 30 a 60 dias; c) de 60 a 90 dias; d) de 90 a 120 dias; e) e f) de 120 a 150 dias; g) de 150 a 180 dias; h) de 180 a 210 dias; i) de 210 a 240 dias.



Fonte: Autor (2018).

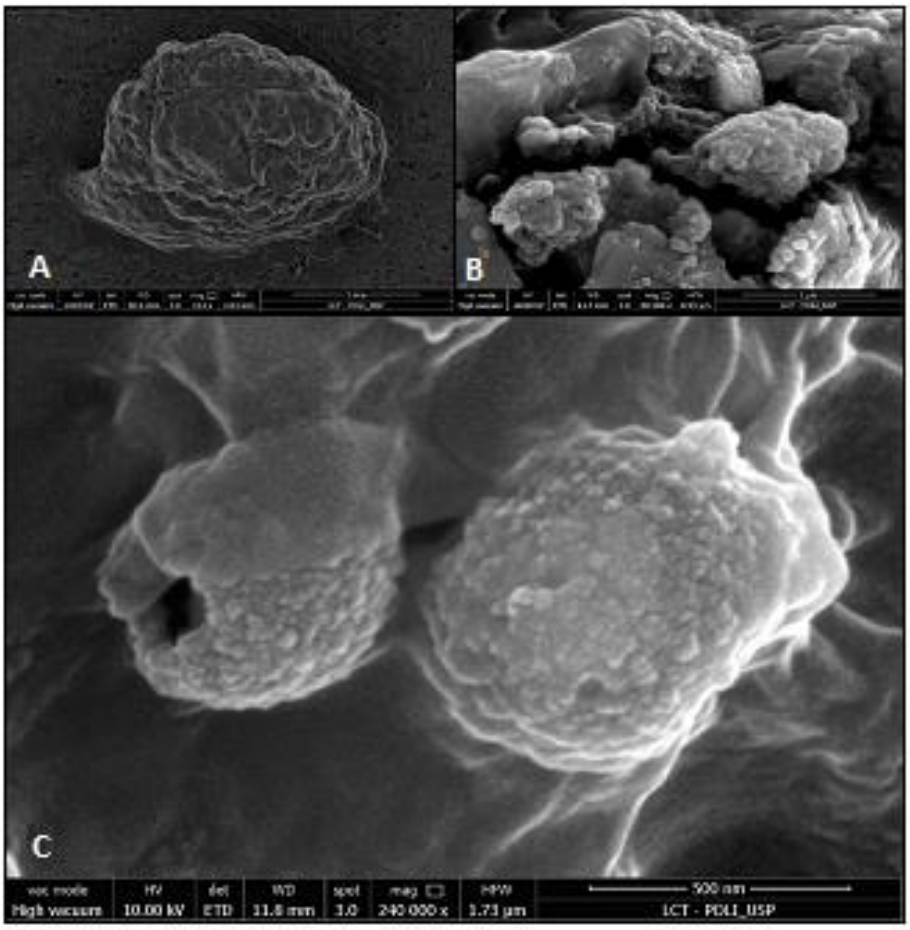
Percebe-se ao longo do andamento da Fase II da pesquisa a ocorrência de partículas granulares em meio à biomassa floculenta e que essas partículas apresentaram crescimento.

5.2.4. Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

A análise de MEV foi realizada ao final da Etapa 3 de operação do reator piloto (Fase II), com grânulos selecionados para observação das características da superfície dos mesmos.

Na Figura 43 mostram-se as imagens do grânulo obtidas por meio da análise do MEV. Os resultados mostraram que a biomassa granular possui uma estrutura densa e compacta, sem cavidades ou rachaduras (Figura 45a), formada pelo aglomerado de porções menores unidas por substâncias poliméricas (EPS). Pode-se observar, aproximando-se da superfície do grânulo, a presença de pequenas estruturas esféricas que supostamente são colônias bacterianas do tipo cocos (Figura 45b). Ainda observando essas estruturas, aproximando-se de sua superfície, é possível identificar a EPS retraída devido ao processo de secagem e recobrimento com material condutor (Figura 45c).

Figura 43 – Micrografias de microscopia eletrônica de varredura (MEV) do grânulo. a) visão geral do grânulo; b) visão detalhada da superfície do grânulo; c) Detalhe da superfície da colônia bacteriana, mostrando detalhe da EPS retraída.



Fonte: Autor (2018).

5.2.5 Remoção de matéria orgânica

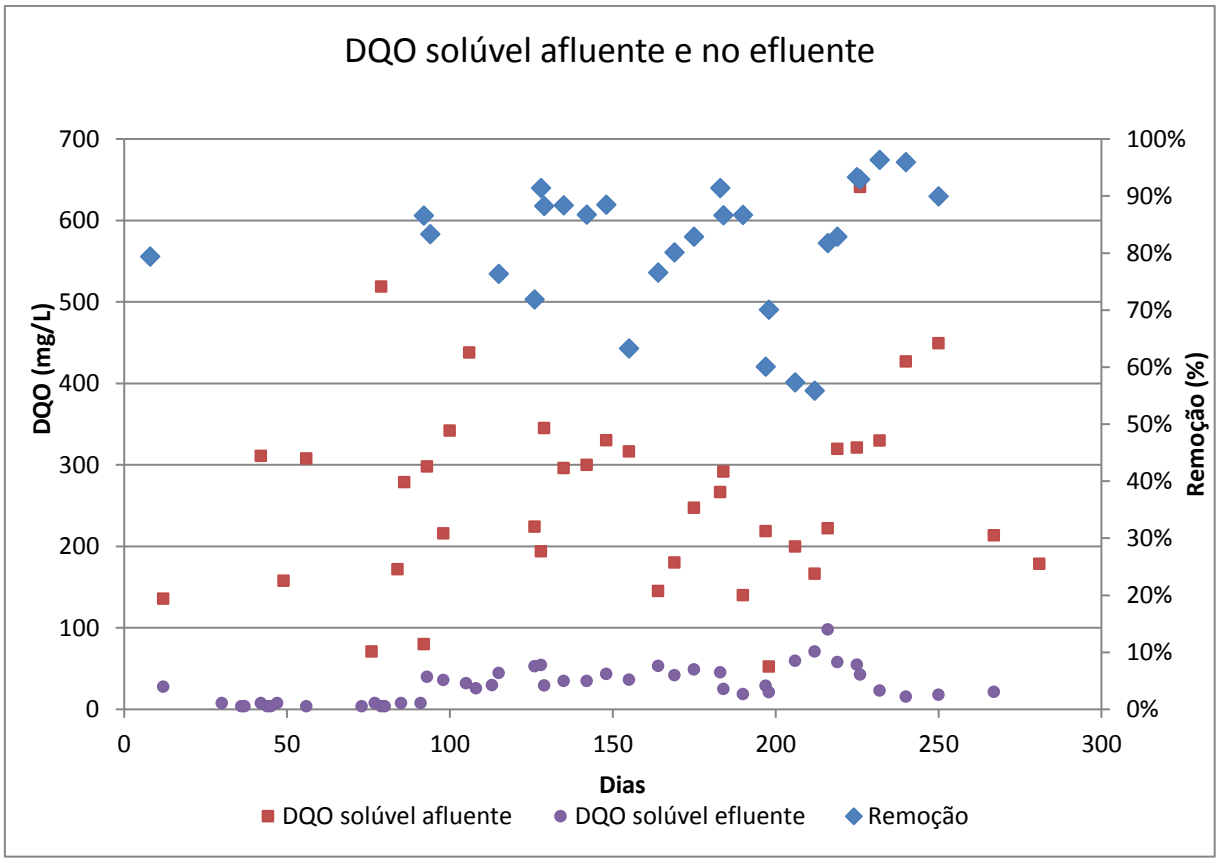
A remoção de matéria orgânica, durante a Fase II da pesquisa, foi avaliada em termos de DBO solúvel e DQO solúvel. Os resultados obtidos para o afluente e efluente foram apresentados na forma de séries históricas nas Figura 44 e Tabela 22 para DQO e Figura 45 e Tabela 22 para DBO.

Tabela 22 - Valores médios de DQO solúvel no afluente e efluente e as respectivas remoções médias de cada etapa da Fase II da pesquisa.

Etapa	Parâmetro	DQO afluente (mg/L)	DQO efluente (mg/L)	Remoção média (%)
1	**Média**	228	8	96%
	Desvio Padrão	82	7	
	Mínimo	136	4	
	Máximo	311	28	
	n	4	9	
2	**Média**	274	28	90%
	Desvio Padrão	116	17	
	Mínimo	71	4	
	Máximo	519	55	
	n	40	18	
3	**Média**	264	44	83%
	Desvio Padrão	129	21	
	Mínimo	53	16	
	Máximo	641	98	
	n	16	12	
4	**Média**	281	20	93%
	Desvio Padrão	120	2	
	Mínimo	179	18	
	Máximo	449	21	
	n	3	3	

Fonte: Autor (2018)

Figura 44 – Resultados de DQO solúvel para o afluente e efluente, durante a Fase II da pesquisa.



Fonte: Autor (2018).

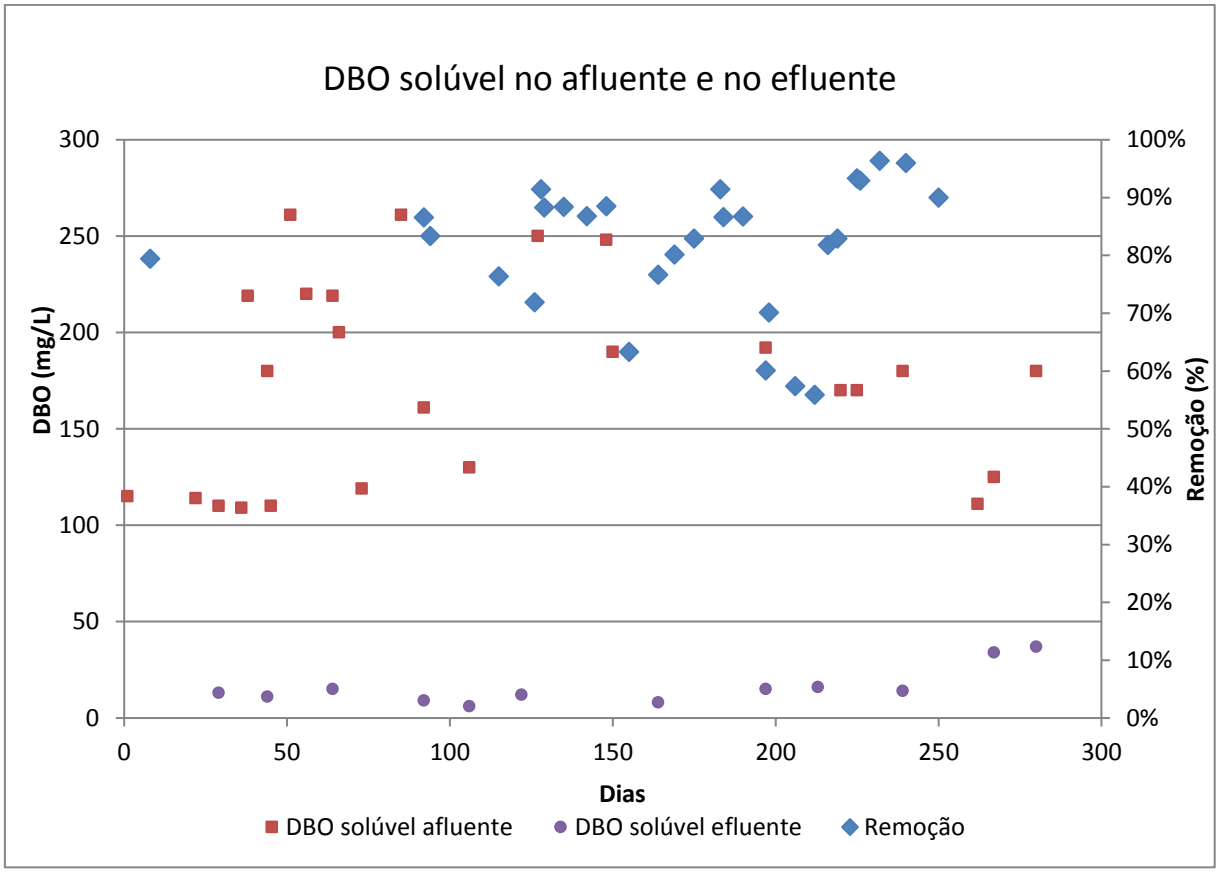
Tabela 23 - Valores médios de DBO solúvel no afluente e efluente e as respectivas remoções médias de cada etapa da Fase II da pesquisa.

Etapa	Parâmetro	DBO afluente (mg/L)	DBO efluente (mg/L)	Remoção média (%)
1	**Média**	171	12	93%
	Desvio Padrão	56	2	
	Mínimo	109	9	
	Máximo	261	15	
	n	14	4	
2	**Média**	177	18	90%
	Desvio Padrão	43	11	
	Mínimo	6	1	
	Máximo	250	37	

	n	8	9	
3	**Média**	180	13	93%
	Desvio Padrão	27	3	
	Mínimo	170	8	
	Máximo	248	16	
	n	6	4	
4	**Média**	139	36	74%
	Desvio Padrão	30	2	
	Mínimo	111	34	
	Máximo	180	37	
	n	3	3	

Fonte: Autor (2018).

Figura 45 – Resultados de DBO solúvel para o afluente e efluente, durante a Fase II da pesquisa.



Fonte: Autor (2018).

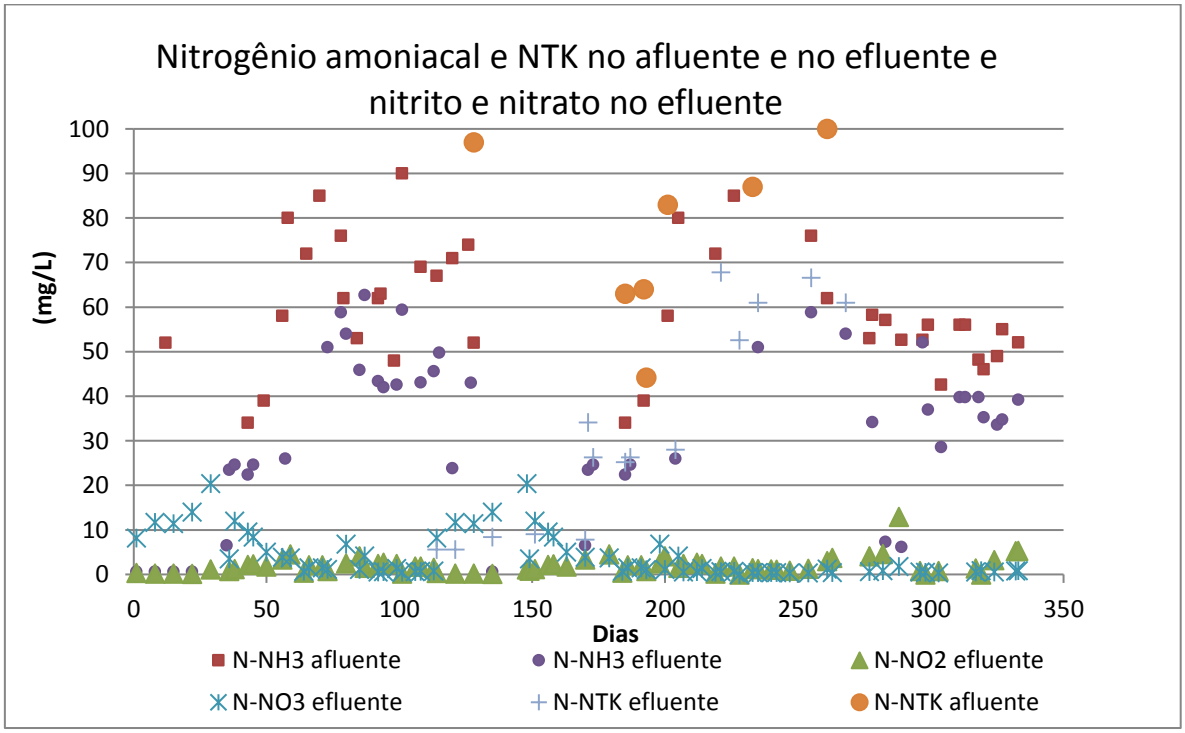
Observa-se nas Figuras 44 e 45 valores bastante baixos de concentração de DBO e de DQO solúvel do efluente, evidenciando a remoção de matéria orgânica

pelo lodo do reator piloto. A remoção média de DQO solúvel ficou em 91% durante a Fase II, enquanto que a remoção média de DBO solúvel, para o mesmo período, ficou em 88%. O sistema apresentou boas remoções de matéria orgânica solúvel (DQO e DBO solúvel), o que demostra a boa atividade da biomassa do reator. A remoção de carga orgânica total não foi avaliada, de qualquer forma, não seria possível reproduzir essa análise quanto à carga orgânica total (solúvel e particulada) pois o sistema apresentou alta perda de sólidos (lodo biológico), no efluente descartado.

5.2.6 Remoção de nitrogênio

A remoção de nitrogênio, durante a Fase II da pesquisa, foi avaliada em termos de nitrogênio amoniacal e nitrogênio kjeldahl total no afluente e efluente e de nitrito e nitrato no efluente. Os resultados obtidos são apresentados na forma de séries históricas. Na Figura 46 são apresentados os resultados de nitrogênio amoniacal e nitrogênio kjeldahl total no afluente e efluente e de nitrito e nitrato no efluente.

Figura 46 – Resultados de nitrogênio amoniacal e nitrogênio kjeldahl total para o afluente e efluente e de nitrito e nitrato no efluente, durante a Fase II da pesquisa.



Fonte: Autor (2018).

Conforme apresentado na Figura 46, a eficiência de redução de amônia média foi de 50%, enquanto que a remoção de nitrogênio kjeldahl total foi de 52%, evidenciando a ocorrência da nitrificação. A Tabela 24 abaixo apresenta os valores médios de nitrogênio amoniacal e as remoções médias para cada etapa da Fase II e a Tabela 25 os valores médios da série de nitrogênio kjeldahl total para cada etapa da Fase II. Considerando as médias globais da Fase II de NTK no afluente e efluente de 83,97 e 40,01 respectivamente, e as medias globais de nitrito e nitrato no efluente de respectivamente 2,64 e 3,26, e remoção global de nitrogênio na Fase II foi de 45%.

Tabela 24 - Valores médios de nitrogênio amoniacal no afluente e efluente e as respectivas remoções médias e os valores de nitrito e nitrato no efluente tratado de cada etapa Fase II da pesquisa.

Etapa	Parâmetro	$N\text{-}NH_3$ afluente (mg/L)	$N\text{-}NH_3$ efluente (mg/L)	Remoção média (%)	$N\text{-}NO_2$ saída (mg/L)	$N\text{-}NO_3$ saída (mg/L)
1	**Média**	52,6	13,0	75%	1,5	9,3
	Desvio Padrão	16,2	11,4		1,4	5,0
	Mínimo	34,0	0,6		0,1	3,5
	Máximo	80,0	26,0		4,5	20,4
	n	5	5		12	12
2	**Média**	69,9	37,9	46%	1,4	4,6
	Desvio Padrão	14,4	18,8		1,1	5,7
	Mínimo	48,0	0,6		0,1	0,5
	Máximo	104,0	62,7		4,1	20,4
	n	20	20		20	20
3	**Média**	61,3	22,4	63%	1,9	2,8
	Desvio Padrão	19,5	14,0		1,1	3,4
	Mínimo	34,0	0,6		0,0	0,0
	Máximo	85,0	51,0		4,5	12,0
	n	6	6		23	23
4	**Média**	55,1	36,1	35%	2,5	0,7
	Desvio Padrão	7,9	15,6		3,3	0,4

	Mínimo	42,6	6,2		0,0	0,3
	Máximo	76,0	58,8		12,9	1,8
	n	14	14		14	14
5	**Média**	50,5	35,7	29%	3,4	0,8
	Desvio Padrão	3,4	2,1		2,5	0,1
	Mínimo	46,0	33,6		0,0	0,6
	Máximo	55,0	39,2		5,3	0,9
	n	4	4		4	4

Fonte: Autor (2018).

Tabela 25 - Valores médios de nitrogênio kjeldahl total no afluente e efluente e as respectivas remoções médias de cada etapa Fase II da pesquisa.

Etapa	Parâmetro	N-NTK afluente (mg/L)	N-NTK efluente (mg/L)	Remoção média (%)
1	**Média**	77,20	20,05	74%
	Desvio Padrão	24,91	13,32	
	Mínimo	44,20	5,60	
	Máximo	112,00	44,20	
	n	6,00	6,00	
2	**Média**	107,31	51,35	52%
	Desvio Padrão	24,39	21,99	
	Mínimo	68,00	5,60	
	Máximo	151,00	80,60	
	n	16,00	16,00	
3	**Média**	88,53	37,33	58%
	Desvio Padrão	33,69	18,65	
	Mínimo	44,20	7,80	
	Máximo	151,00	67,80	
	n	8,00	8,00	
4	**Média**	78,50	47,41	40%
	Desvio Padrão	22,40	14,33	
	Mínimo	57,40	16,24	
	Máximo	126,00	66,60	

	n	13,00	13,00	
5	**Média**	68,34	43,93	36%
	Desvio Padrão	11,21	8,69	
	Mínimo	57,40	36,85	
	Máximo	78,96	56,56	
	n	4,00	4,00	

Fonte: Autor (2018).

5.2.7 Alcalinidade

A alcalinidade do afluente e do efluente foi monitorada durante a Fase II da pesquisa e os resultados obtidos estão apresentados abaixo no gráfico da Figura 47. Na Tabela 26 apresentam-se os valores médios de alcalinidade para esse período. Os valores médios deste parâmetro no efluente bruto e tratado foram respectivamente 206 e 101 mg/L, no período monitorado, correspondente a um consumo médio global de alcalinidade 105 mg/L.

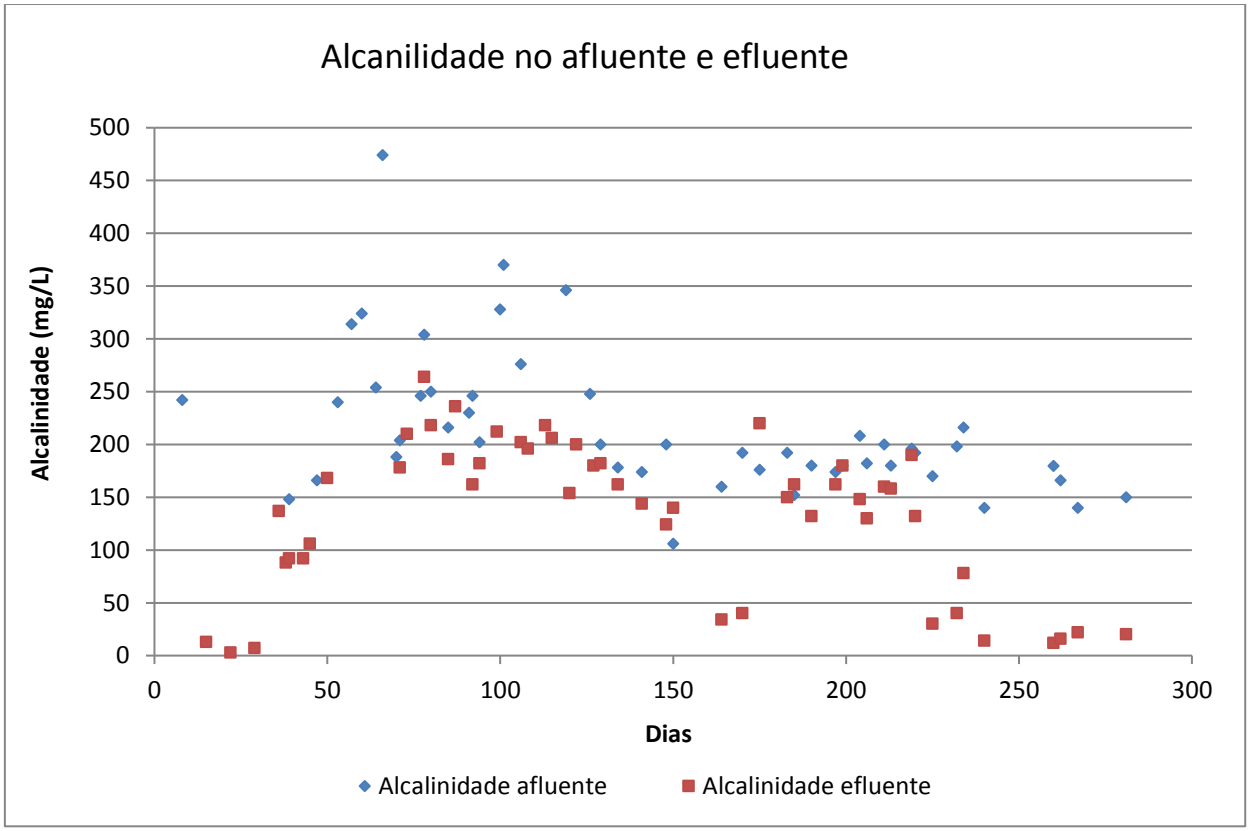
Tabela 26 - Valores médios de alcalinidade no afluente e efluente e as respectivas remoções médias de cada etapa Fase II da pesquisa.

Etapa	**Parâmetro**	**Alcalinidade afluente (mg $CaCO_3$/L)**	**Alcalinidade efluente (mg $CaCO_3$/L)**
1	**Média**	239	78
	Desvio Padrão	73	59
	Mínimo	148	3
	Máximo	324	168
	n	6	6
2	**Média**	253	188
	Desvio Padrão	80	34
	Mínimo	106	124
	Máximo	474	264
	n	45	45

3	**Média**	179	121
	Desvio Padrão	25	60
	Mínimo	106	14
	Máximo	216	220
	n	19	19
4	**Média**	155	17
	Desvio Padrão	17	4
	Mínimo	140	12
	Máximo	180	22
	n	5	5

Fonte: Autor (2018).

Figura 47 – Resultados de alcalinidade do afluente e efluente, durante a Fase II da pesquisa.



Fonte: Autor (2018).

Uma análise integrada dos resultados da série de nitrogênio da seção anterior com os resultados de alcalinidade do afluente e efluente permitem uma avaliação sobre a ocorrência da nitrificação e desnitrificação, ou seja, da ocorrência de

remoção de nitrogênio kjeldahl total. Isso, pois a alcalinidade é um parâmetro que varia significativamente nos processos de nitrificação e desnitrificação.

A nitrificação consome 7,14 mg de alcalinidade para cada mg de amônia (N-NH_4) oxidado (em função do $CaCO_3$). Já a desnitrificação repõe alcalinidade para o meio, ou seja, cada mg de nitrito (N-NO_2^-) ou de nitrato (N-NO_3^-) reduzido gera um mg de alcalinidade (em função de $CaCO_3$). Com base nessas relações de consumo e reposição de alcalinidade é possível calcular o consumo global teórico de alcalinidade devido às reações de nitrificação e desnitrificação. Comparando o resultado teórico encontrado pelo balanço de alcalinidade com o real consumo observado (o qual consiste na diferença entre o resultado da alcalinidade no afluente e efluente), é possível avaliar se de fato o processo de remoção total de nitrogênio está ocorrendo. A Tabela 27 apresenta o balanço de alcalinidade calculado com base nas relações de consumo e reposição mencionadas anteriormente.

Tabela 27 – Balanço teórico do consumo de alcalinidade e comparação com o consumo de alcalinidade observado.

Etapa	**1**	**2**	**3**	**4**
N-NH3 oxidado (mg/L)	39,6	32,0	38,9	19,0
Consumo de alcalinidade (CaCO3) (mg/L)	282,7	228,5	277,7	135,7
N-NO2 no efluente (mg/L)	1,5	1,4	1,9	2,5
N-NO3 no efluente (mg/L)	9,3	4,6	2,8	0,7
N-NO3 ou N-NO2 reduzido (mg/L)	28,8	26,0	34,2	15,8
Reposição de alcalinidade (mg/L)	102,8	92,8	122,1	56,4
Consumo geral teórico de alcalinidade (mg/L)	179,9	135,7	155,7	79,3
Consumo geral real de alcalinidade (mg/L)	161,0	65,0	58,0	138,0

Fonte: Autor (2018).

Os resultados apresentados na Tabela 27 mostram um média de consumo teórico de alcalinidade de 137,6 mg/L, enquanto que a média do consumo real (observado) foi de 105,5. Os valores estão satisfatoriamente próximos, indicando a ocorrência do processo de nitrificação e desnitrificação e, portanto, da remoção de nitrogênio de forma geral.

5.2.8 Remoção de fósforo

A remoção de fósforo, durante a Fase II da pesquisa foi avaliada em termos das concentrações de fósforo total e solúvel no afluente e no efluente.

Nas Tabelas 28 e 29 apresenta os valores médios de fósforo total e fósforo solúvel, respectivamente, para cada etapa da Fase II.

Tabela 28 - Valores médios de fósforo total no afluente e efluente e as respectivas remoções médias de cada etapa Fase II da pesquisa.

Etapa	Parâmetro	P total afluente (mg/L)	P total efluente (mg/L)	Remoção média (%)
1	**Média**	13,1	4,3	72%
	Desvio Padrão	7,9	0,7	
	Mínimo	5,1	3,7	
	Máximo	23,4	5,2	
	n	4	4	
2	**Média**	18,1	3,9	78%
	Desvio Padrão	4,1	1,1	
	Mínimo	6,9	1,5	
	Máximo	22,0	5,6	
	n	17	17	
3	**Média**	16,5	3,8	77%
	Desvio Padrão	6,6	1,1	
	Mínimo	5,1	1,7	
	Máximo	23,4	5,1	
	n	10	10	

4	**Média**	17,4	4,4	75%
	Desvio Padrão	1,9	0,6	
	Mínimo	15,0	3,1	
	Máximo	21,2	5,5	
	n	14	14	
5	**Média**	17,8	4,7	74%
	Desvio Padrão	2,9	0,7	
	Mínimo	15,4	3,6	
	Máximo	21,9	5,1	
	n	4	4	

Fonte: Autor (2018).

Tabela 29 - Valores médios de fósforo solúvel no afluente e efluente e as respectivas remoções médias de cada etapa Fase II da pesquisa.

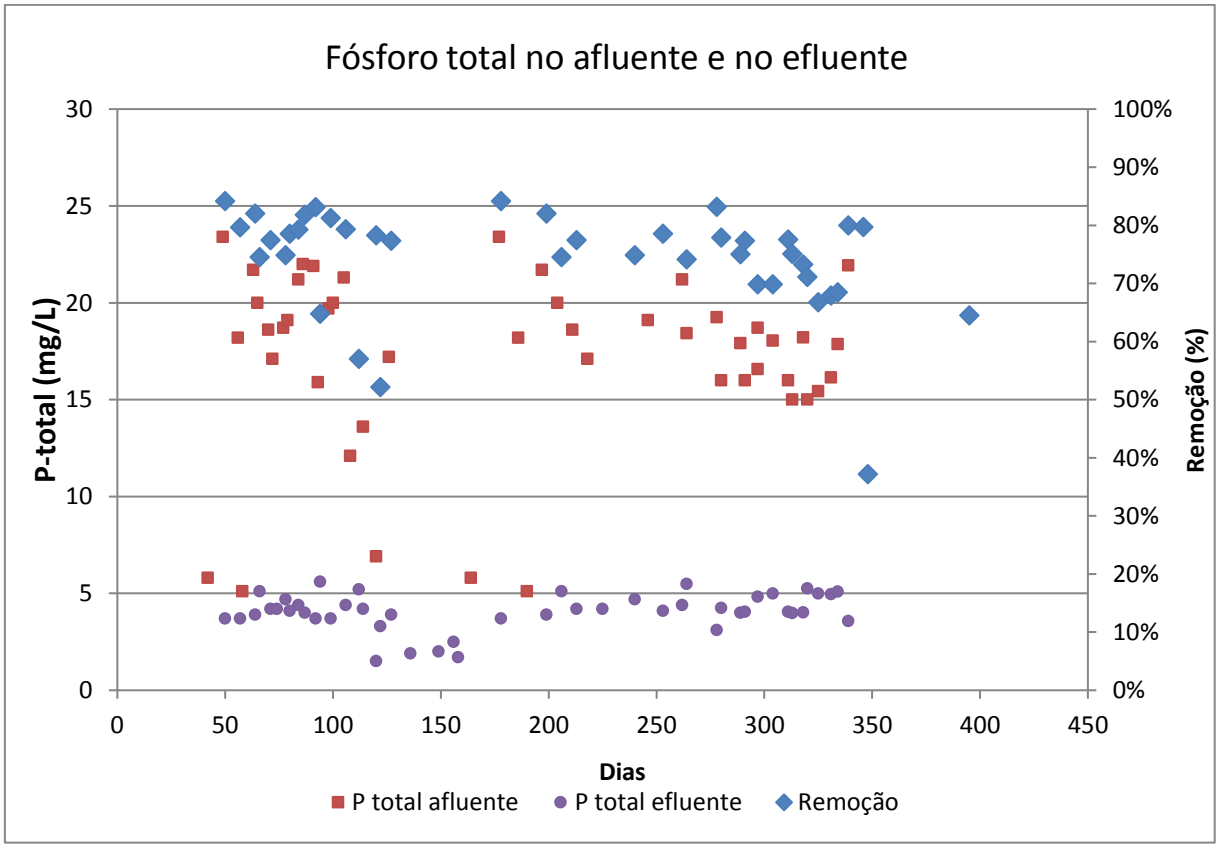
Etapa	Parâmetro	P solúvel afluente (mg/L)	P solúvel efluente (mg/L)	Remoção média (%)
1	**Média**	4,1	0,5	88%
	Desvio Padrão	0,4	0,8	
	Mínimo	3,6	0,4	
	Máximo	4,6	0,6	
	n	4	4	
2	**Média**	5,3	1,4	73%
	Desvio Padrão	1,5	0,8	
	Mínimo	3,4	0,1	
	Máximo	8,2	2,5	
	n	17	17	
3	**Média**	4,7	1,2	74%
	Desvio Padrão	1,3	0,9	
	Mínimo	3,6	0,1	
	Máximo	8,0	2,5	
	n	10	10	

4	**Média**	5,6	1,5	74%
	Desvio Padrão	1,9	0,7	
	Mínimo	3,3	0,2	
	Máximo	8,8	2,5	
	n	14	14	
5	**Média**	5,7	1,6	73%
	Desvio Padrão	0,3	0,3	
	Mínimo	5,4	1,4	
	Máximo	6,2	2,0	
	n	4	4	

Fonte: Autor (2018).

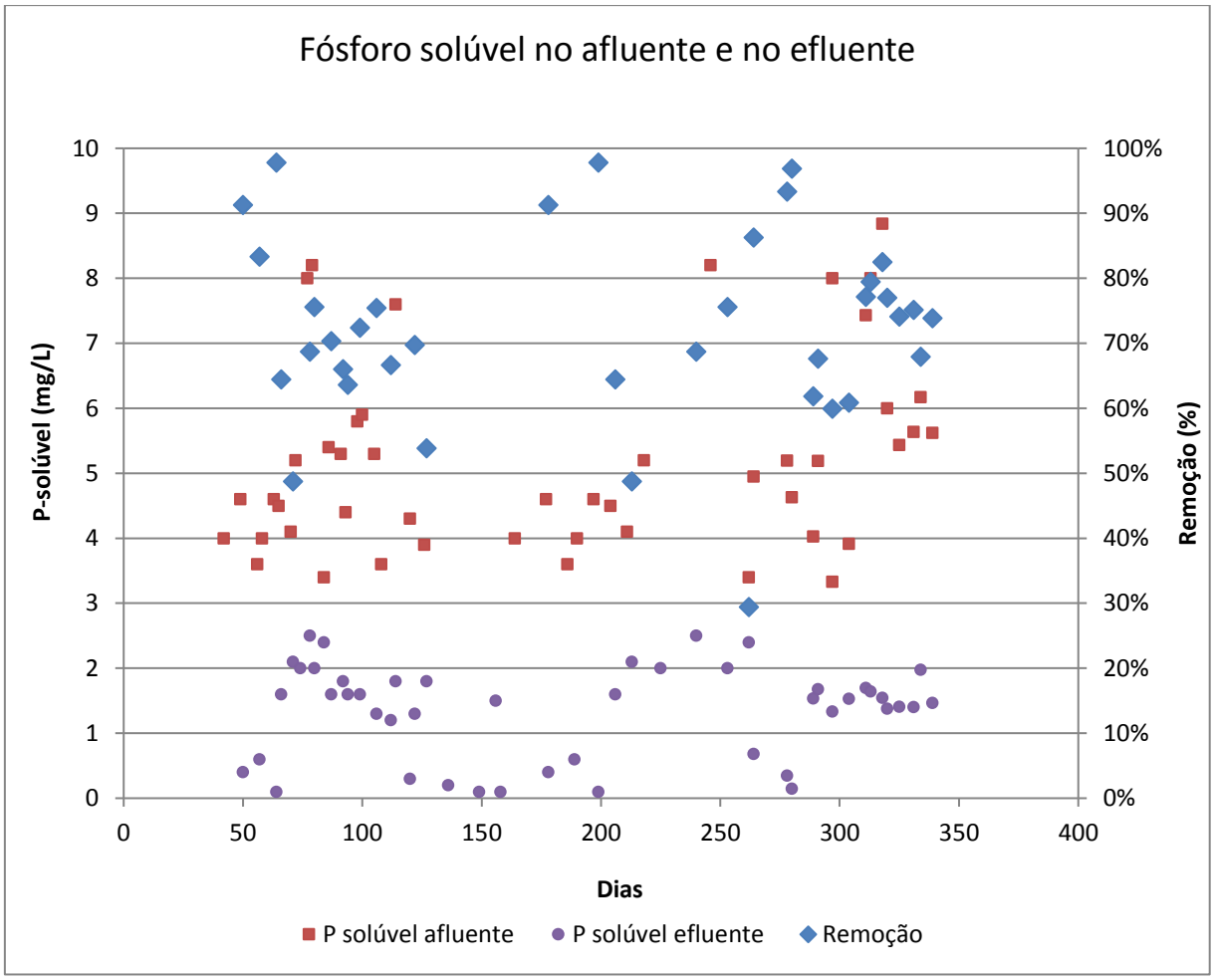
Os gráficos das Figuras 48 e 49 apresentam os resultados observados para esses dois parâmetros durante a operação do reator piloto. A remoção média para o período observado foi de 75% para fósforo total e 76% para fósforo solúvel.

Figura 48 – Resultados de fósforo total para o afluente e efluente, durante a Fase II da pesquisa.



Fonte: Autor (2018).

Figura 49 – Resultados de fósforo solúvel para o afluente e efluente, durante a Fase II da pesquisa.



Fonte: Autor (2018).

Tanto a remoção média de fósforo solúvel quanto à remoção média de fósforo total, durante toda a Fase II, foram altas. Conforme sugerido para a operação do reator de bancada, a perda de lodo no efluente descartado pode ter contribuído para a remoção de fósforo, considerando que este lodo tenha incorporado fósforo presente no esgoto bruto.

5.3. Discussão

5.3.1. Pesquisa em escala de bancada (Fase I)

Observou-se ao longo da operação do reator de bancada que a aplicação de alta carga orgânica e a força de cisalhamento hidrodinâmica (monitorados através

dos parâmetros CV, A/M e Var) combinados com a estratégia operacional de redução do tempo de sedimentação propiciou a ocorrência da granulação de parte da biomassa. A intensa aeração, resultando em uma alta força de cisalhamento hidrodinâmica sobre o floco biológico em suspensão, provavelmente estimulou uma elevada produção de EPS que aparentemente é fator crucial para o processo de granulação.

O desenvolvimento da granulação pode ter sido um dos motivos de ter ocorrido à redução nos valores dos ensaios de sólidos sedimentáveis com o lodo do reator, porém, este parâmetro, assim como o IVL, manteve-se em patamares de lodo ativado floculento devido à existência de uma parcela da biomassa no reator ainda ser dessa natureza.

As concentrações de SST e de SSV no lodo do reator apresentaram queda ao longo das etapas 1, 2 e 3, evidenciando a perda de lodo floculento junto com o efluente tratado, devido à geometria do reator (alta relação H/D) e também devido às reduções no tempo de sedimentação ao final de cada etapa, conforme a estratégia de operação apresentada acima.

Durante a Fase I, o fato de os valores de percentil 90% dos diâmetros de Feret apresentarem crescimento até o final da Etapa 3, indica o surgimento de partículas maiores que os flocos (grânulos) e que estas partículas se desenvolveram, chegando até valores em torno de 2 mm, porém, representando ainda uma pequena parcela da biomassa total presente no reator. Já a circularidade apresentou a maior parte dos valores entre 0,75 e 1 até o final da etapa 3, indicando o surgimento de grânulos com formato regular, inclusive, com o parâmetro percentil 25% crescendo até o final da Etapa 2. Contudo, na Etapa 3 devido ao início do processo de proliferação de filamentos aderidos às superfícies dos grânulos, houve uma queda deste parâmetro. Após essa etapa teve novamente um aumento na circularidade dos grânulos (aumento do percentil 25%), provavelmente como resultado da volta da aeração para os patamares das etapas 1 e 2, correspondendo ao aumento novamente das forças de cisalhamento hidrodinâmicas sobre a biomassa granular. Esse momento também foi acompanhado de queda do diâmetro de Feret (como mostram os valores de percentil 90% e 75% deste parâmetro), refletindo a possível ocorrência de quebra de partículas granuladas grande em partículas menores.

Como uma hipótese para o surgimento de organismos filamentosos nas superfícies dos grânulos a partir da Etapa 4 da Fase I, sugere-se a queda da taxa de aplicação de carga no reator (CV e A/M) também a partir deste período. Os organismos filamentosos conferiram aos grânulos menos compactas e mais irregulares. Outra hipótese que pode ter contribuído é a diminuição na aeração ocorrida na Etapa 3, que também pode ter conferido vantagem competitiva para os organismos filamentosos devido à diminuição da força de cisalhamento hidrodinâmica. Há também a hipótese de que não ter realizado descarte de lodo intencional pelo fundo do reator, permitiu que partículas mais pesadas ficassem dentro do reator durante toda a Fase I, conferindo alta idade do lodo a essas partículas, apesar de a idade do lodo média do sistema ter sido baixa, levando em conta o descarte de lodo não intencional que ocorreu ao longo de toda a pesquisa. Assim, pode ter favorecido a proliferação de filamentosas (organismos de crescimento lento) em partículas granulares que tiverem idade de lodo muito elevada no final na etapa 4 da Fase I (LIU et al., 2006).

Ao longo de toda a Fase I, foi possível observar boas remoções de matéria orgânica em termos de DBO e DQO, conforme apresentado anteriormente.

5.3.2. Pesquisa em escala piloto (Fase II)

Os resultados obtidos na Fase II da pesquisa permitem concluir que as características hidrodinâmicas do reator assumem papel decisivo no processo de granulação já em uma escala maior, contudo, mantendo-se uma relação H/D da mesma ordem da aplicada na pesquisa da Fase I. Isso, pois observou-se o início do processo de formação de grânulos nas primeiras etapas da operação do reator piloto, quando todas as demais condições operacionais impostas ainda eram típicas de sistemas de lodos ativados em batelada convencionais, com maiores tempos de sedimentação.

Os parâmetros operacionais que refletem a disponibilidade de carga orgânica (CV e A/M) foram mantidos em patamares um pouco abaixo dos valores aplicados na Fase I da pesquisa (reator de bancada) o que leva à conclusão que estes valores já são adequados para o processo de granulação, quando aplicados a um reator com alta relação H/D e combinados com a estratégia operacional de redução do tempo de sedimentação. Em relação à velocidade ascensional do ar, nota se valores

para o reator piloto um pouco maiores do que na Fase I, o que pode indicar que a força de cisalhamento hidrodinâmica além de estimular a produção de EPS, também pode evitar a proliferação de organismos filamentosas aderidos à superfície os grânulos do reator piloto.

Os resultados de IVL_{30} obtidos representam resultados esperados para um lodo ativado floculento, levando à conclusão que o lodo possui boas condições de sedimentabilidade, tendo em vista que foram encontrados valores sempre abaixo de 100 mL/g, referência tradicional para se considerar um lodo ativado bem floculado, não sendo estes valores típicos de lodo granular (com alta porcentagem de biomassa granular), que podem apresentar IVL abaixo de 50 mL/g.

Quando se recorre aos resultados de IVL_5 e IVL_{10}, os quais se mostraram serem 53% e 66% do IVL_{30}, respectivamente, conclui se que o lodo apresenta velocidade de sedimentação relativamente elevada, confirmando a observação visual de lodo misto, parcialmente granulado e floculado. Do qual os resultados da relação IVL_{30}/IVL_{10} resultaram acima de 0,7 e de IVL_{30}/IVL_5 acima de 0,5. Estes valores podem ser considerados satisfatórios, relacionados às elevadas velocidades de sedimentação dos grânulos presentes na biomassa do reator piloto.

O processo de granulação manteve-se em fase de consolidação durante toda a operação do reator piloto, pois se observou também durante toda a Fase II alta perda de lodo pelo efluente descartado ao final de cada ciclo.

Em relação às velocidades de sedimentação, segundo Qin, Liu e Tay (2004), os resultados obtidos podem ser considerados também de lodo floculento, uma vez que os grânulos podem sedimentar com velocidade variando de 25 a 70 m/h, que é significativamente mais rápido do que flocos, cujas velocidades de sedimentação ficam na faixa de 7 a 10 m/h.

A média dos valores obtidos para o coeficiente de compressibilidade (k), da equação de Vesilind foi de 0,27 L/g que é mais baixo do que o limite proposto por van Haandel e Marais (1999) para lodo ativado classificado como “bom” (0,31 L/g), evidenciando a presença de lodo granular. Assim, pode-se considerar que o lodo em estudo possui boa compressibilidade, o que é reforçado pelos valores de IVL obtidos. Porém, apresenta baixa velocidade inicial de sedimentação, cuja faixa típica observada em sistemas de lodos ativados convencionais por Giokas et al. (2003) é

de 3 a 5 m/h. Estes resultados demonstram que ainda ocorre predomínio da biomassa floculenta.

É possível verificar que o os valores máximos do diâmetro de Feret cresceram ao longo do período todo da Fase II, também indicando a presença de partícula granular, apesar da baixa fração que estas representam do total de lodo. Isso porque o diâmetro médio não variou significativamente ao longo das Etapas de 1 a 3, sendo que apenas na Etapa 4 houve um crescimento do valor médio do diâmetro de Feret, mostrando o aumento do tamanho das partículas de uma forma geral e não apenas das partículas maiores. Este fato mostra que ainda existe uma parcela considerável da biomassa de natureza floculenta.

As análises dos valores obtidos do coeficiente de circularidade permitem concluir que esse parâmetro não apresentou crescimento expressivo ao longo da pesquisa, mas, mantendo-se em um mesmo patamar, sendo que o valor médio no início da pesquisa foi de 0,7 e no final da mesma de 0,7. Já o valor de percentil 90 ficou incialmente em 0,8 e no final do período operacional em 0,9, ou seja, este parâmetro ficou praticamente constante ao longo de todas as fases de operação, inclusive os resultados obtidos foram iguais ou próximos a 1, indicando que as partículas presentes nos registros fotográficos apresentaram formato regular e tendendo ao formato de círculo ideal. Contudo, apesar de ter ocorrido o aparecimento de partículas com circularidade perto de 1, correspondendo à presença grânulos de tamanhos variados, também ocorreram valores muito baixo desse parâmetro, refletindo a biomassa floculenta ainda presente em grande quantidade.

A remoção global de nitrogênio amoniacal pelo lodo do reator piloto foi de 50%. O reator piloto apresentou valores baixos de nitrito e nitrato, assim, correlacionando com a remoção de amônia, sendo possível concluir que uma parte da quantidade de nitrito e nitrato gerados foi reduzida e nitrogênio gasoso. Na Fase II da pesquisa foi monitorada o nitrogênio kjeldahl total, que apresentou remoção da mesma ordem de grandeza da remoção de amônia. Os resultados obtidos de alcalinidade mostraram um consumo global deste parâmetro da ordem de 50%. Desta forma é possível considerar a ocorrência de desnitrificação, uma vez que esse processo repõe aproximadamente metade da quantidade de alcalinidade consumida no processo de nitrificação.

Os resultados de concentração de fósforo (total e solúvel) no esgoto bruto foram elevados, o que pode ser atribuído a procedimentos no restaurante central da universidade, que durante a Fase II foi reportada a ocorrência de concentrações elevadas de óleos e graxas, chegando a se aproximar de 200 mg/L e de surfactantes, que alcançaram valores da ordem de 25 mg/L.

6. CONCLUSÃO

Pode-se concluir com a pesquisa realizada, que é possível observar o processo de granulação sob temperaturas altas, quando comparadas ao clima de países temperados, aplicando-se certas condições do reator e adotando a estratégia de partida sugerida neste estudo.

Este estudo apontou que as principais condições necessárias para a ocorrência do processo de granulação são:

- A intensa aeração (e elevada força de cisalhamento hidrodinâmica por consequência), estimulando elevada produção de EPS;
- A alimentação em fase anaeróbia pelo fundo, propiciando a percolação do efluente pelo lodo, favorecendo organismos de crescimento lento, tais como os PAO’s.

Tanto a aeração intensa quanto a alimentação anaeróbia pelo fundo fizeram com que a biomassa iniciasse o processo de agregação na forma de grânulos, sendo que ainda sob altos tempos de sedimentação foi possível observar o começo do processo de granulação no lodo do reator de bancada (Fase I), indicando que estes dois fatores estimulam a geração dos agregados biológicos na forma de grânulos.

Já a redução progressiva do tempo de sedimentação mostrou-se eficaz na seleção de partículas mais pesadas, sendo essencial para a evolução do processo de granulação, resultando ao longo de ambas as Fases um aumento de tamanho dos grânulos e aparentemente da porção sob a biomassa total do reator.

Logo, entende-se que as condições hidrodinâmicas (alta vazão de ar e enchimento anaeróbio pelo fundo do reator) levam ao aparecimento de grânulos. Em seguida, a redução do tempo de sedimentação seleciona estas partículas granulares, expulsando o lodo floculento do sistema e assim gradativamente a porção de biomassa granular aumenta.

O surgimento de organismos filamentosos durante a operação do reator de bancada (Fase I) leva a concluir que é necessário realizar o descarte de lodo sob mistura, com retiradas de amostras de lodo em diferentes alturas, ou pelo fundo do reator no momento da sedimentação, buscando-se descartar não só biomassa floculenta, evitando com que os grânulos apresentem idade de lodo elevada. A medida que a porção de biomassa granular cresce, deverá ocorrer diminuição da perda de lodo no efluente descartado. Consequentemente, o descarte de lodo intencional deve ser gradativamente aumentado à medida que diminui a perda de lodo no efluente.

Mantendo esta estratégia por um determinado tempo, o sistema tenderá para um estado estacionário, com uma operação controlada e com um lodo com alta parcela de biomassa granular. Para se obter um processo efetivamente estabilizado, deve-se superar o problema da perda de lodo no efluente e proceder o descarte intencional, impondo o valor que se queira para a idade de lodo. Caso esse obstáculo da alta perda de lodo no efluente tratado não seja superado, para se atingir um estado estacionário em um sistema com alta porcentagem de biomassa granular no reator, é preferível operar o reator como um batelada convencional (com altos tempo de sedimentação) de forma a não prejudicar a qualidade do efluente tratado.

Futuramente, deve-se avaliar a formação de grânulos sobre aplicação de menor vazão de ar do que aplicado nessa pesquisa de forma a verificar se é possível obter granulação sob menores forças de cisalhamento hidrodinâmica.

Foi possível obter granulação aplicando uma carga de substrato relativamente baixa do qual foi o caso do reator piloto, ou seja, o processo de granulação aeróbia é promissor quando aplicado para tratamento de esgotos sanitários de baixa e média carga, característica típica de esgotos gerados em universidades.

Os resultados de remoção de carga orgânica e nutrientes indicam que o lodo, mesmo ainda em fase de estabilização, possui boas propriedades de tratamento e que tendem a melhorar ainda mais com a evolução do processo de granulação. Tais propriedades deverão ser investigadas mais afundo nas próximas pesquisas. Podendo atribuir a ocorrência da desnitrificação, em ambas as fases da pesquisa à parte interna dos grânulos, cujo ambiente se torna anóxico por possuírem dimensões suficientemente elevadas, de forma a impedir a difusão do oxigênio até o

centro da partícula, mesmo sob pressões elevadas deste gás no meio externo. Desta forma, o nitrato gerado pelo processo de nitrificação nas camadas mais externas dos grânulos difunde para as camadas mais profundas onde ocorre a desnitrificação, uma vez que também há difusão de substrato (carga orgânica) para as camadas interiores.

7. RECOMENDAÇÕES FINAIS

Deve-se aprofundar o estudo do processo de granulação com o objetivo de obter um sistema com maior porcentagem de lodo granular e com maior estabilidade, e para tal sugere-se adotar a estratégia de redução do tempo de sedimentação, buscando alcançar intervalos de tempo menores do que dez minutos e exercendo controle da idade de lodo a partir do descarte intencional de forma progressiva desde a partida do sistema até a estabilização após o sistema entrar em regime estacionário.

Ainda como recomendação para futuras investigações, sugere utilização de reatores em bateladas, inoculados com lodo ativado floculento recebendo como afluente esgotos sanitários e/ou efluentes de baixa carga, avaliando:

- A concentração e a caracterização do EPS presente no lodo granular, de forma a correlacionar o surgimento dos grânulos com aumento e mudança nas características do EPS;
- A presença de organismos acumuladores de fósforo e outros como desnitrificantes, desnitrificantes desfosfatizante, entre outros, a partir de análises de biológica molecular, conforme o método FISH (da sigla inglês Fluorescent In Situ Hybridization) correlacionando a presença destes com o surgimento e evolução dos grânulos aeróbios;
- A concentração de fósforo no lodo de forma a corroborar a presença de tais organismos no lodo granular aeróbio.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ADAV, S. S.; LEE, D. J.; LAI, J. Y. Effects of aeration intensity on formation of phenol-fed aerobic granules and extracellular polymeric substances. **Applied Microbiology Biotechnology**, v. 77, p. 175-182, 2007._____. Aerobic granulation in sequencing batch reactors at different settling times. **Bioresource Technology**, v. 100, p. 5359-5361, 2009.

ANGELA, M.; BÉATRICE, B.; MATHIEU, S. Biologically induced phosphorous precipitation in aerobic granular sludge process. **Water Research**, v.45, p. 3376-3786, 2011.

BASSIN, J. P.; DEZOTTI, M.; ROSADO, A. S. Técnicas de biologia molecular aplicadas ao estudo da diversidade microbiana de sistemas de efluentes. In: DEZOTTI, M.; SANT'ANNA Jr, G. L.; BASSIN, J. P. (Org.) **Processos biológicos avançados para tratamento de efluente e técnicas de biologia molecular para o estudo da diversidade microbiana**. Rio de Janeiro: Interciência, 2011.

BASSIN, J. P.; KLEEREBEZEM, R.; DEZOTTI, M.; VAN LOOSDRECHT, M. C. M. Simultaneous nitrogen and phosphate removal in aerobic granular sludge reactors operated at different temperatures. **Water Research**, v. 46, p. 3805-3816, 2012.

BASSIN, J. P.; KLEEREBEZEM, R.; MUYZER, G.; ROSADO, A. S.; VAN LOOSDRECHT, M. C.; DEZOTTI, M. Effect of different salt adaptation strategies on the microbial diversity, activity, and settling of nitrifying sludge in sequencing batch reactors. **Applied Microbiology and Biotechnology**, v. 93, p. 1281-1294, 2012.

BEUN, J. J.; HENDRIKS, A.; VAN LOOSDRECHT, M. C. M.; MORGENROTH, E.; WILDERER, P. A.; HEIJNEN, J. J. Aerobic granulation in a sequencing batch reactor. **Water Research**, v. 33, n. 10, p. 2283-2290, 1999.

BEUN, J. J.; VAN LOOSDRECHT, M. C. M.; HEIJNEN, J. J. Aerobic granulation in a sequencing batch airlift reactor. **Water Research**, v.36, p. 702-712, 2002.

BIN, Z.; ZHE, C.; ZHIGANG, Q.; MIN, J.; ZHIQIANG, C.; ZHAOLI, C.; JUNWEN, L.; XUAN, W.; JINGFENG, W. Dynamic and distribution of ammonia-oxidizing bacteria

communities during sludge granulation in an anaerobic sequencing batch reactor. **Water Research**, v. 45, p. 6207-6216, 2011.

BUENO, R. F. **Nitrificação e desnitrificação simultânea em reator com biomassa em suspensão e fluxo contínuo de esgoto**. Dissertação (Mestrado em Saúde Pública) – Programa de Pós-Graduação em Saúde Pública, Faculdade de Saúde Pública, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2011.

BUENO, R. F.; SUBTIL, E. L.; SANTOS, J. G.; INACIO, A. R.; MOURAO, R. F. Caracterização de flocos de lodo ativado por meio de análise de imagem: padronização e validação do método. In: 27º CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA SANITÁRIA E AMBIENTAL, 2013, Goiânia. Saneamento, Ambiente e Sociedade: Entre a gestão, a política e a tecnologia. Rio de Janeiro: ABES, 2013.

CAMPOS, J. R.; PRADO, G. S. O emprego da análise de imagem na determinação da distribuição de tamanho de partículas da areia presente no esgoto sanitário. **Revista da Associação Brasileira de Engenharia Sanitária e Ambiental**, v. 14, n. 3, p. 401-410, 2009.

CETIN, E., KARAKAS, E., DULEKGURGEN, E., OVEZ, S., KOLUKIRIK, M., YILMAZ, G., Effects of high-concentration influent suspended solids on aerobic granulation in pilot-scale sequencing batch reactors treating real domestic wastewater, Water Research, 2018, doi: 10.1016/j.watres.2017.12.014.

COMA BECH, M. Biological nutrient removal in sbr technology : from floccular to granular biological nutrient removal in sbr technology: from floccular to granular sludge. PhD Thesis. Departament d'Enginyeria Química, Agrária i Tecnologia. Universitat de Girona. 2011. 238 f. Universitat de Girona, 2011.

CULI, MARIO. Biodigestão de resíduos sólidos em um reator de duas fases operando em bateladas sequenciais com imobilização da biomassa. M. Culi – São Paulo, 2018.

DANGCONG, P.; BERNET, N.; DELGENES, J. P.; MOLETTA, R. Simultaneous organic carbon and nitrogen removal in an SBR controlled at low dissolved oxygen concentration. **Journal of Chemical Technology and Biotechnology**, v. 76, p. 553-

558, 2001. _____. Aerobic Granular Sludge – A case report. **Water Research**, v. 33, n. 3, p. 890-893, 1999.

DANTAS, B.K.S.F. Formação de Lodo granular aeróbio em reatores em bateladas sequenciais para o tratamento de esgoto doméstico de baixa carga visando à remoção de nutrientes. Dissertação de Mestrado. Departamento de Engenharia Civil. Universidade Federal de Pernambuco. 2018. 79 f. Universidade Federal de Pernambuco, 2018.

DE KREUK, M. K.; KISHIDA, N.; VAN LOOSDRECHT, M. C. M. Aerobic granular sludge – state of the art. **Water Science & Technology**, v. 55, n. 8-9, p. 75-81, 2007.

DE KREUK, M. K.; MOSQUERA-CORRAL, A.; HEIJNEN, J. J.; VAN LOOSDRECHT, M. C. M. Effects of oxygen concentration on N-removal in an aerobic granular sludge reactor. **Water Research**, v. 39, p. 2676-2686, 2005.

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 Research**, v. 39, p. 4476-4484, 2005.

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., VAN LOOSDRECHT, M. C. M. Formation of aerobic granules with domestic sewage. **Journal of Environmental Engineering**. 132 (6), 694-697, 2006.

DEL RIO, V. A.; FIGUEROA, M.; ARROJO, B.; MOSQUERA-CORAL, A.; CAMPOS, J. L.; GARCÍA-TORRIELLO, G.; MÉNDEZ, R. Aerobic granular SBR systems applied to the treatment of industrial effluents. **Journal of Environmental Management**, v. 95, p. 588-592, 2012.

DERLON, N., WAGNER, J., DA COSTA, R., MORGENROTH, E. Formation of aerobic granules for the treatment of real and low-strength municipal wastewater using a sequencing batch reactor operated at constant volume. **Water Research,** v. 105, p. 341-350, 2016.

FERREIRA, T.; RASBAND, W. **Image J user guide***.* 2011. Disponível em: <http://rsbweb.nih.gov/ij/docs/user-guide.pdf>. Acesso em: 30 mar. 2016.

GAO, D.; LIU, L.; LIANG, H.; WU, W. Aerobic granular sludge: characterization, mechanism of granulation and application to wastewater treatment. **Critical Reviews in Biotechnology**, v. 31, n. 2, p. 132-152, 2011.

GIOKAS, D. M.; DAIGGER, G.T.; VON SPERLING, M.; KIM, Y.; PARASKEVAS, P. A. Comparison and evaluation of empirical zone settling velocity parameters based on sludge volume index using a unified settling characteristics database*.* **Water Research**, v. 37, p. 3821-3836, 2003.

GONZALEZ-GIL, G.; SEGHEZZO, L.; LETTINGA, G.; KLEEREBEZEM, R. Kinetics and mass-transfer phenomena in anaerobic granular sludge. **Biotechnology and Bioengineering**, v. 73, n. 2, p. 125-134, 2001.

GRAY, NF. 2004. **Biology of wastewater treatment.** 2nd Ed. Imperial College Press, London, UK. ISBN: 1-86094-328-4.

HAILEI, W.; GUANGLI, Y.; GUOSHENG, L.; FENG, P. A new way to cultivate aerobic granules in the process of papermaking wastewater treatment. **Biochemical Engineering Journal**, v. 28, n. 1, p. 99-103, 2006.

HREIZ, RAINIER, LATIFI, M. A., ROCHE, NICOLAS. Optimal design and operation of activated sludge processes: State-of-the-art. **Chemical Engineering Journal**, v. 281, p. 900-920, 2015.

JIANG, H. L.; TAY, J. H.; TAY, S. T. L. Aggregation of immobilized activated sludge into aerobically grown microbial granule for the aerobic biodegradation of phenol. **Letters in Applied Microbiology**, v. 35, p. 439-445, 2002.

JORDÃO, E.P.; PESSOA, C.A. Tratamento de esgotos domésticos. 6. ed., Rio de Janeiro: ABES, 2011.

KHAN, M. Z.; MONDAL, K. P.; SABIR, S. Aerobic granulation for wastewater bioremediation: a review. **The Canadian Journal of Chemical Engineering**, v. 91, p. 1045-1058, 2012.

LEE, K. S.; WU, J. F.; LO, Y. S.; LO, Y. C.; LIN, P. J.; CHAN, J. S. Anaerobic hydrogen production with an efficient carrier-induced granular sludge bed bioreactor. **Biotechnology and Bioengineering**, v. 87, n. 5, p. 648-657, 2004.

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 Biochemistry**, v. 46, p. 2269-2276, 2011.

LI, J.; CHEN, Y.; LI, J.; ZHANG, D.; WANG, S.; WANG, L.; JIANG, D.; SUN, F.; ZHANG, Q. Morphological and structural characteristics of aerobic granulation. **Journal of Chemical Technology and Biotechnology**, n. 81, p. 823-830, 2006.

LIU, Y.; LIN, Y. M.; TAY, J. H. The elemental compositions of P-accumulating microbial granules developed in sequencing batch reactors. **Process Biochemistry**, v. 40, p. 3258-3262, 2005.

LIU, Y.; LIU, Q. S. Causes and control of filamentous growth in aerobic granular sludge sequencing batch reactors. **Biotechnology Advances**, v. 24, p. 115-127, 2006.

LIU, Y., QIN, L., YANG, S. Microbial Granulation Technology for Nutrient Removal from Wastewater. **New York: Nova Science Publishers Inc,** 198 p., 2007a.

LIU, Q. S.; TAY, J. H.; LIU, Y. Substrate concentration independent aerobic granulation in sequential aerobic sludge blanket reactor. **Environmental Technology**, v. 24, p. 1235-1243, 2003.

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

LIU, Y.; YANG, S. F.; QIN, L. A thermodynamic interpretation of cell hydrophobicity in aerobic granulation. **Applied Microbiology and Biotechnology**, v. 64, p. 410-415, 2003.

LIU, Y.Q., TAY, J.H. State of the art of biogranulation technology for wastewater treatment. **Biotechnology Advances**, 22: 533-563, 2004.

LIU, Y. Q.; TAY, J. H. Influence of cycle time on kinetic behaviors of steady-state aerobic granules in sequencing batch reactors. **Enzyme and Microbial Technology**, v. 41, p. 516-522, 2007.

LIU, Y. Q.; TAY, J. H. Variable aeration in sequencing batch reactor with aerobic granular sludge. **Journal of Biotechnology**, v. 124, p. 338-346, 2006.

LIU, Y. U.; TAY, J. H. State of the art of biogranulation technology for wastewater treatment. **Biotechnology Advances**, v. 22, p. 533-563, 2004.

LIU, Y. U.; WANG, Z. W.; QIN, L. E. I.; LIU, Y. Q.; TAY, J. H. Selection pressure-driven aerobic granulation in a sequencing batch reactor. **Applied Microbiology and Biotechnology**, v. 67, p. 26-32, 2005.

LOBOS, J.; WISNIEWSKI, C.; HERAN, M.; GRASMICK, A. Sequencing versus continuous membrane bioreactors: effect of substrate to biomass ratio (F/M) on process performance. **Journal of Membrane Science**, v. 317, p. 71-77, 2008.

LONG, B., YANG, C., PU, W., YANG, J., LIU, F., ZHANG, L., ZHANG, J., CHENG, K. Tolerance to organic loading rate by aerobic granular sludge in a cyclic aerobic granular reactor. **Bioresource. Technology**. 182, 314-322, 2015.

LU, H., CHANDRAM, K., STENSEL, D. Microbial ecology of denitrification in biological wastewater treatment. **Water Research**, v. 64, p. 237-254, 2014.

METCALF e EDDY. Tratamento de efluentes e recuperação de recursos. 5. ed., Porto Alegre: AMGH Editora Ltda, p.1980, 2016.

MINO, T., ARUN, V., TSUZUKI, Y., MATSUO, T. 1987. Effect of phosphorus accumulation on acetate metabolism in the biological phosphorus removal. Ramadori R., editor. In: Biological phosphate removal from wastewaters (Advanced in Water Pollution Control 4). Oxford: Pergamon Press. Pp. 27-38.

MISHIMA, K., NAKAMURA, M. Self-immobilization of aerobic activated sludge - a pilot study of the aerobic upflow sludge blanket process in municipal sewage treatment. Water Science Technology, v. 23(4-6), p. 981-990, 1991.

MORGAN, J. M.; FORSTER, C. F.; EVISON, L. A comparative study of the nature of biopolymers extracted from anaerobic and activated sludges. **Water Research**, v. 24, n. 6, p. 743-750, 1990.

MOY, B. Y. P.; TAY, J. H.; TOH, S. K.; LIU, Y.; TAY, S. T. L. High organic loading influences the physical characteristics of aerobic granules. **Letters in Applied Microbiology**, v. 34, p. 407-412, 2002.

NI, B., XIE, W., LIU, S., HAN, H., WANG, Y., WANG, G., DAI, X. Granulation of activated sludge in a pilot-scale sequencing batch reactor for the treatment of low-strength municipal wastewater. **Water Research,** v. 43, p. 751-761, 2009.

OEHMEN, A., Lemos, P.C., Carvalho, G., Yuan, Z., Keller, J., Blackall, L.L. and Reis, M.A.M. 2007. Advances in enhanced biological phosphorus removal: From micro to macro scale. **Water Research,** v.41, p. 2271-2300.2007.

PAMBRUN, V. **Analyse et modélisation de la nitrification partielle et de la précipitation concomitante du phosphore dans un réacteur à alimentation séquencée.** Toulouse: INSA, 2005.

PAN, S.; TAY, J. H.; HE, Y. X.; TAY, S. T. The effect of hydraulic retention time on the stability of aerobically grown microbial granules. **Letters in Applied Microbiology**, v. 38, p. 158-163, 2004.

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

PUIG, S. 2008. Operation and control of SBR processes for enhanced biological nutrient removal from wastewater. Ph.D Thesis, University of Girona, Girona, Spain. ISBN: Gi-208-2008/978-84-691-2388-1.

QIN, L.; LIU, Y.; TAY, J-H. Effect of settling time on aerobic granulation in sequencing batch reactor. **Biochemical Engineering Journal**, v. 21, n. 1, p. 47-52, 2004.

REN, T. T.; LIU, L.; SHENG, G. P.; LI, X. W.; YU, H. Q.; ZHANG, M. C. Calcium spatial distribution in aerobic granules and its effects on granule structure, strength and bioactivity. **Water Research**, v. 42, p. 3343-3352, 2008.

SADRZADEH, F.; DULEKGURGEN, F. Improving the settling properties of activated sludge by gradually decreasing the settling time. Desalination and Water Treatment, 52:13-15, 2465-2471, DOI: 10.1080/19443994.2013.795874

SANTOS, H. R.; PRADO G. S.; VIDAL, C. M. S.; MORUZZI, R. B.; CAMPOS, J. R. Aplicabilidade das técnicas de determinação de tamanho de partículas em sistemas de tratamento de água e esgoto sanitário. **Revista da Associação Brasileira de Engenharia Sanitária e Ambiental**, v. 9, n. 4, p. 291-300, 2004. Disponível em: <www.scielo.br/pdf/esa/v9n4/v9n4a04.pdf>. Acesso em: 11 set. 2012.

SARMA, S. J.; TAY, J. H.; CHU, A. Finding Knowledge Gaps in Aerobic Granulation Technology. **Trends in Biotechnology**, p. 1–13, 2017.

SCHWARZENBECK, N.; ERLEY, R.; WILDERER, P. A. Aerobic granular sludge in an SBR-system treating wastewater rich in particulate matter. **Water Science & Technology**, v. 49, n. 11-1, p. 41-46, 2004.

SHENG, G. P.; LI, A. J.; LI, X. Y.; YU, H. Q. Effects of seed sludge properties and selective biomass discharge on aerobic sludge granulation. **Chemical Engineering Journal**, v. 160, p. 108-114, 2010.

SHOW, K. Y.; LEE, D. J.; TAY, J.H. Aerobic granulation: advantages and challenges. **Applied Biochemistry and Biotechnology**, v. 167, n. 6, p. 1622-1640, 2012.

SMOLDERS, G. J.; KLOP, J. M.; van LOOSDRECHT, M. C.; HEIJNEN, J. J. A metabolic model of the biological phosphorus removal process. I. Effect of the sludge retention time. **Biotechnology and Bioengineering**, v. 48, p. 222-233, 1995.

STURM, B. S.; IRVINE, R. L. Dissolved oxygen as a key parameter to aerobic granule formation. **Water Science & Technology**, v. 58, n. 4, p. 781-787, 2008.

SURAMPALLI, R. Y.; TUAGI, R. D.; SCHEIBLE, O. K.; HEIDMANET, J. A. Nitrification, denitrification and phosphorus removal in sequential batch reactors. **Bioresource Technology**, v. 61, p. 151-157, 1997.

TAY, J. H.; LIU, Q. S.; LIU, Y. Characteristics of aerobic granules grown on glucose and acetate in sequential aerobic sludge blanket reactors. **Environmental Technology**, v. 23, p. 931-936, 2002a.

_____. Aerobic Granulation in a sequential sludge blanket reactor. **Water Science & Technology**, v. 46, p. 13-18, 2002b.

_____. Microscopic observation of aerobic granulation in sequential aerobic sludge blanket reactor. **Journal of Applied Microbiology**, v. 91, p. 168-175, 2001a.

_____. The effect of shear force on the formation, structure and metabolism of aerobic granules. **Applied Microbiology and Biotechnology**, v. 57, p. 227-233, 2001b.

TAY, J. H.; PAN, S.; HE, Y.; TAY, S. T. L. Effect of organic loading rate on aerobic granulation. i: reactor performance. **Journal of Environmental Engineering**, p. 1094-1101, 2004.

TAY, J. H.; LIU, Q. S.; LIU, Y.; SHOW, K. Y.; IVANOV, V.; TAY, S. T. L. A comparative study of aerobic granulation in pilot- and laboratory scale SBRs. In: WORKSHOP ON AEROBIC GRANULAR SLUDGE, Munique, Alemanha, 2004, **Anais…** Alemanha, 2004.

TAY, S. T. L.; BENJAMIN, Y. P. M.; JIANG, H. L.; TAY, J. H. Rapid cultivation of stable aerobic phenol-degrading granules using acetate-fed granules as microbial seed. **Journal of Biotechnology**, v. 115, p. 387-395, 2005.

TCHOBANOGLOUS, G., BURTON, F.L. AND STENSEL, H.D. 2003. **Wastewater engineering: treatment and reuse, 4th ed.** Metcalf and Eddy Inc. McGraw-Hill Higher Education, New York, USA.

VAN HAANDEL, A. C.; MARAIS, G. **O comportamento do sistema de lodo ativado: teoria e aplicações para projetos e operações**. Campina Grande: Epgraf, 1999.

VON SPERLING, M. **Princípios do tratamento de águas residuárias**. Vol. 4. Lodos Ativados. 2. ed. Belo Horizonte: DESA-UFMG, v. 1, p.428, 2002.

VON SPERLING, M. **Lodos Ativados**. Departamento de Engenharia Sanitária e Ambiental-UFMG. 2ª ed., v. 4,2002.

XIAO, F.; YANG, S. F.; LI, X. Y. Physical and hydrodynamic properties of aerobic granules produced in sequencing batch reactors. **Separation Purification Technology**, v. 63, p. 634-641, 2008.

WANG, Z. W.; LIU, Y.; TAY, J. H. The role of SBR mixed liquor volume exchange ratio in aerobic granulation. **Chemosphere**, v. 62, p. 767-771, 2006.

YAN, L.; ZHANG, S.; HAO, G.; ZHANG, X.; REN, Y.; WEN, Y.; GUO, Y.; ZHANG, Y. Simultaneous nitrification and desnitrification by EPS in aerobic granular sludge enhanced nitrogen removal of ammonium-nitrogen-rich wastewater. **Bioresource Technology**, v. 202, p. 101-106, 2012.

YU, H. Q.; TAY, J. H.; FANG, H. H. P. The roles of calcium in sludge granulation during UASB reactor start-up. **Water Research**, v. 35, p. 1052-1060, 2001.

ZHANG, Q.; HU, J.; LEE, D. J. Aerobic granular processes: Current research trends. **Bioresource technology,** v. 210, p.74-80, 2016.

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

ZHU, L.; XU, X. Y.; LUO, W. G.; TIAN, Z. J.; LIN, H. Z.; ZHANG, N. A. Comparative study on the formation and characterization of aerobic 4-chloroaniline degrading granules in SBR and SABR. **Applied Microbiology and Biotechnology**, v. 79, p. 867-874, 2008.

ZHU, L.; DAÍ, X.; LV, M.; XU, X. Correlation analysis of major control factors for the formation and stabilization of aerobic granule. **Environmental Science and Pollution Research**, v. 20, n. 5, p. 3165-3175, 2012.