# UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO

## ESCOLA DE ENGENHARIA DE SÃO CARLOS

ELIAS DE LIMA NETO

Proposição de uma nova configuração de reator anaeróbio para o tratamento de esgoto em baixas temperaturas baseado no conceito de assistência térmica à biomassa aderida ao meio suporte

São Carlos

## ELIAS DE LIMA NETO

Proposição de uma nova configuração de reator anaeróbio para o tratamento de esgoto em baixas temperaturas baseado no conceito de assistência térmica à biomassa aderida ao meio suporte

> Tese apresentada à Escola de Engenharia de São Carlos, da Universidade de São Paulo, como parte dos requisitos para obtenção do título de Doutor em Ciências: Engenharia Hidráulica e Saneamento

Orientador: Prof. Dr. Eduardo Clero Pires

Versão Corrigida

São Carlos

2019

#### AUTORIZO A REPRODUÇÃO TOTAL OU PARCIAL DESTE TRABALHO, POR QUALQUER MEIO CONVENCIONAL OU ELETRÔNICO, PARA FINS DE ESTUDO E PESQUISA, DESDE QUE CITADA A FONTE.

Ficha catalográfica elaborada pela Biblioteca Prof. Dr. Sérgio Rodrigues Fontes da EESC/USP com os dados inseridos pelo(a) autor(a).

de Lima Neto, Elias D42p Proposição de uma nova configuração de reator anaeróbio para o tratamento de esgoto em baixas temperaturas baseado no conceito de assistência térmica à biomassa aderida ao meio suporte / Elias de Lima Neto; orientador Eduardo Cleto Pires. São Carlos, 2020.

> Tese (Doutorado) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Hidráulica e Saneamento e Área de Concentração em Hidráulica e Saneamento -- Escola de Engenharia de São Carlos da Universidade de São Paulo, 2020.

 Tratamento anaeróbio. 2. baixas temperaturas.
assistência térmica à biomassa. 4. TSBR. 5. distribuição de calor. I. Título.

Eduardo Graziosi Silva - CRB - 8/8907

# FOLHA DE JULGAMENTO

Candidato: Engenheiro ELIAS DE LIMA NETO.

Título da tese: "Proposição de uma nova configuração de reator anaeróbio para o tratamento de esgoto em baixas temperaturas baseado no conceito de assistência térmica à biomassa aderida ao meio suporte".

Data da defesa: 28/01/2020.

#### Comissão Julgadora:

Prof. Titular **Eduardo Cleto Pires** (Orientador) (Escola de Engenharia de São Carlos/EESC)

Dra. Valéria Del Nery (BIOPROJ Tecnologia Ambiental)

Prof. Dr. **Erich Kellner** (Universidade Federal de São Carlos/UFSCar)

Prof. Dr. Werner Siegfried Hanisch (Universidade Federal de São Paulo/UNIFESP)

Prof. Dr. **Rogers Ribeiro** (Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos/FZEA-USP)

Coordenador do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Hidráulica e Saneamento: Prof. Dr. **Eduardo Mario Mendiondo** 

Presidente da Comissão de Pós-Graduação: Prof. Titular **Murilo Araujo Romero** 

# <u>Resultado</u>:

APROVADO

ROVADO

DEDICATÓRIA

Aos meus irmãos.

Aos meus pais.

Dedico

#### AGRADECIMENTOS

À minha família que sempre me apoiou e me incentivou aos estudos. Ao meu pai, Antonio, pelo amor e carinho. A minha mãe, Ediléia, pelo afeto e inspiração: retomou os estudos e obteve sua graduação em nível superior, e hoje, certamente, trabalha construindo um mundo melhor para o presente e futuro, a melhor professora do mundo.

Ao professor Eduardo Cleto Pires, por abraçar essa empreitada desafiadora de produzir conhecimento ligado ao tratamento de águas residuárias em condições psicrofílicas. Uma linha um tanto quanto inusitada, porém, de grande importância global, principalmente visando a ocupação do continente antártico.

À minha querida Gabriela, inspiração e companhia para as horas mais divertidas e doces, e, principalmente, meu suporte nas horas mais duras, me encorajando e apoiando.

Ao professor Carlos Ernesto G. R. Schaefer, pela inspiração acadêmica e científica, e amizade, além do encorajamento para que eu desbravasse novas áreas científicas.

Ao programa PROANTAR, por ceder equipamentos para que eu pudesse realizar os experimentos de forma mais sofisticada.

Aos meus amigos Thiago Duarte e Paulo Maciel, por todo apoio e suporte incondicional para que eu pudesse ingressar no SHS.

Aos meus colegas do Laboratório de Processos Biológicos (LPB), por toda ajuda e amizade ao longo do doutorado. Aprendi um pouco com cada um, e de modo geral todos contribuíram para o meu desenvolvimento científico e pessoal.

Às técnicas do LPB, por todo suporte técnico para o desenvolvimento do meu trabalho, e, também, pela amizade e carinho.

Às secretárias do departamento de Hidráulica e Saneamento, pelo suporte e empenho para que as burocracias fossem menos exaustivas.

Às agências de fomento de pesquisa, CAPES, CNPq e FAPESP, sem as quais seria difícil a democratização do acesso a pós-graduação, e imprescindíveis para um País que aspira crescimento e desenvolvimento social.

"O correr da vida embrulha tudo, a vida é assim: esquenta e esfria, aperta e daí afrouxa, sossega e depois desinquieta.

O que ela quer da gente é coragem."

João Guimarães Rosa

#### **RESUMO**

NETO, Elias de Lima. **Proposição de uma nova configuração de reator anaeróbio para o tratamento de esgoto em baixas temperaturas baseado no conceito de assistência térmica à biomassa aderida ao meio suporte**. 2019. 112 f. Tese (Doutorado) – Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2019.

O tratamento de águas residuárias sob baixas temperaturas ainda é um desafio considerando a maior parte das configurações de reatores biológicos, uma vez que a temperatura é um dos fatores que influenciam a eficiência da remoção de matéria orgânica e a diversidade dos microrganismos. Para tentar solucionar esse problema, o presente estudo propõe um novo reator biológico chamado Reator de Biofilme Termicamente Estimulado (Acrônimo em inglês: TSBR), inspirado pelo reator de leito estruturado, e pelo conceito de assistência térmica à fase limitante da digestão anaeróbia. O reator TSBR, foi operado sob condição de temperatura psicrofílica (15°C) em dois tempos de detenção hidráulica (TDH), 12 h e 24 h. O procedimento de aquecimento localizado para o reator TSBR foi suficiente para manter uma temperatura média mesofílica no interior do reator (~25°C). A condutividade térmica da espuma de poliuretano associada à biomassa aderida foi estimada, considerando o fluxo de calor, o que resultou em um coeficiente global de condutividade térmica do meio suporte de  $0,41 \pm 0,06$  W m<sup>-1</sup> K<sup>-1</sup>. Os resultados de remoção de matéria orgânica medida como DQO, índices de abundância e diversidade de microrganismos foram comparados entre o reator TSBR e o reator controle (RC) do experimento, que foi operado em condição mesofílica (35°C). A remoção de DQO total foi positivamente afetada pela diminuição do TDH de 24 h para 12h, em ambos os reatores estudados. Ao TDH de 12 h a eficiência de remoção de matéria orgânica na forma de DQO total em relação a energia aplicada ao aquecimento do sistema do reator TSBR foi de 40 mgDQOt W<sup>-1</sup>. Os índices de riqueza e diversidade microbiológica para o reator TSBR foram pouco menores do que às condições controle. Tais resultados apontam que a assistência térmica à biomassa aderida ao meio suporte, proposta do trabalho, é uma potencial solução para a manutenção da biomassa e tratamento de águas residuárias em condições de baixas temperaturas.

Palavras-chave: Tratamento anaeróbio; baixas temperaturas; assistência térmica à biomassa; TSBR; distribuição de calor.

#### ABSTRACT

NETO, Elias de Lima. Proposition of a novel anaerobic reactor configuration for low temperature wastewater treatment inspired on the concept of thermal support to biomass adhered in the support medium. 2019. 112 f. Tese (Doutorado) – Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2019.

Wastewater treatment under low temperatures is an operational challenge for most biological reactors as the temperature is one of the most important factors that influence COD removal efficiency and microorganism diversity. To overcome some of the problems, this paper proposes a novel biological reactor called Thermally Stimulated Biofilm Reactor (TSBR), inspired by structured bed reactors and thermal assistance strategies of the limiting stage of anaerobic digestion. The TSBR was operated under psychrophilic temperature (15°C) and two hydraulic retention times (HRT) were tested (12h and 24h). The thermal assistance used in the TSBR reactor experiment was enough to keep the mesophilic condition inside the reactor (~25°C). The thermal conductivity of the polyurethane foam associated to the biomass was estimated considering the heat flux applied, resulting in an overall coefficient of thermal conductive to the support media of  $0.41 \pm 0.06$  W m<sup>-1</sup> K<sup>-1</sup>. The results of COD removal, internal temperature and microorganism diversity were compared with a control reactor (CR) in an ideal temperature operation (35°C). The CODt removal efficiency was positively affected by the decreasing the HRT from 24 h to 12 h in both studied reactors. For the HRT of the 12 h, the CODt removal per watts applied in system heat in the TSBR was 40 mgDQOt W<sup>-</sup> <sup>1</sup> and to RC was  $\sim 17 \text{ mgDQO}_{t} \text{ W}^{-1}$ . The microbial diversity and richness indices of the TSBR were slightly lower than the ideal condition. This suggests that thermal assistance of support media is a useful approach for anaerobic wastewater treatment under low temperatures.

Keywords: Anaerobic treatment; low temperatures; thermally assisted biomass; TSBR; heat distribution.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Esquema da digestão anaeróbia de polímeros orgânicos
Figura 2 - Faixas de crescimento ótimo de microrganismos psicrofílicos, mesofílico e
termofilicos
Figura 3 – Relação entre temperatura e a viscosidade dinâmica da água
Figura 4 – Ilustração do experimento proposto por Zhang et al. (2018) 42
Figura 5- Desenho esquemático dos reatores em diferentes posições e sua dimensão
Figura 6- Detalhe da espuma de poliuretano enrolada na resistência elétrica
Figura 7 -Detalhe da montagem do controlador de potência da resistência elétrica
Figura 8 -Detalhe dos termopares utilizados para medição da temperatura no interior do reator
Figura 9- Fotos dos equipamentos utilizados para aquisição e armazenamento dos dados de
temperatura (A: data logger CR1000 (Campbell Scientific®); B: multiplexador AM16/32
(Campbell Scientific®)
Figura 10 - Fotografia da montagem do reator TSBR em câmara climatizada e detalhes da
bomba de alimentação e controlador digital da temperatura da câmara
Figura 11 - Esquema da montagem do reator controle (RC) em câmara mesofílica e do
reservatório de alimentação do reator com esgoto sintético
Figura 12 - Esquema de pontos de coleta de biomassa do meio suporte de espuma de
poliuretano
Figura 13- Distribuição da temperatura no interior do reator com biomassa termicamente
estimulada nos TDHs de 12 h e 24 h; os detalhes (a) e (b) referem-se às temperaturas medidas
na resistência elétrica; já os detalhes (c) e (d) referem-se à temperatura média da resistência
elétrica considerando as temperaturas medidas em diferentes posições da haste como
detalhado no item 4.1
Figura 14 - Curvas da distribuição radial das temperaturas em cada altura medida a partir da
base da resistência elétrica durante a operação ao TDH de 12 horas do reator TSBR 66
Figura 15 - Curvas da distribuição radial das temperaturas em cada altura medida a partir da
base da resistência elétrica durante a operação ao TDH de 24 horas do reator TSBR 66
Figura 16 - Esquema das temperaturas na superfície da resistência elétrica (Ts,1) e na parede
externa do meio suporte (Ts,2), bem como as linhas de fluxo de calor $(q')$ e a curva de
tendência de decaimento da temperatura

Figura 17- Ilustração do sistema montado para o cálculo dos coeficientes de convecção $(h_1, h_2)$
e $h_3$ ) baseado na taxa de calor (q) e considerando os pontos monitorados pelos termopares
(T1, T2, T3 e T4)72
Figura 18 - Estimativa dos coeficientes de convecção (h) determinados entre os pontos
monitorados ao longo do reator TSBR em diferentes alturas
Figura 19 - Gráficos dos ensaios hidrodinâmicos realizados (Curva E: curva de tempo de
residência; Curva F: curva normalizada da concentração do traçador em função do tempo)76
Figura 20- Resultado do monitoramento de $DQO_T$ (mgDQO L <sup>-1</sup> ) na entrada e saída do reator
TSBR ao longo do período de funcionamento78
Figura 21- Resultados do monitoramento de DQO <sub>T</sub> na entrada e saída do reator RC ao longo
do período de funcionamento
Figura 22- Box plot dos resultados de remoção de matéria orgânica em termos de DQO total
removida dos reatores TSBR e RC nos TDHs de 24h e 12h
Figura 24 - Imagens microscópicas da biomassa aderida ao meio suporte do reator TSBR
localizada na parte superior do meio suporte (A); Marca da escala 10 $\mu$ m; (a): microscopia por
contraste de fase; (b): microscopia com fluorescência
Figura 25 - Imagens microscópicas da biomassa aderida ao meio suporte do reator TSBR
localizada próximo ao centro do meio suporte (B); Marca da escala 10 $\mu$ m; (a): microscopia
por contraste de fase; (b): microscopia com fluorescência
Figura 26 - Imagens microscópicas da biomassa suspensa do reator TSBR coletada no ponto
C; Marca da escala 10 $\mu$ m; (a): microscopia por contraste de fase; (b): microscopia com
fluorescência
Figura 27 - Imagens microscópicas da biomassa aderida ao meio suporte do reator TSBR
localizada próximo a parte inferior do meio suporte (D); Marca da escala 10 µm; (a):
microscopia por contraste de fase; (b): microscopia com fluorescência
Figura 28 - Imagens microscópicas da biomassa aderida ao meio suporte do reator controle
(RC) (A: parte superior do reator; e B: parte inferior do reator) (Marca da escala: 10 µm)92
Figura 29 – Detalhe da morfologia semelhante às Methanotrix sp. com vacúolos descritas por
Zinder et al. (1987)
Figura 30 - Microscopia da biomassa presente no cone de alimentação dos reatores TSBR (A)
e RC (B);(Escala 10 μm)
Figura 31- Detalhamento da retirada de amostra de espuma de poliuretano utilizada como
meio suporte nos reatores estudados para análise por microscopia eletrônica de varredura 94

Figura 32- Imagens da microscopia eletrônica de varredura realizada em uma amostra de meio
suporte do reator TSBR
Figura 33- Imagens da microscopia eletrônica de varredura realizada em uma amostra de meio
suporte do reator TSBR (cont.)
Figura 34- Imagens da microscopia eletrônica de varredura realizada em uma amostra de meio
suporte do reator TSBR (cont.)
Figura 35- Imagens da microscopia eletrônica de varredura realizada em uma amostra de meio
suporte do reator RC
Figura 36- Imagens da microscopia eletrônica de varredura realizada em uma amostra de meio
suporte do reator RC (Cont.)
Figura 37- Imagens da microscopia eletrônica de varredura realizada em uma amostra de meio
suporte do reator RC (Cont.)
Figura 38 - Perfis das bandas obtidas por DGGE a partir da biomassa aderida ao meio suporte
de espuma poliuretano, onde as letras A, B e C indicam o posicionamento em que as amostras
foram coletas no meio suporte, e TSBR*= TSBR <sub>teste-inoculação</sub> 104

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1- Tabela comparativa entre as potencialidades dos processos aeróbios e anaeróbios
para o tratamento de águas residuárias
Tabela 2- Compilação de estudos envolvendo a operação de reator em regime psicrofílico 39
Tabela 3 - Composição da água residuária sintética adaptada da proposta por Torres (1992) 51
Tabela 4 - Composição da solução de micronutrientes complementar à solução de água
residuária sintética adaptada de Torres (1992)
Tabela 5- Análises realizadas para monitoramento do experimento e frequência de análise 54
Tabela 6 - Média dos dados de temperatura monitorados no interior do reator TSBR durante a
operação ao TDH de 24 h
Tabela 7 - Média dos dados de temperatura monitorados no interior do reator TSBR durante a
operação ao TDH de 12 h
Tabela 8 - Valores de condutividade térmica (k) da espuma de poliuretano impregnada com
biomassa calculados a partir dos dados de monitoramento da temperatura do reator em quatro
pontos distintos a partir da base da resistência elétrica utilizada
Tabela 9 - Resultados do coeficiente local de transferência de calor por convecção para os
diferentes pontos monitorados pelos termopares em relação ao raio do reator e comprimento
vertical
Tabela 10 – Estimativa dos coeficientes de convecção ( $h$ ) obtidos pela equação de Fourier 73
Tabela 11 - Concentração de sólidos monitorados ao longo da operação do reator TSBR 74
Tabela 12 - Síntese dos dados obtidos pelos ensaios hidrodinâmicos
Tabela 13- Resultado das medições de pH do efluente ao longo do período de operação dos
reatores testados
Tabela 14- Síntese dos dados referentes ao monitoramento das diferentes frações de DQO
para os reatores TSBR e RC durante as duas fases de operação (TDHs de 24 e 12 horas) 84
Tabela 15 - Síntese dos resultados de monitoramento do biogás produzido ao longo da
operação dos reatores ao TDH de 24 e 12 horas
Tabela 16 - Resultados da estimativa de metano produzido a partir da DQO removida
considerando o metano dissolvido na fase líquida e seu potencial para a produção de energia
Tabela 17 - Detalhamento das profundidades observados na MEV a partir da superfície da
espuma utilizada como meio suporte, retirada do reator TSBR e reator RC

Tabela 18 - Incidência de morfologias nos reatores TSBR e RC com base na mic	roscopia de
contraste de fase e microscopia eletrônica de varredura.	
Tabela 19 - Índice de riqueza e diversidade das comunidades microbiológicas c	oletadas no
meio suporte dos reatores TSBR, TSBR <sub>teste-inoculação</sub> e RC, nas posições* A, B e C	

## LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS

AI	Alcalinidade Intermediária	
AOVs	Ácidos Orgânicos Voláteis	
AP	Alcalinidade Parcial	
DQOp	Fração da Demanda Química de Oxigênio particulada	
DQOs	Fração da Demanda Química de Oxigênio solúvel	
DQOt	Demanda Bioquímica de Oxigênio total	
h	Coeficiente de convecção	
k Coeficiente de condução		
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura	
RC	Reator Controle	
SSF	Sólidos Suspensos Fixos	
SST	Sólidos Suspensos Totais	
SSV	Sólidos Suspensos Voláteis	
ST	Sólidos Totais	
STF	Sólidos Totais Fixos	
STV	Sólidos Totais Voláteis	
TDH	Tempo de Detenção Hidráulica	
TSBR	Thermally Stimulated Biofilm Reactor	

1	Sumário 27		
2	REVISÃO DE LITERATURA	29	
2.1	TRATAMENTO DE ÁGUAS RESIDUÁRIAS	29	
2.2	DEGRADAÇÃO ANAERÓBIA DA MATÉRIA ORGÂNICA	31	
2.3 RE	EFEITO DA TEMPERATURA SOBRE O PROCESSO DE TRATAMENTO DAS ÁGUAS SIDUÁRIAS	33	
2.4 TR	PROTAGONISMO BIOLÓGICO EM TEMPERATURAS PSICROFÍLICAS DURANTE O ATAMENTO ANAEROBIO DE ÁGUAS RESIDUÁRIAS	37	
2.5 CC	EVOLUÇÃO E APERFEIÇOAMENTO DOS REATORES ANAERÓBIOS OPERANDO EM INDIÇÕES PSICROFÍLICAS	38	
3	OBJETIVOS	43	
3.1	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	43	
4	MATERIAL E MÉTODOS	45	
4.1	REATORES BIOLÓGICOS	45	
4.2 TS	APARATO PARA CONTROLE E MONITORAMENTO DA TEMPERATURA DO REATOR BR 46	٤	
4.3	MONTAGEM DO EXPERIMENTO	48	
4.4	EFLUENTE SINTÉTICO	50	
4.5	ENSAIOS HIDRODINÂMICOS	51	
4.6	MONITORAMENTO DO REATOR EM FUNÇÃO DAS ANÁLISES FÍSICO – QUÍMICAS.	53	
4.7	ESTIMATIVA DO BIOGÁS PRODUZIDO	54	
4.7	.1 Estimativa da concentração de metano dissolvido	55	
4.7	.2 Estimativa do potencial energético	56	
4.8	EXAMES MICROSCÓPICOS	56	
4.9	ANÁLISE MORFOLÓGICA DOS MICRORGANISMOS ADERIDOS AO MEIO SUPORTE	56	

4.10 AVAI	LIAÇÃO DAS COMUNIDADES MICROBIOLÓGICAS	57
4.11 CONI	DUÇÃO DE CALOR NO MEIO SUPOTE	58
4.12 CÁLC CONVECC	CULO DO COEFICIENTE LOCAL DE TRANSFERÊNCIA DE CALOR POR ÇÃO	58
4.13 POTÊ	NCIA APLICADA AO AQUECIMENTO DOS REATORES	61
5 RESUL	TADOS E DISCUSSÃO	63
5.1 MON	ITORAMENTO DA TEMPERATURA NO REATOR TSBR	63
5.2 CARA	ACTERÍSTICAS TÉRMICAS DO MEIO SUPORTE	67
5.3 ESTIN	MATIVA DO COEFICIENTE DE CONVECÇÃO ( <i>h</i> ) PARA A TRANSFERÊNCIA D A FASE LÍQUIDA	РЕ 70
5.4 CARA	ACTERIZAÇÃO HIDRODINÂMICA DOS REATORES	74
5.5 MON	ITORAMENTO DOS PARÂMETROS DE ESTABILIDADE DOS REATORES	76
5.5.1	Monitoramento do pH e alcalinidade	76
5.5.2	Monitoramento da DQO durante a operação dos reatores	78
5.5.3	Eficiência na remoção de DQOt nos reatores TSBR e RC para os TDHs de 24 h e 12	h79
5.5.4	Análise qualitativa do biogás produzido	85
5.6 AVAI	LIÇÃO MORFOLÓGICA DOS MICRORGANISMOS	86
5.6.1	Distribuição dos microrganismos nos reatores	86
5.6.2	Colonização do meio suporte	93
5.6.3	Diversidade dos microrganismos presentes nos reatores	102
6 CONC	LUSÃO	107
7 REFEF	RÊNCIAS	109

### 1 INTRODUÇÃO

Questões operacionais, econômicas e ambientais acerca do tratamento de águas residuárias têm contribuído para o desenvolvimento de novas tecnologias e aperfeiçoamento operacional de sistemas de tratamento já existentes. Uma das questões operacionais relevantes, é o tratamento biológico de águas residuárias sob baixas temperaturas, seja por razões sazonais ou condições climáticas locais. Em baixas temperaturas os sistemas biológicos tendem a apresentar menores eficiências nos processos de tratamento de águas residuárias.

A temperatura é um dos principais fatores que controlam o crescimento, metabolismo e diversidade das comunidades microbiológicas (ADAMS; CRUMP; KLING, 2010). Em baixas temperaturas ocorre a diminuição da atividade dos microrganismos e alteração das condições físico-químicas das águas residuárias, levando à diminuição do consumo de substrato, diminuição do crescimento celular e aumento da solubilidade dos gases na fase líquida (LETTINGA, 2001). Tais fatores são especialmente importantes, principalmente, quando considerada a operação em condições psicrofílicas em que as temperaturas são inferiores à 20°C, o que demanda por adaptações operacionais ou aquecimento do sistema de tratamento para que o tratamento apresente eficiência adequada (EPA, 1986).

As principais adaptações operacionais em reatores biológicos que tratam efluentes em baixas temperaturas, incluindo condições psicrofílicas (<20°C), foram testadas em reatores anaeróbios. Isso se deve às suas potencialidades em relação aos sistemas aeróbios convencionais, como: menor produção de lodo, menor custo operacional, recuperação de energia na forma de metano e por ser considerado um processo autorregulado (FORESTI, 2002; LETTINGA, 1995).

Nesse contexto vários tipos de reatores anaeróbios foram testados tratando águas residuárias psicrofilicas (<20°C) (AKILA; CHANDRA, 2007; ÁLVAREZ et al., 2006; CONNAUGHTON; COLLINS; OFLAHERTY, 2006; O'REILLY et al., 2009; SMITH; SKERLOS; RASKIN, 2013). A maior parte das pesquisas concentraram-se na adaptação de lodos mesofilicos (20°C a 40°C) às condições psicrofilicas. O sucesso deste processo depende, em última análise, da presença de organismos psicrotolerantes presentes no inóculo mesofilico (BOWEN et al., 2014), o que é uma condição de difícil controle operacional. Outros estudos apostaram na utilização de biomassa psicrofilica oriunda de ambientes frios, como de regiões polares e alpinas (PETROPOULOS et al., 2017; XING; ZHAO; ZUO,

2010), entretanto estes organismos apresentam crescimento lento e são de difícil obtenção em ambientes naturais (BEJ; AISLAIE; ATLAS, 2009).

Outras abordagens para minimizar os efeitos negativos da temperatura foram com relação aos aspectos operacionais. Alguns estudos avaliaram estratégias como: présedimentação, recirculação do efluente, aumento do tempo de detenção hidráulica (TDH) e utilização de membranas para a retenção da biomassa. Estas medidas foram adotadas com objetivo de reduzir o teor de sólidos no efluente, aumentar a mistura do meio para favorecer a transferência de metabólitos entre os microrganismos, aumentar o tempo de contato entre o substrato e a biomassa e para separar o TDH do tempo de retenção celular (POIRRIER et al., 2016; REBAC et al., 1999; SINGH; VIRARAGHAVAN, 1998; SMITH; SKERLOS; RASKIN, 2013).

Mesmo com as alterações operacionais a imobilização da biomassa, o lento crescimento dos microrganismos, o longo período para condicionamento da biomassa, bem como a baixa difusividade dos compostos solúveis, ainda são limitantes para o tratamento biológico anaeróbio sob baixas temperaturas (LETTINGA, 2001). Sendo assim, soluções técnicas que envolvam o aquecimento do sistema de tratamento precisam ser consideradas. Nestas condições uma alternativa é o aquecimento centralizado de alguma etapa do processo de tratamento, como por exemplo a fase hidrolítica, reconhecida como fase limitante do tratamento anaeróbio (ZHANG et al., 2018).

Baseado nas limitações negativas impostas ao processo anaeróbio em baixas temperaturas, e na necessidade de preservação da biomassa e dissociação do TDH da retenção celular, o presente trabalho propõe um reator anaeróbio composto por um nicho mesofílico mantido por aquecimento direto da biomassa aderida ao meio suporte. Com isso espera-se preservar a biomassa aderida e favorecer seu crescimento, e, em função dos processos de troca de calor, estabelecer um gradiente térmico para favorecer a difusão dos compostos solúveis envolvidos na degradação anaeróbia da matéria orgânica.

#### 2 REVISÃO DE LITERATURA

A seguir serão apresentadas informações acerca do tratamento biológico anaeróbio, especialmente em condições de baixas temperaturas. Para tal inicialmente será apresentado, i) uma breve explicação dos principais conceitos envolvidos da conversão anaeróbia da matéria orgânica; ii) o efeito da temperatura sobre o tratamento anaeróbio de águas residuárias; iii) estratégias utilizadas para o tratamento anaeróbio sob baixas temperaturas: aspectos operacionais e configurações de reatores; vi) potenciais alternativas para os principais métodos vigentes; v) e conceitos relacionados à transferência de calor para o monitoramento de reatores anaeróbios sob baixas temperaturas. Com isso, espera-se situar o leitor sobre os principais temas acerca do trabalho desenvolvido.

### 2.1 TRATAMENTO DE ÁGUAS RESIDUÁRIAS

A população mundial, desde a revolução industrial, vem crescendo progressivamente ao longo dos anos (MCLAMB, 2011; UNITED NATIONS, 2017). Tal crescimento tem levado ao aumento do consumo de bens industrializados tecnológicos e alimentícios, que por sua vez, demandam maiores quantidades de recursos energéticos e naturais. Com isso, um dos grandes desafios para manutenção da sustentabilidade do planeta, é a otimização da utilização dos recursos naturais, bem como seu reaproveitamento, gerando na medida do possível ciclos fechados.

Neste contexto está inserida a questão do gerenciamento das águas residuárias, que, além dos aspectos sanitários, por exemplo, mitigação da contaminação ambiental e transmissão de doenças, também envolve a possibilidade de recuperação energética. Essencialmente, as águas residuárias tendem a apresentar contaminantes orgânicos (p. ex., DQO, DBO, sólidos suspensos totais e disruptores endócrinos), inorgânicos (p. ex. fósforo, amônia, nitrito, nitrato e elementos metálicos potencialmente tóxicos) e patogênicos (bactéria, vírus e protozoários). Tais contaminantes podem ser removidos por meio de processos de tratamento físico, químicos e biológicos (METCALF AND EDDY, 2016).

O tratamento biológico é um dos mais utilizados para conversão de matéria orgânica complexa em moléculas mais simples, com a vantagem de não produzir poluição secundária quando comparado aos outros processos (SPONZA; ULUKÖY, 2006). O tratamento biológico também pode ser combinado com os métodos físico-químicos, principalmente para

condições onde estejam presentes, moléculas recalcitrantes ou potenciais inibidores dos processos biológicos (SCOTT; OLLIS, 1995). Os processos biológicos ainda podem ser divididos em processos aeróbios e anaeróbios, em função dos aceptores finais de elétrons envolvidos nas rotas metabólicas para o processo de estabilização da matéria orgânica (GRADY JR. et al., 2011).

Tais processos guardam particularidades com relação às suas potencialidades (Tabela 1). Comparativamente aos processos anaeróbios, os processos aeróbios tendem a demandar maior gasto energético para seu funcionamento, maior produção de biomassa que gera custos adicionais para correta disposição do lodo produzido, no entanto, este sistema é capaz de promover maior eficiência de remoção de matéria orgânica e crescimento de biomassa mais rápido (SPEECE, 1983a). Já os processos anaeróbios permitem o tratamento de águas residuárias com maior carga orgânica, menor produção de lodo, menor custo operacional, recuperação de energia na forma de metano, e é considerado um processo autorregulado (FORESTI, 2002; LETTINGA, 1995; VAN LIER, 2008). Além dos benefícios citados acima, vale também destacar os ganhos econômicos pela potencial geração de energia a partir do metano produzido, bem como os ganhos com comercialização de créditos de carbono pela produção de energia via procedimento renovável (VAN LIER, 2008).

Parâmetros	Aeróbio	Anaeróbio	
Eficiência na remoção de matéria	Alta	Alta	
orgânica			
Qualidade do efluente	Excelente	Moderada a baixa	
Carga orgânica	Moderada	Alta	
Produção de lodo	Alta	Baixa	
Demanda por nutriente	Alta	Baixa	
Demanda por alcalinidade	Baixa	Alta para algumas águas residuárias	
Demanda energética	Alta	Baixa a moderada	
Sensibilidade a temperatura	Baixa	Alta	
Tempo de partida	2-4 semanas	2-4 meses	
Produção de odor	Baixa chance de problema	Problema potencial	
Recuperação de energia e nutrientes	Não	Sim	
Alcance do tratamento	Completo (dependendo do afluente)	Essencialmente pré tratamento	
Eanta: A danta da (CUAN at al. 2000)			

Tabela 1- Tabela comparativa entre as potencialidades dos processos aeróbios e anaeróbios para o tratamento de águas residuárias

Fonte: Adaptado de (CHAN et al., 2009)

O ponto chave para a viabilização e ampla aplicação do tratamento anaeróbio, foi o desenvolvimento da manta de lodo nos reatores anaeróbios, promovendo o desacoplamento entre a retenção de sólidos e o tempo de detenção hidráulica (LETTINGA et al., 1980). Com isso, até o ano de 2006, já haviam sido implementados cerca de 2266 reatores anaeróbios de alta taxa (VAN LIER, 2008). Atualmente os processos anaeróbio além de serem amplamente utilizados para o tratamento de águas residuárias, também estão diretamente relacionados a produção de bioenergia a partir do metano produzido no processo (LIN et al., 2021; YANG et al., 2021).

## 2.2 DEGRADAÇÃO ANAERÓBIA DA MATÉRIA ORGÂNICA

A conversão anaeróbia da matéria orgânica contida em diferentes tipos de águas residuárias é um processo multietapas, onde moléculas complexas de carboidratos, proteínas e lipídeos são convertidas em CO<sub>2</sub> e CH<sub>4</sub> (Figura 1). Essencialmente a conversão anaeróbia é dividida em quatro etapas: hidrólise, acidogênese, acetogênese e metanogênese (VAN LIER; MAHMOUD; ZEEMAN, 2008).



Figura 1 – Esquema da digestão anaeróbia de polímeros orgânicos

Fonte: Adaptado de (MCCARTY; SMITH, 1986)

A hidrólise é a primeira etapa no processo de degradação anaeróbia da matéria orgânica conduzida por bactérias como as dos gêneros *Bacterioides*, *Clostridium* e *Streptococcus*, que excretam enzimas responsáveis pela hidrólise das moléculas complexas as reduzindo à monômeros capazes de traspor a membrana de células responsáveis pelo processo de fermentação (LIU; WHITMAN, 2008)(KRAKAT; SCHMIDT; SCHERER, 2011). Alguns autores atribuem às bactérias estritamente anaeróbias maior importância no processo de hidrólise e fermentação, embora as anaeróbias facultativas também possam estar envolvidas no processo (GRADY JR. et al., 2011).

No processo hidrolítico as moléculas complexas como lipídeos e proteínas, por exemplo são convertidas respectivamente à ácidos graxos e aminoácidos (MADIGAN et al., 2016). Esta é uma etapa fundamental para o processo anaeróbio uma vez que partículas suspensas são degradas e convertidas à compostos solúveis. Tal fato, notavelmente confere ao processo hidrolítico, o título de fase limitante do processo anaeróbio. Além disso, a hidrólise é uma etapa sensível ás variações de temperatura, e altas cargas orgânicas (DONOSO-BRAVO et al., 2009).

A segunda etapa do processo anaeróbio é a acidogênese. Na qual os subprodutos da fase hidrolítica são fermentados por bactérias ou oxidados anaerobiamente. Os principais produtos formados nesta etapa são ácidos orgânicos voláteis (ácido acético, propiônico, butírico, etc.), CO<sub>2</sub> e hidrogênio. Com relação ao processo anaeróbio como um todo, esta é a etapa mais rápida, em função dos altos valores de energia libre de Gibbs ( $\Delta$ G) envolvidos nas reações acidogênicas (MCCARTY; SMITH, 1986). Com isso, o controle da carga orgânica, bem como do pH, são fundamentais para o funcionamento adequado do processo anaeróbio.

A acetogênese é o processo subsequente, ainda, realizado por bactérias fermentativas, no qual os subprodutos, principalmente, propionato e butirato da fase acidogênica são convertidos à acetato,  $CO_2$  e H<sub>2</sub>. Nesta etapa é fundamental o controle da pressão parcial de hidrogênio, uma vez que a reação de produção do acetato é termodinamicamente desfavorável. Neste caso a reação é controlada pela manutenção da pressão parcial de hidrogênio em níveis menores que 10<sup>-4</sup> atm, deslocando o equilíbrio da reação no sentido de formação de acetato. Isto é possível por intermédio dos microrganismos metanogênicos que utilizam o H<sub>2</sub> e estabelecem uma relação sintrófica com as bactérias fermentativas.

A última etapa está relacionada à transformação de moléculas orgânicas em CH<sub>4</sub> e CO<sub>2</sub> por um grupo específico de microrganismos do domínio *Archaea*, denominados arqueias

metanogênicas. Estes microrganismos podem ser divididos em dois grupos principais, as metanogênica acetoclásticas e as hidrogenotróficas. As metanogênicas acetoclásticas, convertem acetato, por meio da descarboxilação do acetato, à CH<sub>4</sub> e CO<sub>2</sub>. Já as metanogênicas hidrogenotróficas utilizam H<sub>2</sub> para reduzir CO<sub>2</sub> à CH<sub>4</sub> (LIU; WHITMAN, 2008).

As arqueias metanogênicas hidrogenotróficas têm papel crucial nas relações sintróficas, uma vez que é responsável pelo consumo de H<sub>2</sub> e consequentemente pelo controle da pressão parcial de H<sub>2</sub>, o que viabiliza a produção de metano. As metanogênicas acetoclásticas, também possuem papel fundamental para o controle do processo anaeróbio, uma vez que esta rota é a responsável pela maior produção de metano, cerca de 70%. Porém, o grupo das acetoclásticas possui taxa de crescimento bastante lenta, sendo a ordem de grandeza de dias para a replicação celular, já as hidrogenotróficas têm o tempo de duplicação celular na ordem de 4 - 12 horas (MCCARTY; SMITH, 1986). Vale ressaltar que as arqueias metanogênicas são organismos obrigatoriamente anaeróbios, ou seja, cujo metabolismo apresenta condições ótimas na ausência de oxigênio, além de possuírem um espectro restrito de substratos capazes de serem transformados em CH4.

Em função das relações sintróficas entre os microrganismos e as diferentes cinéticas de crescimento, naturalmente os microrganismos tendem a formar associações na forma de grânulos ou biofilmes, para que os intermediários metabólicos produzidos por cada microrganismo cheguem ao seu potencial destino. A abundância e diversidade desses microrganismos estão relacionadas as diversas condições ambientais às quais os microrganismos estão expostos, como pH, carga orgânica, tipo da fonte de carbono, presença de ácidos orgânicos voláteis, condições hidrodinâmicas e temperatura (KUNDU; SHARMA; SREEKRISHNAN, 2017).

# 2.3 EFEITO DA TEMPERATURA SOBRE O PROCESSO DE TRATAMENTO DAS ÁGUAS RESIDUÁRIAS

A temperatura é um dos principais fatores que controlam os processos anaeróbios, então é fundamental o entendimento dos efeitos da temperatura sobre o tratamento anaeróbio de águas residuárias. Os microrganismos envolvidos nesse processo podem ser classificados em faixas de temperaturas específicas associadas a um ponto ótimo de crescimento celular. Com isso os microrganismos podem ser divididos em psicrofílicos, mesofílicos e termofílicos (Figura 2) (LETTINGA, 2001; WIEGEL, 1990).



Figura 2 - Faixas de crescimento ótimo de microrganismos psicrofílicos, mesofílico e termofílicos

Fonte: Adaptado de (LETTINGA, 2001)

A maior parte das implantações de sistemas anaeróbios são realizadas em condições mesofilicas ou termofilicas, uma vez que em temperaturas psicrofilicas as alterações físicoquímicas e biológicas são prejudiciais ao funcionamento dos sistemas anaeróbios. Os principais efeitos físico – químicos estão associados à variação na solubilidades dos gases, alteração da viscosidade do fluido e alterações na difusividade das substâncias dissolvidas (LETTINGA, 2001).

Na Figura 3 é apresentado um esboço da variação da viscosidade em função da temperatura. Uma vez que a viscosidade é definida como a resistência à taxa de deformação do fluido, seu aumento implica em maior energia para o escoamento o que pode ser potencialmente negativo à mistura no interior de reatores.



Figura 3 - Relação entre temperatura e a viscosidade dinâmica da água

Fonte: Adaptado de (KESTIN; SOKOLOV; WAKEHAM, 1978)

Outro aspecto relevante é a diminuição da difusividade das substâncias presentes na fase líquida, uma vez que, para que a digestão anaeróbia ocorra de forma satisfatória é imprescindível a troca entre os intermediários metabólicos produzidos pelos microrganismos. A variação da difusividade dos compostos solúveis no meio pode ser determinada de acordo com a equação de Stokes – Einstein (TOUATI; TADEO, 2017):

$$D_2 = D_1 * \frac{\eta_1}{T_1} * \frac{T_2}{\eta_2}$$

Em que , *D*: é o coeficiente de difusividade de determinado composto (m<sup>2</sup> s<sup>-1</sup>), *T*: é a temperatura (K), e  $\eta$ : é viscosidade dinâmica da solução (N s m<sup>-2</sup>). Os subscritos apresentados representam as diferentes condições de temperaturas. Outro aspecto variável com a diminuição da temperatura é a solubilidade dos gases. Quanto menor a temperatura maior a solubilidade dos gases. Tal fato implica em potencial aumento da concentração de gases como metano, sulfetos, hidrogênio e dióxido de carbono (LETTINGA, 2001; WIESENBURG; GUINASSO, 1979). Dessa forma, maiores concentrações de CO<sub>2</sub> dissolvido podem levar à diminuição do pH, em função do equilíbrio ácido carbônico.

Já com relação aos aspectos biológicos, em última análise, a diminuição da temperatura leva ao menor crescimento específico dos microrganismos e consequentemente, a diminuição da utilização máxima de substrato (GUJER; ZEHNDER, 1983). Com isso, o potencial de remoção de matéria orgânica da fase líquida é prejudicado, levando a menores eficiências de remoção de matéria orgânica.

Uma forma de mensurar os potenciais efeitos da temperatura sobre as cinéticas de reação, é por meio das taxas de reações enzimáticas que podem ser mensuradas por três diferentes equações. A mais conhecida é definida como equação de Arrhenius (Equação 1), que primeiramente foi aplicada para avaliar o efeito da temperatura sobre a hidrólise do açúcar, como apresentada a seguir,

$$k = A. e^{-u/RT}$$
 Equação 1

onde, k é taxa da reação dependente da temperatura, A é uma constante, u é um coeficiente de temperatura, R é a constante dos gases e T é a temperatura absoluta. O coeficiente u é obtido pela derivada do gráfico de ln k por 1/T, sendo que no sistema internacional u pode ser expresso por kJ/mol. Outro aspecto importante, é que segundo a equação de Arrhenius, à medida que a temperatura aumenta a taxa de reação também aumenta.

No entanto, na natureza as relações biológicas tendem a se comportar como exemplificado na Figura 2. Pois, as reações tendem a apresentar uma fase de crescimento, seguida da estabilização, e, posterior, decrescimento. Tal comportamento pode ser expresso por um rearranjo da equação de Arrhenius (GRADY JR. et al., 2011), a partir de um coeficiente k conhecido, como apresentado na Equação 2.

$$\ln\left(\frac{k_1}{k_2}\right) = \frac{u(T_1 - T_2)}{(R.T_1.T_2)}$$
Equação 2

Outra forma de expressar o comportamento das taxas das reações enzimáticas em função da temperatura é pela equação,

$$k_1 = k_2 \cdot \theta^{(T_1 - T_2)}$$
Equação 3

onde, coeficiente  $\theta$  é adimensional e pode ser obtido, assim como o coeficiente de Arrhenius, por meio da derivada do gráfico de ln(*k*) por *T*. Sendo que, esta equação é uma das equações mais utilizadas na literatura voltada para a engenharia sanitária (CHERNICHARO, 2007; GRADY JR. et al., 2011; METCALF AND EDDY, 2016).
# 2.4 PROTAGONISMO BIOLÓGICO EM TEMPERATURAS PSICROFÍLICAS DURANTE O TRATAMENTO ANAEROBIO DE ÁGUAS RESIDUÁRIAS

A digestão anaeróbia é um processo multietapas cuja cinética global, em última análise, é limitada pela cinética da etapa mais lenta, que geralmente é atribuída à etapa metanogênica. No entanto, para o tratamento da matéria orgânica complexa, ou, em baixas temperaturas a hidrólise é considerada a etapa limitante do processo anaeróbio (DONOSO-BRAVO et al., 2009; SAADY; MASSÉ, 2015; VAVILIN et al., 2008).

O abaixamento da temperatura está diretamente ligado à cinética das reações enzimáticas conduzidas pelas bactérias na fase inicial de degradação da matéria orgânica. A condição mesofílica, é usualmente a condição padrão para o tratamento anaeróbio. Partindo desta condição, onde a temperatura ideal é próxima de 37°C, pesquisadores identificaram que para um decréscimo de 5°C, na temperatura operacional, há uma diminuição de 50 % da cinética hidrolítica e 10% da cinética acidogênica, no entanto para esse intervalo as metanogênicas tendem a não apresentar alterações significativas (DONOSO-BRAVO et al., 2009).

No entanto, para temperaturas inferiores à 15°C, as arqueias metanogênicas tendem a apresentar expressiva queda de capacidade na conversão de acetato ou ácidos orgânicos em metano (FEY; CONRAD, 2000). A temperatura de 8°C parece ser o limite para inibição da metanogênese, sendo que isso pode variar em função das características da comunidade microbiológica, e, ainda que, após um estresse prolongado em temperaturas próximas a zero, as comunidades metanogênicas apresentam capacidade em se reestabelecer (BOWEN et al., 2014).

Sob condição psicrofílica, as arqueias metanogênicas hidrogenotróficas tendem a ser protagonistas no processo de formação de metano (LETTINGA, 2001; O'REILLY et al., 2009; ZHANG et al., 2012). Nessas condições, o  $\Delta G$  (energia livre de Gibbs) parece ser uma das respostas para essa tendência, uma vez que em temperaturas menores que 17°C tende a ocorrer o aumento da concentração de acetato em solução. O  $\Delta G$  da reação das metanogênicas acetoclásticas nessas condições, é em torno de -27 kJ mol<sup>-1</sup>, já para temperaturas mesofílicas, os valores dessa reação é em torno de -15 kJ mol<sup>-1</sup> (FEY; CONRAD, 2000). Além das relações termodinâmicas, algumas espécies metanogênicas, que utilizam a mesma rota metabólica, parecem ter maior importância no processo anaeróbio psicrofílico. Por exemplo, no trabalho de van Lier et al. (1997) ao estudarem um reator EGSB de dois estágios sob temperatura de 8 °C, as *Methanosaetas* consumidoras de acetato e as *Methanobrevibacter* hidrogenotróficas foram os gêneros mais abundantes. O'Reilly et al. (2010) também obtiveram resultados semelhantes, ao trabalharem um reator EGSB em condição psicrofilica. Os pesquisadores encontraram as *Methanosaetas* como mais abundante gênero acetoclástico, e a ordem *Methanomicrobiales* como principal representante das hidrogenotróficas, sendo que estes mesmos grupos de microrganismos também apresentaram a mesma importância sob condição operacional mesofílica. Outro aspecto relevante nesses estudos é o fato dos grupos de microrganismos citados estarem associados ao processo de formação de grânulos em reatores de biomassa suspensa.

Já com relação aos reatores de leito fixo, o grupo das hidrogenotróficas *Methanomicrobiales* parecem desempenhar um papel chave para o desenvolvimento do biofilme em condições psicrofílicas, pois tendem a ser o grupo mais abundante, seguido das *Methanosaetaceae* (ZHANG et al., 2011a, 2012). Algumas espécies do gênero *Methanomicrobiales* destacaram-se no estudo de Smith, Skerlos e Raskin (2013), como as *Methanobacterium* e *Methanospirillum* por serem os microrganismos mais abundantes no biofilme. Essa predominância foi explicada pelos autores em função das características morfológicas, principalmente da espécie *Methanospirillum*, que possui morfologia filamentosa, o que facilitaria o desenvolvimento do biofilme. Outro aspecto relevante descrito neste estudo foi o fato das acetoclásticas, ao contrário do que fora afirmado por Lettinga (2001) e Fey e Conrad (2000), serem o grupo dos microrganismos dominantes.

Dentro de determinados limites a estrutura das comunidades microbiológicas podem ser usadas como indicadores de estabilidade do processo de digestão anaeróbia. No entanto, pouco pode ser dito, ainda hoje, sobre quais comunidades ou grupo de microrganismos definem melhores condições para a ocorrência dos processos anaeróbios, uma vez que mesmo reatores estáveis podem apresentar variação em relação a diversidade e abundância dos microrganismos em uma mesma condição de operação (KUNDU; SHARMA; SREEKRISHNAN, 2017).

# 2.5 EVOLUÇÃO E APERFEIÇOAMENTO DOS REATORES ANAERÓBIOS OPERANDO EM CONDIÇÕES PSICROFÍLICAS

O tratamento de águas residuárias domésticas e urbanas em baixas temperaturas tende a ser um desafio para sistemas de tratamento que utilizam reatores anaeróbios. Alterações nas dinâmicas físico-químicas das águas residuárias e biológicas, como discutidas no item 2.3, são as principais causas. Como consequência as atividades microbiológicas, nos diferentes níveis tróficos, hidrólise, acetogênese e metanogênese, são afetadas negativamente (BOWEN et al., 2014).

O tratamento anaeróbio sob condições psicrofílicas é desejável visando a economia de energia, uma vez que o aquecimento de plantas de tratamento ou reatores demandam alta quantidade de recursos energéticos e consequentemente financeiros. Além das questões econômicas, destaca-se, indiretamente, os potenciais problemas ambientais, pois, muitos países utilizam combustíveis fósseis para a produção energética, o que levaria a maior emissão de gases de efeito estufa para o tratamento de águas residuárias.

Com isso, diversas pesquisas foram realizadas com foco na adaptação dos reatores anaeróbios mesofilicos para a condição psicrofilica. Os principais aspectos abordados nessas pesquisas estão relacionados a questões operacionais e adaptação da biomassa. Na Tabela 2 são apresentados alguns estudos voltados ao tratamento de águas residuárias domésticas e industriais, em temperaturas próximas à 15 °C.

Autores	Tipos de reator	Temp.(°C)	DQO <sub>afluente</sub> (mg L <sup>-1</sup> )	Eficiência DQO <sub>removida</sub> (%)	Volume do reator (dm <sup>3</sup> )		
Singh & Viraraghavan (1998)	UASB	$20 \pm 1$	350 - 500	60-75	8		
Uemura & Harada (2000)	UASB	13-15	$312 \pm 73,2$	67,5	15		
Álvarez et al. (2006)	UASB	$14.9\pm0.5$	$243\pm83$	$53.7 \pm 10.0$	25500		
Connaughton et al. (2006)	EGSB-AF2	$15.1\pm0.51$	$31367\pm890.9$	$88.77\pm7.2$	3,38		
Akila & Chandra (2007)	$UASB_1$	15	5000-8000	$90 \pm 4$	22,5		
Martinez-Sosa et al. (2011)	AnSMBR	20	$630\pm82$	82-90	350		
Smith, Skerlos & Raskin (2013)	AnMBR	$15 \pm 0.1$	440	$92 \pm 5^{**}$	7		
Gao et al. (2014)	IAFMBR <sub>3</sub>	15	247 - 449	$51.1\pm2.6$	5,8		
Shin et al. (2014)	SAF-MBR <sub>5</sub>	8-15	171±61*	81-94	990		
Gouveia et al. (2015)	AnMBR <sub>4</sub>	$18 \pm 2$	100-120	$87 \pm 1$	160		
* DOO solúvel: **Eficiência reator mais filtro: 1 Reator anaeróbio de fluxo ascendente e manta de lodo: 2:							

Tabela 2- Compilação de estudos envolvendo a operação de reator em regime psicrofílico

\* DQO solúvel; \*\*Eficiência reator mais filtro; 1:Reator anaeróbio de fluxo ascendente e manta de lodo; 2: Reator anaeróbio de leito granular expandido com filtro; 3: Reator anaeróbio de leito fluidizado com membrana;
4: Reator anaeróbio com membrana; 5: Reator de membrana com estágio fluidizado.

Fonte: Próprio autor

Nota-se que os primeiros trabalhos foram realizados em reatores tipo UASB, pois, no contexto de tecnologias de reatores de alta taxa foi uma grande evolução, e suas potencialidades ainda estavam sendo exploradas. Os trabalhos pioneiros nesta área avaliaram a capacidade dos reatores tipo UASB tratar resíduos animais e esgoto doméstico em temperaturas próximas a 10 °C (ZEEMAN et al., 1988). No entanto, ao longo do tempo, foi observada uma baixa capacidade de granulação do lodo sob condições psicrofílicas, além de menor mistura, uma vez que os gases tornam-se mais solúveis em condições psicrofílicas.

Como evolução dos reatores de alta taxa, e potencialmente mais adaptado as demandas do tratamento psicrofílico, o reator de leito granular expandido (EGSB) apresentou uma grande evolução com relação à capacidade de promover maior contato entre a biomassa e o substrato, além de favorecer o desprendimento dos gases dissolvidos (LETTINGA, 2001). Alguns estudos demostraram sucesso no tratamento de esgotos domésticos, em temperaturas variando de 8 a 20 °C, com eficiências máximas de remoção entre 70 a 90 % (KATO; FIELD; LETTINGA, 1997; VAN LIER et al., 1997). Além da própria mudança estrutural do reator, em relação ao UASB, questões relacionadas à carga orgânica aplicada, e velocidade de ascensão das águas residuárias também foram avaliadas para os reatores EGSB (KATO et al., 1994; REBAC et al., 1999; SINGH; VIRARAGHAVAN, 1998).

Com esses estudos, foram aprimorados os entendimentos acerca do contato da biomassa com o substrato e a necessidade de intensificação da mistura hidráulica. Entretanto, a perda de biomassa com o efluente do reator ainda era um dos pontos negativos, principalmente em função da flotação dos grânulos, uma vez que os microrganismos acidogênicas tendem a envolver os microrganismos metanogênicos, fazendo com que os gases produzidos fiquem presos entre as camadas de microrganismos (VAN LIER et al., 1997). Outro aspecto relevante é a elevada energia demandada para a expansão do leito, e eventualmente recirculação do esgoto, fatores que contribuem para a complexidade e aumento do custo operacional.

Já os trabalhos recentes têm avaliado a utilização de reatores com membrana (MBR). Diversos são os pontos positivos associados aos reatores MBR, como potencial enriquecimento da biomassa, separação do efluente e dos sólidos e fácil manipulação dos tempos de retenção hidráulica e de lodo (HRT e SRT), além da excelente qualidade do efluente (SHIN et al., 2014; XIAO et al., 2019). Dentre os pontos positivos, destaca-se a capacidade dos reatores MBR em reter a biomassa, independentemente da capacidade de

sedimentação da biomassa ou agregação ao meio suporte, o que é fundamental para a seleção e manutenção da biomassa especializada, principalmente em condições psicrofílicas (GOUVEIA et al., 2015; SHIN et al., 2014).

No entanto, o custo operacional ainda é considerado alto, em relação às outras tecnologias para tratamento existentes, uma vez que, os sistemas de bombeamento demandam elevada energia elétrica (SHIN et al., 2014). Como ponto negativo, além da alta demanda energética, em condição psicrofílica também ocorre a rápida colmatação da membrana, levando a diminuição do fluxo operacional e diminuição dos intervalos de limpeza das membranas, o que também leva ao encarecimento operacional (GAO et al., 2014; OZGUN et al., 2013).

Um outro conceito de reator potencialmente aplicável às condições psicrofílicas, é o reator anaeróbio de leito estruturado (ABFSB) (MOCKAITIS et al., 2014). Nesse reator o desenvolvimento da biomassa é promovido na forma de biofílme aderido ao meio suporte. Como meio suporte, diferentes materiais já foram testados, alguns exemplos são: PVC, cerâmicas especiais, tijolo refratário, espumas de poliuretano e fibra de carbono (PICANÇO et al., 2001, ZHANG et al., 2012).

Um dos poucos estudos envolvendo a operação do reator anaeróbio de leito fixo em condições psicrofílicas (5°C-18°C) foi conduzido por Zhang et al. (2012). Os pesquisadores avaliaram a eficiência do leito fixo de manta cilíndrica de fibra de carbono em função das diferentes condições de temperatura e operação, bem como a produção de biogás. Um dos pontos fortes dessa configuração de reator é a promoção do crescimento aderido da biomassa. Segundo Sasaki et al. (2009) reatores de leito fixo possuem maior quantidade e diversidade de microrganismos metanogênicos comparado aos reatores sem biofilme, o que contribui positivamente para o aumento do desempenho do reator (remoção de matéria orgânica e ácidos orgânicos voláteis) e recuperação de metano, e ainda, o meio suporte tem função de proteção da biomassa aderida e manutenção da biomassa adaptada.

Dentro das potencialidades dos reatores descritos até aqui, além das diferentes técnicas voltadas ao favorecimento do contato entre biomassa e substrato, proteção da biomassa e separação entre o tempo de detenção hidráulico e tempo de retenção celular, grande parte dos estudos concentrou-se no processo de adaptação da biomassa. Uma vez que a maior parte dos reatores são inoculados com lodos mesofílicos e gradualmente adaptados às temperaturas

psicrofílicas, com isso há uma seleção dos microrganismos psicrotolerantes, que em última análise são limitados pela característica do lodo (BOWEN et al., 2014).

Neste sentido Petropoulos et al. (2017) propôs a inoculação de reatores psicrofílicos com biomassa coletada em ambientes psicrofílicos, obtendo eficiências na remoção de DQO a 15°C de aproximadamente 80%, em experimentos de bancada. No entanto a taxa de crescimento da biomassa nestas condições é lenta, bem como a adaptação da biomassa. Além das baixas velocidades de reação em função da temperatura, a proposta de utilizar biomassa especializada, ainda não resolve o problema da etapa limitante do processo anaeróbio.

Uma nova abordagem voltada ao tratamento anaeróbio psicrofílico tem levado em consideração a fase limitante do processo: hidrólise. Com isso, abordagens que envolvem a separação física das etapas da digestão anaeróbia, vêm sendo testadas como alternativa aos efeitos negativos da temperatura sobre o tratamento psicrofílico. Os primeiros trabalhos neste sentido, utilizaram um digestor seguido de um reator UASB. Porém, o ponto chave foi a utilização de um aquecedor para manter a temperatura do digestor (com volume inferior ao reator UASB) em aproximadamente 35 °C, onde concentrou-se a etapa hidrolítica (Figura 4). Com base nessas alterações os resultados de eficiência global na remoção de DQO foram em torno de 70 % contra ~50 % sem fase aquecida para o mesmo reator (ÁLVAREZ et al., 2004; MAHMOUD et al., 2004; ZHANG et al., 2013, 2018). O mecanismo associado, a separação das fases e a suplementação térmica da fase limitante, promoveu a produção de enzimas hidrolíticas (ZHANG et al., 2018).





Fonte: Adaptado de Zhang et al. (2018)

#### **3 OBJETIVOS**

Avaliar o desempenho do reator anaeróbio com biofilme termicamente estimulado (acrônimo em inglês TSBR) com relação a sua capacidade em remover matéria orgânica sob condição psicrofílica, de águas residuárias domésticas.

# 3.1 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

Os objetivos específicos desse projeto foram:

- Avaliar a manutenção da temperatura mesofilica no meio suporte do reator a partir de uma fonte de calor constante;
- Avaliar a distribuição térmica no interior do reator;
- Avaliar a remoção de matéria orgânica do reator TSBR em ambiente psicrofílico;
- Avaliar os potenciais efeitos hidrodinâmicos decorrentes do aquecimento a ser aplicado localmente em relação a massa líquida presente nos reatores a serem testados;
- Avaliar o efeito do meio suporte em relação à resistência a condução de calor e o efeito do aquecimento em relação ao coeficiente de convecção no interior do reator;
- Avaliar o efeito da estratégia de aquecimento da biomassa sobre a abundância e diversidade de microrganismos no meio suporte.

### 4 MATERIAL E MÉTODOS

Nesta seção serão apresentados os equipamentos utilizados durante os experimentos realizados, bem como, as metodologias pertinentes para as análises químicas e físicas efetuadas durante o monitoramento do estudo.

Destaca-se, de antemão, que o reator utilizado como conceito, e objeto de estudo deste trabalho, está sob pedido de patente cujos números de registro são: ID da comunicação de criação: CC-PI-2018-0008; e ID da tecnologia: 0024/2018.

# 4.1 REATORES BIOLÓGICOS

Para a condução do experimento foram utilizados dois reatores idênticos. O reator TSBR (acrônimo do inglês: *Thermally Stimulated Biofîlm Reactor*) foi utilizado como reator conceitual, e um reator controle (RC) foi utilizado como parâmetro ideal. O reator TSBR foi mantido em uma câmara a 15±1 °C, com objetivo de simular um ambiente psicrofílico, e o reator RC foi acondicionado em uma câmara a 35±1 °C, para simular o ambiente mesofílico.

Ambos os reatores foram confeccionados em formato cilíndrico com material acrílico, como ilustrado pela Figura 5. O meio suporte para fixação da biomassa foi montado com espuma de poliuretano envolta em uma resistência elétrica (Figura 6), que no reator TSBR foi mantida em temperatura constante de 35 °C. Foi utilizada uma resistência elétrica tubular comercial (220V, 500W, comprimento de 600 mm e diâmetro externo de 9,53 mm (3/8")), completamente recoberta por aproximadamente 150 cm de espuma de poliuretano de 1 cm de espessura e 3,5 cm de largura, com as seguintes características: densidade aparente de 23 g L<sup>-</sup>, porosidade de 92 %, diâmetro médio do poro de 543  $\mu$ m e 43,8 m<sup>2</sup> g<sup>-1</sup> de área superficial (SILVA et al., 2006).



Figura 5- Desenho esquemático dos reatores em diferentes posições e sua dimensão

Fonte: Produção do autor

Figura 6- Detalhe da espuma de poliuretano enrolada na resistência elétrica



Fonte: Produção do autor.

# 4.2 APARATO PARA CONTROLE E MONITORAMENTO DA TEMPERATURA DO REATOR TSBR

A estrutura do meio suporte utilizado no reator TSBR (descrito no item 4.1) foi concebida para garantir a temperatura mesofilica para a biomassa aderida à espuma de poliuretano, neste caso, 35 °C. Para tal, foi necessário controlar a potência de funcionamento da resistência a fim de garantir a manutenção da temperatura o mais próximo da desejada (35°C). A manutenção da temperatura foi obtida combinando-se medidas de temperatura do

corpo da resistência elétrica (descrito a seguir) e a utilização de um dispositivo elétrico denominado *dimmer*, acoplado a um voltímetro digital (Figura 7).



Figura 7 -Detalhe da montagem do controlador de potência da resistência elétrica

Fonte: Produção do autor

As medidas de temperatura foram realizadas por meio de termopares do Tipo K (Figura 8) - caracterizado pela combinação de duas ligas metálicas Cromel e Alumel - distribuídos em determinados pontos no interior do reator (Figura 5). A aquisição e registro dos dados foram feitas por meio do multiplexador AM16/32 (Campbell Scientific®) associado a ao *data logger* CR1000 (Campbell Scientific®) (Figura 9). O monitoramento das temperaturas foi efetuado ao longo de todo o período do experimento, sendo as medições realizadas e registradas de hora em hora.



Figura 8 -Detalhe dos termopares utilizados para medição da temperatura no interior do reator

Fonte: Produção do autor

Figura 9- Fotos dos equipamentos utilizados para aquisição e armazenamento dos dados de temperatura (A: *data logger* CR1000 (Campbell Scientific®); B: multiplexador AM16/32 (Campbell Scientific®)



A - data logger CR 1000, Campbell Scientific®

B - multiplexador AM 16/32, Campbell Scientific®

Fonte: Produção do autor

#### 4.3 MONTAGEM DO EXPERIMENTO

Para a execução do experimento o reator TSBR, a partir das informações já citadas nos itens anteriores, foi montado de acordo com a Figura 10. A alimentação do reator TSBR composta por esgoto sintético, armazenado em uma câmara fria  $3 \pm 1^{\circ}$ C, foi realizada com o auxílio de uma bomba dosadora Grundfos, modelo DDE. Assim como o reator TSBR, o reator controle também foi alimentado por esgoto sintético seguindo as características já descritas. No entanto, o reator controle foi montado em câmara mesofílica, como descrita na Figura 11.

Figura 10 - Fotografía da montagem do reator TSBR em câmara climatizada e detalhes da bomba de alimentação e controlador digital da temperatura da câmara.



Nota: (a) detalhe do reator montado no interior da câmara; (b1) detalhe do controlador de temperatura da câmara fria; (b2) detalhe da bomba de alimentação do reator

Fonte: Próprio autor.



Figura 11 - Esquema da montagem do reator controle (RC) em câmara mesofilica e do reservatório de alimentação do reator com esgoto sintético

Fonte: Próprio autor

# 4.4 EFLUENTE SINTÉTICO

Os reatores foram alimentados com água residuária sintética enriquecida com micro e macronutrientes adaptado do protocolo proposto por Torres (1992), com a finalidade de aproximar a água residuária às características do esgoto doméstico (500 mg DQO L<sup>-1</sup>). Para cada litro de solução de água residuária sintética foi adicionado 1mL de micro e macronutrientes, a fim de garantir as condições ideais para o crescimento e desenvolvimento dos microrganismos. A concentração das substâncias majoritárias da solução de água residuária sintética é apresentada na Tabela 3, e a solução de micronutrientes na Tabela 4. Para a composição da solução de macronutrientes foi utilizado, 100,00 g L<sup>-1</sup> de NaCl, 2,80 g L<sup>-1</sup> de CaCl<sub>2</sub>.2H<sub>2</sub>O e 1,80 g L<sup>-1</sup> de MgCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O.

Componentes	mg/L
Sacarose	38,5
Amido solúvel	125,4
Celulose	37,4
Extrato de carne	228,8
Óleo de Soja	58,1
(NaCl)	250
(CaCl <sub>2</sub> .2H <sub>2</sub> O)	4,5
$(MgCl_2.6H_2O)$	7
(NaHCO <sub>3</sub> )	220
Detergente comercial*	3 gotas

Tabela 3 - Composição da água residuária sintética adaptada da proposta por Torres (1992)

Fonte: Adaptado de Torres (1992)

Tabela 4 - Composição da solução de micronutrientes complementar à solução de água residuária sintética adaptada de Torres (1992)

Componentes	g/L
Ácido Nitrilotriacético (NTA)	12,8
FeCl <sub>3</sub> . 6H <sub>2</sub> O	1,35
MnCl <sub>2</sub> .4H <sub>2</sub> O	0,1
CoCl <sub>2</sub> .6H <sub>2</sub> O	0,1
ZnCl <sub>2</sub> anidro	0,1
CuCl <sub>2</sub> .2H <sub>2</sub> O	0,025
H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub>	0,01
Na <sub>2</sub> MoO <sub>4</sub> 2H <sub>2</sub> O	0,024
$Na_2SeO_3.5H_2O$	0,026
NiCl <sub>2</sub> .6H <sub>2</sub> O	0,12

Fonte: Adaptado de Torres (1992)

# 4.5 ENSAIOS HIDRODINÂMICOS

Foram realizados ensaios hidrodinâmicos para determinação das características do escoamento no interior dos reatores estudados (RC e TSBR) e verificação do TDH real. Para tal foi utilizado o método estímulo-resposta com injeção degrau, pela adição de cloreto de sódio (10 g L<sup>-1</sup>) na corrente de alimentação, que inicialmente foi composta por água do sistema de abastecimento. Os cálculos foram realizados seguindo o método proposto por Levenspiel (1999). Os tempos de detenção hidráulica avaliados foram de 24 horas e 12 horas. Além da variação dos TDHs, também foram testadas duas condições de temperatura. Para o

reator controle (RC) a temperatura dos ensaios foi de 35±1 °C. Já para o reator TSBR, com sistema de aquecimento localizado, a temperatura da haste durante o ensaio foi de 48±2 °C. Tal temperatura foi escolhida em função do limite superior para o tratamento mesofílico e das possíveis alterações associadas às características do fluido em função da temperatura como descrita na Figura 3. Para a aquisição dos dados de condutividade foi utilizada a sonda de condutividade Vernier acoplada ao *software* de aquisição de dados Logger Lite Vernier. Foram realizadas duas medições por minuto durante o tempo de três vezes o TDH teórico, para cada TDH analisado.

Com base nos dados coletados de condutividade foi obtida a curva-resposta da concentração do sal em função do tempo, o tempo de detenção hidráulica média real e o ajuste ao modelo uni paramétrico de escoamento de N reatores de mistura completa em série. Os dados foram analisados utilizando-se o programa Microsoft Excel 2010 $\mathbb{R}$ . O perfil temporal da concentração de cloreto de sódio (C(t)), foi normalizado obtendo-se a curva F, de acordo com a Equação 4.

$$F(t) = \frac{C(t)}{Cmax}$$
Equação 4

Em que, C(t) é a concentração de cloreto de sódio em um dado tempo e *Cmax* é a concentração máxima de cloreto de sódio identificada pelo sensor no final do ensaio. Para o cálculo do TDH médio ( $\theta h$ ), primeiramente foi obtida a curva do tempo de residência (Curva E), calculada por meio da derivada da curva dF(t)/dt, e posteriormente foi calculada a integral discretizada apresentada na Equação 5.

$$\theta h = \frac{\int_0^\infty t. E. dt}{\int_0^\infty E. dt}$$
 Equação 5

O número de reatores de mistura completa em série equivalente ao escoamento observado (N), foi calculado segundo a Equação 6.

Equação 6

$$N = \frac{\theta h^2}{\sigma^2} \cong \theta h^2 * \frac{\int_0^\infty C(t) dt}{\int_0^\infty (t - \theta h)^2 C(t) dt}$$

a100

Em que,  $\sigma^2$  é a variância da curva de distribuição do tempo de residência.

# 4.6 MONITORAMENTO DO REATOR EM FUNÇÃO DAS ANÁLISES FÍSICO – QUÍMICAS

Para obtenção do desempenho ao longo do período de operação dos reatores TSBR e RC, o monitoramento foi realizado com amostras líquidas e gasosas. Os parâmetros monitorados nas amostras líquidas, foram os seguintes: alcalinidade parcial (AP) e intermediária (AI), pH, ácidos orgânicos voláteis (AOVs), demanda química de oxigênio total (DQOt) e solúvel (DQOs), temperatura, e a série completa de sólidos: sólidos totais (ST), sólidos totais fixos (STF), sólidos totais voláteis (STV), sólidos suspensos totais (SST), sólidos suspensos fixos (SSF) e voláteis (SSV).

As variáveis físico-químicas analisadas foram baseadas nos métodos padronizados pelo *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater* (APHA/AWWA/WEF, 2005). Maiores detalhes sobre a frequência e os parâmetros avaliados são apresentados na Tabela 5, sendo algumas análises e equipamentos detalhados a seguir:

- <u>Ácidos orgânicos voláteis</u>: A composição dos ácidos orgânicos voláteis (ácido acético, ácido propiônico, ácido isobutírico, ácido butírico, ácido isovalérico e ácido valérico), foi determinada por meio de cromatógrafo gasoso, modelo GC 2010 (Shimadzu Scientific Instruments, Kyoto, Japão) equipado com detector de ionização de chama (FID) e coluna HP-INNOWAX , com 30 m de comprimento, diâmetro interno de 0,25 mm e espessura de filme de 25 μm, para preparo e condução das análises foi seguido o protocolo proposto por (ADORNO; HIRASAWA; VARESCHE, 2014).
- <u>Composição do biogás</u>: A análise da composição do biogás (CH<sub>4</sub> e CO<sub>2</sub>) foi realizada em cromatógrafo a gás modelo GC 2014 (Shimadzu), com detector de condutividade térmica e coluna HP-PLOT/Q (30 m x 0,53 mm x 40 μm), e hidrogênio como gás de arraste (LEBRERO et al., 2016).

Análises Método		Frequência de análise (na semana)	Referência
Alcalinidade	Titulométrico	2-3x	(KAPP, 1984)
рН	Potenciométrico	Diariamente	(APHA/AWWA/WEF, 2005)
Ácidos Orgânicos Voláteis	Cromatografia líquida	2x	(ADORNO; HIRASAWA; VARESCHE, 2014)
Composição do biogás	sição do biogás Cromatografia gasosa		(LEBRERO et al., 2016)
Temperatura	Termopar	Diariamente	-
DQO	Colorimétrico	2-3x	(APHA/AWWA/WEF, 2005)
SST	Gravimétrico	2x	(APHA/AWWA/WEF, 2005)
SSF	Gravimétrico	2x	(APHA/AWWA/WEF, 2005)
SSV	Gravimétrico	2x	(APHA/AWWA/WEF, 2005)

Tabela 5- Análises realizadas para monitoramento do experimento e frequência de análise

Fonte: Produção do autor.

# 4.7 ESTIMATIVA DO BIOGÁS PRODUZIDO

Para a determinação da estimativa de biogás produzido nos reatores, primeiramente foi determinada a remoção de DQO com base nos dados de monitoramento dos reatores descritos no item 4.6. A partir dos dados de DQO removida (DQO<sub>remov.</sub>) foi estimada a produção de biomassa pela seguinte equação,

$$DQO_{biomassa} = DQO_{remov.} * Y$$
 Equação 7

em que,  $DQO_{biomassa}$  é a fração da DQO transformada em biomassa (kg $DQO_{biomassa}$ ), Y é o coeficiente de produção de sólidos cujos valores típicos variam de 0,10 a 0,20 (kg $DQO_{biomassa}$ / kg $DQO_{remov}$ ) para processos anaeróbios, e  $DQO_{remov}$  é a diferença da DQO afluente e efluente ao reator (kg $DQO_{remov}$ ).

A estimativa da DQO transformada em metano foi definida pela seguinte equação,

$$DQO_{CH_4} = DQO_{remov.} - DQO_{biomassa}$$

Equação 8

onde,  $DQO_{CH4}$  é a fração da DQO convertida em metano (kgDQO<sub>CH4</sub> d<sup>-1</sup>).

A produção volumétrica máxima de metano foi estimada de acordo com a equação a seguir,

$$Q_{CH4} = \frac{DQO_{CH4} \cdot R. (273 + T)}{P. K_{DQO}}$$
Equação 9

onde,  $Q_{CH4}$  é a produção volumétrica de metano (m<sup>3</sup> d<sup>-1</sup>), *R* é a constante universal dos gases (0,008206 atm L mol<sup>-1</sup> K<sup>-1</sup>), T é a temperatura de operação (°C), P é a pressão atmosférica (atm) e K<sub>DQO</sub> é a DQO para um mol de metano (kg DQO<sub>CH4</sub> mol<sup>-1</sup>).

Para a determinação do volume diário de metano dissolvido na fase líquida, foi utilizada a equação apresentada no trabalho de Lobato (2011),

$$Q_{CH4dis.} = Q. p_L. f_{CH4}. \left(\frac{R. (273 + T)}{P. K_{DQ0}}\right)$$
 Equação 10

onde,  $Q_{CH4dis}$ . é a perda de metano na fase líquida, dissolvido (m<sup>3</sup> d<sup>-1</sup>), Q é a vazão de alimentação dos reatores (m<sup>3</sup> d<sup>-1</sup>),  $p_L$  valor médio da perda de metano na fase líquida, dissolvido no efluente (0,020 kg m<sup>-3</sup>, de acordo com Lobato (2011)),  $f_{CH4}$  fator de conversão de massa de metano em massa de DQO (coeficiente estequiométrico 4,0 kgDQO kgCH4<sup>-1</sup>), R é a constante universal dos gases (0,008206 atm L mol<sup>-1</sup> K<sup>-1</sup>), T é a temperatura de operação (°C), P é a pressão atmosférica (atm) e K<sub>DQO</sub> é a DQO para um mol de metano (kg DQO<sub>CH4</sub> mol<sup>-1</sup>).

# 4.7.1 Estimativa da concentração de metano dissolvido

Para complementar a análise de produção teórica de metano, também foi utilizada a metodologia para determinação da concentração de metano dissolvido, adaptada da proposta por Souza, Chernicharo e Aquino (2011),

$$[CH4]_{dis.} = \frac{([\%CH4_{gas.}]/100). [d.V_{gas} + (P_t - P_v). K_H. V_L]}{V_L}$$
Equação 11

onde, [*CH4<sub>dis.</sub>*] é a concentração de metano dissolvido (mg L<sup>-1</sup>), [%CH4<sub>gas.</sub>] é concentração de metano no *head space* (%) determinada pela cromatografia gasosa, *d* é a densidade do metano (calculada considerando a elevação média de São Carlos (856 m) e a pressão de 0,91 atm),  $V_{gas}$  é o volume do *head space* (384,84 mL), *Pt* é a pressão atmosférica local (0,91 atm referente à elevação média da cidade de São Carlos), *Pv* é a pressão de vapor da água (0.032 atm, a 25 °C), *K<sub>H</sub>* é a constante da Lei de Henry para o metano (21,5 mg L<sup>-1</sup> atm<sup>-1</sup>, a 25°C), e V<sub>L</sub> é o volume da fase líquida do reator (11500 mL).

#### 4.7.2 Estimativa do potencial energético

Para estimar o potencial energético em função da produção de metano foi utilizada a equação adaptada de Souza, Chernicharo e Aquino (2011),

$$PE = (Q_{CH4} - Q_{CH4dis.}) \cdot E_{CH4}$$
Equação 12

onde, *PE* é a potência elétrica disponível (kJ d<sup>-1</sup>),  $Q_{CH4}$  é a produção volumétrica de metano (m<sup>3</sup> d<sup>-1</sup>),  $Q_{CH4dis}$  é a perda de metano na fase líquida, dissolvido (m<sup>3</sup> d<sup>-1</sup>), e  $E_{CH4}$  é o poder calorífico da combustão do metano nas condições normais de temperatura e pressão (38.846 kJ m<sup>-3</sup>).

#### 4.8 EXAMES MICROSCÓPICOS

Os exames microscópicos dos biofilmes foram realizados ao final do período de operação de cada reator testado. Para tal foi utilizada a microscopia de contraste de fase e fluorescência, por meio do microscópio Olympus BX60, acoplado à câmera com captura de imagem e software Imagem-Pro Plus 4.5.

# 4.9 ANÁLISE MORFOLÓGICA DOS MICRORGANISMOS ADERIDOS AO MEIO SUPORTE

O biofilme desenvolvido na espuma de poliuretano foi analisado por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV). A preparação das amostras imediatamente pós coleta foi realizada de acordo com o procedimento adaptado de Nation (1983). As análises microscópicas, bem como a preparação para tal, foram realizadas no Laboratório de Microscopia e Microanálise - Núcleo de Apoio à Pesquisa em Materiais Avançados - USP. As

amostras foram recobertas por uma camada de platina de 5 a 10 nm de espessura. A aquisição das imagens da MEV foi realizada por meio do microscópio eletrônico INSPECT F50 (FEI, The Netherlands). O *software* Image J foi utilizado para o processamento das imagens obtidas.

# 4.10 AVALIAÇÃO DAS COMUNIDADES MICROBIOLÓGICAS

Amostras da biomassa aderida ao meio suporte foram coletas, ao final do período de monitoramento dos reatores, em três diferentes alturas do meio suporte, a 15 cm abaixo do topo do meio suporte (A), a 30 cm abaixo do topo do meio suporte (B) e a 45 cm abaixo do topo do meio suporte (C). Especialmente para esta análise foram utilizadas amostras retiradas do reator TSBR de uma etapa preliminar de operação, com duração de apenas 10 dias, que envolveu o processo de inoculação e alimentação do reator nas mesmas condições de operação descritas no item 4.1. A Figura 12 apresenta um esquema para melhor ilustrar os pontos de coleta nos reatores.

Figura 12 - Esquema de pontos de coleta de biomassa do meio suporte de espuma de poliuretano



Fonte: Próprio autor

Os fragmentos de espuma coletados foram lavados com uma solução tampão de fosfato, agitadas em vortex, e os sólidos obtidos foram centrifugados a 6000 rpm durante 10 minutos. Amostras de DNA foram extraídas de acordo com Griffiths et al. (2000). O DNA extraído foi amplificado por meio da reação de polimerização em cadeia (PCR), para tal foram utilizados os *primers* 968FGC e 1401R para o domínio *Bacteria* (NÜBEL et al., 1996), e para o domínio Archaea foram utilizados os *primers* 1100FGC e 1400R (KUDO et al., 1997). Os padrões das bandas obtidas por DGGE foram analisadas pelo *software* 

BioNumerics (Applied Maths, Kortrijk, Belgium). O coeficiente de similaridade foi calculado com base na correlação de Pearson dos pares de bandas obtidos. Os índices de diversidade (Shannon-Wiener) e dominância foram calculados utilizando-se o *software* Past 3.20 (Hammer et al., 2001).

# 4.11 CONDUÇÃO DE CALOR NO MEIO SUPOTE

Para a realização dos cálculos de transferência de calor por condução algumas considerações, a fim de simplificar o problema sem prejuízos para o modelo foram realizadas:

- Fluxo de calor unidimensional na espuma de poliuretano, uma vez que o fluxo vertical pela espuma, se houver, tende a ser muito menor em relação ao fluxo radial.
- 2. Regime estacionário.
- Sem geração de calor no interior da espuma, uma vez que as reações que a geração de calor por reações microbiológicas exotérmicas pode ser negligenciada (WESTERMANN, 1994).
- 4. Propriedades constantes dos materiais e fluidos.
- 5. Troca térmica por radiação entre a superfície do meio suporte (espuma de poliuretano) e a vizinhança desprezível.

Em função da geométrica cilíndrica do problema analisado neste trabalho, e com base nas considerações acima, pode-se escrever a equação de condução de calor, segundo Incropera et al. (2008), como:

$$q = \frac{2.\pi.L.k(T_{s,1} - T_{s,2})}{\ln{(\frac{r_2}{r_1})}}$$
Equação 13

Onde, q é a taxa de calor aplicado(W), L é o comprimento do cilindro (m), k é a condutividade térmica do material (W m<sup>-1</sup> K<sup>-1</sup>),  $T_{s,1}$  e  $T_{s,2}$  (posições ilustradas na Figura 16), são as temperaturas (K) nas posições relativas ao  $r_1$  e  $r_2$  respectivamente, sendo os raios  $r_1$  e  $r_2$  os raios interno e externo do cilindro (espuma de poliuretano), respectivamente (m).

# 4.12 CÁLCULO DO COEFICIENTE LOCAL DE TRANSFERÊNCIA DE CALOR POR CONVECÇÃO

Foram utilizadas duas formas de cálculo do coeficiente de transferência de calor por convecção. A primeira estimativa foi realizada utilizando a lei de resfriamento de Newton,

$$q = A.h.(T_s - T_m)$$
 Equação 14

onde, q é taxa de calor aplicada (W), A área atravessada pela taxa de calor (m<sup>2</sup>), h coeficiente de transferência de calor por convecção (W m<sup>-2</sup> K<sup>-1</sup>), Ts é a temperatura em um ponto próximo a fonte calor (K), Tm é um ponto distante da fonte calor (K) (maiores detalhes na Figura 17).

Uma outra forma para a obtenção do coeficiente de convecção médio no reator, foi pela aplicação da equação de difusão térmica a partir da lei de Fourier, escrita em coordenadas cilíndricas, como apresentada a seguir,

$$\frac{1}{r}\frac{\partial}{\partial r}\left(kr\frac{\partial T}{\partial r}\right) + \frac{1}{r^2}\frac{\partial}{\partial \emptyset}\left(k\frac{\partial T}{\partial \emptyset}\right) + \frac{\partial}{\partial z}\left(k\frac{\partial T}{\partial z}\right) + \dot{q} = \rho c_p \frac{\partial T}{\partial t}$$
Equação 15

Para resolver a equação de Fourier algumas simplificações foram adotadas:

- Condições de regime estacionário;
- Fluxo de calor unidirecional, sentido radial;
- Propriedades dos materiais e fluidos constantes;
- Geração de calor volumétrica uniforme;
- Calor gerado pela resistência elétrica é transferido para o meio externo por convecção;
- A linha de simetria do modelo foi posicionada no centro da resistência elétrica.

Com isso a Equação 15, pode ser escrita da seguinte forma,

$$\frac{1}{r}\frac{d}{dr}\left(r\frac{dT}{dr}\right) + \frac{\dot{q}}{k} = 0$$
 Equação 16

Integrando a expressão acima (Equação 16), e considerando geração de calor uniforme, temos que,

$$r\frac{dT}{dr} = -\frac{\dot{q}}{2k}r^2 + C_1$$
 Equação 17

Repetindo o processo, temos que,

$$T(r) = -\frac{\dot{q}}{4k}r^2 + C_1\ln r + C_2$$
 Equação 18

Adotando as condições de contorno apropriadas, temos que  $T(r_1) = T_{s,1}$ . Um ponto importante nesta análise, é o plano de simetria que passa pelo centro da resistência elétrica, neste caso o gradiente de temperatura (1) é nulo, pois não há transferência de calor cruzando a linha de simetria, da condição de simetria com r = 0, temos que  $C_1 = 0$  (2), a partir da Equação 17.

$$\left. \frac{dT}{dr} \right|_{r=0} = 0 \tag{1}$$

$$0 = -\frac{\dot{q}}{2k}0^2 + C_1 \tag{2}$$

Com isso, a partir da Equação 18, pode-se escrever, que

$$T_{s,1} = -\frac{\dot{q}}{4k}r_1^2 + 0.\ln r + C_2 \tag{3}$$

$$C_2 = T_{s,1} + \frac{\dot{q}}{4k} r_1^2 \tag{4}$$

Substituindo (2) e (4) na Equação 18, temos que,

$$T(r) = \frac{\dot{q}}{4k} r_1^2 \cdot (1 - \frac{r^2}{r_1^2}) + T_{s,1}$$
 Equação 19

Com isso é possível relacionar a temperatura ( $T_{s,1}$ ) e uma posição ( $r_1$ ) no interior de um cilindro, com uma temperatura ( $T_{s,2}$ ) e uma posição ( $r_2$ ) afastada do centro do cilindro. Para finalizar a expressão que permita obter o coeficiente de convecção no interior do reator estudado, é necessário considerar como superfície de controle a superfície imediatamente externa da parede do reator, que também será considerada como superfície adiabática, com isso pode-se relacionar a taxa de energia que é gerada no interior do reator ( $E_{resistência}$ ) com a taxa de energia ( $E_{conv.}$ ) que é perdida por convecção pela cama limite. Segundo a equação da difusão térmica a energia gerada no interior do sistema é expressa pela expressão,  $\dot{E}_g = \dot{q} dx dy dz$ , que neste caso, considerando a resistência elétrica tubular utilizada como fonte de calor, a equação pode ser reescrita como  $\dot{E}_g = \dot{q} \pi r_1^2 L$ . Por meio desta dedução e da Equação 14 é possível obter uma expressão para o cálculo do coeficiente de convecção.

$$E_{resitência} = E_{convc.}$$
 Equação 20

$$\dot{q}(\pi r_1^2 L) = h(2\pi r_2 L)(T_{s,1} - T_{s,2})$$
 Equação 21

$$h = \frac{q \cdot r_1}{2 \cdot (T_s - T_{\infty})}$$
Equação 22

Em que, h é o coeficiente de transferência de calor por convecção (W m<sup>-2</sup> k<sup>-1</sup>),  $\dot{\mathbf{q}}$ .é a fonte de calor do sistema (W m<sup>-3</sup> K<sup>-1</sup>), T<sub>s,2</sub> é a temperatura na superfície do trocador de calor e T<sub>s,2</sub> é a temperatura no meio externo.

# 4.13 POTÊNCIA APLICADA AO AQUECIMENTO DOS REATORES

Para determinar a potência (*P*) demanda pelo meio suporte durante a operação do reator TSBR, foi utilizada a equação de potência elétrica,

$$P = \frac{U^2}{R}$$
Equação 23

em que a potência (P) é expressa em watts, e os parâmetros utilizados para resolver a equação foram: resistência ( $R = 96 \Omega$ ) e tensão de funcionamento da resistência elétrica (U = 26 V). A estimativa da potência aplicada ao reator controle (RC), foi determinada pela equação da taxa de energia,

$$q = \text{in. } c_p \cdot \Delta T$$
 Equação 24

em que, q é a taxa de calor aplicado (W), m é a vazão mássica (Kg s<sup>-1</sup>),  $c_p$  é o calor específico da água à pressão constante (J kg<sup>-1</sup> s<sup>-1</sup>),  $\Delta T$  é a variação de temperatura (K).

#### 5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Nesta seção serão apresentados os resultados obtidos ao longo do desenvolvimento da presente pesquisa, tendo em vista as hipóteses, objetivos e o referencial teórico apresentado.

#### 5.1 MONITORAMENTO DA TEMPERATURA NO REATOR TSBR

Ao longo do experimento foi realizado o monitoramento da temperatura em alguns pontos do interior do reator TSBR, como descrito nos itens 4.1e 4.2. As temperaturas médias obtidas para cada posição monitorada são apresentadas na Tabela 6 e Tabela 7. Com base nestes valores foi possível obter os perfis de temperatura para uma seção do reator TSBR, como descrita pela Figura 13.

Tais perfis foram obtidos com o *software* ArcGis®, por meio do interpolador Spline. Este interpolador tende a gerar superfícies suavizadas que passam exatamente nos pontos fornecidos inicialmente (dados medidos), além de ser uma ferramenta indicada para o tratamento de dados como temperatura (CHILDS, 2004).

Posição radial (cm)	0,0	1,0	3,0	5,0	7,0	7,3
Posição vertical (cm)	53,5	53,5	53,5	53,5	53,5	53,5
Temperatura média (°C)	32,65	22,28	20,78	20,75	19,63	15,21
Posição radial (cm)	0,0	1,0	3,0	5,0	7,0	7,3
Posição vertical (cm)	40,05	40,05	40,05	40,05	40,05	40,05
Temperatura média (°C)	32,65	22,43	20,01	20,01	19,30	15,21
Posição radial (cm)	0,0	1,0	3,0	5,0	7,0	7,3
Posição vertical (cm)	27,5	27,5	27,5	27,5	27,5	27,5
Temperatura média (°C)	35,37	22,04	19,33	19,26	18,95	15,21
Posição radial (cm)	0,0	1,0	3,0	5,0	7,0	7,3
Posição vertical (cm)	3,55	3,55	3,55	3,55	3,55	3,55
Temperatura média (°C)	23,75	18,97	16,13	15,89	15,55	15,21

Tabela 6 - Média dos dados de temperatura monitorados no interior do reator TSBR durante a operação ao TDH de 24 h.

Fonte: Produção do autor

Posição radial (cm)	0,0	1,0	3,0	5,0	7,0	7,3
Posição vertical (cm)	53,5	53,5	53,5	53,5	53,5	53,5
Temperatura média (°C)	31,47	21,82	20,20	20,18	19,17	15,35
Posição radial (cm)	0,0	1,0	3,0	5,0	7,0	7,3
Posição vertical (cm)	40,05	40,05	40,05	40,05	40,05	40,05
Temperatura média (°C)	31,52	20,28	19,37	19,37	18,66	15,35
Posição radial (cm)	0,0	1,0	3,0	5,0	7,0	7,3
Posição vertical (cm)	27,5	27,5	27,5	27,5	27,5	27,5
Temperatura média (°C)	34,37	21,62	18,69	18,60	18,29	15,35
Posição radial (cm)	0,0	1,0	3,0	5,0	7,0	7,3
Posição vertical (cm)	3,55	3,55	3,55	3,55	3,55	3,55
Temperatura média (°C)	24,32	19,54	16,77	16,61	16,35	15,35

Tabela 7 - Média dos dados de temperatura monitorados no interior do reator TSBR durante a operação ao TDH de 12 h

Fonte: Produção do autor

Figura 13- Distribuição da temperatura no interior do reator com biomassa termicamente estimulada nos TDHs de 12 h e 24 h; os detalhes (a) e (b) referem-se às temperaturas medidas na resistência elétrica; já os detalhes (c) e (d) referem-se à temperatura média da resistência elétrica considerando as temperaturas medidas em diferentes posições da haste como detalhado no item 4.1.



Fonte: Produção do autor.

A Figura 13-(a) e Figura 13-(b), foram obtidas por meio da interpolação dos dados de temperatura medidos, diretamente, em determinados pontos da haste (discriminados na Tabela 6 e Tabela 7), já a Figura 13-(c) e Figura 13 –(d), foram obtidas considerando a temperatura média da haste (considerando que o aquecimento é homogêneo), a partir das medições em determinados pontos (detalhes no item 4.1 ). Em função das duas diferentes estratégias de análise dos dados, as manchas de temperatura apresentaram faixas térmicas predominantes distintas, bem como, abrangências térmicas distintas. Esse resultado demonstra que a resistência elétrica utilizada no aquecimento do biofilme não apresentou aquecimento uniforme possivelmente em função de aspectos construtivos ou até mesmo material utilizado. Portanto, é necessário para próximos trabalhos utilizar resistências com maior qualidade, pois a homogeneidade do aquecimento ao longo da haste impacta positivamente o aquecimento da biomassa aderida ao meio suporte aquecido.

Por inspeção visual, nota-se na Figura 13-(a) e Figura 13-(b), o predomínio das machas térmicas relativas à faixa de temperatura de 23 °C a 25 °C, em ambas as condições operacionais (TDHs de 12 h e 24 h). Ao passo que, na Figura 13-(c) e Figura 13-(d), há o predomínio das manchas relativas à faixa de temperatura de 25 °C a 27 °C. Embora, a abordagem utilizada no tratamento dos dados leve a discordâncias entre qual a temperatura predominante no interior do reator, destaca-se o predomínio da condição térmica mesofílica. Tal fato é especialmente importante para a otimização de processos de engenharia que envolvem o tratamento de águas residuárias em ambientes cujas temperaturas são psicrofílicas, uma vez que as reações biológicas e químicas ocorrem lentamente e em tais condições (LETTINGA, 2001). Para complementar a análise da temperatura média no interior do reator TSBR, nas Figuras 14 e 15 são apresentadas as curvas da distribuição radial das temperaturas em cada altura medida a partir da base da resistência elétrica durante a operação ao TDH de 12 e 24 horas.



Figura 14 – Curvas da distribuição radial das temperaturas em cada altura medida a partir da base da resistência elétrica durante a operação ao TDH de 12 horas do reator TSBR

Fonte: Produção do autor

Figura 15 - Curvas da distribuição radial das temperaturas em cada altura medida a partir da base da resistência elétrica durante a operação ao TDH de 24 horas do reator TSBR



Fonte: Produção do autor

Nos resultados sistematizados na Figura 13, é possível observar a tendência de formação de correntes de convecção, com os núcleos, de maiores temperaturas, concentrados próximos à parede do reator. Tal efeito se dá pelo aquecimento da massa líquida próxima à haste térmica, que, em função do aquecimento tende a ascender, deslocando a massa líquida quente para cima e consequentemente dando origem para uma corrente de convecção natural.

Tal fato pode ser corroborado pelo valor do número de Nusselt, uma vez que tal correlação (Equação 22) representa a relação entre a transferência de calor por convecção e a transferência de calor por condução.

$$Nu_L = \frac{h.L}{k}$$
 Equação 25

Em que, *h* é o coeficiente de convecção da água (os valores de *h* podem variar de 500 a 10000 W m<sup>-2</sup> K<sup>-1</sup> (LI; XUAN, 2002), *L* é o comprimento da haste térmica do reator (0,6 m) e *k* é a condutividade térmica da água (0,61 W m<sup>-1</sup> K<sup>-1</sup> (INCROPERA et al., 2008)). Considerando os valores possíveis para o coeficiente de convecção da água, os valores de Nusselt para o presente problema são 491 e 9836. Tais resultados demostram que o mecanismo de transferência de calor na massa líquida do reator se dá predominantemente por convecção.

Como será melhor detalhado na sessão 5.4, o valor do número de reatores em série foi menor durante o TDH de 24 horas, o que significaria menor pistonamento do reator, potencialmente em função do maior aquecimento, como pode ser observado pela Figura 13, o que consequentemente pode ter levado ao maior efeito das correntes de convecção. Embora, os resultados de interpolação levem a inferir a presença de correntes de convecção, e, potencialmente, à interferência delas sobre o fluxo do reator, não foram suficientes para comprometer o fluxo em pistão (maiores detalhes serão apresentados no item 5.4).

# 5.2 CARACTERÍSTICAS TÉRMICAS DO MEIO SUPORTE

Para a otimização do reator proposto e descrição das dinâmicas térmicas desenvolvidas em seu interior durante a operação é fundamental a determinação do coeficiente de condutividade térmica do meio suporte, uma vez que este parâmetro define a capacidade de um material conduzir calor. Usualmente este valor é tabelado, no entanto, não há na literatura até o momento um estudo que tenha avaliado a condutividade térmica considerando uma espuma semelhante à utilizada neste trabalho (propriedades descritas no item 4.1) e impregnada com biomassa anaeróbia. A Figura 16 apresenta o delineamento da análise adotada para estimar o valor do coeficiente de condutividade térmica.

Figura 16 - Esquema das temperaturas na superfície da resistência elétrica (Ts,1) e na parede externa do meio suporte (Ts,2), bem como as linhas de fluxo de calor (q') e a curva de tendência de decaimento da temperatura



Fonte: Produção do autor

Para obtenção da condutividade térmica (k), como descrito no item 4.11, primeiramente foi calculado o fluxo de calor, neste caso, definido como a potência elétrica da resistência térmica utilizada (q = P), cujos parâmetros para o cálculo são apresentados a seguir,

- Tensão de funcionamento para a manutenção de 35 °C da haste: U = 26 V;
- Resistência elétrica da haste:  $R = 97 \Omega$ ;

Considerando a taxa de calor fornecida à parede interna da espuma de poliuretano igual a potência de funcionamento da resistência elétrica temos, que:

$$q = P = R. i^2 = \frac{U^2}{R}$$
 Equação 26

Resolvendo a Equação 23, temos que,

$$q = P = R.\,i^2 = \frac{26^2}{97} = 6,96 \sim 7W$$

Sabendo que o fluxo de calor por condução unidimensional é definido pela Equação 13 (descrita no item 4.11), e com os dados obtidos pela Equação 23, e as temperaturas medidas durante o experimento (Tabela 6 e Tabela 7) é possível isolar a condutividade térmica do material, e determinar seu valor. Com base nesses dados foram obtidos os valores de condutividade térmica (k) para cada ponto monitorado (Tabela 8).

Tabela 8 - Valores de condutividade térmica (k) da espuma de poliuretano impregnada com biomassa calculados a partir dos dados de monitoramento da temperatura do reator em quatro pontos distintos a partir da base da resistência elétrica utilizada.

Pontos monitorados (cm)	Condição operacional		
	12 h	24 h	
	$k (W m^{-1} K^{-1})$		
52,0	0,47	0,44	
39,5	0,40	0,44	
26,5	0,36	0,34	
2,5	0,95	0,95	

Fonte: Produção do autor

Com base nos valores calculados (Tabela 8) é possível observar que o ponto 2,5 cm a partir da base da resistência elétrica, foi a posição com maior valor de condutividade térmica (k), destoando dos demais pontos monitorados. Dentre os parâmetros monitorados neste trabalho, não foi observada evidência que justificasse tal fato. Com isso, foi utilizado para o cálculo da condutividade térmica média apenas os três pontos superiores. A média de *k* obtido durante a operação em ambos TDHs foi de 0,41 ± 0,06 W m<sup>-1</sup> K<sup>-1</sup>, tal fato é esperado uma vez que a condutividade térmica é uma propriedade do material.

Outros trabalhos na literatura voltados ao tratamento de águas residuárias utilizando reator de leito estruturado (inspiração para o presente trabalho) avaliaram diferentes materiais como meio suporte: fibra de carbono, material cerâmico, PVC e tijolo refratário (PICANÇO et al., 2001; ZHANG et al., 2012). No entanto, pouco se sabe sobre as propriedades térmicas de tais materiais aplicados ao mesmo contexto do presente estudo.

Com relação à espuma de poliuretano, trabalhos especializados em determinação do coeficiente de condutividade térmica encontraram valores de k, para a espuma de poliuretano com alta densidade (374 kg m<sup>-3</sup>), de 0,066 W/m K (VENKATESAN et al., 2001), bastante inferior ao resultado encontrado neste estudo, 0,41 ± 0,06 W m<sup>-1</sup> K<sup>-1</sup>, possivelmente em função da diferença de densidade entre os materiais analisados (densidade da espuma utilizada no presente estudo: 23 kg m<sup>-3</sup>), e principalmente ao fluido utilizado, pois nos

trabalhos citados, foi utilizado o ar como fluido, já no presente trabalho foi utilizada água. Também avaliando a condutividade térmica para a espuma de poliuretano, Ankang e Houde (2013) encontraram valores de 0,28 W m<sup>-1</sup> K<sup>-1</sup> e 0,38 W m<sup>-1</sup> K<sup>-1</sup>, para espumas com densidade de 45 e 65 kg m<sup>-3</sup> respectivamente. Independente do fluido utilizado nos poros das espumas citadas nos estudos, vale salientar a heterogeneidade do material em relação aos fabricantes.

Destaca-se neste estudo que o maior valor de k foi associado à amostra com menor porosidade (71%). Neste caso, com a redução da porosidade há o aumento da condutividade térmica levando ao maior fluxo de calor através da espuma. Tal conclusão é especialmente útil para a otimização das características desejáveis para otimização de materiais suportes em reatores tipo TSBR. Outro ponto importante é o potencial fato da biomassa aderida à biomassa poder atuar positivamente para a maior transferência de calor através do meio suporte. No entanto, com as análises feitas até o momento, nada pode-se concluir sobre qual a concentração de biomassa ideal para otimizar a transferência de calor, considerando a condutividade térmica.

Alguns trabalhos voltados a produção de fibra de carbono enriquecidas com grafita em forma de espuma obtiveram valores de condutividade térmica entre 50 a 150 W m<sup>-1</sup> K<sup>-1</sup> (KLETT et al., 2000), considerando tais valores o fluxo de calor através do meio suporte do presente projeto, poderia ser muito maior, tornando mais efetivo o processo de aquecimento localizado da biomassa. Além dos materiais citados, com o crescimento das ciências dos materiais, diversos materiais compósitos têm sido desenvolvidos, com intuito de melhorar as características térmicas (condutividade térmica), como espuma de cobre, alumínio, níquel, grafita, entre outros (REHMAN et al., 2019).

Tal contexto, de desenvolvimento de espumas metálicas, além de promover maior capacidade de troca de calor, apresenta maior capacidade de troca de elétrons, em relação aos materiais suportes usualmente empregados (espuma poliuretano, PVC, cerâmica, etc.). Esta característica é especialmente útil combinada as tecnologias de tratamento de águas residuárias por sistemas bioeletroquímicos. Com isso o nicho mesofílico, teria função de reter e aquecer a biomassa, como também, poderia se tornar um biofilme eletroativo, facilitando a troca de elétrons interespécies de microrganismos e aumentar a densidade eletrônica, o que é fundamental para os sistemas bioeletroquímicos (BOROLE et al., 2011).

# 5.3 ESTIMATIVA DO COEFICIENTE DE CONVECÇÃO (*h*) PARA A TRANSFERÊNCIA DE CALOR NA FASE LÍQUIDA

Outro importante fator na determinação teórica da capacidade de transferência de calor no interior do reator, bem como entendimento das dinâmicas térmicas para a otimização dos processos, é o conhecimento do coeficiente de convecção (h). Uma vez que o principal mecanismo de troca de calor no meio líquido do reator é por meio da convecção térmica.

Como análise exploratória, os coeficientes de convecção foram determinados pontualmente em função das temperaturas medidas pelos termopares no interior do reator como descrito pela Figura 5. A Figura 17 apresenta um esquema baseado no conceito de circuito térmico equivalente utilizado para o cálculo dos coeficientes de convecção. Para o cálculo do coeficiente de convecção foram utilizados os dados de temperatura apresentados nas Tabela 6 e Tabela 7, e a Equação 14, baseada na lei de resfriamento de Newton. Os resultados são apresentados na Tabela 9.

Com base nos resultados dos coeficientes locais de transferência de calor por convecção (h) apresentados na Tabela 9, é possível notar uma tendência parabólica (Figura 18) dos valores de h ao longo do raio do reator. O maior valor de h foi observado no ponto vertical 39,5 cm, pouco acima do centro da haste térmica, onde na Figura 13, pode-se observar uma intensa manifestação das maiores temperaturas no interior do reator. Elevados valores do coeficiente h demandam maior taxa de calor necessária para o incremento da temperatura. Tal constatação pode ser útil na tomada de decisão para alocação de mais hastes no interior do reator.

A determinação do coeficiente de convecção em condições específicas, como em reatores anaeróbios são fundamentais para estimativa dos fluxos de calor, e principalmente para a determinação do perfil de temperatura. Tal variável é fundamental durante a operação de reatores biológicos, especialmente em condições de temperaturas psicrofílicas, nas quais, eventualmente, é aplicada a estratégia de aquecimento para aumentar a eficiência do processo.



Figura 17- Ilustração do sistema montado para o cálculo dos coeficientes de convecção  $(h_1, h_2 e h_3)$  baseado na taxa de calor (q) e considerando os pontos monitorados pelos termopares (T1, T2, T3 e T4)

Fonte: Produção do autor

Tabela 9 – Resultados	do coeficiente lo	ocal de transferên	cia de calor por	convecção para o	s diferentes
pontos monitorados pe	los termopares e	em relação ao raic	o do reator e con	primento vertical	l

Pontos monitorados a partir da base da haste elétrica	Temperaturas de referência	TDH 12 h	TDH 24 h
	K	<i>h</i> (W	$(m^{-2} s^{-1})$
	T1-T2	240,5	259,8
52 cm	T2-T3	19483,8	12989,2
	T3-T4	385,8	347,9
	T1-T2	428,2	161,7
39,5 cm	Т2-Т3	38967,6	38967,6
	T3-T4	556,7	548,8
	T1-T2	133,0	143,8
26,5 cm	T2-T3	4329,7	5566,8
	T3-T4	1257,0	1257,0
	T1-T2	140,7	143,8
2,5 cm	T2-T3	2435,5	5566,8
	T3-T4	1498,8	1257,0

Fonte: Próprio autor
Figura 18 – Estimativa dos coeficientes de convecção (*h*) determinados entre os pontos monitorados ao longo do reator TSBR em diferentes alturas



Fonte: Próprio autor

Além do método do resfriamento de Newton, também foi utilizada uma aproximação pela equação de Fourier, considerando a fonte de calor. Neste, caso os valores médios de h foram calculados a partir da Equação 19. Os resultados são apresentados na Tabela 10.

Tabela 10 – Estimativa dos coeficientes de convecção (h) obtidos pela equação de Fourier

Pontos monitorados ao longo do reator	Temperaturas de referência*	TDH 12 h	TDH 24 h			
	K	h (W	m <sup>-2</sup> s <sup>-1</sup> )			
52 cm		1470,5	1470,5			
39,5 cm	<b>T1 T</b> 4	2405,4	1245			
26,5 cm	11 - 14	1170,2	1261,1			
2,5 cm		1221,6	1261,1			
* Referência do mondo medido de acordo com a Figura 17						

Fonte: Próprio autor

Os resultados obtidos pelo método de difusão térmica de Fourier foram menores que os valores médios obtidos para uma mesma altura comparados aos resultados da Tabela 9. Tais diferenças são decorrentes das simplificações matemáticas adotadas em cada análise, a fim de obter uma estimativa de *h*. Usualmente as determinações do coeficiente de convecção térmica são realizadas por correlações obtidas em estudos específicos, para determinadas formas geométricas, vazões e fluidos. Na área de digestão anaeróbia, poucos trabalhos preocuparam-se em obter modelos para predizer a energia necessária para o aquecimento dos

reatores bem como obter a temperatura de trabalho da biomassa. Liu et al. (2017) avaliaram termicamente três reatores de tamanhos diferentes e fluxo ascendente, no entanto sem aquecimento interno. Os resultados demonstraram que o coeficiente de convecção é um dos parâmetros mais sensíveis do modelo proposto no trabalho, e que a precisão em sua determinação pode aumentar sensivelmente a acurácia do modelo. Já Müller et al. (2018), trabalharam com um reator de mistura completa, e destacaram as dificuldades para a determinação do coeficiente de convecção, que também foi obtido por aproximação a partir do número de Nussel.

No entanto, é importante associar essas informações à concentração de sólidos no reator TSBR (Tabela 11), uma vez que, a concentração de outras substâncias dissolvidas na água, alteram as suas propriedades físico-químicas. Segundo Liu et al. (2017) as propriedades termofísicas do lodo variam quando a concentração de sólidos é maior que 15%. Já para variações nas concentrações de sólidos em águas residuárias, não foi observado trabalhos com esse foco. Embora, durante a operação do reator ao TDH de 12 horas as concentrações de ST, tenham sido maiores, em relação ao TDH de 24 h, não foi possível estabelecer relação clara com os coeficientes de convecção encontrados.

TDH		Sólidos totais (ST) mg/L	Sólidos totais fixos (STF) mg/L	Sólidos totais voláteis (STV) mg/L
24 h	Média	503,5	309,3	242,3
24 11	*Devpad.	156,2	43,2	132,5
12 h	Média	623,3	342,9	245,4
	Devpad.	61,6	69,5	115,8

Tabela 11 - Concentração de sólidos monitorados ao longo da operação do reator TSBR

\*Desvio padrão de uma amostra

# 5.4 CARACTERIZAÇÃO HIDRODINÂMICA DOS REATORES

O conhecimento do regime de escoamento dos reatores é fundamental para predição do seu comportamento, seja com relação aos aspectos cinéticos bioquímicos ou a distribuição térmica no interior do reator. Com base nisso, a definição do comportamento hidrodinâmico dos reatores estudados foi a primeira avaliação realizada. A avaliação hidrodinâmica foi aplicada em apenas um reator, uma vez que os reatores testados foram idênticos, com diferença apenas, em relação a ausência de aquecimento e presença de aquecimento.

O teste sem aquecimento foi conduzido a temperatura ambiente, aproximadamente 30 °C (condição mesofílica), já para a condição com aquecimento sob ambiente psicrofílico (15 °C), a resistência elétrica foi mantida a  $48 \pm 2$  °C, tal escolha foi tomada para avaliar a condição extrema dentro da faixa mesofílica. Os testes hidrodinâmicos foram realizados considerando os TDHs operacionais de 24 horas e 12 horas. Com base na metodologia proposta por Levenspiel (1999), ambas as condições testadas, resultaram em um fluxo interno pistonado, uma vez que o número de reatores em série (N) foi maior que 30 para todos os ensaios. Sendo que, para o teste realizado à 30 °C o valor de N foi igual à 1352 para o TDH de 24 horas. Este resultado é esperado, uma vez que com a diminuição do TDH de 24h para 12 h, ocorre o aumento da velocidade ascensional, promovendo maior mistura.

Já para o ensaio psicrofílico, considerando aquecimento interno da haste de  $48 \pm 2$  °C, o valor do número de reatores em série foi igual a 404 para o TDH de 12 horas e 62 para o TDH de 24h. Possivelmente, com o aumento do TDH a massa líquida ficou exposta a um maior tempo de aquecimento, levando à variação da densidade do fluido, e consequentemente, a ocorrência de fenômenos como convecção natural que reduzem a característica pistonada do fluxo. Além da avaliação do escoamento, também foi observado que os TDHs reais foram próximos aos TDHs calculados. Os resultados obtidos estão apresentados na Tabela 12, e o detalhamento dos ensaios com relação a curva resposta normalizada F e curva E, do tempo de residência, são sumarizados na Figura 19.

	Tempo de Detenção Hidráulica (TDH)						
Variáveis	12 h	24 h	12 h	24 h			
	Sem aquecimento		Com aquecimento				
$\theta h_{med}(h)$	12,45	24,82	10,99	23,00			
N=	78,20	1351,36	404,36	61,64			
Eastar Deadura	So do autor						

Tabela 12 - Síntese dos dados obtidos pelos ensaios hidrodinâmicos

Fonte: Produção do autor



Figura 19 - Gráficos dos ensaios hidrodinâmicos realizados (Curva E: curva de tempo de residência; Curva F: curva normalizada da concentração do traçador em função do tempo)

Fonte: Produção do autor

# 5.5 MONITORAMENTO DOS PARÂMETROS DE ESTABILIDADE DOS REATORES

O controle dos processos anaeróbios primariamente é proporcionado pela concentração de matéria orgânica aplicada ao reator e pelas condições adequadas de operação, que podem ser resumidas, principalmente, pela temperatura e pH. A temperatura será discutida em um tópico separado a seguir, em função das características únicas empregadas neste trabalho com relação ao processo de aquecimento do meio suporte no interior do reator, e consequente distribuição da temperatura interna.

### 5.5.1 Monitoramento do pH e alcalinidade

O desempenho satisfatório de reatores anaeróbios requer a manutenção do pH entre 6,5 a 8,5 (SPEECE, 1983b), sendo que as melhores condições de desenvolvimento dos microrganismos metanogênicos ocorrem entre 6,8 e 7,4 (GRADY JR. et al., 2011). Durante a

operação dos reatores TSBR e RC, nas duas fazes testadas neste trabalho (TDH 24 h e 12h), o pH manteve-se estável e dentro das condições ideais para o desenvolvimento dos microrganismos metanogênicos (Tabela 13).

Outro indicador do desempenho dos processos anaeróbios é a relação entre a alcalinidade ácidos voláteis (AAV), definida como a alcalinidade intermediária (AI) e a alcalinidade bicarbonato (AB), que representa a alcalinidade parcial (AP). Tal relação, relativiza a abundância de ácidos orgânicos voláteis dentro do reator, o que é fundamental para a operação dos processos anaeróbios, uma vez que altas concentrações de ácidos orgânicos voláteis, podem ocasionar o colapso do reator em função do desequilíbrio das relações sintróficas entre as comunidades acetogênicas e metanogênicas (SCHINK, 1997). Com isso, a relação recomendada entre AI:AP, para o bom funcionamento da digestão anaeróbia, é entre 0,1 a 0,35 (RIPLEY; BOYLE; CONVERSE, 1986).

Neste trabalho todas as condições estudadas apresentaram valores médios da relação AI/AP, dentro do intervalo recomendado (Tabela 13). Tais resultados, demostram a estabilidade do funcionamento dos reatores e manutenção das condições apropriadas para formação de metano. O valor de AI/AP (0,68) para o reator RC sob TDH de 24 h, muito acima do valor máximo recomendado de 0,35, revela um possível distúrbio no funcionamento do reator, tal fato pode estar relacionado ao mal funcionamento da bomba, cuja vazão no início da operação apresentou variação expressiva, bem como no mal funcionamento do misturador, levando a decantação do amido no reservatório de alimentação do reator, e com isso aumento expressivo da DQO afluente ao reator.

Reator		TSBR		RC	
TDH	24h	12h	24h	12h	
pН					
Min.	6,67	6,53	6,41	6,72	
Max.	7,12	7,20	7,08	7,09	
Média	6,87	6,78	6,82	6,90	
Desv.Padrão	0,12	0,17	0,16	0,09	
Relação AI/AP					
Min	0,05	0,09	0,07	0,05	
Max	0,40	0,30	0,68	0,20	
Média	0,22	0,18	0,18	0,11	
Desv.Padrão	0,08	0,07	0,16	0,03	
	~ 1				

Tabela 13- Resultado das medições de pH do efluente ao longo do período de operação dos reatores testados

Fonte: Produção do autor.

#### 5.5.2 Monitoramento da DQO durante a operação dos reatores

Os reatores TSBR e RC funcionaram continuamente por um longo período variando apenas o tempo de detenção hidráulica (TDH), de 24 horas para 12 horas. O reator TSBR foi testado ao longo de 90 dias (Figura 20) para cada TDH, já o reator RC foi monitorado por 40 dias (Figura 21) em cada TDH.

Durante o monitoramento do reator TSBR para TDH de 24 h, a demanda química de oxigênio total (DQO<sub>t</sub>) média afluente foi de 572 mgDQO L<sup>-1</sup>, e a efluente foi de 291 mgDQO L<sup>-1</sup>, já na operação ao TDH de 12 h, a DQOt média afluente e efluente foi respectivamente, 526 mgDQO L<sup>-1</sup> e 242 mgDQO L<sup>-1</sup> (Figura 20). Assim como o reator TSBR, a DQOt do reator RC foi monitorada, sendo a DQOt afluente média ao TDH de 24 h de 464 mgDQO L<sup>-1</sup> e a efluente de 197 mgDQO L<sup>-1</sup>. Já nas condições de operação ao TDH de 12 h, a DQOt afluente e efluente ao reator RC foi respectivamente, 514 mgDQO L<sup>-1</sup> e 131 mgDQO L<sup>-1</sup> (Figura 21). Os resultados detalhados ao longo do período de monitoramento dos reatores TSBR e RC são apresentados na Figura 20 e Figura 21.





Fonte: Produção do autor.



Figura 21- Resultados do monitoramento de  $DQO_T$  na entrada e saída do reator RC ao longo do período de funcionamento.

Fonte: Produção do autor.

Com base nos valores estabelecidos na literatura, a DQO afluente está de acordo com os valores médios de DQO em esgotos domésticos, de aproximadamente 600 mg/L (SPERLING, 2005). O padrão oscilatório da concentração afluente, como pôde ser observado nas figuras se deve, em parte, pelo fato de pequenas variações na pesagem dos componentes que integraram o meio sintético. Além, de problemas como baixa solubilidade de alguns constituintes, variação na marca dos reagentes e eventual sedimentação de determinados componentes do meio sintético no reservatório de alimentação do reator. Neste caso, destacase o desenvolvimento de um misturador lento para a manutenção da homogeneidade do meio sintético.

### 5.5.3 Eficiência na remoção de DQO<sub>t</sub> nos reatores TSBR e RC para os TDHs de 24 h e 12h.

As eficiências de remoção de DQO<sub>t</sub> para os reatores TSBR e reator controle (RC) são apresentadas na Figura 22. Para o reator TSBR as eficiências de remoção de DQO<sub>t</sub>, nas condições operacionais com TDH de 24 h e 12 h, foram estatisticamente diferentes, segundo o teste-t ao nível de significância de 5%. Durante a operação do reator TSBR ao TDH de 12 h, a

eficiência média foi de 53,48  $\pm$  1,10 %, já ao TDH de 24 h, a eficiência média foi de 47,76  $\pm$  2,25 %. O mesmo padrão de rendimento foi observado no reator RC, cujas médias de eficiência de remoção da DQO<sub>t</sub> foram estaticamente diferentes pelo teste-t ao nível de significância de 5%. Para o reator RC a média de remoção de DQO<sub>t</sub> ao TDH de 12 h foi de 74,15  $\pm$  1,1% e ao TDH de 24 h foi 56,92  $\pm$  2,06%.

A partir dos dados apresentados, constata-se que as maiores eficiências estão associadas ao TDH de 12 horas (Figura 22). O abaixamento do TDH leva ao aumento da velocidade ascensional, que por sua vez pode contribuir positivamente para a transferência de massa entre o substrato e a biomassa aderida ao meio suporte. Tal resultado parece estar de acordo com outros estudos envolvendo reatores de leito estruturado, cujos resultados apontaram melhores rendimentos de remoção de DQO em TDHs próximos à 12h (ABREU; ZAIAT, 2008; CAMILOTI et al., 2014; MOCKAITIS et al., 2014).

Figura 22- *Box plot* dos resultados de remoção de matéria orgânica em termos de DQO total removida dos reatores TSBR e RC nos TDHs de 24h e 12h



Fonte: Produção do próprio autor.

Com relação às diferenças de rendimento entre os reatores, o reator RC apresentou melhor desempenho em ambos os TDHs avaliados, sendo que, na melhor condição

operacional o reator RC apresentou uma eficiência pouco maior que vinte pontos percentuais em relação ao reator TSBR. Potencialmente o maior rendimento do reator RC pode ser atribuído à condição térmica operacional mesofilica, em que o reator RC foi mantido. Em tais condições as taxas metabólicas dos microrganismos responsáveis pela degradação da matéria orgânica são favorecidas, além de termodinamicamente ser uma condição mais estável (KIM; KIM; YUN, 2017; WIEGEL, 1990). Embora, em um primeiro momento, o reator TSBR tenha apresentado resultados inferiores aos obtidos pelo RC, a eficiência de remoção de DQO<sub>t</sub> por watts gastos no aquecimento dos reatores - considerando uma temperatura ambiente de 15 °C – foi pouco mais que o dobro para o reator TSBR em relação ao RC. Considerando o melhor cenário, a eficiência de remoção de DQOt (mgDQOt W<sup>-1</sup>) para a operação do reator TSBR ao TDH de 12 h, foi de 40 mgDQOt W<sup>-1</sup>, já para o reator controle foi de 17 mgDQOt W<sup>-1</sup>. Esta constatação é fundamental ao considerarmos a aplicação de sistemas de tratamento em condições psicrofílicas visando aspectos econômicos, principalmente de economia de energia, podendo até mesmo, representar uma economia de emissão de gases de efeito estufa, uma vez que a energia também pode ser produzida a partir da queima de combustíveis fósseis.

Com relação aos reatores de leito estruturado em condições mesofílicas, e com meio suporte composto por espuma de poliuretano, as eficiências de remoção de DQO máximas, em condições ótimas, reportadas na literatura foram entre 78% a 80%, pouco maiores que as obtidas pelo reator RC deste estudo (CAMILOTI et al., 2014; MOCKAITIS et al., 2014). Em termos de comparação de eficiência em condições psicrofílicas, ainda são escassos dados do desempenho de reatores de leito estruturado, que é o conceito de reator mais próximo deste trabalho. Até o momento, apenas Zhang et al. (2012) exploraram o conceito de reator de leito estruturado em condições psicrofílica, porém com meio suporte formado por fibra de carbono. A eficiência máxima reportada, em condições ótimas, foi de 51,77% para 18°C e 29,68% para 15°C, que são valores inferiores ao obtido pelo reator TSBR, operando em ambiente psicrofílico, descrito neste trabalho.

Outras configurações de reatores reportadas na literatura concentram-se principalmente em reatores de crescimento suspenso ou membrana. Nestes estudos, as eficiências encontradas foram entre 51,1 % a 92,5% de remoção de DQO, operando na temperatura de 15°C (GAO et al., 2014; SMITH; SKERLOS; RASKIN, 2013). Sendo que, as maiores eficiências, acima de 80 %, são atribuídas aos reatores de membranas (GOUVEIA et al., 2015; MARTINEZ-SOSA et al., 2011; SHIN et al., 2014). Porém, tais trabalhos apontam

como pontos negativos a dificuldade de granulação do lodo e o recorrente entupimento dos poros das membranas.

Com base nos resultados deste trabalho, os principais problemas associados ao tratamento em condições psicrofílicas, são mitigados pela configuração apresentada através do reator TSBR, primeiramente, em função do suporte térmico oferecido à biomassa, uma vez que a biomassa aderida está sob condição mesofílica, reduzindo os efeitos adversos das baixas temperaturas ambientais e reduzindo a necessidade de adaptação da biomassa. Outro aspecto favorável é o desenvolvimento de biomassa aderida, ou biofílme. Os biofílmes possuem maior capacidade de manutenção de biomassa especializada, resistência aos eventuais estresses ambientais, e manutenção de elevada concentração e diversidade de biomassa (SASAKI et al., 2009; SILVA et al., 2006).

Além dos reatores utilizando membranas, os melhores resultados de remoção de DQO, estão associados a reatores com longos períodos de aclimatação da biomassa mesofílica à condição psicrofílica, períodos quem podem variar de meses a anos (SHIN et al., 2014). Em função da proposta do reator TSBR, o estudo não empregou período de aclimatação, uma vez que a biomassa utilizada era originalmente mesofílica e o meio suporte ao qual a biomassa foi inoculada permaneceu sob temperatura mesofílica. Tal fato tem potencial positivo principalmente em sistemas modulares, que precisam apresentar respostas imediatas, como para comunidades isoladas ou mesmo, para suprir ausência de infraestrutura decorrentes de desastres naturais.

Com relação as demais frações de DQO, a Tabela 14 traz os resultados completos das frações solúveis e particulada, bem como uma descrição estatística dos resultados. Analisando a Tabela 14, nota-se que as proporções de DQO particulada e solúvel são aproximadamente 50/50 no afluente aos reatores. Porém, após o processo de tratamento, em ambos os reatores, a porcentagem de DQO solúvel no efluente foi 50 % maior que a DQO particulada. Tal aumento é corroborado pelas eficiências de remoção de DQOp nos reatores, onde, para o reator TSBR foi de ~70%, e para o reator controle foi de 79 %. Os valores encontrados para o reator TSBR estão de acordo com outros estudos que avaliaram o tratamento anaeróbio psicrofílico combinado à uma fase mesofílica (35 °C) pré-hidrólise, como a eficiência de 69% obtida por Zhang et al. (2013), podendo, para os melhores casos chegar a 76 $\pm$  9,1 (ZHANG et al., 2018) ou até mesmo 87 % (MAHMOUD et al., 2004). Embora os resultados dos trabalhos citados pareçam mais promissores que os encontrados neste trabalho, vale ressaltar que outros

artificios operacionais, como recirculação do efluente, foram utilizados para aumentar a eficiência do processo.

O aumento da remoção de material particulado pode ser explicado pelo efeito da hidrólise sobre a matéria orgânica particulada, sendo que o incremento da hidrólise na fase inicial do processo de degradação anaeróbia é fundamental para a eficiência global do processo. Com base nas proporções de DQO solúvel e partícula, como apresentado na Tabela 14, é possível inferir que o sistema proposto para o reator TSBR, quando comparado ao reator controle, apresenta mesmo potencial de favorecimento da fase hidrolítica. Segundo o modelo proposto por Zhang et al. (2016), em condições desfavoráveis aos processos anaeróbios, como em baixas temperaturas, o estimulo térmico pontual favorece a produção de enzimas hidrolíticas que permanecem atuando em solução mesmo após o abaixamento da temperatura.

Com relação às eficiências de remoção de DQO solúvel para o reator TSBR (~29 % para o TDH de 24 h e ~38 % para o TDH de 12 h), os resultados foram pouco superiores aos encontrados em outros estudos como, 30% obtido por Mahmoud et al. (2004) e 23% obtido por (ZHANG et al., 2013). No entanto, as eficiências de remoção de DQO solúvel do reator controle (39,5 % para o TDH de 24 h e ~ 69 % para o TDH de 12 h) foram maiores que o TSBR.

Reatores TDH	Variáveis —		Afluente		Efluente %EF		%EF %EF		Afluente		Efluente				
	TDH	estatísticas	DQOt	DQOp	DQOs	DQOt	DQOp	DQOs	DQOp	DQOs	DQOt	%DQOp	%DQOs	%DQOp	%DQOs
		Média	572,08	297,16	274,92	291,64	99,44	192,20	63,82	29,27	47,77	51,26	48,74	34,19	65,81
	4 h	Desvpad.	94,06	84,89	39,80	38,81	20,66	32,70	13,82	12,66	11,26	7,76	7,76	5,79	5,79
	Н 2	CV (%)	16,44	28,57	14,48	13,31	20,78	17,01	21,65	43,25	23,58	15,14	15,92	16,94	8,80
BR	TD	Máx.	756,50	471,00	331,00	356,50	146,00	269,50	79,42	48,23	63,83	63,66	63,82	46,79	76,72
$\mathbf{TS}$		Min.	368,00	184,00	170,50	170,50	61,00	109,50	26,08	2,64	15,22	36,18	36,34	23,28	53,21
ator		Média	526,38	260,29	266,08	242,23	78,19	164,04	69,28	37,92	53,48	48,57	51,43	32,01	68,00
Re	l2h	Desvpad.	11,69	28,80	10,29	6,64	32,03	12,44	13,93	22,50	5,43	19,09	18,02	29,75	14,00
	1 Ho	CV (%)	61,56	74,95	27,38	16,07	25,04	20,40	9,65	8,53	10,15	9,27	9,27	9,52	9,52
	TD	Máx.	628,50	409,00	322,00	265,50	110,00	206,00	87,08	52,92	60,48	65,08	71,63	44,53	92,97
		Min.	423,00	120,00	208,50	204,00	15,50	137,00	49,49	15,11	37,90	28,37	34,92	7,03	55,47
		Média	464,83	238,30	226,53	197,30	64,13	133,17	71,87	39,52	56,92	51,23	48,77	33,06	66,94
	4 h	Desvpad.	88,65	58,87	53,78	40,90	17,30	38,08	9,90	15,83	8,00	7,08	7,08	9,06	9,06
	Н 2	CV (%)	19,07	24,70	23,74	20,73	26,98	28,59	13,77	40,06	14,06	13,83	14,53	27,40	13,54
Ŋ	TD	Máx.	601,00	350,50	295,50	261,50	88,50	201,50	89,28	67,76	69,65	65,45	60,05	48,76	85,63
or R		Min.	305,50	152,50	153,00	137,50	23,00	86,00	53,77	18,95	44,52	39,95	34,55	14,38	51,24
eatc		Média	514,31	241,78	272,53	131,28	46,70	84,60	79,71	68,74	74,15	46,32	53,68	34,30	65,70
R	2h	Desvpad.	62,66	62,43	20,73	17,90	21,22	9,67	9,65	4,78	4,36	7,46	7,46	12,82	12,82
	H 1	CV (%)	12,18	25,82	7,61	13,64	45,43	11,42	12,11	6,95	5,88	16,11	13,90	37,39	19,52
	ΠD	Máx.	662,00	372,50	306,50	171,50	86,50	99,50	97,40	76,68	83,46	56,40	71,25	50,44	93,75
		Min.	389,50	112,00	232,50	96,00	6,00	67,50	64,67	58,28	67,33	28,75	43,60	6,25	49,56

Tabela 14- Síntese dos dados referentes ao monitoramento das diferentes frações de DQO para os reatores TSBR e RC durante as duas fases de operação (TDHs de 24 e 12 horas)

DQOt: demanda bioquímica total; DQOp: demanda bioquímica particulada; DQOs: demanda bioquímica solúvel; %EF: eficiência da remoção de DQO; %DQO: porcentagem de DQOp e DQOs presente na DQOt

### 5.5.4 Análise qualitativa do biogás produzido

Para ambos os reatores monitorados, majoritariamente a composição do biogás foi CH<sub>4</sub>, com participação do CO<sub>2</sub>. As porcentagens médias dos gases monitorados no reator TSBR e RC, são detalhadas na Tabela 15.

Tabela 15 - Síntese dos resultados de monitoramento do biogás produzido ao longo da operação dos reatores ao TDH de 24 e 12 horas

Reatores	TDH	24 h	TDH 12 h		
	CH <sub>4</sub>	$\mathrm{CO}_2$	$CH_4$	$CO_2$	
TSBR	$82 \pm 7 \%$	$18 \pm 7\%$	$89 \pm 3\%$	$11 \pm 3\%$	
RC	$90 \pm 1 \%$	$10 \pm 1\%$	$89 \pm 1\%$	$11 \pm 1\%$	
	• •				

Fonte: Próprio autor

No tratamento de águas residuárias complexas, a proporção do metano no volume dos gases produzidos pode variar de 47 a 74%, e a do  $CO_2$  de 16 a 48% (LEBRERO et al., 2016). Neste estudo, potencialmente, em função da simplicidade do substrato e condições de operação controladas a proporção de metano na fase gasosa foi de 82 a 90 %, o que também está de acordo com outros estudos que obtiveram proporção máxima de 86 % de metano, em relação aos demais gases (HARTLEY; LANT, 2006).

Com relação ao efeito da temperatura sobre as proporções dos gases produzidos, estudos apontam que para a faixa mesofilica de 25 °C a 35 °C, não foram observadas diferenças estatísticas na composição do metano (CHAE et al., 2008). Tal padrão também pôde ser observado nos resultados encontrados neste trabalho. No entanto, em temperaturas baixas, especialmente na faixa psicrofílica, há diminuição da fração de metano a medida que ocorre o abaixamento da temperatura dos reatores anaeróbios, em parte, este fato está associado à solubilização do CH<sub>4</sub> na fase líquida (PETROPOULOS et al., 2017).

Segundo o trabalho dos autores Souza, Chernicharo e Aquino (2011), os valores do metano dissolvido na fase líquida, em reatores anaeróbios, podem variar de 36 a 41 % do total de metano produzido. Neste trabalho, as porcentagens de metano dissolvido, estimadas, na fase líquida variaram entre 25 a 72 %, sendo que o maior valor foi para o reator controle operando ao TDH de 24h, o menor valor de metano dissolvido também foi para o RC, operando ao TDH de 12h (Tabela 16). O reator TSBR apresentou valores intermediárias sendo a menor fração dissolvida para o TDH de 24 h. Outro ponto importante, como

mencionado acima, é o aumento do metano dissolvido em função do abaixamento da temperatura, para o presente estudo não foi observada tal tendência.

Reator	TDH	<i>DQO<sub>CH4</sub></i> (mg L <sup>-1</sup> )	[CH4 <sub>dis</sub> .]* (mg L <sup>-1</sup> )	$Q_{CH4} \ (m^3 d^{-1})$	$Q_{CH4dis.} \ (\mathrm{m^3  d^{-1}})$	$Q_{CH4}$ - $Q_{CH4dis.}$ (m <sup>3</sup> d <sup>-1</sup> )	Q <sub>CH4 dis.</sub> /Q <sub>CH4</sub> (%)	<i>РЕ</i> (kJ d <sup>-1</sup> )
TSBR	12	241,18	16,86	1,05	0,70	0,35	66%	1,4E+04
ISDK	24	122,21	15,51	1,07	0,35	0,72	33%	2,8E+04
RC	12	230,08	16,82	1,00	0,73	0,28	72%	1,1E+04
ĸĊ	24	164,70	16,99	1,44	0,36	1,07	25%	4,2E+04
Nota·* 1	Nota* método adaptado de Souza. Chernicharo e Aquino (2011)							

Tabela 16 – Resultados da estimativa de metano produzido a partir da DQO removida considerando o metano dissolvido na fase líquida e seu potencial para a produção de energia

Fonte: Produção do autor

As concentrações de metano dissolvido para o presente estudo variaram entre 15,5 mg  $L^{-1}$  à ~17 mg  $L^{-1}$ , são concentrações semelhantes às descritas Souza, Chernicharo e Aquino (2011), cujos valores reportados foram de 18 a 22 mg  $L^{-1}$  de metano dissolvido na fase líquida no reator UASB. Um outro ponto importante é o potencial energético associado ao metano produzido. Na Tabela 16 é apresentado valores de potencial elétrico. Considerando a produção de biogás para o reator TSBR, a produção diária de energia poderia chegar 324 W, 46 vezes maior que a demandada para o aquecimento da resistência elétrica utiliza para aquecer a biomassa aderida. Evidentemente que os demais processos de beneficiamento para a utilização dessa energia produzida na forma de metano reduziriam tal eficiência, no entanto com o avanço nas tecnologias de beneficiamento de bioenergia, nos próximos anos tal aproveitamento poderá ser factível.

# 5.6 AVALIÇÃO MORFOLÓGICA DOS MICRORGANISMOS

Ao final do monitoramento do reator TSBR e reator controle (RC), foram realizadas investigações microscópicas preliminares, por meio da microscopia de contraste de fase e fluorescência, em amostras de biomassa extraídas da espuma de poliuretano em diferentes alturas do reator. Para maior detalhamento e observação das morfologias e distribuição da colonização do biofilme sobre o meio suporte foi utilizada a microscopia eletrônica por varredura (MEV), procedida nas amostras de espuma de poliuretano de diferentes alturas do reator.

#### 5.6.1 Distribuição dos microrganismos nos reatores

Os exames microscópicos das amostras dos reatores (TSBR e RC) apresentaram ampla diversidade morfológica da biomassa extraída do meio suporte (espuma de poliuretano), sendo as morfologias predominantes bacilos, cocobacilos e células semelhantes à *Methanosarcina* sp. e *Methanosaeta* sp., exemplificadas na Figura 24-a e Figura 25-a. Por meio da microscopia de fluorescência, foi possível inferir a presença de archaeas metanogênicas em todas as posições avaliadas do meio suporte e em ambos os reatores estudados (Figura 24-b; Figura 25-b; Figura 26-b; Figura 27-b; Figura 28-b,d). O que era esperado uma vez que as condições de operação do reator eram anaeróbias.

Na Figura 29, é apresentado um detalhamento de uma morfologia presente nos reatores TSBR e RC, nas diferentes posições amostradas. Tal morfologia é semelhante às *Methanotrix* sp. descritas por Zinder et al. (1987) – tal gênero foi atualizado por Patel e Sprott (1990) e classificado como *Methanosaeta* - , onde há presença de vesículas de gás ao longo do comprimento do cilíndrico protoplasmático da célula. Diferente de outras células metanogênicas os autores relatam que não há fluorescimento das células quando excitadas com radiação nos comprimentos 420 nm e 350 nm, assim como foi observado no presente trabalho.

Analisando as amostras do reator TSBR, é possível observar uma maior intensidade de fluorescimento dos organismos metanogênicos localizados na parte superior do meio suporte com relação aos demais (Figura 24-a). Segundo Doddema e Vogels (1978), tal fato pode estar associado a presença de células mais jovens. Durante as observações microscópicas, não foi observada uma tendência do predomínio de células com florescimento intenso.

Outro aspecto relevante é o predomínio das morfologias bacilos e cocobacilos na entrada do reator TSBR (Figura 30-a) em detrimento de morfologias semelhantes à *Methanosarcina* sp, presente na mesma posição do reator RC (Figura 30-b). As *Methanosarcina* sp são organismos que se desenvolvem melhor em altas concentrações de acetato, em relação às *Methanosaetas*. Como não foi possível medir a concentração de acetato nos pontos específicos do reator, uma possível explicação para essa é em relação à temperatura, pois a entrada do reator é um dos pontos de menor temperatura, e as *Methanosarcina* sp apresentam crescimento ótimo em temperaturas mesofílicas, comumente acima de 35°C (SOWERS; JOHNSON; FERRY, 2017).

Figura 24 - Imagens microscópicas da biomassa aderida ao meio suporte do reator TSBR localizada na parte superior do meio suporte (A); Marca da escala 10 µm; (a): microscopia por contraste de fase; (b): microscopia com fluorescência





Fonte: Próprio autor

Figura 25 - Imagens microscópicas da biomassa aderida ao meio suporte do reator TSBR localizada próximo ao centro do meio suporte (B); Marca da escala 10 µm; (a): microscopia por contraste de fase; (b): microscopia com fluorescência



Fonte: Próprio autor.



Figura 26 - Imagens microscópicas da biomassa suspensa do reator TSBR coletada no ponto C; Marca da escala 10 µm; (a): microscopia por contraste de fase; (b): microscopia com fluorescência

Fonte: Próprio autor.

Figura 27 - Imagens microscópicas da biomassa aderida ao meio suporte do reator TSBR localizada próximo a parte inferior do meio suporte (D); Marca da escala 10 µm; (a): microscopia por contraste de fase; (b): microscopia com fluorescência



Fonte: Produção do autor

Figura 28 - Imagens microscópicas da biomassa aderida ao meio suporte do reator controle (RC) (A: parte superior do reator; e B: parte inferior do reator) (Marca da escala:  $10 \ \mu m$ )



Fonte: Produção do autor

Figura 29 – Detalhe da morfologia semelhante às *Methanotrix* sp. com vacúolos descritas por Zinder et al. (1987)



Fonte: Produção do autor

Figura 30 - Microscopia da biomassa presente no cone de alimentação dos reatores TSBR (A) e RC (B);(Escala 10 µm)



Fonte: Produção do autor

### 5.6.2 Colonização do meio suporte

Para um maior detalhamento e entendimento do processo de colonização e distribuição dos microrganismos ao longo do interior do meio suporte foi utilizada a técnica de microscopia eletrônica de varredura (MEV). Para tal, foi avaliado um fragmento da espuma utilizada como meio suporte referente a cada reator estudado, como ilustrado pela Figura 31. As observações pela MEV foram realizadas em diferentes profundidades do meio suporte a partir da superfície, como detalhado na Tabela 17.

Amostras TSBR	Profundidade da observação a partir da superfície (mm)	Amostras RC	Profundidade da observação a partir da superfície (mm)
2,5	0	2,3,4	0
6,7	1,32	6,7	1,33
11	2,16	9,10	2,93
13,15	3,61	11	3,77
16,17	4,67	13	4,61
19,21	5,35	14	5,54
23	7,78	16	7,78
-	-	18	8,28

Tabela 17 – Detalhamento das profundidades observados na MEV a partir da superfície da espuma utilizada como meio suporte, retirada do reator TSBR e reator RC

Fonte: Produção do autor

Por simples inspeção visual é possível notar o gradiente de colonização considerando a camada exposta diretamente ao meio líquido do reator e a parte da espuma em contato com a resistência elétrica (Figura 31). Tal fato pode estar associado à má difusão dos compostos presente na fase líquida para o interior da espuma, levando ao crescimento insipiente dos microrganismos, devido ao não acesso à determinadas substâncias.

Figura 31- Detalhamento da retirada de amostra de espuma de poliuretano utilizada como meio suporte nos reatores estudados para análise por microscopia eletrônica de varredura



Fonte: Produção do autor

A partir da inspeção das imagens obtidas pela MEV das amostras de meio suporte do reator TSBR (Figura 32, Figura 33 e Figura 34) e reator controle (RC) (Figura 35, Figura 36 e Figura 37), aparentemente, foi observado uma maior diversidade de morfologias no reator TSBR em relação ao RC. Tal fato está de acordo com outros trabalhos que mostraram que com a diminuição da temperatura – da condição mesofílica para psicrofílica – há maior diversificação de microrganismos (WU; CHIN; CONRAD, 2002). Ou seja, mesmo com a tentativa de condicionamento de um microclima mesofílico, as dinâmicas microbiológicas ainda assim parecem ter apresentado padrão de resposta, ao estresse térmico, para condição psicrofílica.

Nas Figura 32-5,7 e Figura 33-13,17, é possível observar a diversidade de morfologias, corroborando as observações microscópicas exploratórias, como descrito no item 5.6.1. É possível observar em detalhe a forma de cocos na Figura 32-5, e um recobrimento insipiente, potencialmente de substância polimérica extracelular, além da morfologia de cocos, também é possível observar estruturas filamentosas. Na Figura 32-7, é possível observar estruturas tipo bastonetes. Em função da distribuição e aparente abundância dos microrganismos, não é possível estabelecer uma tendência de associação entre as diferentes morfologias, e destaca-se, a formação dos biofilmes por diversas morfologias, como pode ser observado em destaque pelas Figura 34-19, 21.



Figura 32- Imagens da microscopia eletrônica de varredura realizada em uma amostra de meio suporte do reator TSBR.

Fonte: Produção do autor.

Figura 33- Imagens da microscopia eletrônica de varredura realizada em uma amostra de meio suporte do reator TSBR (cont.).



Fonte: Produção do autor.



Figura 34- Imagens da microscopia eletrônica de varredura realizada em uma amostra de meio suporte do reator TSBR (cont.).

Fonte: Produção do autor.

Na Figura 35-(2,5) pode ser observada uma massa amorfa homogênea, que possivelmente é uma substância polimérica extracelulares produzidas pelas células (Acrônimo em inglês EPS). Estas substâncias estão ligadas a fixação dos microrganismos a superfícies sólidas, como o meio suporte de poliuretano utilizado neste trabalho. Tais processos podem estar associados a estresses térmicos, como descrito por Watanabe et al. (2017), em que, ao estudar o tratamento anaeróbio psicrofílico (10 °C) em um reator com membrana, observou o aumento da colmatação dos poros da membrana por material polimérico. No entanto, no presente estudo, a maior concentração de substâncias com características poliméricas, foi encontrada no reator controle, cuja temperatura de funcionamento foi de 35 °C. Nestas circunstâncias, a produção de substâncias poliméricas serve para promover a imobilização da biomassa ao meio suporte, sendo que, em meios suporte inorgânicos há maior produção de substâncias poliméricas favorecendo a maior densidade de biofilmes (CHANAKYA; KHUNTIA, 2014).

Figura 35- Imagens da microscopia eletrônica de varredura realizada em uma amostra de meio suporte do reator RC



Fonte: Produção do autor.

7 18 16 14 13 11 WD 0 µm HV 5.00 kV spot HV HFW 5.00 kV 20.0 µm ÷. 9,10 10 6,7 11 2,3,4 Superfície

Figura 36- Imagens da microscopia eletrônica de varredura realizada em uma amostra de meio suporte do reator RC (Cont.)

Fonte: Produção do autor.



Figura 37- Imagens da microscopia eletrônica de varredura realizada em uma amostra de meio suporte do reator RC (Cont.)



Fonte: Produção do autor

Na Tabela 18, é apresentado um resumo das principais observações realizadas durante as análises de microscopia, sistematizando as principais informações presentes nas figuras, e, também, referente às anotações durante as observações microscópicas. Destaca-se a morfologia semelhante a *Methanosaeta* sp, extremamente presente em ambos os reatores, principalmente na parte mais externa da espuma. Em sistemas anaeróbios, correntemente os microrganismos desse gênero são reportados como protagonistas do processo anaeróbio associado ao desenvolvimento de biofilmes em forma de grânulos, embora também tenha sido reportado associado ao desenvolvimento de biofilmes em meio suportes (FIA et al., 2010; O'REILLY et al., 2010; ZHANG et al., 2011b)

Morfologias	Reatore	es .
Moriologias	TSBR	RC
Cocos	MF	R
Bastonetes	Р	Р
Filamentosas	F	F
Espiroquetas	F	F
Semelhante a Methanosaeta sp.	Р	Р
Semelhante a Methanosarcina sp.	MF	R
Bastonetes fluorescentes	-	-
Cocus fluorescentes	-	-
Índices: (P) Predominante: (F) Frequente: (MF) Menos Freque	ente: (R) Raro: (-) não observado	

Tabela 18 - Incidência de morfologias nos reatores TSBR e RC com base na microscopia de contraste de fase e microscopia eletrônica de varredura.

Fonte: Próprio autor

Com relação às morfologias na forma de cocos, e, principalmente, de bastonetes, bastante presentes em ambos os reatores, são morfologias geralmente associadas às bactérias fermentativas e hidrolíticas, participantes do processo de digestão anaeróbia (LIMA et al., 2005). As formas de cocos e bastonetes, além de representarem grupos de bactérias, também são reconhecidamente formas de arqueias hidrogenotróficas (DEMIREL; SCHERER, 2008; SAKAI et al., 2012). Neste contexto, fundamentais no processo da relação sintrófica, na digestão anaeróbia, por participarem da remoção de H<sub>2</sub> do meio para o favorecimento da produção de acetato. Destaca-se também, a maior colonização do meio suporte em profundidade no reator TSBR, comparado ao RC, como pode ser observado nas figuras: Figura 34- 19,21,23 e Figura 37- 16,18. Como pode ser observado, houve a formação de espessa camada de biofilme em profundidade no reator TSBR, possivelmente em função do gradiente térmico criado pela diferença de temperatura entre a fonte de calor e o meio externo. Embora, as observações microscópicas tenham mostrado, relativamente maior diversidade de microrganismos no meio suporte do reator TSBR, maiores detalhes, relacionados à quantificação sobre a abundância e diversidade serão apresentados a seguir.

### 5.6.3 Diversidade dos microrganismos presentes nos reatores

As análises pela metodologia da eletroforese em gel com gradiente desnaturante (DGGE) foram realizadas para avaliar as possíveis alterações das comunidades microbiológicas em função das condições de operação dos reatores (mesofílica completa: aquecimento total do reator; e mesofílica parcial: com aquecimento localizado da biomassa aderida ao meio suporte). Para esta análise foram utilizadas amostras do reator RC (condição

mesofilica completa), TSBR (mesofilica parcial), e uma amostra de um teste preliminar efetuado com o reator TSBR<sub>teste-inoculação</sub>, durante a inoculação e operação deste reator por 10 dias (item 4.10).

De acordo com o dendograma obtido a partir da análise por DGGE (Figura 38), há uma clara diferença entre as condições de operação, mesofílica completa e parcialmente mesofílica para o domínio *Archaea*, no entanto essa diferença foi menor considerando o domínio *Bacteria*. A similaridade entre o reator completamente mesofílico e parcialmente mesofílico foi pouco menor que 50 % (47%), provavelmente tal similaridade pode ser atribuída ao mesmo inóculo utilizado em ambos os reatores. A diferenciação dos microrganismos e tais condições é esperada, uma vez que a temperatura é reconhecidamente um fator de forte pressão sobre a diferenciação dos microrganismos. Segundo os autores Ferreira et al. (2018) e Lettinga (2001), as condições térmicas e o tempo de exposição à tais condições, podem levar a alterações nas rotas metabólicas em função das diferentes condições termodinâmicas em que as reações de síntese e degradação ocorrem.

Com relação ao reator TSBR que foi testado previamente por 10 dias (TSBR<sub>teste-inoculação</sub>) e o mesmo reator ao longo da avaliação completa, o índice de similaridade para o domínio *Bacteria* foi de 57%, o que pode ser considerado baixo, uma vez que foi utilizado o mesmo inóculo e as mesmas condições de operação. No entanto, essa variação entre os períodos de operação de 180 dias para o reator TSBR e 10 dias para o reator TSBR<sub>teste-inoculação</sub>, pode ter proporcionado maior estabilidade e período de aclimatação para os microrganismos.

O domínio das *Archaeas* foi mais sensível à variação das condições térmicas operacionais. Na Figura 38, é possível observar o dendograma de similaridade para o domínio *Archaea*, onde a similaridade entre os reatores TSRB e RC foi de apenas 32 %. Tal fato indica uma mudança na estrutura da comunidade das *Archaeas*, outros trabalhos obtiveram resultados semelhantes avaliando a dinâmica das *Archaeas* com relação a variação de temperatura (WU; CHIN; CONRAD, 2002).

Diferentemente do baixo valor de similaridade entre o domínio *Bacteria* para os reatores TSBR e TSBR<sub>teste-inoculação</sub>, a similaridade entre o domínio *Archaea* foi de 70 %, o que representa uma pequena variação entre as comunidades iniciais e as comunidades estabelecidas. Tal diferenciação, assim como discutido por O'Reilly et al. (2009) and Bialek et al. (2014), pode estar associado ao perído de aclimatação.

Figura 38 – Perfis das bandas obtidas por DGGE a partir da biomassa aderida ao meio suporte de espuma poliuretano, onde as letras A, B e C indicam o posicionamento em que as amostras foram coletas no meio suporte, e TSBR\*= TSBR<sub>teste-inoculação</sub>.



Fonte: Próprio autor

Analisando a similaridade entre as comunidades microbiológicas com relação à posição da biomassa no meio suporte, é possível inferir que a distribuição térmica no entorno do meio suporte (Figura 13) para o reator TSBR, pode ter influenciado a similaridade entre a biomassa aderida em diferentes alturas da haste. Como pode ser observado na Figura 38, para o domínio *Archaea* as maiores similaridades foram observadas entre as amostras coletadas no meio e no topo do meio suporte. Para o reator TSBR a similaridade entre as biomassas nas posições A e B foram de 97 %, já entre as posições A/B e C foi de 93 %. Para o reator TSBR<sub>teste-inoculação</sub>, a similaridade entre as posições A e B foram de 97 %, já entre as posições A e B foram de 92 %. Tal padrão de temperatura e consequentemente entre similaridades entre os microrganismos pode ter sido devido ao efeito de convecção térmica, promovendo determinadas plumas de calor.

A diversidade e a riqueza das comunidades microbiológicas em cada reator foram acessadas, a partir das bandas de DGGE, pelos índices de diversidade de Shannon (H') e riqueza de Chao-1 (Tabela 19). Estes índices demostraram que a diversidade e a riqueza das metanogênicas foram menores do que as bactérias, comportamento também observado por (O'REILLY et al., 2010) ao avaliar reatores EGSB em condições psicrofílicas.

Os índices de diversidade e riqueza das comunidades de arqueias e bactérias presentes no reator RC (reator controle completamente aquecido) foram um pouco maiores que no reator TSBR. Com relação ao domínio bactéria não foi observado variação expressiva dos valores de diversidade e riqueza entre os reatores analisados (TSBR, TSBR<sub>teste-inoculação</sub> e RC), sendo que os valores de diversidade apontaram o padrão RC > TSBR<sub>teste-inoculação</sub> > TSBR. Tal fato pode reforçar o efeito positivo da temperatura sobre os microrganismos, como também indicar que há um processo de redução de diversidade ao longo da aclimatação da biomassa, quando comparados os reatores TSBR e TSBR<sub>teste-inoculação</sub>, em relação ao domínio *Bacteria*.

Com ralação aos índices de riqueza e diversidade da comunidade de *Archaeas*, o melhor desempenho foi mantido pelo reator controle, ao passo que o reator TSBR<sub>teste-inoculação</sub> apresentou os menores resultados de diversidade e riqueza (Tabela 19). Os resultados de diversidade e riqueza de *Archaeas* do reator TSBR em relação ao reator TSBR<sub>teste-inoculação</sub> foram, respectivamente, 7,22 e 3 vezes maior. Tal fato pode estar associado a uma possível reestruturação da biomassa. O'Reilly et al. (2009) também reportaram uma drástica queda e recuperação da comunidade de archaeas durante o período de aclimatação do reator a condição psicrofílica.

	Domínios					
	Bacteria		Archaea			
Amostras	Shannon (H')	Chao-1	Shannon(H')	Chao-1		
TSBR (C)	2,58	19	2,26	12		
TSBR (B)	2,78	23	2,30	12		
TSBR (A)	2,58	21	2,12	11		
CR (C)	2,88	23	2,47	15		
CR (A)	2,74	22	2,38	15		
TSBR <sub>teste-inoculação</sub> (C)	2,63	18	0,876	4		
TSBR <sub>teste-inoculação</sub> (B)	2,44	14	0,319	5		
TSBR <sub>teste-inoculação</sub> (A)	2,70	19	0,356	5		

Tabela 19 – Índice de riqueza e diversidade das comunidades microbiológicas coletadas no meio suporte dos reatores TSBR, TSBR<sub>teste-inoculação</sub> e RC, nas posições\* A, B e C

\* O posicionamento dos pontos amostrados está detalhado no item 4.3

Fonte: Próprio autor

### 6 CONCLUSÃO

- O reator TSBR pode ser uma solução atrativa para o tratamento de águas residuárias sob baixas temperaturas. Uma vez que, o sistema proposto de assistência térmica à biomassa aderida promoveu uma condição mesofílica ao meio suporte, e para o reator como um todo, pois, no pior cenário, a temperatura média foi de 23-25°C.
- Considerando a potência aplicada ao aquecimento do meio suporte mesofilico, não foram observadas variações hidrodinâmicas expressivas no regime pistonado do reator TSBR.
- A capacidade de remoção de DQO particulada do reator TSBR foi semelhante ao valor médio do reator controle, evidenciando a potencialidade do sistema proposto para promover a fase hidrolítica, mesmo exposto à atmosfera psicrofílica
- O abaixamento do TDH exerceu efeito positivo sobre à eficiência de remoção de DQO total ao TDH de 12 h o reator controle obteve eficiência máxima de 76,68 % ao passo que no reator TSBR a eficiência máxima foi de 63,83 %.
- O reator controle apresentou a melhor eficiência de remoção de DQO, no entanto, considerando a eficiência por Watts gastos para manter a biomassa aderida sob condição mesofilica, o reator TSBR foi, pouco mais que duas vezes, mais eficiente que o reator controle.
- Os coeficientes de similaridade entre as comunidades microbiológicas apresentaram significativas mudanças entre os reatores estudados, evidenciando o efeito das estratégias de manutenção da condição mesofílica em cada reator. A comunidade das arqueias apresentaram as maiores variações, já as bactérias sofreram pouco com as diferentes condições dos reatores. No entanto as arqueias apresentaram boa capacidade de recuperação.
- Os microrganismos com morfologia das *Methanosaeta* sp, foram preponderantes no biofilme analisado em ambos os reatores estudados (RC e TBR), especialmente associado à parte mais externa do meio suporte.

- A utilização de meios suporte com maior coeficiente de condutividade térmica que, 0,41 ± 0,06 W m<sup>-1</sup> K<sup>-1</sup>, encontrado no presente trabalho para a espuma associada à biomassa aderida, podem promover o menor gasto energético associado ao aquecimento do nicho mesofílico.
- O coeficiente de convecção térmica associado ao reator TSBR, apresentou valores dentro dos limites esperados para a água, no entanto mais estudos são necessários para a sua aferição, e consequentemente utilização para a determinação dos campos de temperatura no interior do reator.
## 7 REFERÊNCIAS

ABREU, S. B.; ZAIAT, M. Desempenho de reator anaeróbio-aeróbio de leito fixo no tratamento de esgoto sanitário. **Engenharia Sanitaria e Ambiental**, v. 13, n. 2, p. 181–188, jun. 2008.

ADAMS, H. E.; CRUMP, B. C.; KLING, G. W. Temperature controls on aquatic bacterial production and community dynamics in arctic lakes and streams. **Environmental Microbiology**, v. 12, n. 5, p. 1319–1333, 2010.

ADORNO, M. A. T.; HIRASAWA, J. S.; VARESCHE, M. B. A. Development and Validation of Two Methods to Quantify Volatile Acids (C2-C6) by GC/FID: Headspace (Automatic and Manual) and Liquid-Liquid Extraction (LLE). American Journal of Analytical Chemistry, v. 05, n. 07, p. 406–414, 2014.

AKILA, G.; CHANDRA, T. S. Performance of an UASB reactor treating synthetic wastewater at low-temperature using cold-adapted seed slurry. **Process Biochemistry**, v. 42, n. 3, p. 466–471, mar. 2007.

ÁLVAREZ, J. A. et al. Performance of a UASB-Digester System Treating Domestic Wastewater. Environmental Technology, v. 25, n. 10, p. 1189–1199, out. 2004.

ÁLVAREZ, J. A. et al. Start-up alternatives and performance of an UASB pilot plant treating diluted municipal wastewater at low temperature. **Bioresource Technology**, v. 97, n. 14, p. 1640–1649, set. 2006.

ANKANG, K.; HOUDE, H. Effective Thermal Conductivity of Open Cell Polyurethane Foam Based on the Fractal Theory. v. 2013, n. 1, 2013.

APHA/AWWA/WEF. Standard methods for the examination of water and wastewater. 21st. ed. Washington D.C.: APHA, 2005.

BEJ, A. K.; AISLAIE, J.; ATLAS, R. M. Polar Microbiology. Boca Raton: CRC Press, 2009.

BOROLE, A. P. et al. Electroactive biofilms: Current status and future research needsEnergy and Environmental Science, 2011.

BOWEN, E. J. et al. Low-temperature limitation of bioreactor sludge in anaerobic treatment of domestic wastewater. **Water Science & Technology**, v. 69, n. 5, p. 1004, mar. 2014.

CAMILOTI, P. R. et al. Innovative anaerobic bioreactor with fixed-structured bed (ABFSB) for simultaneous sulfate reduction and organic matter removal. Journal of Chemical Technology and Biotechnology, v. 89, n. 7, p. 1044–1050, jul. 2014.

CHAE, K. J. et al. The effects of digestion temperature and temperature shock on the biogas yields from the mesophilic anaerobic digestion of swine manure. **Bioresource Technology**, v. 99, n. 1, p. 1–6, 2008.

CHAN, Y. J. et al. A review on anaerobic–aerobic treatment of industrial and municipal wastewater. **Chemical Engineering Journal**, v. 155, n. 1–2, p. 1–18, dez. 2009.

CHANAKYA, H. N.; KHUNTIA, H. K. Treatment of gray water using anaerobic biofilms created on synthetic and natural fibers. **Process Safety and Environmental Protection**, v.

## 92, n. 2, p. 186–192, 2014.

CHERNICHARO, C. A. DE L. Princípios do Tratamento Biológico de Águas Residuárias - Reatores anaeróbios. 2º ed. Belo Horizonte: Segrac, 2007.

CHILDS, C. Interpolating Surfaces in ArcGIS Spatial Analyst. Disponível em: <a href="http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/5997408">http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/5997408</a>>. Acesso em: 18 fev. 2019.

CONNAUGHTON, S.; COLLINS, G.; OFLAHERTY, V. Psychrophilic and mesophilic anaerobic digestion of brewery effluent: A comparative study. **Water Research**, v. 40, n. 13, p. 2503–2510, jul. 2006.

DEMIREL, B.; SCHERER, P. The roles of acetotrophic and hydrogenotrophic methanogens during anaerobic conversion of biomass to methane: A review. **Reviews in Environmental Science and Biotechnology**, v. 7, n. 2, p. 173–190, 2008.

DODDEMA, H. J.; VOGELS, G. D. Improved Identification of Methanogenic Bacteria by. **Applied and Environmental Microbiology**, v. 36, n. 5, p. 752–754, 1978.

DONOSO-BRAVO, A. et al. Influence of temperature on the hydrolysis, acidogenesis and methanogenesis in mesophilic anaerobic digestion: parameter identification and modeling application. **Water Science and Technology**, v. 60, n. 1, p. 9–17, jul. 2009.

EPA. **Operation of Conventional Wastewater Treatment Facilities in Cold Weather**. Disponível em: <https://nepis.epa.gov/Exe/ZyNET.exe/910230ZY.txt?ZyActionD=ZyDocument&Client=EP

<https://nepis.epa.gov/Exe/ZyNET.exe/910230ZY.txt?ZyActionD=ZyDocument&Client=EP A&Index=1986 Thru

1990&Docs=&Query=&Time=&EndTime=&SearchMethod=1&TocRestrict=n&Toc=&TocE ntry=&QField=&QFieldYear=&QFieldMonth=&QFieldDay=&UseQField=&IntQFieldOp=0 &ExtQFieldOp=>.

FERREIRA, T. B. et al. Selection of metabolic pathways for continuous hydrogen production under thermophilic and mesophilic temperature conditions in anaerobic fluidized bed reactors. **International Journal of Hydrogen Energy**, v. 43, n. 41, p. 18908–18917, out. 2018.

FEY, A.; CONRAD, R. Effect of Temperature on Carbon and Electron Flow and on the Archaeal Community in Methanogenic Rice Field Soil. Applied and Environmental Microbiology, v. 66, n. 11, p. 4790–4797, 1 nov. 2000.

FIA, F. R. L. et al. Development of biofilm in anaerobic reactors treating wastewater from coffee grain processing. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v. 14, n. 2, p. 210–217, fev. 2010.

FORESTI, L. Anaerobic treatment of domestic sewage: established technologies and perspectives. Water science and technology: a journal of the International Association on Water Pollution Research, v. 45, n. 10, p. 181–6, 2002.

GAO, D.-W. et al. Treatment of domestic wastewater by an integrated anaerobic fluidizedbed membrane bioreactor under moderate to low temperature conditions. **Bioresource Technology**, v. 159, p. 193–198, maio 2014.

GOUVEIA, J. et al. Long-term operation of a pilot scale anaerobic membrane bioreactor (AnMBR) for the treatment of municipal wastewater under psychrophilic conditions. **Bioresource Technology**, v. 185, p. 225–233, jun. 2015.

GRADY JR., C. P. L. et al. **Biological Wastewater Treatment**. 3rd Editio ed. Boca Raton: CRC Press Taylor & Francis Group, 2011.

GRIFFITHS, R. I. et al. Rapid Method for Coextraction of DNA and RNA from Natural Environments for Analysis of Ribosomal DNA- and rRNA-Based Microbial Community Composition Rapid Method for Coextraction of DNA and RNA from Natural Environments for Analysis of Ribosomal DNA- and. **Applied and Environmental Microbiology**, v. 66, n. 12, p. 5488–5491, 2000.

GUJER, W.; ZEHNDER, A. J. B. Conversion processes in anaerobic digestion. Water Science and Technology, v. 15, n. 8–9, p. 127–167, 1983.

HAMMER, Ø.; HARPER, D. A. T.; RYAN, P. D. PAST: PALEONTOLOGICAL STATISTICS SOFTWARE PACKAGE FOR EDUCATION AND DATA ANALYSIS, 2001.

HARTLEY, K.; LANT, P. Eliminating non-renewable CO2 emissions from sewage treatment: An anaerobic migrating bed reactor pilot plant study. **Biotechnology and Bioengineering**, v. 95, n. 3, p. 384–398, 20 out. 2006.

INCROPERA, F. P. et al. Fundamentos de Transferência de Calor e de Massa. Sexta Ediç ed. [s.l.] Jhon Wiley & Sons, 2008.

KAPP, H. Schlammfaulung Mit Hohem Feststoffgehalt. Oldenbourg Verlag, München, Munich, Germany: Stuttgarter Berichte zur Siedlungswasserwirtschaft, Band 86, Sludge with a High Solids Content, Stuttgart reports for Urban Water Management, 1984.

KATO, M.; FIELD, J.; LETTINGA, G. The anaerobic treatment of low strength wastewaters in uasb and egsb reactors. **Water Science and Technology**, v. 36, n. 6–7, p. 375–382, 1997.

KATO, M. T. et al. Feasibility of expanded granular sludge bed reactors for the anaerobic treatment of low-strength soluble wastewaters. **Biotechnology and Bioengineering**, v. 44, n. 4, p. 469–479, 5 ago. 1994.

KESTIN, J.; SOKOLOV, M.; WAKEHAM, W. A. Viscosity of liquid water in the range -8 °C to 150 °C. Journal of Physical and Chemical Reference Data, v. 7, n. 3, p. 941–948, jul. 1978.

KIM, M.; KIM, D.; YUN, Y. E ff ect of operation temperature on anaerobic digestion of food waste : Performance and microbial analysis. v. 209, n. February, p. 598–605, 2017.

KLETT, J. et al. Foams : Effect of Precursor on Structure and Properties. **Carbon**, v. 38, n. 7, p. 953–973, 2000.

KRAKAT, N.; SCHMIDT, S.; SCHERER, P. Potential impact of process parameters upon the bacterial diversity in the mesophilic anaerobic digestion of beet silage. **Bioresource Technology**, v. 102, n. 10, p. 5692–5701, 2011.

KUDO, Y. et al. Methanogen flora of paddy soils in Japan. **FEMS Microbiology Ecology**, v. 22, n. 1, p. 39–48, 17 jan. 1997.

KUNDU, K.; SHARMA, S.; SREEKRISHNAN, T. R. Influence of Process Parameters on Anaerobic Digestion Microbiome in Bioenergy Production: Towards an Improved Understanding. **BioEnergy Research**, v. 10, n. 1, p. 288–303, 19 mar. 2017.

LEBRERO, R. et al. Biogas upgrading from vinasse digesters: a comparison between an anoxic biotrickling filter and an algal-bacterial photobioreactor. Journal of Chemical Technology and Biotechnology, v. 91, n. 9, p. 2488–2495, 2016.

LETTINGA, G. et al. Use of the upflow sludge blanket (USB) reactor concept for biological wastewater treatment, especially for anaerobic treatment. **Biotechnology and Bioengineering**, v. 22, n. 4, p. 699–734, abr. 1980.

LETTINGA, G. Anaerobic digestion and wastewater treatment systems. Antonie van Leeuwenhoek, v. 67, n. 1, p. 3–28, 1995.

LETTINGA, G. Challenge of psychrophilic anaerobic wastewater treatment. **Trends in Biotechnology**, v. 19, n. 9, p. 363–370, 1 set. 2001.

LEVENSPIEL, O. Engenharia Das Reações Químicas. 3º ed. New York: Jhon Wiley & Sons, 1999.

LI, Q.; XUAN, Y. Convective heat transfer and flow characteristics of Cu-water nanofluid. Science in China, Series E: Technological Sciences, v. 45, n. 4, p. 408–416, 2002.

LIMA, C. A. A. et al. Morphological study of biomass during the start-up period of a fixedbed anaerobic reactor treating domestic sewage. **Brazilian Archives of Biology and Technology**, v. 48, n. 5, p. 841–849, set. 2005.

LIN, C.-Y. et al. Biogas production from beverage factory wastewater in a mobile bioenergy station. **Chemosphere**, v. 264, p. 128564, fev. 2021.

LIU, J. et al. Heat transfer analysis of cylindrical anaerobic reactors with different sizes: a heat transfer model. **Environmental Science and Pollution Research**, v. 24, n. 30, p. 23508–23517, 28 out. 2017.

LIU, Y.; WHITMAN, W. B. Metabolic, Phylogenetic, and Ecological Diversity of the Methanogenic Archaea. **Annals of the New York Academy of Sciences**, v. 1125, n. 1, p. 171–189, 26 mar. 2008.

LOBATO, L. D. S. Aproveitamento Energético De Biogás Gerado Em Reatores Uasb Tratando Esgoto Doméstico. Tese (Doutorado) - Saneamento, Meio Ambiente e Recursos Hídricos da Universidade Federal de Minas Gerais. Belo Horizonte, p. 187, 2011.

MADIGAN, M. T. et al. Microbiologia de Brock. 14. ed. Porto Alegre: Artmed, 2016.

MAHMOUD, N. et al. Anaerobic sewage treatment in a one-stage UASB reactor and a combined UASB-Digester system. **Water Research**, v. 38, n. 9, p. 2348–2358, 2004.

MARTINEZ-SOSA, D. et al. Anaerobic submerged membrane bioreactor (AnSMBR) for municipal wastewater treatment under mesophilic and psychrophilic temperature conditions. **Bioresource Technology**, v. 102, n. 22, p. 10377–10385, nov. 2011.

MCCARTY, P. L.; SMITH, D. P. Anaerobic wastewater treatment. Environmental Science & Technology, v. 20, n. 12, p. 1200–1206, dez. 1986.

MCLAMB, E. **The Ecological Impact of the Industrial Revolution**. Disponível em: <<u>http://www.ecology.com/2011/09/18/ecological-impact-industrial-revolution/></u>. Acesso em: 9 abr. 2019.

METCALF AND EDDY. Tratamento de Efluentes e Recuperação de Recursos. 5º ed. McGraw-Hill, New York. 2017.

MOCKAITIS, G. et al. Continuous anaerobic bioreactor with a fixed-structure bed (ABFSB) for wastewater treatment with low solids and low applied organic loading content. **Bioprocess and Biosystems Engineering**, v. 37, n. 7, p. 1361–1368, 4 jul. 2014.

MÜLLER, M. et al. Heat transfer characteristics of a stirred single-use bioreactor. **Biochemical Engineering Journal**, v. 140, n. July, p. 168–177, 2018.

NATION, J. L. A New Method Using Hexamethyldisilazane for Preparation of Soft Insect Tissues for Scanning Electron Microscopy. **Stain Technology**, v. 58, n. 6, p. 347–351, 12 jan. 1983.

NÜBEL, U. et al. Sequence heterogeneities of genes encoding 16S rRNAs in Paenibacillus polymyxa detected by temperature gradient gel electrophoresis. **Journal of Bacteriology**, v. 178, n. 19, p. 5636–5643, out. 1996.

O'REILLY, J. et al. Quantitative and qualitative analysis of methanogenic communities in mesophilically and psychrophilically cultivated anaerobic granular biofilims. **Water Research**, v. 43, n. 14, p. 3365–3374, ago. 2009.

O'REILLY, J. et al. Microbial community dynamics associated with biomass granulation in low-temperature (15°C) anaerobic wastewater treatment bioreactors. **Bioresource Technology**, v. 101, n. 16, p. 6336–6344, ago. 2010.

OZGUN, H. et al. A review of anaerobic membrane bioreactors for municipal wastewater treatment: Integration options, limitations and expectations. Separation and Purification Technology, v. 118, p. 89–104, out. 2013.

PATEL, G. B.; SPROTT, G. D. Methanosaeta concilii gen. nov., sp. nov. ("Methanothrix concilii") and Methanosaeta thermoacetophila nom. rev., comb. nov. International Journal of Systematic Bacteriology, v. 40, n. 1, p. 79–82, 1 jan. 1990.

PETROPOULOS, E. et al. Developing cold-adapted biomass for the anaerobic treatment of domestic wastewater at low temperatures (4, 8 and 15 °C) with inocula from cold environments. **Water Research**, v. 112, p. 100–109, abr. 2017.

PICANÇO, A. P. et al. Influence of porosity and composition of supports on the methanogenic biofilm characteristics developed in a fixed bed anaerobic reactor. Water Science and Technology, v. 44, n. 4, p. 197–204, 2001.

POIRRIER, P. et al. Influence of hydraulic retention time on the psychrophilic hydrolysis/acidogenesis of proteins. **Water Science and Technology**, v. 74, n. 10, p. 2399–2406, 18 nov. 2016.

REBAC, S. et al. Psychrophilic anaerobic treatment of low strength wastewaters. Water Science and Technology, v. 39, n. 5, p. 203–210, 1999.

REHMAN, T. UR et al. A critical review on heat transfer augmentation of phase change materials embedded with porous materials/foams. International Journal of Heat and Mass Transfer, v. 135, p. 649–673, 2019.

RIPLEY, L. E.; BOYLE, W. C.; CONVERSE, J. C. Improved Alkalimetric Monitoring for

Anaerobic Digestion of High-Strength Wastes. Journal of Water Pollution Control Federation, v. 58, n. 5, p. 406–411, 1986.

SAADY, N. M. C.; MASSÉ, D. I. Impact of organic loading rate on the performance of psychrophilic dry anaerobic digestion of dairy manure and wheat straw: Long-term operation. **Bioresource technology**, v. 182, p. 50–7, abr. 2015.

SAKAI, S. et al. Methanolinea mesophila sp. nov., a hydrogenotrophic methanogen isolated from rice field soil, and proposal of the archaeal family Methanoregulaceae fam. nov. within the order Methanomicrobiales. **International Journal of Systematic and Evolutionary Microbiology**, v. 62, n. 6, p. 1389–1395, 2012.

SASAKI, K. et al. Effect of adding carbon fiber textiles to methanogenic bioreactors used to treat an artificial garbage slurry. **Journal of Bioscience and Bioengineering**, v. 108, n. 2, p. 130–135, 2009.

SCHINK, B. Energetics of Syntrophic Cooperation in Methanogenic Degradation. v. 61, n. 2, p. 262–280, 1997.

SCOTT, J. P.; OLLIS, D. F. Integration of chemical and biological oxidation processes for water treatment: Review and recommendations. **Environmental Progress**, v. 14, n. 2, p. 88–103, maio 1995.

SHIN, C. et al. Pilot-scale temperate-climate treatment of domestic wastewater with a staged anaerobic fluidized membrane bioreactor (SAF-MBR). **Bioresource technology**, v. 159, p. 95–103, maio 2014.

SILVA, A. J. et al. Evaluation of support materials for the immobilization of sulfate-reducing bacteria and methanogenic archaea. **Anaerobe**, v. 12, n. 2, p. 93–98, 2006.

SINGH, K. S. A.; VIRARAGHAVAN, T. Start-Up and Operation of UASB Reactors at 20 ° C for Municipal Wastewater Treatment. JOURNAL OF FERMENTATION AND BIOENGINEERING, v. 85, n. 6, p. 609–614, 1998.

SMITH, A. L.; SKERLOS, S. J.; RASKIN, L. Psychrophilic anaerobic membrane bioreactor treatment of domestic wastewater. **Water Research**, v. 47, n. 4, p. 1655–1665, 15 mar. 2013.

SOUZA, C. L.; CHERNICHARO, C. A. L.; AQUINO, S. F. Quantification of dissolved methane in UASB reactors treating domestic wastewater under different operating conditions. **Water Science and Technology**, v. 64, n. 11, p. 2259–2264, 2011.

SOWERS, K. R.; JOHNSON, J. L.; FERRY, J. G. Phylogenetic Relationships Among the Methylotrophic Methane- Producing Bacteria and Emendation of the Family. n. 22, p. 444–450, 2017.

SPEECE, R. E. Anaerobic biotechnology for industrial wastewater treatment. Environmental Science & Technology, v. 17, n. 9, p. 416A-427A, set. 1983a.

SPEECE, R. E. Anaerobic biotechnology for industrial wastewater treatment. **Environmental** Science & Technology, v. 17, n. 9, p. 416A-427A, set. 1983b.

SPERLING, M. VON. **Princípios do tratamento biológico de águas residuárias: Introdução à qualidade das águas e ao tratamento de esgotos**. v. 1, 3° ed. UFMG, 2005.

SPONZA, D. T.; ULUKÖY, A. Treatment of 2,4 dichlorophenol (DCP) in a sequential anaerobic (upflow anaerobic sludge blanket) aerobic (completely stirred tank) reactor system at increasing organic loading rates. **Desalination**, v. 195, n. 1–3, p. 235–250, ago. 2006.

TORRES, P. Desempenho de um reator anaeróbio de manta de lodo (UASB) de bancada no tratamento de substrato sintético simulando esgotos sanitários. [s.l.] .Dissertação (Mestrado), Escola de Engenharia de São Carlos, Departamento de Hidráulica e Saneamento, Universidade de São Paulo, São Carlos-SP, 1992.

TOUATI, K.; TADEO, F. Effects of the Temperatures on PRO. Elsevier Inc., 2017.

UNITED NATIONS. **World Population Prospects 2017**. Disponível em: <a href="https://population.un.org/wpp/Graphs/DemographicProfiles/">https://population.un.org/wpp/Graphs/DemographicProfiles/</a>>. Acesso em: 9 abr. 2019.

VAN LIER, J. B. et al. Anaerobic treatment of partly acidified wastewater in a two-stage expanded granular sludge bed (EGSB) system at 8??C. Water Science and Technology, v. 36, n. 6–7, p. 317–324, 1997.

VAN LIER, J. B. High-rate anaerobic wastewater treatment: diversifying from end-of-thepipe treatment to resource-oriented conversion techniques. **Water Science and Technology**, v. 57, n. 8, p. 1137–1148, abr. 2008.

VAN LIER, J. B.; MAHMOUD, N.; ZEEMAN, G. Anaerobic Wasteqater Treatment. In: HENZE, M. et al. (Eds.). . Biological Wastewater Treatment: Principles, Modelling and Design. London, UK: IWA Publishing, 2008. v. 7p. 9781780401867–9781780401867.

VAVILIN, V. A. et al. Hydrolysis kinetics in anaerobic degradation of particulate organic material: An overview. **Waste Management**, v. 28, n. 6, p. 939–951, 2008.

VENKATESAN, G. et al. Measurement of thermophysical properties of polyurethane foam insulation during transient heating. **International Journal of Thermal Sciences**, v. 40, n. 2, p. 133–144, 2001.

WATANABE, R. et al. Investigation on the response of anaerobic membrane bioreactor to temperature decrease from 25 °C to 10 °C in sewage treatment. **Bioresource Technology**, v. 243, 2017.

WESTERMANN, P. The effect of incubation temperature on steady-state concentrations of hydrogen and volatile fatty acids during anaerobic degradation in slurries from wetland sediments. **FEMS Microbiology Ecology**, v. 13, n. 4, p. 295–302, 1994.

WIEGEL, J. Temperature spans for growth: Hypothesis and discussion. **FEMS Microbiology** Letters, v. 75, n. 2–3, p. 155–169, jun. 1990.

WIESENBURG, D. A.; GUINASSO, N. L. Equilibrium Solubilities of Methane, Carbon Monoxide, and Hydrogen in Water and Sea Water. Journal of Chemical and Engineering Data, v. 24, n. 4, p. 356–360, 1979.

WU, X. L.; CHIN, K. J.; CONRAD, R. Effect of temperature stress on structure and function of the methanogenic archaeal community in a rice field soil. **FEMS Microbiology Ecology**, v. 39, n. 3, p. 211–218, 2002.

XIAO, K. et al. Bioresource Technology Current state and challenges of full-scale membrane bioreactor applications : A critical review. **Bioresource Technology**, v. 271, n. September

2018, p. 473-481, 2019.

XING, W.; ZHAO, Y.; ZUO, J. -E. Microbial activity and community structure in a lake sediment used for psychrophilic anaerobic wastewater treatment. Journal of Applied Microbiology, v. 109, n. 5, p. no-no, 30 jul. 2010.

YANG, Y. et al. Characterization of preconcentrated domestic wastewater toward efficient bioenergy recovery: Applying size fractionation, chemical composition and biomethane potential assay. **Bioresource Technology**, v. 319, n. July 2020, p. 124144, jan. 2021.

ZEEMAN, G. et al. Psychrophilic digestion of dairy cattle and pig manure: Start-up procedures of batch, fed-batch and CSTR-type digesters. **Biological Wastes**, v. 26, n. 1, p. 15–31, 1988.

ZHANG, D. et al. Bioresource Technology Dynamic transition of microbial communities in response to acidification in fixed-bed anaerobic baffled reactors (FABR) of two different flow directions. **Bioresource Technology**, v. 102, n. 7, p. 4703–4711, 2011a.

ZHANG, D. et al. Dynamic transition of microbial communities in response to acidification in fixed-bed anaerobic baffled reactors (FABR) of two different flow directions. **Bioresource Technology**, v. 102, n. 7, p. 4703–4711, abr. 2011b.

ZHANG, D. et al. Bioreactor performance and methanogenic population dynamics in a low-temperature (5-18 °C) anaerobic fixed-bed reactor. **Bioresource technology**, v. 104, p. 136–43, jan. 2012.

ZHANG, L. et al. Co-digestion to support low temperature anaerobic pretreatment of municipal sewage in a UASB-digester. **Bioresource Technology**, v. 148, p. 560–566, 2013.

ZHANG, L. et al. Hydrolysis rate constants at 10–25 °C can be more than doubled by a short anaerobic pre-hydrolysis at 35 °C. **Water Research**, v. 104, p. 283–291, nov. 2016.

ZHANG, L. et al. Anaerobic treatment of raw domestic wastewater in a UASB-digester at 10 °C and microbial community dynamics. **Chemical Engineering Journal**, v. 334, n. June 2017, p. 2088–2097, fev. 2018.

ZINDER, S. H. et al. Isolation and characterization of a thermophilic acetotrophic strain of Methanothrix. Archives of Microbiology, v. 146, p. 315–322, 1987.