

**UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO**

Escola de Engenharia de São Carlos

## Tratamento de água residuária da produção de café solúvel em ASBR com microaeração

**Vitória dos Santos Fontanezi Maia**

Dissertação (Mestrado) - Programa de Pós-Graduação em Ciências da Engenharia Ambiental - Área de Concentração em Ciências da Engenharia Ambiental

UNIVERSIDADE DE SÃO DE PAULO  
ESCOLA DE ENGENHARIA DE SÃO CARLOS  
DEPARTAMENTO DE CIÊNCIAS DA ENGENHARIA AMBIENTAL

VITÓRIA DOS SANTOS FONTANEZI MAIA

**TRATAMENTO DE ÁGUA RESIDUÁRIA DA PRODUÇÃO DE CAFÉ SOLÚVEL  
EM ASBR COM MICROAERAÇÃO**

São Carlos

2023

VITÓRIA DOS SANTOS FONTANEZI MAIA

**TRATAMENTO DE ÁGUA RESIDUÁRIA DA PRODUÇÃO DE CAFÉ SOLÚVEL  
EM ASBR COM MICROAERAÇÃO**

Dissertação de mestrado apresentado ao Programa de Pós-Graduação em Ciências da Engenharia Ambiental da Universidade de São Paulo como requisito para obtenção do título de mestre em Ciências da Engenharia Ambiental.

Orientadora: Profa. Dr<sup>a</sup>. Giovana Tommaso.

Área de concentração: Ciências da Engenharia Ambiental

VERSÃO CORRIGIDA

São Carlos

2023

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).

D722t dos Santos Fontanezi Maia, Vitória  
TRATAMENTO DE ÁGUA RESIDUÁRIA DA PRODUÇÃO DE  
CAFÉ SOLÚVEL EM ASBR COM MICROAERAÇÃO / Vitória dos  
Santos Fontanezi Maia; orientadora Giovana Tommaso.  
São Carlos, 2023.

Dissertação (Mestrado) - Programa de  
Pós-Graduação e Área de Concentração em Ciências da  
Engenharia Ambiental -- Escola de Engenharia de São  
Carlos da Universidade de São Paulo, 2023.

1. Microaeração. 2. Digestão Anaeróbia. 3.  
Compostos Fenólicos. 4. Intermitente. 5. Volume de  
troca. I. Título.

## FOLHA DE JULGAMENTO

Candidata: Bacharela **VITÓRIA DOS SANTOS FONTANEZI MAIA**.

Título da dissertação: "Tratamento de água residuária da produção de café solúvel em ASBR com microaeração".

Data da defesa: 01/11/2023.

### Comissão Julgadora

### Resultado

**Profa. Associada Giovana Tommaso**  
**(Orientador)**

(Faculdade de Medicina Veterinária e Zootecnia/FZEA-USP)

Aprovada

---

**Profa. Dra. Sávia Gavazza dos Santos Pessoa**

(Universidade Federal de Pernambuco/UFPE)

Aprovada

---

**Prof. Dr. Ariovaldo Jose da Silva**

(Universidade Estadual de Campinas/UNICAMP)

Aprovada

---

Coordenador do Programa de Pós-Graduação em Ciências da Engenharia Ambiental:  
Prof. Tit. **Marcelo Zaiat**

Presidente da Comissão de Pós-Graduação:  
Prof. Titular **Carlos De Marqui Junior**

## DIDICATÓRIA

*À Deus, aos meus pais e amigos e a todos  
que, de alguma forma, contribuíram  
para este trabalho.*

## AGRADECIMENTOS

Gostaria de expressar minha profunda gratidão a Deus e aos seres superiores que me guiam, inspiram e protegem ao longo de toda a minha jornada.

Aos meus queridos pais, meu eterno agradecimento por todo o apoio incondicional que me proporcionaram ao longo da vida, permitindo que eu chegasse até aqui e realizasse mais um dos muitos sonhos que ainda tenho pela frente.

Às pessoas incríveis do meu grupo de pesquisa, sou imensamente grata pela colaboração em minha pesquisa e pelo carinho com o "Chico" (o reator utilizado), quando eu não podia estar no laboratório para cuidar dele. Obrigado também pelas trocas de conhecimento e pelos momentos de descontração compartilhados.

Minha orientadora, Giovana Tommaso, merece uma menção especial. Sua paciência, acolhimento e disposição em compartilhar ideias e conhecimentos foram fundamentais para o desenvolvimento deste trabalho.

Quero expressar minha gratidão aos professores da graduação, Amarildo Ferraz, Francisco Gurgel, Marcos Vinícius Araújo, Joice Araújo e Ana Carolina Pereira, por terem plantado a semente do gosto pela pesquisa e pelo desejo de transmitir conhecimento aos outros. São vocês que me inspiraram a seguir na jornada do mestrado.

Ao CNPq, Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico, minha sincera gratidão pela bolsa de mestrado concedida de setembro de 2021 a maio de 2022, que foi essencial para a realização deste estudo.

Aos meus colegas de trabalho na ASUS Consultoria Ambiental, quero agradecer pelo apoio à minha pesquisa e pela colaboração na montagem do sistema de fornecimento de ar para a microaeração.

A todas as pessoas que contribuíram de forma direta e indireta para a construção desta pesquisa e para a minha formação como Mestre em Ciências da Engenharia Ambiental, o meu mais sincero reconhecimento e gratidão. Juntos, fizemos este trabalho acontecer.

Muito obrigada!

## **EPÍGRAFE**

“Tudo tem o seu tempo determinado, e há tempo  
para todo o propósito debaixo do céu”.

Eclesiastes 3:1

## RESUMO

FONTANEZI, V. **Tratamento de água residuária da produção de café solúvel em ASBR com microaeração**. 2023. 116 p. Dissertação (Mestrado) – Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2023.

A cafeicultura se destaca como uma das atividades proeminentes no âmbito do agronegócio. Entre os produtos comercializados por empresas fabricantes de café, ganha destaque uma variante instantânea conhecida como café solúvel. As águas residuárias resultantes da produção de café solúvel (ARCS) exibem um potencial poluente considerável devido à sua complexa composição. A remoção de matéria orgânica das águas residuárias desse setor pode ser realizada por via anaeróbia, no entanto, o processo apresenta limitações em relação à biodegradação de compostos complexos. Nesse contexto, esta pesquisa se concentrou em avaliar a influência do volume de troca e o impacto da microaeração quando associada à digestão anaeróbia em um reator operado em bateladas sequenciais, com o objetivo de remover os compostos complexos e de difícil degradação presentes na ARCS. O reator foi operado com tempo de ciclo de 72 horas e inicialmente, a influência do volume de troca foi avaliada em três diferentes condições: 400 mL (Condição 1 - C1), 800 mL (Condição 2 - C2) e 1,2 L (Condição 3 - C3). A condição de volume de troca que apresentou melhores resultados foi selecionada para o teste de microaeração, o qual ocorreu em regime intermitente (15 minutos de aeração a cada 1 hora). Os resultados demonstraram que C2 e C3 apresentaram resultados semelhantes nas variáveis de eficiência de remoção de DQO, compostos fenólicos totais (CFT) e cinética de degradação da matéria orgânica. Contudo, C3 se destacou como a opção mais eficaz, uma vez que tratou a ARCS sob a maior carga orgânica volumétrica aplicada. Quando a microaeração foi aplicada, em comparação com C3, observou-se um aumento de 16,71% na remoção de DQO total, 14,85% na remoção de DQO solúvel e um notável incremento de 43,75% na remoção de CFT. A microaeração também influenciou o aumento da constante cinética de primeira ordem de degradação da matéria orgânica, bem como a redução das concentrações de sólidos suspensos. Em relação à remoção da cor, a contribuição da microaeração foi limitada, possivelmente devido à presença de compostos mais resistentes à degradação do que os degradados.

**Palavras-chaves:** Microaeração. Digestão Anaeróbia. Compostos fenólicos. Intermitente. Volume de troca.

## ABSTRACT

FONTANEZI, V. **Treatment of soluble coffee production wastewater in ASBR with micro-aeration.** 2023. 116 p. Dissertation (Master's) - School of Engineering of São Carlos, University of São Paulo, São Carlos, 2023.

Coffee cultivation stands out as one of the prominent activities within the agribusiness sector. Among the products marketed by coffee manufacturing companies, an instant variant known as soluble coffee takes center stage. The wastewater resulting from the production of soluble coffee (SCW) exhibits considerable pollutant potential due to its complex composition. The removal of organic matter from the wastewater of this sector can be achieved through anaerobic means; however, the process presents limitations concerning the biodegradation of complex compounds. In this context, this research focused on evaluating the influence of exchange volume and the impact of micro-aeration when combined with anaerobic digestion in a sequentially operated batch reactor, aiming to remove the complex and hard-to-degrade compounds present in the SCW. The reactor operated with a cycle time of 72 hours, and initially, the influence of exchange volume was assessed under three different conditions: 400 mL (Condition 1 - C1), 800 mL (Condition 2 - C2), and 1.2 L (Condition 3 - C3). The exchange volume condition that yielded the best results was selected for the micro-aeration test, which occurred intermittently (15 minutes of aeration every 1 hour). The results demonstrated that C2 and C3 exhibited similar outcomes in terms of the removal efficiency of COD, total phenolic compounds (TPC), and organic matter degradation kinetics. However, C3 emerged as the most effective option, as it treated the SWSC under the highest volumetric organic load applied. When micro-aeration was applied, in comparison with C3, there was a 16.71% increase in total COD removal, a 14.85% increase in soluble COD removal, and a notable increment of 43.75% in TPC removal. Micro-aeration also influenced the enhancement of the organic matter degradation kinetic coefficient, as well as the reduction of suspended solids concentrations. Regarding color removal, the contribution of micro-aeration was limited, possibly due to the presence of compounds more resistant to degradation than degraded compounds.

**Keywords:** Micro-aeration. Anaerobic Digestion. Phenolic Compounds. Intermittent. Exchange Volume.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Etapas de produção do café solúvel .....	22
Figura 2 - Etapas da digestão anaeróbia .....	27
Figura 3 - Análise bibliométrica dos números de publicações sobre DA e efluentes líquidos de café solúvel .....	36
Figura 4 - Exemplo de rotas metálicas do carbono orgânico em ambientes anaeróbios e aeróbios .....	40
Figura 5 - Vantagens, parâmetros e aplicações da microaeração .....	42
Figura 6 - Etapas metodológicas do experimento .....	48
Figura 7 - Estrutura do reator anaeróbio.....	51
Figura 8 - Câmara aquecida para o reator anaeróbio.....	54
Figura 9 - Estrutura do reator anaeróbio durante a microaeração .....	57
Figura 10 - Teste para fornecimento de ar.....	57
Figura 11 - Esquematização de amostragem e elaboração de perfis tempos de ORP e OD ....	60
Figura 12 - Comportamento entrada e saídas do reator para adaptação de biomassa e volumes de troca de: a) DQO e b) Compostos fenólicos totais .....	66
Figura 13 - Gráfico Boxplot da adaptação da biomassa e volumes de troca para: a) remoção de DQO e b) compostos fenólicos totais .....	68
Figura 14 - Resultados de alcalinidade, ácidos voláteis, relação AI/AP e pH para fases de adaptação e volumes de troca .....	71
Figura 15 - Perfis temporais C1 de: a) DQO e compostos fenólicos totais, b) Alcalinidade e c) pH e AI/AP .....	75
Figura 16 - Perfis temporais C2 de: a) DQO e compostos fenólicos, b) Alcalinidade e c) pH e AI/AP.....	77
Figura 17 - Perfis temporais C3 de: a) DQO e compostos fenólicos, b) Alcalinidade e c) pH e AI/AP.....	79
Figura 18 - Comportamento entrada e saídas do reator para: a) DQO e b) Compostos fenólicos totais .....	82
Figura 19 - Gráfico Boxplot do teste de microaeração para remoção de DQO e compostos fenólicos totais.....	83
Figura 20 - Análise comparativa C3 e C4 de: a) DQO total, b) DQO solúvel e c) compostos fenólicos totais.....	84
Figura 21 – pH, Alcalinidade total, parcial e intermediária em C4.....	86

Figura 22 - Alcalinidade total, parcial e intermediária em C3 e C4.....	87
Figura 23 - Monitoramento das variáveis físico-químicas de OD e ORP para: a) os ciclos de microaeração e b) a interação entre elas .....	88
Figura 24 - Perfis temporais C4 de: a) DQO e compostos fenólicos, b) Alcalinidade, c) pH e razão AI/AP, d) ORP e OD 1hr e) ORP e OD 15 min .....	91
Figura 25 - Monitoramento da cor ao longo dos ciclos de microaeração.....	95
Figura 26 - Análise comparativa do comportamento da cor para C1, C2, C3 e C4 .....	96
Figura 27 - Cores de C1 a C4 em círculo colorimétrico e rampa de luminosidade no espaço de cor CIELAB.....	97

## LISTA DE QUADROS

Quadro 1 - Parâmetros de caracterização da ARCS .....	49
Quadro 2 - Análises físico-químicas, métodos e equipamentos utilizados .....	58

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Detalhes da instalação experimental.....	50
Tabela 2 - Composição do meio sintético .....	52
Tabela 3 - Fases de adaptação da biomassa.....	52
Tabela 4 - Condições operacionais da fase I .....	52
Tabela 5 - Condições operacionais da fase II.....	53
Tabela 6 - Condições operacionais da fase III /C1, C2 e C3.....	55
Tabela 7 – Influência do volume de troca em C1, C2 e C3.....	72
Tabela 8 - Resultados da série de sólidos suspensos para adaptação de biomassa e volumes de troca .....	73
Tabela 9 - Coeficientes cinéticos da degradação de DQO e CFT em C1, C2 e C3.....	81
Tabela 10 - Resultados de sólidos suspensos em C4.....	90
Tabela 11 -Análise comparativa sólidos suspensos entre C3 e C4 .....	90
Tabela 12 – Análise comparativa do coeficiente cinético de degradação de DQO e CFT em C4 .....	94

## LISTA DE ABREVEATURAS

ARCS – Água residuária da produção de café solúvel

AI/AP – Relação alcalinidade intermediária/ alcalinidade parcial

AT – Alcalinidade total

AB – Alcalinidade a bicarbonato

AVT – Alcalinidade à ácidos voláteis totais

AAV – Alcalinidade à ácidos volátis

pH – potencial hidrogenoônico

FID – Detector ionização de chama

CFT – Compostos fenólicos totais

k – coeficiente cinético

$K_s$  – Constante de saturação

$K_i$  – Constante de inibição

$\mu_{\max}$  - vel. espec. de crescimento máximo

TRH – Tempo de retenção hidráulica

## SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	17
2. HIPÓTESE .....	19
3. OBJETIVOS.....	19
3.1. Objetivo principal.....	19
3.2. Objetivos específicos.....	19
4. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	20
4.1. O café e a produção de café solúvel .....	20
4.1.1. Água residuária da produção de café solúvel: composição e impactos ambientais .....	22
4.2. Digestão anaeróbia: Conceito e microbiologia anaeróbia .....	23
4.3.1. Etapas da digestão anaeróbia .....	25
4.3.2. Parâmetros de controle do processo anaeróbio.....	28
4.4. Reatores anaeróbios: Conceitos, tipos e aplicações .....	30
4.4.1. Estratégias de alimentação: Importância e efeitos no desempenho de ASBRs .....	33
4.4.2. Cinética química em reator anaeróbio de bateladas sequenciais (ASBR).....	34
4.5. Tratamento da ARCS por digestão anaeróbia .....	36
4.6. Microaeração em reatores anaeróbios: conceito, performance e inovações.....	38
4.6.1. Fatores que influenciam a microaeração .....	41
4.6.2. Aplicações da microaeração e principais desafios.....	42
5. MATERIAIS E MÉTODOS.....	47
5.1. Caracterização da água residuária e inóculo.....	48
5.2. Configuração do reator .....	49
5.3. Partida do reator, condições operacionais e adaptação inicial da biomassa: Fase I.....	51
5.4. Condições operacionais e adaptação de biomassa: Fase II.....	53
5.5. Condições operacionais para avaliação do volume de troca: Fase III / C1, C2 e C3 .....	53
5.6. Teste de microaeração .....	55
5.7. Monitoramento do reator .....	58

5.8. Perfis temporais das variáveis de interesse.....	59
5.9. Cinética de degradação de DQO e compostos fenólicos totais .....	61
6. RESULTADOS E DISCUSSÃO .....	62
6.1. Caracterização da ARCS e inóculo .....	62
6.2. Monitoramento das variáveis físico-químicas: Adaptação da biomassa e influência do volume de troca .....	66
6.2.1. Monitoramento de retenção da biomassa .....	73
6.2.2. Perfis temporais das variáveis de interesse e cinética de degradação .....	75
6.3. Monitoramento das variáveis físico-químicas: Teste de microaeração e análise comparativa entre condições .....	82
6.3.1. Monitoramento do oxigênio dissolvido e potencial redox .....	88
6.3.2. Monitoramento de retenção de biomassa .....	90
6.3.3. Perfis temporais das variáveis de interesse e cinética de degradação .....	91
6.4. Remoção de cor .....	95
7. CONCLUSÃO.....	99
8. SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS .....	100
9. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	101

## 1. INTRODUÇÃO

No cenário mundial, são produzidas milhões de toneladas de resíduos em atividades agroindustriais (MAKRIS et al., 2007; TRIPATHI et al., 2019). Esses resíduos estão associados ao uso excessivo de insumos, às perdas ocorridas entre a produção e o consumo, além dos materiais processados ao longo da cadeia agroindustrial (ROSA et al., 2011).

Nesse contexto, a cafeicultura se destaca como uma atividade proeminente no setor agroindustrial. De acordo com a Companhia Nacional de Abastecimento - CONAB (2022), o café é uma das bebidas mais consumidas no Brasil e é considerado o produto de maior produção no país. Além disso, desempenha um papel fundamental nos setores social e econômico, gerando empregos e renda.

Entre os produtos comercializados pelas empresas fabricantes de café, destaca-se o café solúvel, uma versão instantânea dessa bebida. A praticidade dessa versão tem atraído a simpatia dos consumidores devido à sua conveniência e versatilidade. No entanto, as águas residuárias provenientes da produção de café solúvel possuem um alto potencial poluidor devido à sua composição complexa.

As águas residuárias provenientes do processamento de café solúvel são caracterizadas por altas concentrações de demanda biológica de oxigênio (DBO), demanda química de oxigênio (DQO), sólidos suspensos totais (SST), turbidez e cor (LAWRENCE et al., 2004). A presença de compostos difíceis de serem degradados, como peptídeos, lignina e compostos ácidos, justifica os elevados valores de turbidez e cor nessas águas residuárias (MOHAN et al., 2015; CARDENAS-TORO et al., 2014; YANG et al., 2015; KIRK-OTHMER, 1985; CLARKE E MACRAE, 1985). Além disso, a composição desses efluentes líquidos é ainda mais complexa, contendo uma ampla variedade de compostos orgânicos, como cafeína, açúcares e compostos fenólicos. Esses compostos são considerados inadequados para descarte direto no solo ou corpos d'água, devido aos seus potenciais impactos ambientais. A literatura científica destaca a importância do tratamento desses efluentes, uma vez que a presença de compostos orgânicos de difícil degradação e concentrações acima dos limites estabelecidos pode causar impactos negativos nos ecossistemas aquáticos e na saúde humana.

A digestão anaeróbia tem sido amplamente adotada no Brasil como uma tecnologia para remoção de matéria orgânica e tratamento de águas residuárias. Nesse processo, a matéria orgânica é degradada por reações metabólicas na ausência de oxigênio molecular (HUERTAS,

2015). Diversos estudos, como os realizados por Disdale et al. (1997), Myra et al. (2015), Novita (2016), Del Nery et al. (2018) e Zhan et al. (2022), têm mostrado resultados promissores na aplicação de reatores anaeróbios no tratamento de efluentes líquidos agroindustriais. No entanto, é importante destacar que o processo anaeróbio apresenta uma eficiência reduzida na biodegradação de compostos complexos e cíclicos (KHAN et al., 2019; SANDHYA et al., 2019; LOUGHRIN et al., 2020). Portanto, apesar da eficácia geral da digestão anaeróbia no tratamento de águas residuárias de café solúvel, é importante considerar estratégias complementares, como a combinação com outras tecnologias, para garantir a remoção eficiente de compostos recalcitrantes, como os compostos fenólicos.

A utilização da microaeração combinada à digestão anaeróbia tem se destacado como uma tecnologia inovadora. Estudos recentes têm evidenciado as vantagens dessa abordagem como uma alternativa promissora para a remoção de compostos complexos e de difícil degradação, como materiais lignocelulósicos, compostos fenólicos e corantes (MENEZES, 2016; KHAN et al., 2019; CHEN et al., 2019; XU et al., 2021; SILVA JÚNIOR, 2021). No entanto, conforme apontado por Buarque et al. (2019), ainda são necessários mais estudos para avaliar a aplicabilidade da microaeração em diferentes tipos de substratos em escala piloto ou real.

Diante desse contexto, o objetivo desta pesquisa é analisar a influência da microaeração associada ao processo anaeróbio em um reator operado em bateladas sequenciais para remoção de compostos recalcitrantes presentes na água residuária da produção de café solúvel. Espera-se que esse estudo contribua para o avanço do conhecimento científico nessa área e para o aprimoramento das práticas relacionadas a esse tema.

## **2. HIPÓTESE**

A digestão anaeróbia em reator operado em batelada sequencial submetido a ciclos de microaeração será eficiente para a complementação da remoção de matéria orgânica complexa presente na água residuária do café solúvel.

## **3. OBJETIVOS**

### **3.1. Objetivo principal**

O objetivo principal dessa pesquisa é avaliar a microaeração como alternativa para melhoria do processo anaeróbio dos compostos fenólicos presentes na água residuária da produção de café solúvel.

### **3.2. Objetivos específicos**

Os objetivos específicos desta pesquisa são:

1. Estudar a influência do volume de troca e carga orgânica volumétrica aplicada na eficiência de remoção de matéria orgânica;
2. Avaliar a aplicação de microaeração aplicado na remoção dos compostos fenólicos.

## **4. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA**

A revisão bibliográfica está dividida sequencialmente em cinco partes, iniciando com uma visão geral e progredindo para tópicos mais específicos, englobando os seguintes temas: conceitos e etapas da produção do café solúvel, análise dos efluentes líquidos gerados nesse processo e seu impacto ambiental, compreensão dos conceitos, etapas e parâmetros de controle da digestão anaeróbia, exploração dos conceitos e condições operacionais de reatores anaeróbios e, por fim, a análise dos conceitos e aplicações da microaeração associada à digestão anaeróbia.

### **4.1. O café e a produção de café solúvel**

O café desempenha um papel significativo na história e economia do Brasil. Introduzido em 1727, tornou-se a principal mercadoria exportada a partir de 1830 e tem mantido uma posição de destaque no mercado global (Ministério de Agricultura, Pecuária e Abastecimento - MAPA, 2021). Atualmente, o café é a segunda commodity mais negociada no mundo, depois do petróleo (IJANU, KAMARUDDIN & NORASHIDDIN, 2019).

Existem duas espécies de café amplamente comercializadas para produção de grãos: Arábica (*Coffea Arabica*) e Robusta (*Coffea Canephora*). A espécie Arábica é mais delicada e produz um café de melhor qualidade. Os principais países produtores de Arábica estão localizados na América do Sul. Por outro lado, a espécie Robusta é mais resistente a pragas e condições climáticas adversas, além de ter um sabor mais adstringente e amargo (ETIENNE, 2005; ESTEVES, 2006).

O processamento do café pode ser realizado de duas maneiras: método úmido e método seco. Segundo Shanmukhappa et al. (1998), o método úmido é considerado superior em termos de qualidade do café. Nesse processo, são utilizados equipamentos específicos que consomem grandes volumes de água em diferentes etapas do beneficiamento. No método seco, os grãos de café são expostos ao sol para secagem em grandes pátios antes de serem coletados para dar continuidade ao processo (NOVITA, 2016).

Nos Estados Unidos da América, o café solúvel teve sua primeira produção em 1950. No Brasil, o produto chegou em 1962 e, a partir de 1970, a produção atingiu 36 milhões de kg/ano, tornando o país um dos grandes produtores de café solúvel (SILVA et al., 1999).

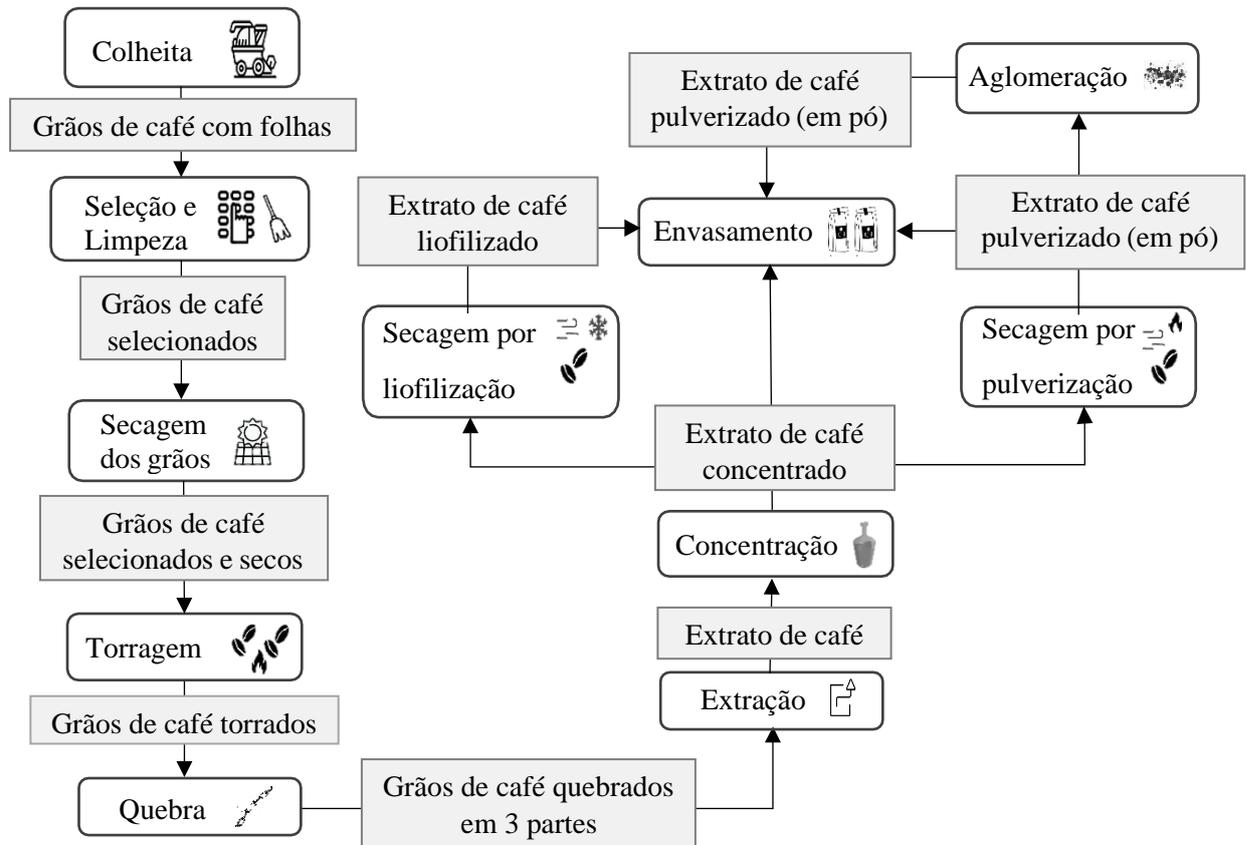
O café solúvel, também conhecido como café instantâneo, é um produto inovador que aposta na praticidade para o consumidor. É produzido a partir dos grãos de café verde que passam por um processo de extração de sólidos solúveis e voláteis. Utilizando água quente como solvente, o café solúvel é reidratado, resultando em uma bebida fresca e rápida para os dias corridos. No mercado, existem diferentes formas de café solúvel, como café pulverizado, liofilizado e extrato líquido (ENG WEE EAN, 2008).

O processo de produção do café solúvel (Figura 1) começa com a limpeza das lavouras, removendo as folhas envelhecidas que poderiam prejudicar as etapas seguintes. Em seguida, ocorre a seleção dos grãos de café, a torrefação e a moagem ou quebra, que liberam os sólidos solúveis e as substâncias voláteis responsáveis pelo aroma e sabor do café (ANDERSON et al., 2003; ESTEVES, 2006).

O extrato de café obtido na fase de extração é formado pela percolação de água nos grãos de café a uma temperatura de aproximadamente 150°C, o que permite a extração dos sólidos solúveis. Em seguida, ocorre a fase de concentração, que pode ser feita por congelamento ou evaporação dos grãos, resultando em um concentrado que é comercializado na forma seca ou em pó. A etapa seguinte é a secagem, que pode ser realizada por pulverização ou liofilização. Na secagem por pulverização, uma corrente de ar quente é utilizada para secar o café, enquanto na liofilização, o processo envolve o congelamento do extrato, moagem e sublimação da água em uma câmara de vácuo. Após o processo de secagem, o café solúvel é embalado para comercialização ou, opcionalmente, passa por uma fase de aglomeração. Essa etapa ocorre caso o produto tenha sido submetido à secagem por pulverização. Na aglomeração, as partículas do café solúvel são aumentadas para facilitar o manuseio pelo consumidor (ESTEVES, 2006).

A produção de café solúvel utiliza cerca de 50% dos insumos necessários para o beneficiamento do produto em todo o mundo. Como ocorre com a maioria das atividades agroindustriais em grande escala, essa produção gera quantidades significativas de resíduos sólidos e líquidos com alta concentração de poluentes e composição química complexa e variável (ZARRINBAKHSH et al., 2016). O tratamento adequado e a disposição correta desses resíduos apresentam desafios consideráveis, levando em conta seu impacto ambiental.

Figura 1 - Etapas de produção do café solúvel



Fonte: Adaptado de Esteves (2006).

#### 4.1.1. Água residuária da produção de café solúvel: composição e impactos ambientais

A indústria cafeeira é uma fonte geradora de grandes quantidades de resíduos, tanto sólidos quanto líquidos, que possuem alto potencial poluidor (RATTAN et al., 2015). Além disso, o processo produtivo depende do uso de grandes volumes de água. Um estudo realizado por Coltro et al. (2006) em quatro regiões produtoras de café no Brasil concluiu que o beneficiamento de 1000 kg de café verde pode consumir até 60.180 litros de água.

Álvarez e Sarmiento (2016), com base em dados fornecidos pela indústria El Café S.A., mostram que, a partir de 100 toneladas de grãos de café processados por dia, são produzidas 40 toneladas de café solúvel. Com base nessa produção, estima-se que o volume de água residuária da produção de café solúvel seja em torno de 2.825 toneladas por dia.

A composição da água residuária da produção de café solúvel (ARCS) é variável, como mencionado por Lawrence et al. (2004) e Selvamurugan et al. (2010), pois depende dos processos utilizados e das características de cada indústria. No entanto, ao longo do processo de fabricação do café solúvel, a concentração de matéria orgânica, em termos de demanda

química de oxigênio (DQO), pode atingir valores entre 4.000 mg/L e 60.000 mg/L. Além da alta carga orgânica, as águas residuárias geradas nesse setor apresentam pH ácido, turbidez e cor elevada, sendo constituídas por elementos como cafeína, gorduras, peptídeos e macromoléculas, incluindo lignina, ácido húmico e taninos, que possuem estruturas moleculares complexas (KIRK-OTHMER, 1985; CLARKE E MACRAE, 1985).

De acordo com Qiao et al. (2013), as ARCS apresentam dificuldades na degradação da matéria orgânica quando são utilizados tratamentos convencionais, devido às suas propriedades físicas, químicas e biológicas, especialmente a presença de compostos complexos, como cafeína, polifenóis, taninos e outros.

Morales et al. (2018) afirmam que muitos dos compostos de difícil degradação requerem a utilização de microrganismos facultativos para promover a eficiência na degradação da matéria orgânica presente na ARCS. Além disso, é necessário buscar tecnologias de remediação viáveis não apenas para a mitigação de impactos ambientais negativos, mas também que apresentem vantagens do ponto de vista operacional. Entre as principais tecnologias aplicadas para o tratamento de águas residuárias de atividades agroindustriais, destaca-se o tratamento biológico por digestão anaeróbia (MORALES et al., 2018).

#### **4.2. Digestão anaeróbia: Conceito e microbiologia anaeróbia**

O desenvolvimento da tecnologia de digestão anaeróbia teve início no começo do século XIX. No entanto, após a Segunda Guerra Mundial, os processos de tratamento de resíduos em destaque eram os tratamentos biológicos aeróbios. Devido às crises energéticas dos anos 1970, a tecnologia de digestão anaeróbia experimentou um crescimento significativo. Tradicionalmente, a digestão anaeróbia (DA) tem sido empregada no tratamento de resíduos líquidos, com ou sem a presença de sólidos suspensos, como esterco, águas residuárias domésticas ou industriais, lodos de tratamentos biológicos ou físico-químicos, entre outros (MATA-ALVAREZ, 2015).

Ao longo do tempo, a tecnologia de digestão anaeróbia evoluiu e suas aplicações foram além do tratamento de resíduos líquidos. Ela é cada vez mais utilizada no processamento de resíduos orgânicos sólidos, como resíduos de alimentos, resíduos agrícolas e culturas energéticas. Essa diversificação de matérias-primas tem contribuído para o crescimento e desenvolvimento da tecnologia de digestão anaeróbia (MENG et al., 2022).

A digestão anaeróbia consiste em um conjunto de processos metabólicos complexos e sequenciais que ocorrem na ausência de oxigênio molecular e dependem da atividade de pelo menos três grupos de microrganismos para promover a estabilização autorregulada da matéria orgânica, resultando em metano e dióxido de carbono, predominantemente (MORAES et al., 2015).

Os grupos de microrganismos associados e envolvidos no processo anaeróbio são, em sua maioria, procariotos. As características do substrato e as condições operacionais, como temperatura, carga orgânica e a configuração do sistema, são responsáveis pela diversidade e variedade das comunidades microbianas. Os três grupos microbianos distintos incluem as bactérias fermentativas ou acidogênicas, as bactérias sintróficas ou acetogênicas e as arqueas metanogênicas (AQUINO et al., 2005; MORAES et al., 2015).

Os gêneros de bactérias fermentativas incluem *Clostridium*, *Bacteroides*, *Staphylococcus*, *Lactobacillus* e *Streptococcus*. Em relação às bactérias acetogênicas, os gêneros encontrados na digestão anaeróbia são *Syntrophobacter* e *Syntrophomonas*. Por fim, a etapa final do processo é realizada pelos microrganismos do domínio *Archaea*. Esse domínio difere das bactérias típicas (CHERNICHARO, 2007). Um estudo conduzido por Woese (1977) revelou que esses microrganismos são distintos em um nível biológico mais fundamental e, para reconhecer essas diferenças, foram denominados como pertencentes ao grupo "Arqueobactéria". As arqueas apresentam diversos atributos bioquímicos e estruturais únicos, que as adaptaram a viver em habitats específicos (CHERNICHARO, 2007).

Conforme Vazzoler et al. (1999), as arqueas metanogênicas são classificadas em cinco ordens: *Methanobacteriales*, *Methanococcales*, *Methanomicrobiales*, *Methanosarcinales* e *Methanopyrales*. O domínio *Archaea* possui mais de 100 espécies descritas. Esse grupo é composto por microrganismos anaeróbios estritos e utiliza apenas um número limitado de substratos, como ácido acetato, hidrogênio/dióxido de carbono, ácido fórmico, metanol, metilaminas e monóxido de carbono. De acordo com sua fisiologia, as arqueas metanogênicas podem ser divididas em metanogênicas acetoclásticas, que utilizam o acetato como fonte de carbono e energia, e hidrogenotróficas, que utilizam o gás carbônico como fonte de carbono e acceptor final de elétrons, e o hidrogênio como fonte de energia (CHERNICHARO, 2007).

Com base nessas informações, observa-se que a digestão anaeróbia envolve diversos grupos de microrganismos e reações complexas. Nesse sentido, compreender as etapas

envolvidas nesse processo permite a implementação de sistemas de tratamento anaeróbio mais eficientes, contribuindo para a transição para uma economia circular e de baixo carbono.

#### **4.3.1. Etapas da digestão anaeróbia**

A hidrólise é a primeira etapa da digestão anaeróbia, na qual bactérias fermentativas produzem enzimas hidrolíticas para degradar compostos orgânicos de alto peso molecular, solúveis e insolúveis. Essas bactérias podem ser classificadas de acordo com o tipo de exoenzima produzida e podem ser inibidas pelo acúmulo de açúcares e aminoácidos. As enzimas envolvidas incluem amilases, proteases e lipases, que degradam carboidratos, proteínas e lipídios, respectivamente. Essa etapa prepara a matéria orgânica para a fermentação subsequente, tornando os compostos solúveis acessíveis aos microrganismos (LETTINGA et al., 1996; MATA-ALVAREZ, 2015; AMARAL, STEINMETZ & KUNZ, 2019). O tempo necessário para a hidrólise varia dependendo das características do substrato. A hidrólise de carboidratos geralmente ocorre em poucas horas, enquanto a hidrólise de proteínas e lipídios pode levar alguns dias. Compostos mais complexos podem sofrer hidrólise mais lenta e incompleta (LETTINGA et al., 1996; AMARAL, STEINMETZ & KUNZ, 2019). As reações de hidrólise geralmente liberam energia utilizável, mas a termodinâmica dessas reações pode ser influenciada pela presença de inibidores ou pela disponibilidade de cofatores necessários para a atividade das enzimas (MATA-ALVAREZ, 2015).

Na etapa de acidogênese, os compostos solúveis resultantes da hidrólise são fermentados por bactérias acidogênicas. Essas bactérias produzem ácidos orgânicos de cadeia curta, como ácido acético, ácido propiônico, ácido butírico, além de álcoois (etanol), cetonas (acetona), dióxido de carbono e hidrogênio. Os ácidos são produtos da fermentação anaeróbia e constituem uma fonte de energia para as etapas subsequentes (POLAND, 1992; CHERNICHARO, 1997; MATA-ALVAREZ, 2015; AMARAL, STEINMETZ & KUNZ, 2019).

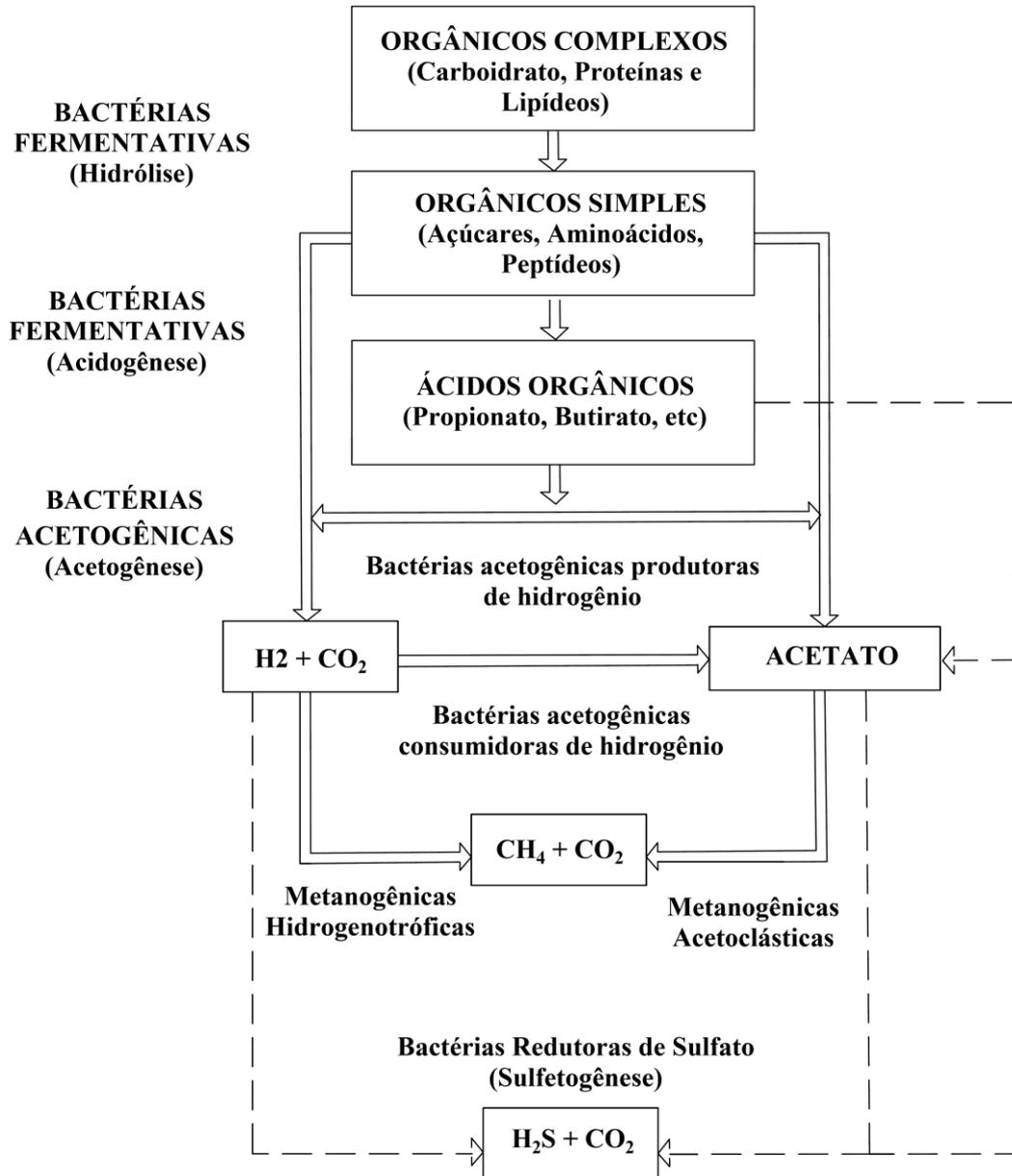
Na acetogênese, bactérias acetogênicas convertem os ácidos orgânicos produzidos na etapa anterior em acetato, hidrogênio ( $H_2$ ) e dióxido de carbono ( $CO_2$ ). A produção de acetato resulta em uma produção significativa de  $H_2$ , levando a uma diminuição do pH no meio aquoso. Além disso, a conversão de propionato e butirato em acetato é termodinamicamente inibida em concentrações relativamente baixas de hidrogênio dissolvido e acetato. Portanto, as reações acetogênicas só podem ocorrer se a concentração de produtos (hidrogênio e acetato) for mantida em níveis baixos, o que é alcançado por microrganismos consumidores de acetato e hidrogênio

(CHERNICHARO, 1997). Embora as reações acetogênicas não sejam termodinamicamente favoráveis em condições padrão, elas são possíveis em reatores anaeróbios devido à interação entre microrganismos acetogênicos e metanogênicos (AQUINO et al., 2005).

A etapa final da digestão anaeróbia, chamada de metanogênese, ocorre em condições estritamente anaeróbias. Nessa etapa, o carbono contido na biomassa é convertido em dióxido de carbono e metano pelas arqueas metanogênicas. A metanogênese ocorre por meio de duas rotas metabólicas principais: acetoclastia e hidrogenotrofia. Na acetoclastia, microrganismos metanogênicos acetoclásticos, como *Methanosarcina spp.*, convertem ácido acético em metano e dióxido de carbono. Na hidrogenotrofia, microrganismos metanogênicos hidrogenotróficos, como *Methanobacterium spp.* e *Methanococcus spp.*, utilizam hidrogênio e dióxido de carbono para produzir metano (AMARAL, STEINMETZ & KUNZ, 2019).

Além das etapas mencionadas, o processo de digestão anaeróbia pode incluir a fase de redução de sulfatos e formação de sulfetos, conhecida como sulfetogênese. Essa fase ocorre principalmente quando o substrato utilizado no processo contém uma quantidade significativa de sulfato. Durante a sulfetogênese, bactérias sulfatorredutoras são responsáveis pela redução de sulfatos, convertendo-os em sulfetos. Alguns gêneros de destaque entre as bactérias redutoras de sulfato incluem *Desulfobulbus*, *Desulfotomaculum*, *Desulfobacter* e *Desulfosarcina* (CHERNICHARO, 2007).

Figura 2 - Etapas da digestão anaeróbia



Fonte: Adaptado de Siqueira (2008).

Ao considerar as etapas da digestão anaeróbia, é essencial compreender e controlar os parâmetros envolvidos no processo. A implementação adequada desses parâmetros contribui para um melhor desempenho do sistema anaeróbio e a obtenção de resultados eficientes em termos de tratamento de resíduos e produção de biogás.

### 4.3.2. Parâmetros de controle do processo anaeróbio

Os parâmetros de controle do processo de digestão anaeróbia são indicados por Monnet (2003) e Huertas (2015), sendo eles: temperatura ( $T$  °C), tempo de retenção hidráulica (TRH) para reatores contínuos e tempo de ciclo para reatores descontínuos, pH e alcalinidade, relação C:N, carga orgânica volumétrica e relação AI/AP.

De acordo com Monnet (2003), a digestão anaeróbia pode ocorrer em duas faixas de temperatura: mesofílica (20-45°C, geralmente 35°C) e termofílica (50-65°C, geralmente 55°C). A temperatura desempenha um papel importante, pois afeta as propriedades físico-químicas dos substratos, o crescimento microbiano e o metabolismo dos microrganismos. A pressão parcial de hidrogênio em um biorreator também é influenciada pela temperatura, o que pode afetar a cinética do metabolismo sintrófico (HUERTAS, 2015).

O tempo de retenção hidráulica é definido como o tempo médio em que o substrato permanece no interior do biorreator. O TRH é inversamente proporcional à velocidade de degradação do substrato, ou seja, quanto maior a velocidade de degradação, menor será o tempo de detenção hidráulica (WILLINGER, 1999; HUERTAS, 2015).

No que diz respeito ao pH, Monnet (2003) indica que os valores ótimos variam para as etapas de acidogênese e metanogênese. Durante a acidogênese, ácidos voláteis de cadeia curta são produzidos, o que pode levar a um decréscimo do pH. Um pH baixo é prejudicial para as arqueas metanogênicas. Por outro lado, um pH alto pode resultar na produção de ácido carbônico a partir do  $\text{CO}_2$  dissolvido, liberando íons de hidrogênio (DEUBLEIN; STEINHAUSER, 2011). Portanto, a faixa ideal de pH fica entre 6,4 e 7,2 (MONNET, 2003).

A alcalinidade pode ser determinada separadamente como alcalinidade parcial (AP), que se refere à alcalinidade do bicarbonato, e alcalinidade intermediária (AI), que se refere à alcalinidade dos ácidos voláteis (RIPLEY et al, 1986; CHERNICHARO, 2007). Essa determinação é fundamental para o entendimento da relação AI/AP (PEREIRA et al, 2009). Além disso, a alcalinidade total, geralmente entre 2500 e 5000  $\text{mgCaCO}_3/\text{L}$ , fornece um poder tampão adequado ao sistema (GRADY & LIM 1980; PEREIRA et al, 2009). Desta forma, Huertas (2015) resume para meios anaeróbios, a alcalinidade muitas vezes é atribuída ao equilíbrio entre a dissolução do dióxido de carbono e a produção de ácido carbônico.

A relação AI/AP é importante para compreender a alcalinidade gerada em função da presença de ácidos orgânicos voláteis. O acúmulo desses ácidos pode afetar negativamente o

processo anaeróbio, levando ao consumo de alcalinidade, diminuição do pH e redução da produção de biogás (HUERTAS, 2015).

A relação C:N é a proporção entre a quantidade de carbono e nitrogênio presente na matéria orgânica. Um valor alto pode indicar deficiência de nitrogênio e uma quantidade elevada de carbono, o que pode levar a um decréscimo no pH. Por outro lado, uma relação C:N baixa pode resultar no acúmulo de amônia e no aumento do pH, o que é prejudicial para as arqueas metanogênicas. Portanto, a relação C:N recomendada para reatores anaeróbios fica entre 20 e 30 (MONNET, 2003).

Quanto à carga orgânica volumétrica (COV), ela representa a quantidade de substrato adicionada ao biorreator em um determinado período de tempo. Uma COV baixa resulta em desequilíbrio entre alimento e microrganismos, resultando em baixa atividade microbiana. Por outro lado, uma COV alta pode levar ao acúmulo de ácidos orgânicos voláteis (AGV), devido aos altos valores da relação entre alimento e microrganismos. Portanto, um valor adequado de COV proporciona condições ótimas para o crescimento da comunidade microbiana e maior estabilidade do processo (HUERTAS, 2015).

Após considerar o controle adequado dos parâmetros mencionados anteriormente, aliado ao tipo adequado de reator anaeróbio, é essencial para garantir a eficiência da digestão anaeróbia e a produção sustentável de biogás como fonte de energia renovável. Nesse sentido, será abordado no tópico seguinte os reatores anaeróbios e suas aplicações.

#### 4.4. Reatores anaeróbios: Conceitos, tipos e aplicações

A utilização de reatores anaeróbios tem sido considerada uma abordagem promissora para a gestão sustentável de resíduos e a produção de energia renovável (VATS et al., 2020). Durante o processo de tratamento de efluentes, existem duas fases distintas e importantes: a partida e o estado estacionário. Para iniciar o processo, normalmente é feita a inoculação do reator com biomassa aclimatada, proveniente de outros reatores em operação, estações de tratamento de esgoto ou resíduos agroindustriais (METCALF & EDDY, 2003; SANTOS, 2016). Um aspecto fundamental durante a partida do reator anaeróbio é a inoculação, uma vez que a presença de microrganismos ativos melhora a eficiência do tratamento e acelera o processo de partida, reduzindo o tempo necessário para o desenvolvimento e adaptação da biomassa anaeróbia às condições do reator (NEVES et al., 2004).

Os sistemas de tratamento anaeróbio podem ser divididos em dois grupos: sistemas convencionais, como digestores de lodo, tanques sépticos e lagoas anaeróbias; e sistemas de alta taxa, os quais são subdivididos em crescimento de biomassa aderida ou dispersa. Embora não haja uma segmentação clara para denominação entre sistemas convencionais e de alta taxa, os sistemas convencionais geralmente não possuem mecanismos de retenção de sólidos, resultando em tempos de retenção hidráulica maiores e baixas cargas volumétricas. Logo após, os sistemas de alta taxa incluem, por exemplo, reatores anaeróbios de leito fixo, leito fluidizado com partículas imobilizadas, reatores de membrana de biofilme, reatores de fluxo ascendente e manta de lodo, reatores com leito granular expandido, reatores compartimentados ou com chicanas, e reatores descontínuos operados em bateladas sequenciais (CHERNICHARO, 2007; DÍAZ-BÁEZ, 2002; VAN HAANDEL, 1994). Os sistemas de crescimento aderido são constituídos pela existência de um material que permite a aderência ou retenção dos sólidos biológicos nos reatores, enquanto os sistemas de crescimento disperso são compostos por flocos ou grânulos de microrganismos livres. A eficiência do sistema de crescimento disperso está correlacionada à capacidade da biomassa em formar grânulos e sedimentar (CHERNICHARO, 2007; PIND et al., 2003). A seguir serão detalhados os reatores anaeróbios com crescimento disperso.

Os reatores de fluxo ascendente e manta de lodo, também conhecidos em inglês como UASB (*Upflow Anaerobic Sludge Blanket*) foram primordialmente desenvolvidos e aplicados na Holanda. Esses reatores consistem em um fluxo ascendente do efluente líquido através de um leito denso de lodo com alta atividade microbiana (LETTIGA et al., 1980;

CHERNICHARO, 2007; GAUDENCIO, 2016). Um exemplo de aplicação foi realizado por Del Nery et al. (2018), os quais analisaram um reator UASB em escala piloto (120 L) para produção de biogás a partir da degradação de vinhaça. O reator foi operado por 700 dias, com cargas orgânicas variando de 0,5 a 32,4 kgDQO/m<sup>3</sup>d, velocidades de fluxo ascendente variando de 0,008 a 0,292 m/h (alimentação adicionada com recirculação) e tempos de retenção hidráulica variando de 0,86 a 33,33 dias. O reator apresentou desempenho estável em todas as cargas orgânicas aplicadas, com eficiências médias de remoção de DQO total e solúvel de 87,5 ± 5,3% e 90,5 ± 3,6%, respectivamente. O teor de metano no biogás foi de 68,8 ± 7,14%, e a produtividade de metano atingiu o valor mais alto de 8,059 LCH<sub>4</sub>/Ld em 32,27 kgCOD/m<sup>3</sup>d, correspondendo a 83,9% do valor teórico.

Os reatores anaeróbios com leito granular expandido, também conhecidos em inglês como EGSB (*Expanded Granular Sludge Bed*), são sistemas que apresentam um leito de biomassa granular em suspensão. Tais reatores proporcionam um fluxo ascendente do efluente líquido, permitindo a expansão e fluidização dos grânulos no leito (SEGHEZZO et al., 1998). Um estudo realizado por Zhang et al. (2008) operou um reator EGSB em escala de bancada no tratamento do efluente da indústria de óleo de palma. O reator foi operado continuamente a 35 °C por 514 dias, com carga orgânica variando de 1,45 a 17,5 kgDQO/m<sup>3</sup>d. Os resultados indicaram uma alta remoção de DQO, atingindo 91% de remoção com tempo de retenção hidráulica de 2 dias e a maior carga orgânica de 17,5 kgDQO/m<sup>3</sup>d. No entanto, apenas 46% da DQO do óleo de palma bruto foi transformado em biogás, com teor de metano de aproximadamente 70% (V/V).

Os reatores com chicanas ou compartimentados consistem em uma série de compartimentos interligados por chicanas, que favorece a separação hidráulica e a retenção da biomassa. Cada compartimento dispõe de condições de operação e composições diferentes, otimizando o processo anaeróbio (CHERNICHARO, 2007; MORATO et al., 2016). Um estudo conduzido por Moraes (2015) avaliou a remoção de matéria orgânica e a conversão da matéria nitrogenada em esgoto doméstico utilizando um sistema de tratamento composto por dois reatores verticais compartimentados. Os reatores foram construídos com tubos de plásticos e operados com diferentes tempos de detenção hidráulica e taxas de recirculação. Os sistemas apresentaram um bom desempenho na remoção de matéria orgânica, com eficiências médias de remoção de DQO total de 52% a 83%. A remoção de nitrogênio também foi alcançada, com eficiências médias de 57% a 60%. O estudo também revelou a presença de uma população microbiana estratificada nos reatores, com diferentes grupos de micro-organismos responsáveis

pela degradação da matéria orgânica e nitrificação. A análise de confiabilidade indicou que os sistemas operaram de forma estável.

A utilização de reatores descontínuos aplicados no tratamento de águas residuárias tem sido especialmente benéfica para compostos com alta carga orgânica recalcitrante (LAPA, 2003). Nesse contexto, destaca-se o reator anaeróbio operado em bateladas sequenciais, também conhecido em inglês como ASBR (*Anaerobic Sequencing Batch Reactor*). O ASBR é um tipo de reator anaeróbio descontínuo que opera de modo sequencial, no qual diferentes etapas ocorrem no mesmo tanque, incluindo alimentação, reação, sedimentação e descarte. A fase de alimentação envolve a adição do substrato no reator, que é continuamente misturado. O volume de substrato a ser alimentado dependerá de diversos fatores, como tempo de retenção hidráulica desejado, carga orgânica e características de sedimentação. Na fase de reação, ocorre a conversão da matéria orgânica biodegradável em biogás. Na fase de sedimentação, ocorre a separação entre sólidos e o efluente líquido, que é descartado na etapa posterior. Esse ciclo se repete continuamente. Esse reator é conhecido por sua versatilidade e flexibilidade no tratamento de efluentes, incluindo efluentes agroindustriais (PICKBRENNER, 2002; ZAIAT et al., 2001; AKIL & JAYANTHI, 2012; CONTRERA, 2008).

Xiangwen et al. (2008) investigaram o tratamento de efluentes de uma cervejaria em um ASBR em escala piloto. Os experimentos demonstraram que o reator operou de forma estável e eficiente na remoção de DQO e na produção de biogás com cargas orgânicas controladas entre 1,5 e 5,0 kgDQO/m<sup>3</sup>d e tempo de ciclo de 24 horas. A eficiência de remoção de DQO total atingiu mais de 90%. A formação de grânulos do lodo foi alcançada em aproximadamente 60 dias. Além disso, observou-se alta atividade metanogênica específica para acetato. O estudo sugeriu que a tecnologia ASBR é uma alternativa promissora para o tratamento de efluentes de cervejarias.

Myra et al. (2015) avaliaram a viabilidade do uso do ASBR para o tratamento de efluentes líquidos de processamento de carne. O ASBR foi operado com um tempo de ciclo de 8 horas, tratando cerca de 2,0 L de substrato sintético com DQO de aproximadamente 500 mg/L. O sistema alcançou uma eficiência média de remoção de DQO total e solúvel de 80% e 88%, respectivamente, na taxa de agitação de 50 revoluções/min, com boa retenção de sólidos e sem desagregação dos grânulos. O uso da agitação mecânica aumentou a eficiência ao longo do ciclo do reator, permitindo a redução do tempo total do ciclo.

Zhan et al. (2022) avaliaram a co-digestão anaeróbia de resíduos provenientes de aviários e palha de trigo em um ASBR para a geração de biogás. A carga orgânica foi aumentada gradualmente, e o reator mostrou produção diária de biogás de  $13,06 \pm 0,21$  L e teor de metano de  $54,38 \pm 0,53$  %. A operação contínua subseqüentemente alcançou uma produção diária de metano de 100,41 a 188,65 mLCH<sub>4</sub>/gSV e uma eficiência de remoção total de DQO de 70,3 a 85,9 % no efluente líquido. A comunidade microbiana tornou-se mais uniforme ao longo do tempo, e os metanógenos acetoclásticos dominantes do gênero *Methanosaeta* foram predominantes desde o início do estudo. A estrutura geral da comunidade microbiana permaneceu estável durante a operação do reator.

Nesse cenário, o reator operado em bateladas sequenciais, mostra-se como uma opção eficiente para o tratamento de efluentes agroindustriais. A eficiência do tratamento desses reatores é influenciada não apenas pela agitação adequada, mas também por outras condições operacionais, como por exemplo uma estratégia de alimentação bem planejada (ZAIAT et al, 2001). Dentro desse contexto, será explorado sobre a importância da estratégia de alimentação para reatores anaeróbios.

#### **4.4.1. Estratégias de alimentação: Importância e efeitos no desempenho de ASBRs**

Estratégias de alimentação têm impacto significativo na performance de reatores anaeróbios operados em bateladas sequenciais, uma vez que está diretamente relacionada a relação de alimento e microrganismos e à retenção de sólidos no sistema (ZAIAT et al, 2001; AKIL & JAYANTHI, 2012).

Kennedy et al. (1991) observaram que cargas orgânicas volumétricas mais altas e tempos de alimentação mais curtos diminuíram a eficiência de remoção em um reator ASBR processando substratos sintéticos de sacarose. Por outro lado, Masse et al. (1996) não encontraram variações significativas no desempenho do reator ao mudar as condições de alimentação.

A duração do tempo de alimentação também pode afetar a acumulação de ácidos voláteis e intermediários da decomposição anaeróbia (ANGENENT & DAGUE, 1995).

Bagley e Brodkorb (1999) demonstraram que ciclos de enchimento curtos podem afetar negativamente a capacidade e o desempenho do sistema, sugerindo que ciclos de enchimento mais longos podem ser benéficos para a operação do reator.

Além disso, estudos, como o realizado por Shizas e Bagley (2002), demonstraram que tempos de alimentação mais longos podem reduzir o acúmulo de ácidos voláteis. Essa conclusão foi alcançada ao submeter o reator a um teste de estresse de carga orgânica de 3,2 kgDQO/m<sup>3</sup>.d. A pesquisa analisou concentrações de efluentes, tempo de ciclos e a razão do tempo de enchimento pelo tempo de ciclo. Os autores indicaram que o ajuste de parâmetros operacionais melhora a operação do ASBR.

Mockaitis et al. (2006) avaliaram o efeito do aumento da carga orgânica no desempenho do reator ASBR durante o processamento de soro de leite. O aumento da carga orgânica resultou em alta eficiência de remoção de DQO, mas também foi observada a formação de materiais poliméricos em concentrações mais altas de COD, o que pode afetar a eficiência do reator.

O estudo realizado por Cheong e Hansen (2008) investigou o efeito da estratégia de alimentação em um reator ASBR. Os experimentos foram conduzidos em uma faixa de carga orgânica volumétrica aplicada de 1,524 gDQO/L.d, utilizando água residuária sintética com glicose como principal substrato. Os resultados mostraram que operar o reator no modo de alimentação em batelada com tempos de ciclo mais longos levou a uma maior remoção de DQO, uma taxa de produção de metano mais elevada e uma maior estabilidade operacional. Isso destaca a importância do ajuste dos parâmetros operacionais para otimizar o desempenho dos reatores ASBR em diferentes condições de tratamento de águas residuárias.

Outros estudos acerca desta temática indicam que estratégias de alimentação juntamente com o aumento da carga orgânica volumétrica permitem tempos de ciclos mais longos e proporcionam aos microrganismos mais tempo para decompor compostos orgânicos mais complexos e recalcitrantes (ZIETS et al 2017; TAN et al, 2021).

Além da compreensão sobre os reatores anaeróbios e as estratégias de alimentação, é fundamental explorar a cinética em reatores operados em bateladas sequenciais para o desenvolvimento contínuo dessa tecnologia e promoção do estímulo de sua aplicação, aumento de sua eficácia no tratamento de resíduos e na geração de energia limpa e renovável.

#### **4.4.2. Cinética química em reator anaeróbio de bateladas sequenciais (ASBR)**

A modelagem da digestão anaeróbia começou no início dos anos 1970, quando a necessidade de projeto e operação eficientes de sistemas anaeróbios tornou-se aparente. Na época, o conhecimento da complexa digestão anaeróbia não era apenas incompleto, mas também tinha limitações computacionais. No entanto, ao longo dos anos, as pesquisas sobre o assunto avançaram e levaram a uma melhor compreensão do processo. A cinética química

desempenha um papel importante na compreensão das taxas de degradação, que são influenciadas por fatores como concentração de substrato, temperatura, relação substrato/microrganismo e disponibilidade de nutrientes (GAVALA et al, 2003).

Banik et al. (1997) avaliaram um ASBR em uma faixa de temperatura de 5-25°C e um tempo de retenção hidráulica de 24, 16, 12, 8 e 46 h durante dois anos para avaliar o efeito de diferentes temperaturas nos parâmetros cinéticos  $k$ ,  $K_s$ ,  $K_d$ ,  $Y_g$  e  $\mu_m$ . Verificaram-se que os valores de  $K$ ,  $K_d$  e  $\mu_m$  diminuem e a constante de semisaturação,  $K_s$ , aumenta com a diminuição da temperatura de acordo com a equação de Arrhenius. Os valores do coeficiente de temperatura,  $\theta$ , para a taxa de utilização do substrato, taxa de crescimento específico máximo, taxa de decaimento e constante de semisaturação são 1,083, 1,062, 1,076 e 1,05, respectivamente.

Mekonnen et al (2017) operaram um ASBR em diferentes taxas de carga orgânica (1,03, 1,23, 1,52 e 2,21 kg/m<sup>3</sup>d para determinar a cinética de remoção de DQO e produção de metano. O sistema operou em temperaturas mesofílica. A água residuária foi fornecida por bomba submersível a cada 24 horas e agitada por bomba hidráulica por 15 min/h. A eficiência de remoção de DQO variou de 69 a 85%, e a eficiência de metano também ficou entre  $0,17 \pm 0,2$  e  $0,30 \pm 0,02$  m<sup>3</sup>/kgDQO removido. O valor da constante de saturação e taxa máxima de remoção de DQO encontrados no modelo Stover-Kincannon são 5,57 e 5,56 kgDQO/m<sup>3</sup>d, respectivamente.

Outro exemplo de estudos relacionados aos parâmetros cinéticos em ASBR foram relatados por Gao et al (2022), os quais, aplicaram à digestão anaeróbia de efluentes de aquicultura. A eficiência de remoção de DQO foi de 75%. Os resultados da hibridação fluorescente mostraram que as bactérias predominantes no ASBR eram bactérias acidogênicas e metanogênicas, representando 39,7% e 46,5% do total de bactérias, respectivamente. Através do processamento de dados experimentais, foi ajustado a reação de segunda ordem. Os parâmetros cinéticos foram determinados usando um modelo quadrático de remoção de substrato, um modelo de Stover-Kincannon, um modelo de Monod e um modelo de Haldane. A constante máxima de taxa de remoção  $U_{max}$ , fator de rendimento de lodo  $Y$  e constante de inibição  $K_i$  foram 1,157 g/Ld, 0,153 mgSSV/mgDQO e 670 mg/L, respectivamente.

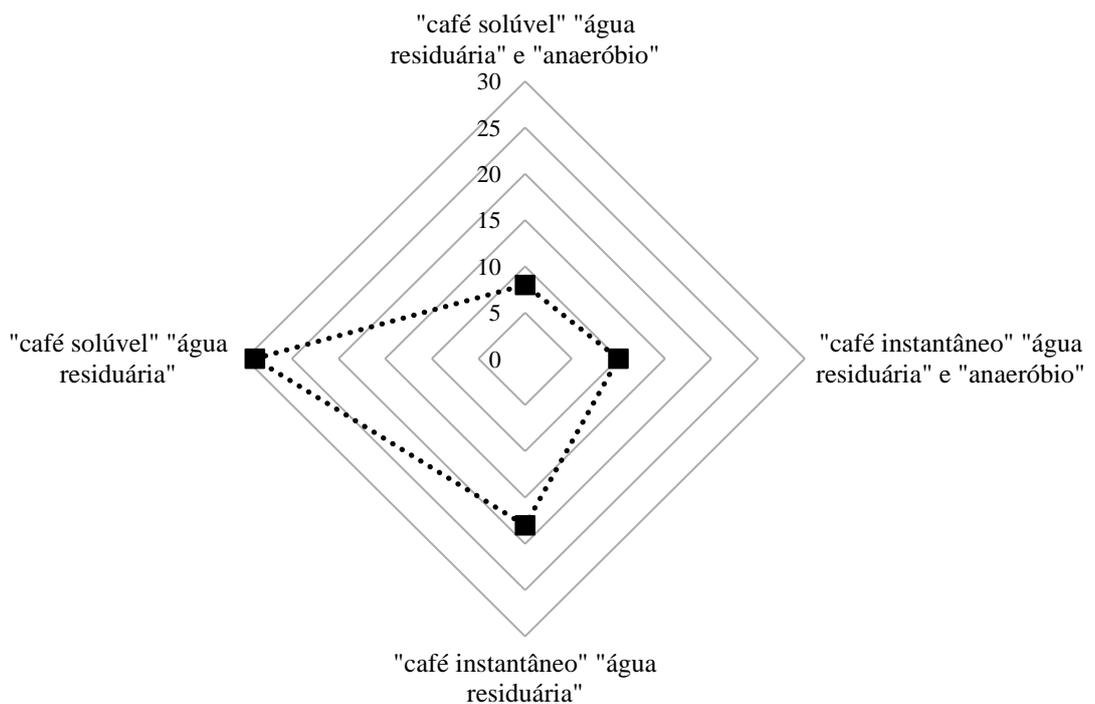
Com base nesses tópicos, após explorar a cinética em reatores anaeróbios, estratégias de alimentação e desempenho desses sistemas, fica clara a importância das temáticas discutidas no estudo do tratamento anaeróbio do efluente líquido da produção de café solúvel.

#### 4.5. Tratamento da ARCS por digestão anaeróbia

A digestão anaeróbia se apresenta como uma tecnologia factível, se em condições operacionais adequadas, resultando em produtos de valor agregados como o biogás e o lodo estabilizado, o qual, pode ser convertido em biofertilizante (GRANDO et al., 2017).

Na literatura, percebe-se que pouco estudos foram relatados sobre aplicação da digestão anaeróbia no tratamento da ARCS. Em corroboração, a ciênciometria das publicações pode ser útil para entender melhor a amplitude das atividades de pesquisa desenvolvidas nessa temática. Dentro desse cenário, a Figura 3 demonstra a produção científica aplicando as palavras-chaves, títulos e resumos de artigos publicados no âmbito nacional e internacional referente aos temas que englobam ARCS na digestão anaeróbia utilizando a base de dados da *Scopus Elsevier*.

Figura 3 - Análise bibliométrica dos números de publicações sobre DA e efluentes líquidos de café solúvel



Fonte: Adaptado de *Scopus Elsevier*, 2023.

Nesse contexto, observa-se que existe uma escassez de documentos no que se refere a aplicação da digestão anaeróbia no tratamento da ARCS. Desta forma, destaca-se dois estudos, os quais são relatados a seguir.

Disdale et al (1997) investigaram a digestão termofílica e mesofílica das águas residuárias da produção de café instantâneo em reatores UASB com pré-acidificação termofílica ao longo de mais de 120 dias. Os reatores UASB foram previamente alimentados com grânulos

adaptados a essas águas residuárias e operaram anteriormente em modo monofásico, tanto mesofilicamente quanto termofilicamente. A etapa de pré-acidificação termofílica foi operada com controle de pH ou com adição de 1,5 g/L de  $\text{NaHCO}_3$  ao alimento, com tempos de retenção de 24, 18, 15 e 12 horas. Até 38% da DQO total do influente foi convertido em ácidos voláteis totais em um tempo de retenção hidráulica de 24 horas, reduzindo para 21% em um TRH de 12 horas. Verificou-se que o controle com NaOH para pH 6,0 com um TRH de 24 horas não era necessário para uma acidogênese eficiente. O efluente da etapa acidogênica com pH 5,2 não precisava de neutralização prévia com NaOH antes de ser alimentado à etapa metanogênica. A ausência de neutralização melhorou o desempenho do reator UASB termofílico. A digestão termofílica pode ser mais sensível à toxicidade de  $\text{Na}^+$  do que a digestão mesofílica. O sistema de dois estágios termofílico/mesofílico apresentou uma melhoria consistente no desempenho (medido, por exemplo, como a redução percentual da DQO) em comparação com o sistema de dois estágios termofílico/termofílico, especialmente em taxas de carga orgânica mais elevadas.

Um estudo realizado por Novita (2016) propôs uma simulação para investigar o potencial de biodegradabilidade de efluentes sintéticos da produção de café solúvel em um reator anaeróbio. O teste de degradabilidade foi elaborado para dois tipos de inóculos: lodo granular e floculento e realizado em três partes: 1) lodo granular e floculentos misturados numa proporção de 20:20; 2) lodo granular com concentrações de café sintético expressas em DQO de 10000 mg/L, 15000 mg/L, 20000 mg/L e 30000 mg/L com ajuste de pH (6,5 a 7,0) e 3) lodo floculento em ácido nicotínico (1000 mg/L, 5000 mg/L, 10 000 mg/L) e fenol (1000 mg/L, 5000 mg/L, 10000 mg/L) com ajuste de pH (6,5 a 7,0). Os resultados indicaram que no primeiro experimento houve uma degradação moderada a 10.000 mg/L de DQO. O segundo experimento, apresentou baixa degradação para uma concentração de água residuária com 30.000 mg/L. O processo anaeróbio para o terceiro lote funcionou de maneira ótima na concentração de fenol de 1000 mg/L. Entretanto a degradação anaeróbia do lodo granular apresentou baixa eficiência para concentrações de fenóis a 5.000 mg/L e 10.000 mg/L. Os resultados indicam que uma maior diversidade na população microbiana anaeróbia associada aos lodos floculentos e granular apresentam o melhor caminho para conversão da matéria orgânica em biogás.

A digestão anaeróbia possui algumas limitações para tratamento de efluentes líquidos que contêm substâncias de alta concentração e/ou de difícil degradação (CUI et al., 2020; LIANG et al., 2020; LIU et al., 2019), uma vez que o efeito inibitório muitas vezes prejudica a degradação microbiana, um dos exemplos de inibição do processo anaeróbio está relacionado

aos acúmulos de ácidos graxos voláteis, bem como, a sensibilidade a inibidores ou tóxicos orgânicos específicos como os, ácidos de cadeia longa, amônia, sulfetos e metais pesados. (LIM et al., 2014; NGUYEN & KHANAL, 2018; NGUYEN et al., 2015; CHEN et al., 2008; TOMASSO et al., 2015). Os processos inibitórios reduzem a capacidade das arqueas de produzir o metano e geralmente esses inibidores são constituídos por elementos como: compostos cíclicos e recalcitrantes, aromáticos nitrogenados, lignina, celulose, ácidos graxos de cadeia longa e compostos inorgânicos (CODIGNOLE LUZ et al., 2018; DINSDALE et al., 1996b; CHEN et al., 2008; TOMMASO et al., 2015; HUACCHA, 2022).

Ao ser considerado as limitações da digestão anaeróbia, é importante explorar a microaeração como uma abordagem viável para lidar com essas limitações e expandir o potencial dessa tecnologia em diferentes aplicações.

#### **4.6. Microaeração em reatores anaeróbios: conceito, performance e inovações**

A microaeração é um sistema que emprega baixas concentrações de oxigênio dissolvido (OD) operando entre ambientes aeróbios e anaeróbios. O sistema é dosado em pequenas quantidades numa faixa de 0,1 a 1,0 mg/L em um reator anaeróbio (HASEGAWA et al., 2000; WU et al., 2015; CHEN et al., 2016; NGUYEN & KHANAL, 2018; CHEN et al., 2020). A microaeração é referida por diferentes terminologias, como aeração limitada, micro-oxigenação, oxigenação ou oxigenação moderada. Os termos "microaeróbio" e "microaerofílico" também são usados para representar a condição do reator (KRAYZELOVA et al., 2015; CHEN et al., 2020).

Na teoria, a utilização de oxigênio dissolvido ou ar não são recursos favoráveis na digestão anaeróbia pela razão de influenciar negativamente no crescimento e atividade biológica dos microrganismos, principalmente de arqueas metanogênicas. Além disso, há a exposição ao risco de explosão pela mistura de oxigênio e o metano (NGUYEN & KHANAL, 2018). Contudo, estudos demonstram que a dosagem de pequenas quantidades de oxigênio dissolvido podem ser uma estratégia eficaz para melhorar a eficiência do processo anaeróbio (MONTALVO et al., 2016; FU et al., 2016; GIROTTO et al., 2018; MENEZES et al., 2019; CHEN et al., 2020; ZEB et al., 2021; SILVA JÚNIOR, 2021). Ar ou oxigênio podem ser adicionados em diferentes estágios do processo de DA, incluindo pré-tratamento, durante o processo e nos estágios posteriores do processo de DA, dependendo dos diferentes objetivos (CHEN et al., 2020).

Na literatura, a maioria dos ensaios publicados tiveram como modalidade de aeração bombas de ar, ar comprimido e injeções de ar ou oxigênio dissolvido (FU et al., 2015; FU et al., 2016; GONZALEZ-GONZALEZ & CUANDROS, 2015; MENEZES et al., 2019; CHEN et al., 2020; SILVA JÚNIOR, 2021). As frequências de microaeração podem acontecer de modo intermitente ou contínuo, dependendo do objetivo do estudo (GIROTTTO et al., 2018; RAFIEENIA et al., 2016; CHEN et al., 2020).

A microaeração associada ao processo anaeróbico surge como uma alternativa inovadora demonstrando vantagens atraentes para aceleração da hidrólise, remoção de sulfeto de hidrogênio, prevenindo os acúmulos de ácidos graxos voláteis (decorrente do aumento da absorção desses ácidos por bactérias hidrolíticas facultativas) e auxiliando na biodegradação de compostos de estruturas complexas, como é o caso dos compostos fenólicos presente nas águas residuárias do café solúvel. Dessa forma, visa a melhor estabilidade da digestão anaeróbia e consequentemente, o aumento da eficiência do processo (KHANAL E HUANG, 2006; NGUYEN & KHANAL, 2018; RAMOS & FDZ-POLANCO, 2013; KHAN et al., 2019; ZEB et al., 2021; GUO et al., 2021; ZEB et al., 2022; FU et al., 2023).

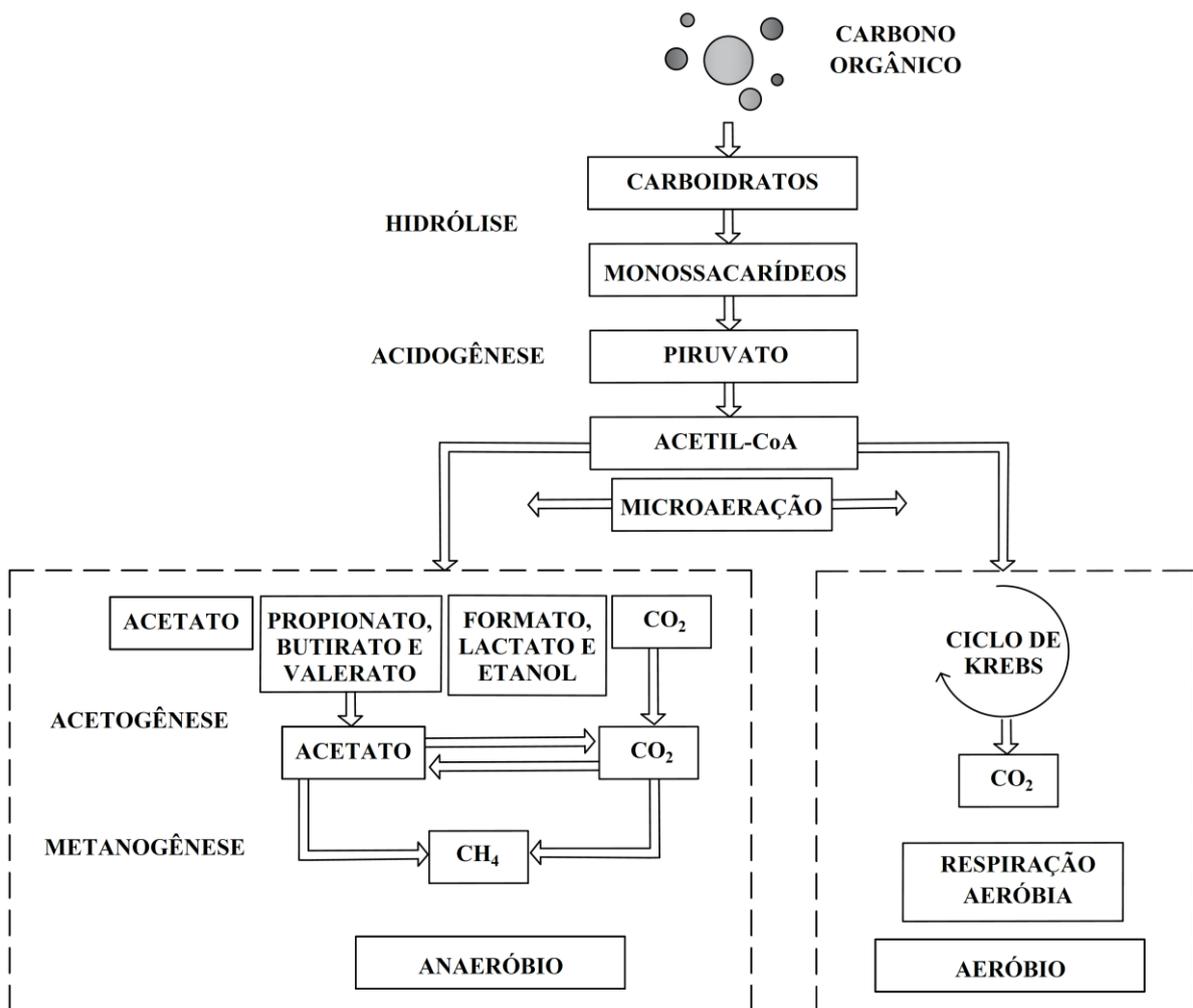
Lim et al. (2014) e Fu et al (2023), apontam que a microaeração pode influenciar na diversidade da microbiota. Essa diversidade microbiana é de interesse e de fundamental importância para a degradação de compostos complexos em diferentes substratos submetidos ao processo anaeróbico (BUARQUE et al., 2019; CHEN et al., 2020).

O consórcio microbiano, em regime microaeróbico, é composto por microrganismos anaeróbios estritos e facultativos. Com a limitação do oxigênio, os microrganismos facultativos mantêm o potencial redox baixo e fornecem condições de crescimento ao meio. As bactérias facultativas, consomem e reduzem parcialmente as moléculas de  $O_2$  gerando por exemplo,  $O_2-OH$  e  $H_2O_2$ , e desse modo, microrganismos anaeróbios estritos podem sobreviver e garantir que a sua atividade microbiana ocorra. Isto é, a capacidade das bactérias anaeróbias facultativas em consumir rapidamente o oxigênio é essencial para proteger a atividade microbiana dos organismos anaeróbios estritos (BRIOUKHANOV & NETRUSOV, 2007; SHEETS et al., 2015; HAO et al., 2009; KATO et al., 1993).

Conforme visto anteriormente sobre as etapas da digestão anaeróbia, nesses ambientes, o carbono orgânico, por exemplo, passa por um processo chamado de fermentação. Nesse processo, as moléculas orgânicas são parcialmente quebradas por microrganismos na ausência de oxigênio. Isso resulta na produção de subprodutos como ácidos orgânicos, álcoois e gases,

como metano, além do dióxido de carbono ( $\text{CO}_2$ ). Já em ambientes aeróbios, o carbono orgânico é completamente oxidado através da respiração aeróbia. Sob condição aeróbia, o acetil coenzima A passa pelo ciclo do ácido tricarbóxico (Ciclo de Krebs) para ser completamente oxidado a  $\text{CO}_2$ . Esse processo requer a presença de oxigênio para ocorrer (CHEN et al., 2020). A Figura 4 apresenta o processo metabólicobiológico do carbono orgânico em ambientes anaeróbios e aeróbios.

Figura 4 - Exemplo de rotas metabólicas do carbono orgânico em ambientes anaeróbios e aeróbios



Fonte: Adaptado de Chen et al. (2020)

Ao considerar a implementação da microaeração em sistemas anaeróbios, é importante avaliar cuidadosamente os fatores que influenciam esse processo. A compreensão desses fatores e a aplicação adequada da microaeração podem melhorar a eficiência da digestão anaeróbia, conforme estudos supracitados, superando limitações e promovendo a produção sustentável de biogás.

#### 4.6.1. Fatores que influenciam a microaeração

Um dos principais parâmetros de controle da microaeração levantados por Nguyen e Khanal (2018) é a taxa de dosagem de oxigênio ou como também conhecida, taxa de microaeração. O controle do oxigênio é um fator decisivo para garantir o equilíbrio que os microrganismos sintróficos precisam e promover a solubilização de compostos complexos (DENG et al., 2009; DUARTE et al., 2018; LIM et al., 2014; YU et al., 2020).

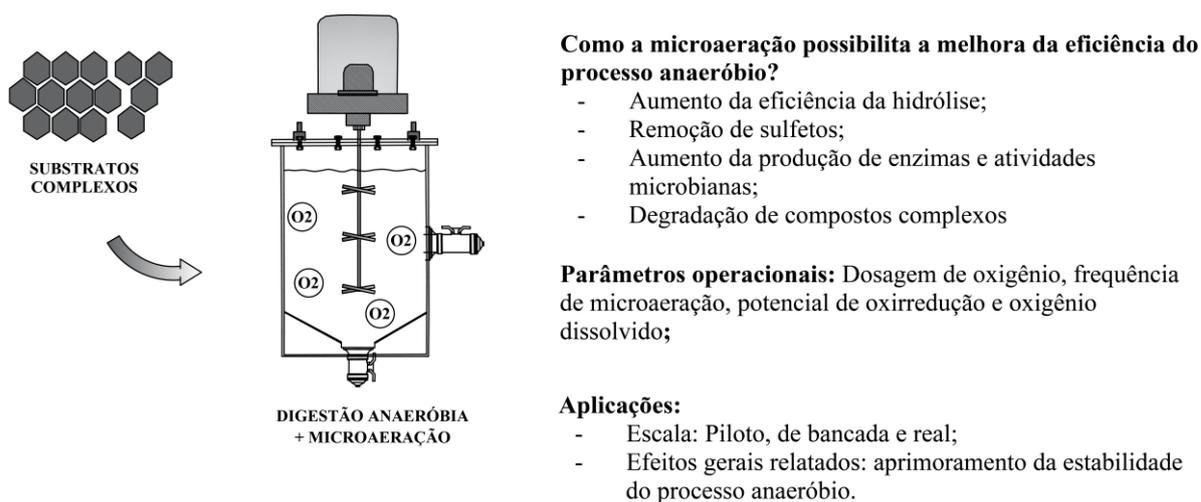
Outros parâmetros também importantes considerados por Nguyen e Khanal (2018) e Chen et al. (2020), são a taxa de transferência de oxigênio e taxa de consumo do oxigênio. Segundo Garcia-Ocha e Gomes (2009), a taxa de transferência de oxigênio está relacionada à configuração do reator, ao método de aeração e aos sólidos totais do substrato no reator. Já a taxa de consumo de oxigênio, é diretamente dependente do tipo de substrato e inóculo aplicado no sistema, ou seja, o balanço entre o aporte mecânico e o consumo por microrganismos (NGUYEN; KHANAL, 2018; CHEN et al., 2019).

No que diz respeito ao monitoramento da microaeração no reator, a baixa concentração de oxigênio no processo microaeróbio impede sua medição direta, e a detecção de pequenas alterações no metabolismo intracelular por meio do pH é limitada. Uma alternativa viável é a medição do potencial redox, também conhecido como ORP (*Oxidation Reduction Potential*, em inglês), que reflete a transferência global de elétrons e o equilíbrio de equivalentes redutores no metabolismo intracelular. O valor de ORP varia de forma linear com o logaritmo da concentração de oxigênio, permitindo a detecção precisa de pequenas alterações na concentração de oxigênio na fase líquida (CHEN et al., 2020). A microaeração é geralmente definida com um valor de ORP que varia de 0 mV a -300 mV, conforme determinado pelo eletrodo padrão de hidrogênio. Em condições anaeróbias, o nível de ORP é de -300 mV ou inferior, enquanto em condições aeróbias é superior a 0 mV (NGUYEN E KHANAL, 2018). No entanto, foram relatados diversos valores de ORP fora dessa faixa durante a microaeração, como < -460 mV (DUANGMANEE et al., 2007) e de -320 mV a -270 mV (NGHIEM ET AL., 2014). Essa variação provavelmente é determinada pelas características específicas de cada reator e pelas condições de operação (KRAYZELOVA et al., 2015).

Um estudo adicional que reforça as literaturas mais recentes foi relatado alguns anos atrás por Khanal e Huang (2006). Esses pesquisadores afirmam que o uso do potencial redox como parâmetro de controle pode garantir uma concentração residual de oxigênio adequada sem inibir os organismos anaeróbios estritos. Isso é possível porque a dosagem de oxigênio é controlada

com base no consumo de oxigênio pelas bactérias facultativas. Além disso, fatores como temperatura e pH também desempenham um papel crucial na eficiência do processo. Na Figura 5, é possível visualizar em termos gerais os parâmetros de controle, condições de processo, vantagens e aplicações da microaeração.

Figura 5 - Vantagens, parâmetros e aplicações da microaeração



Fonte: Adaptado de Chen et al (2020).

Ao finalizar a discussão sobre os fatores que influenciam a microaeração, o conceito e as generalidades dessa técnica, é importante abordar os estudos e desafios que ainda precisam ser enfrentados para sua aplicação mais ampla e eficiente afim de expandir seu potencial e garantir que seja uma solução sustentável para o tratamento de resíduos e a produção de energia renovável.

#### 4.6.2. Aplicações da microaeração e principais desafios

Estudos recentes avaliam a influência da microaeração em diferentes substratos e condições operacionais e demonstram como uma alternativa bem-sucedida para eficiência de remoção de matéria orgânica na digestão anaeróbia de compostos complexos e efluentes líquidos agroindustriais (NGUYEN et al, 2019; MENEZES et al, 2019; SILVA JÚNIOR, 2021; CÂMARA, 2021; XU etl, 2021; ZEB et al, 2021; CAO et al, 2022).

Camiloti et al (2015) realizaram um estudo sobre a remoção de sulfeto em um novo reator de oxidação de sulfeto, chamado Reator de Membrana de Silicone Externo utilizando uma membrana tubular de silicone para microaeração. A pesquisa investigou a oxidação química e biológica do sulfeto em diferentes pHs, como 8.0, 9.0 e 10.0. Além disso, a velocidade aplicada

na membrana foi analisada como um parâmetro de controle do sistema. O coeficiente local de transferência de massa global foi estimado para a membrana tubular de silicone, apresentando um valor médio de  $0,153 \text{ m.h}^{-1}$ . Observaram que a transferência de massa de oxigênio não foi influenciada pela velocidade aplicada. A oxidação do sulfeto para sulfato pôde ser parcialmente evitada, e os testes biológicos revelaram a formação de maiores agregados de enxofre depositados na membrana de silicone, os quais puderam ser facilmente removidos por lavagem. Entretanto, nos ensaios de oxidação química, a formação de enxofre coloidal foi mais desafiadora de separar da fase líquida. Este estudo demonstrou que o projeto de reator é adequado para promover a oxidação parcial do sulfeto.

Nguyen et al. (2019) conduziram um estudo sobre a microaeração controlada por potencial redox (ORP) para a digestão anaeróbia de resíduos de alimentos altamente complexos, como biomassa lignocelulósica, em alta taxa de carga orgânica. Ao aumentar a carga orgânica para  $5,0 \text{ gSV/Ld}^{-1}$ , observou-se um aumento proporcional na concentração total de ácidos graxos voláteis e na relação AI/AP, o que resultou na redução do pH e do rendimento de metano, levando o reator ao limite de falha. Quando a microaeração intermitente controlada por ORP foi iniciada, as concentrações de AGVs diminuíram rapidamente e o desempenho do reator se recuperou em duas semanas. O ORP controlado em  $-470 \text{ mV}$  resultou na redução ideal de AGV. A microaeração controlada por ORP forneceu oxigênio comoceptor de elétrons limitante para heterotróficos facultativos, permitindo a oxidação aeróbia parcial de AGV, ao mesmo tempo em que preservou o consórcio anaeróbios metanógenos.

Menezes et al. (2019) investigaram os efeitos da microaeração na biotransformação do corante tetra-azoico *Direct Black 22* (DB22) e seus subprodutos anaeróbios (aminas aromáticas), utilizando reatores sequenciais em batelada. O arranjo experimental consistiu em três reatores independentes (R1, R2 e R3), operando em ciclos distintos: R1 era completamente anaeróbio, enquanto R2 e R3 incluíam uma etapa de microaeração após a etapa anaeróbia (R2 com microaeração contínua e R3 com microaeração intermitente). As eficiências médias de remoção de DB22 em R1, R2 e R3 foram de 81,4%, 74,5% e 76,8%, respectivamente. R1 produziu um efluente com alta ecotoxicidade aguda (concentração efetiva de 1,13% causando 50% de inibição da bioluminescência em *Vibrio fischeri*) devido ao acúmulo de aminas aromáticas. Em contraste, nenhum efeito ecotóxico agudo foi detectado no efluente de R2 e R3, refletindo a remoção das aminas aromáticas. Na etapa anaeróbia do ciclo, R2 e R3 apresentaram taxas de descoloração de DB22 73% e 123% mais altas do que R1, respectivamente. Ao mesmo tempo, os valores correspondentes de produção estimada de metano foram 35% e 37% menores.

Assim, o oxigênio aparentemente alterou o equilíbrio entre a metanogênese e a descoloração reductiva, inibindo o primeiro processo e aumentando o segundo. Ambas as estratégias de microaeração testadas melhoraram a remoção de aminas aromáticas e a ecotoxicidade, alternando os ambientes, em comparação com o tratamento anaeróbico em estágio único. A microaeração contínua, em comparação com o processo intermitente, resultou em um consumo de oxigênio quatro vezes maior, mas o desempenho geral foi equivalente para ambos. A microaeração também aparentemente alterou o equilíbrio entre metanogênese e descoloração reductiva, favorecendo o segundo processo. Os metanógenos pareciam ser mais inibidos pelo oxigênio do que pelo acúmulo de aminas aromáticas tóxicas. No geral, a microaeração intermitente associada à digestão anaeróbia destacou-se como a melhor alternativa, apresentando eficiências de remoção de DQO e corante superiores a 76%, semelhantes às das outras duas configurações testadas, além de um consumo de oxigênio muito menor em comparação com o processo de microaeração contínua, e uma notável remoção completa da ecotoxicidade aguda.

Câmara (2021) avaliou diferentes durações de pulsos de aeração intermitente de 10, 15 e 30 minutos a cada 2 horas em reatores anaeróbios em bateladas sequenciais para a degradação de anilina e ácido sulfanílico, que são intermediários do processo de degradação de corantes azo. Foi identificado que pulsos de 10 minutos foram suficientes para a degradação dos compostos estudados, sugerindo que essa estratégia pode ser empregada na otimização do tratamento de corantes azo.

Silva Júnior (2021) avaliou os efeitos da duração da fase de microaeração intermitente em dois reatores anaeróbios em bateladas sequenciais utilizados no tratamento de efluente têxtil sintético. No Reator 1, foi utilizado o corante monoazo *Reactive Orange 4* - RO4, enquanto no Reator 2, foi utilizado o diazo *Reactive Black 5* - RB5, ambos com concentração de 32,5 mg/L. Os reatores operaram em um ciclo de 24 horas, com 12 horas de reação anaeróbia, seguidas por 11 horas de microaeração intermitente, caracterizada por pulsos de 10 e 30 minutos de microaeração (62,5 mL/min.L reator) a cada 2 horas nas Fases 1 (F1) e 2 (F2), respectivamente. A remoção de matéria orgânica foi semelhante entre os reatores e as fases, atingindo cerca de 80%. No entanto, o aumento do tempo de microaeração resultou em uma diminuição dos coeficientes cinéticos de remoção anaeróbia de DQO, de 0,0120 h<sup>-1</sup> e 0,0082 h<sup>-1</sup> para 0,0082 h<sup>-1</sup> e 0,0073 h<sup>-1</sup> em R1 e R2, respectivamente. Na Fase 1, o RB5 foi mais bem degradado, tanto em termos de eficiência (77,4% para RO4 e 88,7% para RB5) quanto em termos de cinética (6 vezes mais rápido). Já na Fase 2, a eficiência de remoção de corantes foi semelhante entre os

reatores, em torno de 80%. A diminuição da eficiência de remoção de corante em R2 foi principalmente devida à autooxidação das aminas aromáticas. A microaeração na Fase 1 não removeu as aminas aromáticas. Por outro lado, a microaeração na Fase 2 foi capaz de remover as aminas aromáticas e a citotoxicidade. A aplicação de pulsos de 30 minutos de microaeração foi a mais eficiente, garantindo a remoção de matéria orgânica, corante, aminas aromáticas e toxicidade, independentemente do corante aplicado.

Cao et al. (2022) investigaram a influência da microaeração na mono-digestão anaeróbia de dejetos suínos para a produção de ácidos graxos voláteis e na co-digestão de dejetos suínos com silagem de milho para a produção de ácido láctico. O estudo revelou que a microaeração aumentou significativamente a produção de AGVs e ácido láctico a partir da mono-digestão de dejetos suínos e da co-digestão de dejetos suínos com silagem de milho. A microaeração aumentou a concentração máxima de AGVs em 20,3% e reduziu o tempo necessário para atingir o valor máximo de 18 dias para 10 dias. No entanto, a conversão de ácido láctico em AGVs foi limitada, resultando em uma concentração mais alta de ácido láctico de 26,08 gDQO/L. A análise da comunidade microbiana mostrou um aumento do crescimento de *Clostridium* e *Terrisporobacter* sob condições microaeróbias. A população de *Bifidobacterium* também aumentou significativamente, resultando em uma via metabólica mais produtiva, a via de *Bifidum*, para a produção de ácido láctico.

Com base nos estudos realizados até o momento, o uso de ambientes microaerados e a aplicação de pulsos de aeração mostraram-se estratégias atrativas para o tratamento de efluentes líquidos. Contudo, é necessário realizar mais pesquisas para preencher as lacunas existentes e obter um conhecimento mais aprofundado sobre os efeitos da variação dos pulsos de aeração na remoção de compostos complexos. (SILVA JUNIOR, 2021).

Outros estudos relacionados a aplicação da microaeração para degradação de compostos complexos, foram relatados por Xu et al. (2021), os quais analisaram os efeitos de diferentes estratégias de microaeração na digestão anaeróbia do material lignocelulósico em diferentes níveis de pH e utilizando o esterco bovino como inóculo. O objetivo do estudo foi determinar como a variação do pH e a duração da microaeração poderia influenciar na degradação anaeróbia da lignina, celulose e hemicelulose na palha de milho. Os resultados reportados demonstraram uma aceleração considerável da hidrólise e acidogênese da palha de milho. A operação de diferentes níveis de pH afetou consideravelmente a redução de sólidos totais, ácidos graxos voláteis e DQO. A dosagem de oxigênio de 1,0 mg/L foi mantida durante toda operação. As condições estudadas tiveram pH controlado com valores de 5, 6, 7, 8, além de

uma sem controle. A microaeração foi testada continuamente durante 5 dias. Os valores para remoção de DQO após 5 dias foram respectivamente de 87,6%, 96,2%, 87,5%, 90,4%, 96,3%, para as condições citadas. O potencial máximo de produção de metano foi atingido em 12h de tratamento com um pH de 8. Em suma, os autores relataram que a microaeração auxiliou no metabolismo da lignocelulose ao promover a proliferação de bactérias anaeróbias facultativas.

Zeb et al. (2021) estudaram a influência da microaeração em relação a degradação da lignina presente no esterco de búfalo e a subsequente produção de biogás. Os parâmetros para o estudo foram a dosagem de oxigênio adequado, o tempo de retenção hidráulica e o tipo de frequência de aeração. Foi adotada uma abordagem em série para identificar a combinação mais adequada para degradação da lignina, essas foram: injeções únicas e múltiplas diárias com diferentes dosagens de oxigênio (5,3; 7,3 e 9,3 mL.O<sub>2</sub>/g.SV), em cinco tempos de retenção hidráulica (6, 12, 24, 36 e 47h). Os melhores resultados para degradação da lignina e promoção do biogás foi com o tempo de retenção hidráulica de 12h e injeção única de 7,3 mL.O<sub>2</sub>/g.SV. Essa combinação aumentou em 32% no rendimento médio diário de biogás. Por fim, os autores relatam que aumentar a frequência de aeração ou a dosagem de oxigênio além de 7,3 mL.O<sub>2</sub>/g.SV não promoveu a degradação da lignina.

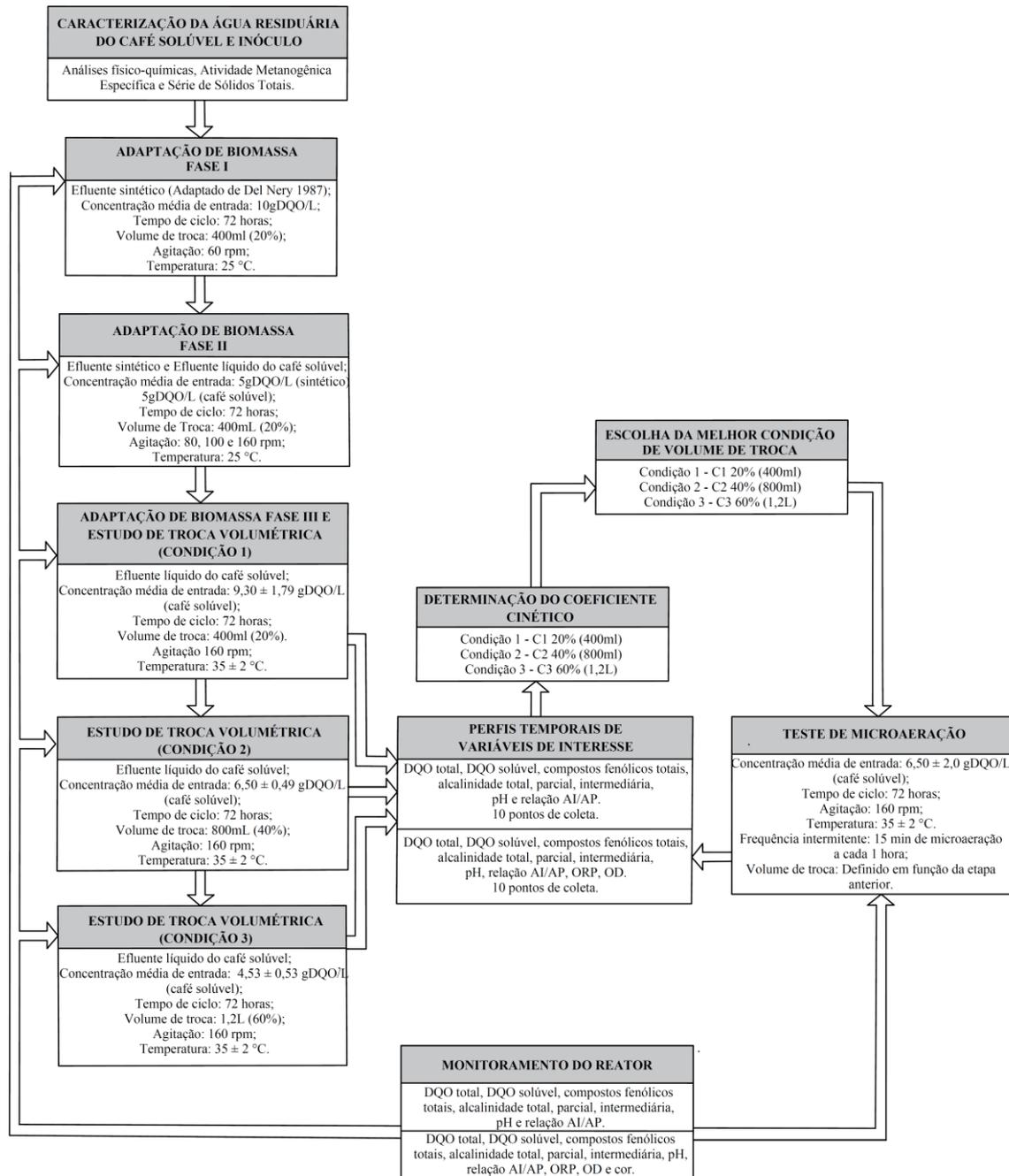
Apesar do processo de microaeração ser uma possível alternativa para a redução das limitações da digestão anaeróbia, Chen et al. (2020) estabeleceram um panorama dos desafios que o processo de microaeração pode trazer, como o controle automatizado do processo de microaeração em escala industrial, a avaliação do crescimento microbiano e a cinética de degradação do substrato na microaeração que devem ser melhor analisados e por fim, a necessidade de avaliar o custo adicional da aeração e o consumo de energia após implementação do sistema.

## 5. MATERIAIS E MÉTODOS

O trabalho consistiu na avaliação de um reator operado em bateladas sequenciais para o tratamento da ARCS. O fluxograma metodológico é apresentado na Figura 6. O aparato experimental foi implementado e conduzido no Laboratório de Biotecnologia Ambiental do Departamento de Engenharia de Alimentos da Universidade de São Paulo (LBA - FZEA - USP).

Com base nas informações fornecidas, os próximos tópicos detalharão os aspectos metodológicos do estudo. Primeiramente, será abordada a caracterização da ARCS. Posteriormente, serão apresentados os detalhes referentes à configuração do reator utilizado, o processo de adaptação da biomassa e a avaliação do volume de troca. Por fim, será descrito o procedimento adotado para o teste de microaeração intermitente. Além disso, serão discutidas as análises empregadas para o monitoramento do reator, a elaboração dos perfis das variáveis de interesse e a determinação da cinética de degradação e remoção de DQO e compostos fenólicos totais.

Figura 6 - Etapas metodológicas do experimento



Fonte: Autora, 2023.

### 5.1. Caracterização da água residuária e inóculo

A água residuária utilizada no estudo foi fornecida pela Companhia de Café Solúveis e Derivados S.A - COCAM, localizada em Catanduva, estado de São Paulo. A água residuária foi coletada e armazenada em galões com capacidade de 20 litros, que foram preservados no freezer a uma temperatura de -20°C. Essa medida foi adotada para garantir as condições físico-

químicas do efluente líquido e reduzir a degradação da matéria orgânica presente. Antes de cada experimento, o efluente era descongelado e preparado semanalmente para ser fornecido como substrato ao reator. O efluente foi caracterizado físico-quimicamente, conforme apresentado no Quadro 1.

Quadro 1 - Parâmetros de caracterização da ARCS

Parâmetros	Referência do Método
Demanda Bioquímica de Oxigênio - DBO (mg/L)	EPA – 450.1*
Demanda Química de Oxigênio - DQO (mg/L)	APHA (2012)
Sólidos Totais (g/L)	APHA (2012)
Sólidos Totais Voláteis (g/L)	APHA (2012)
Sólidos Suspensos Totais (g/L)	APHA (2012)
Sólidos Suspensos Voláteis (g/L)	APHA (2012)
Alcalinidade total, parcial e intermediária (mg/L)	Ripley et al (1986)
pH	Potenciômetro
Nitrogênio total e amoniacal (mg/L)	APHA (2012)
Fósforo total (mg/L)	APHA (2012)
Compostos fenólicos totais (mgEAG/L)	Bravo <i>et al.</i> (2013)
Carboidratos Solúveis (mg/L)	Dubois et al (1956) e Blundi & Gadelha (2001)
Macro e micronutrientes (mg/L)	ICP/MS (Zheng et al., 2016) *

\*Análises realizadas no Laboratório de Saneamento Ambiental do SHS/EESC/USP.

Fonte: Autora, 2023.

Para a inoculação, foi utilizado lodo anaeróbio granular proveniente de um reator do tipo UASB utilizado no tratamento de efluentes de avicultura fornecido pela Avícola Dacar, localizada em Tietê, estado de São Paulo. O inóculo foi submetido às seguintes análises de caracterização: Sólidos Totais (ST), Sólidos Totais Voláteis (STV), Sólidos Totais Fixos (STF) e Sólidos Suspensos Voláteis (SSV), seguindo a metodologia apresentada pelo *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater* (APHA, 2012). Além disso, a Atividade Metanogênica Específica (AME) foi determinada de acordo com a metodologia proposta por Angelidaki et al. (2009).

## 5.2. Configuração do reator

O reator utilizado neste estudo foi operado em bateladas sequenciais, com dimensões específicas descritas na Tabela 1 e ilustradas na Figura 7. O reator foi alimentado por meio de uma bomba peristáltica Gilson modelo MINIPULS® 3, com velocidade de rotação de 60 rpm e vazão de 25 mL/min.

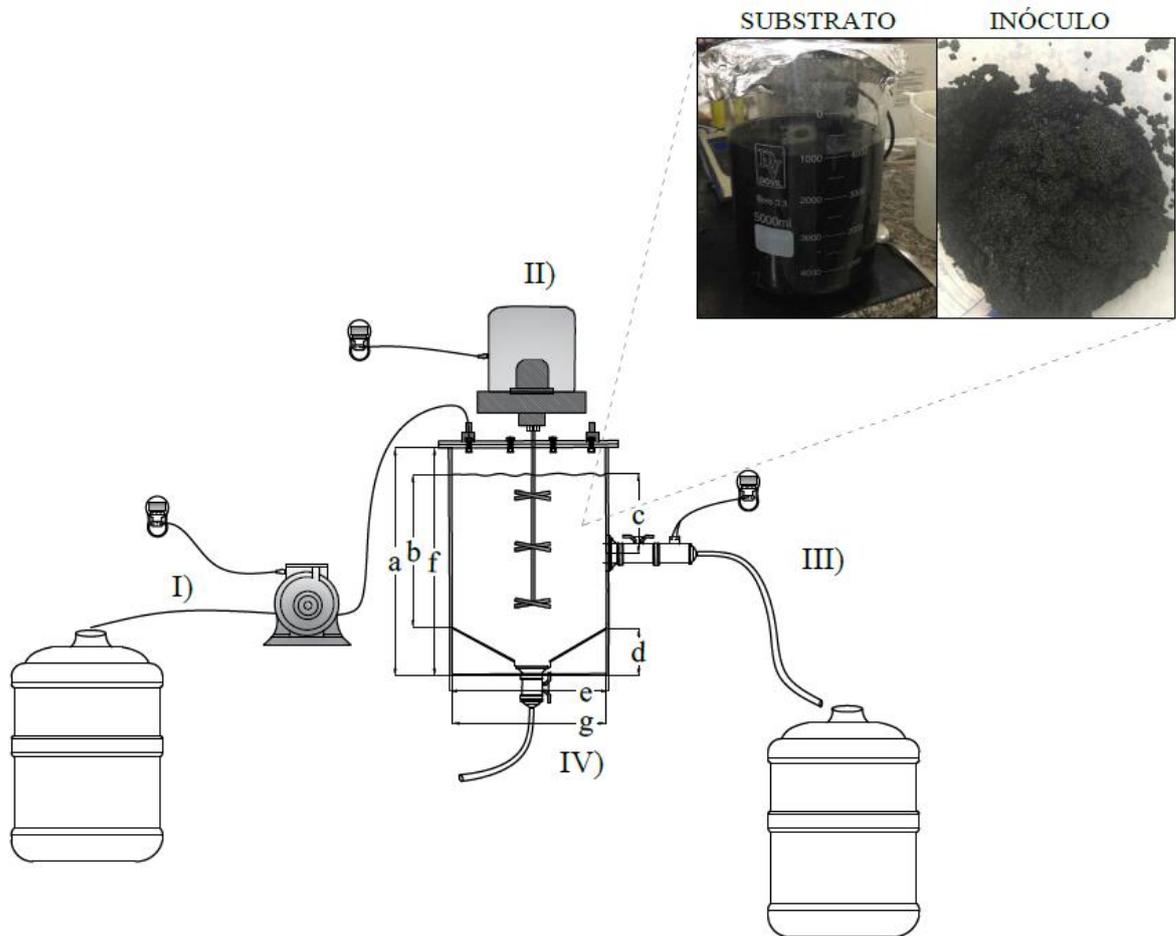
O processo de alimentação da ARCS foi controlado por meio de um temporizador digital programável. Esse dispositivo acionava uma bomba peristáltica, responsável pelo transporte do efluente líquido do galão de armazenamento para o reator. Logo após, a agitação era ativada por meio de outro temporizador digital. A saída do tratamento era executada por uma válvula solenoide, normalmente fechada, de ângulo de 180°, com rosca ½" e marca Nascimetal. A válvula possuía uma vazão mínima de 7 L/min e máxima de 40 L/min. Quando acionada, a válvula automaticamente direcionava o efluente líquido para um outro galão de descarte, seguindo a programação preestabelecida pelo temporizador digital. Para o funcionamento coordenado da alimentação e da descarga da ARCS, foram empregados três temporizadores digitais da marca Knup, modelo ES02.

O regime de operação consistia em 16 minutos de enchimento durante a fase de adaptação, seguidos por 1 hora de sedimentação e 5 minutos de descarga. Ao longo das condições experimentais, o tempo de enchimento e o volume de troca variaram da seguinte maneira: 16 minutos na Condição 1 (C1 - 400 ml), 32 minutos na Condição 2 (C2 - 800 ml) e 48 minutos na Condição 3 (C3 - 1,2 L). O tempo de descarga também foi ajustado para cada condição: 5 minutos em C1, 10 minutos em C2 e 30 minutos em C3.

Tabela 1 – Detalhes da instalação experimental

<b>I) Alimentação: entrada da ARCS</b>	
Galão de 20 L, bomba peristáltica, mangueira de silicone 3,0 x 2,0 x 2,0 mm e temporizador digital	
<b>II) Reação (Reator e agitação):</b>	
a) Volume total	7 L
b) Volume útil	6 L
Nº de pás:	3
<b>III) Descarga: saída do tratamento</b>	
Registro, válvula solenoide, mangueira de silicone 10,0 x 6,0 x 2,0 mm, temporizador digital e galão de 20 L	
c) Volume total de troca	2 L
<b>IV) Descarte de lodo e dimensões do reator:</b>	
Registro e mangueira de silicone 14 x 8,0 x 3,0 mm	
d) Altura decantação	5 cm
e) Diâmetro externo	20 cm
f) Altura total	30 cm
g) Diâmetro interno	19 cm

Figura 7 - Estrutura do reator anaeróbio



Fonte: Autora, 2023.

### 5.3. Partida do reator, condições operacionais e adaptação inicial da biomassa: Fase I

Na Fase I, a operação do sistema ocorreu durante 28 dias. Para a partida do reator, foi preparado um substrato sintético baseado na composição descrita por Del Nery (1987). A razão alimento/microrganismo foi de 0,5 (4 L de água residuária e 2 kg de inóculo). O pH foi ajustado utilizando bicarbonato de sódio. A composição do substrato sintético utilizado é apresentada na Tabela 2.

Tabela 2 - Composição do meio sintético

Composto	Quantidade	Unidade
Sulfato de níquel	2,50	g/L
Sulfato ferroso	12,50	g/L
Cloreto férrico	1,25	g/L
Cloreto de cálcio	23,50	g/L
Cloreto de cobalto	0,200	g/L
Fosfato de potássio monobásico	21,25	g/L
Fosfato de potássio dibásico	5,425	g/L
Fosfato de sódio dibásico	8,35	g/L
Ureia	15,60	g/L
Glicose	10,00	g/L
Bicarbonato de sódio	2,50	g/L

Fonte: Adaptado de Del Nery (1987).

A adaptação da biomassa ao efluente de estudo foi realizada por meio da substituição gradual da carga orgânica do substrato sintético pela água residuária da produção de café solúvel. Esse processo foi conduzido em três etapas, conforme descrito na Tabela 3.

Tabela 3 - Fases de adaptação da biomassa

Fases	Água residuária café solúvel	Água residuária sintética sanitária
<b>I</b>	0%	100%
<b>II</b>	50%	50%
<b>III</b>	100%	0%

Fonte: Autora, 2023.

As condições operacionais do estudo foram divididas em temperatura, pH, concentração média de entrada de matéria orgânica, expressa em Demanda Química de Oxigênio - DQO (g/L), velocidade de agitação do reator, tempo de ciclo e volume de troca. A escolha do tempo de ciclo levou em consideração a complexidade da composição da ARCS que seria adicionado ao reator nas etapas subsequentes. As condições operacionais aplicadas na Fase I são apresentadas na Tabela 4.

Tabela 4 - Condições operacionais da fase I

Condições	Valores	Unidade
Temperatura	25	°C
pH	7,30 ± 0,25	-
DQO	10 ± 0,70	g/L
Agitação	60	rpm
Volume de troca	400	ml
Tempo de ciclo	72	horas

Fonte: Autora, 2023.

#### 5.4. Condições operacionais e adaptação de biomassa: Fase II

Na Fase II, foi incluído o monitoramento dos compostos fenólicos totais (CFT) no reator, pois o efluente líquido sintético utilizado na Fase I possuía uma composição simples, o que tornava esse parâmetro pouco representativo para a análise do desempenho do reator. A operação do sistema se estendeu por 76 dias. Nesta fase, foi adicionada ao meio sintético 50% da concentração da matéria orgânica da ARCS expressa em DQO, o que correspondeu a 5 g/L. O restante foi completado com o efluente sintético, totalizando uma concentração de 10 gDQO/L. O aumento da velocidade de agitação do reator foi realizado em resposta à observação de heterogeneidade no meio. Esse aumento na agitação foi feito de forma gradual, garantindo a preservação da integridade dos grânulos. As condições operacionais desta etapa estão apresentadas na Tabela 5.

Tabela 5 - Condições operacionais da fase II

Condições	Valores	Unidade
Temperatura	25	°C
pH	7,50 ± 0,05	-
DQO	10 ± 0,6	g/L
	80	
Agitação	100	rpm
	160	
Volume de troca	400	mL
Tempo de ciclo	72	h

Fonte: Autora, 2023.

#### 5.5. Condições operacionais para avaliação do volume de troca: Fase III / C1, C2 e C3

A Fase III do experimento foi realizada ao longo de 60 dias com as condições operacionais mantidas conforme Fase II. Após observar a homogeneidade no reator, a agitação foi fixada em 160 rpm. Esse valor foi considerado o mais adequado para manter um contato uniforme entre o lodo anaeróbico e o substrato. Nesta fase, o processo de adaptação da biomassa foi concluído, adicionando-se ao meio a concentração total da carga orgânica da ARCS, o que corresponde a aproximadamente 10 gDQO/L. Na fase III, foi iniciado o controle efetivo da temperatura, em que o reator anaeróbico foi inserido em uma câmara aquecida (Figura 8) por aquecedor portátil da marca Mondial A-38 com termostato próprio e mantido a uma temperatura de  $36,0 \pm 1,0$  °C.

Figura 8 - Câmara aquecida para o reator anaeróbio



Fonte: Autora, 2023

Com base no levantamento bibliográfico, uma estratégia de alimentação adequada é fundamental para o bom desempenho do reator. Nesse sentido, foi utilizado como estratégia de alimentação o aumento da carga orgânica volumétrica aplicada ao reator. Desta forma, optou-se por aumentar gradualmente o volume de troca. O volume máximo de troca que o reator poderia fornecer era de 2 litros, então os volumes selecionados mantiveram-se nesta faixa de volume, sendo: 400 mL (condição 1 – C1), 800 mL (condição 2 – C2) e 1,2 L (condição 3 – C3), correspondendo a 20%, 40% e 60% do volume total de troca do reator, respectivamente. Com base nos resultados obtidos da remoção de eficiência de DQO e CFT, a melhor condição foi escolhida para o teste de microaeração.

Simultaneamente ao final da Fase III, foi iniciada a avaliação do volume de troca. Assim, a condição 1 (C1) foi estudada por 23 dias com volume de troca de 20% (condição anteriormente já praticada). A condição 2 (C2 - 40%) teve um tempo de estudo de 76 dias e por fim, a condição 3 (C3 - 60%) foi realizada em 90 dias. Nesse contexto, as fases de adaptação da biomassa e a avaliação do volume de troca tiveram duração total de 350 dias.

Durante a avaliação do volume de troca, as condições operacionais de temperatura, velocidade de agitação e tempo de ciclo foram mantidas conforme Fase III. Desta forma, as condições que variaram foram o volume de troca e as concentração médias de matéria orgânica de entrada. As condições operacionais da Fase III/C1, C2 e C3 estão detalhadas na Tabela 6.

Tabela 6 - Condições operacionais da fase III /C1, C2 e C3

<b>Etapas experimentais</b>	<b>Condições</b>	<b>Valor</b>	<b>Unidade</b>
Fase III/C1, C2 e C3	Temperatura	35,0 ± 2,0	°C
	Agitação	160	rpm
	Tempo de ciclo	72	h
Fase III / C1	DQO	9,30 ± 1,79	g/L
	Volume de troca	400	mL
	pH	7,76 ± 0,20	-
C2	DQO	6,50 ± 0,49	g/L
	Volume de troca	800	mL
	pH	7,74 ± 0,30	-
C3	DQO	4,53 ± 0,53	g/L
	Volume de troca	800	mL
	pH	7,47 ± 0,50	-

Fonte: Autora, 2023.

## 5.6. Teste de microaeração

O estudo de aplicação da microaeração foi realizado ao longo de 60 dias. Durante todo o período, o reator foi mantido em agitação constante a uma velocidade de 160 rpm, temperatura de  $36 \pm 2,0$  °C, DQO de entrada  $6,87 \pm 1,2$  g/L e pH  $7,46 \pm 0,3$ . O volume de troca utilizado foi o determinado em etapa precedente.

O teste do regime de microaeração (condição 4 – C4) foi conduzido conforme apresentado na Figura 9. O sistema de fornecimento da ARCS ao reator e o funcionamento da descarga do efluente foram mantidos conforme etapas anteriores, entretanto, foram adicionados dispositivos para o fornecimento de ar.

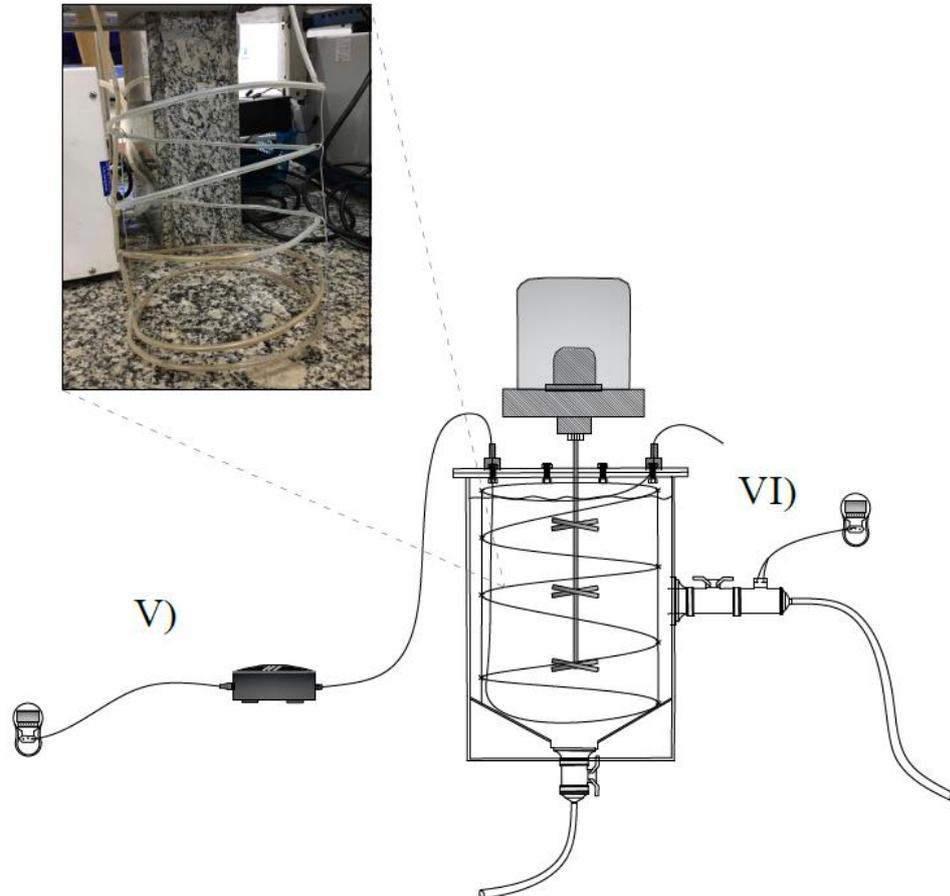
A modalidade estabelecida de microaeração foi regime intermitente, com fluxo de ar durante 15 minutos a cada 1 hora. Essa escolha baseou-se em estudos recentes de Menezes et al. (2019), Câmara (2021) e Silva Júnior (2021), que indicam que pulsos de microaeração são vantajosos para a degradação de compostos complexos.

O fornecimento de ar foi realizado por meio da bomba compressora de ar para aquários, modelo Boyu S-510, e pela mangueira de silicone com dimensões de 3,0 x 2,0 x 2,0 mm de diâmetro externo, interno e espessura da parede, respectivamente. Além disso, foi instalado um relé temporizador digital para controlar o acionamento e o desligamento do compressor de ar. A mangueira de silicone foi posicionada no reator em formato de serpentina, utilizando arame galvanizado n° 10 para moldar a espiral. A escolha da mangueira de silicone foi baseada no estudo de Camiloti et al. (2015), que constatou que esse material permite a passagem de ar para

a microaeração no reator anaeróbio. No entanto, antes de iniciar a microaeração, foi realizado um teste para garantir que esse sistema funcionasse adequadamente para as especificidades do reator anaeróbio utilizado, conforme mostrado na Figura 9.

No teste, foi fluxionado nitrogênio por 45 minutos em 4 litros de água para simular um ambiente anaeróbio. Durante esse processo, foram monitorados o potencial redox (ORP) e o oxigênio dissolvido (OD) em diferentes momentos: antes, durante e após a introdução da microaeração. Inicialmente, o ORP foi registrado como 650 mV e o OD como 6,80 mg/L. Após o fluxo de nitrogênio, o ORP atingiu seu valor máximo de 280 mV, enquanto o OD diminuiu para 1,45 mg/L, indicando condições de anaerobiose. Durante e após a aplicação da microaeração, os valores de ORP e OD foram de 390 mV e 3,56 mg/L, respectivamente. Após cessar o fornecimento de ar, houve um intervalo de 15 minutos antes de realizar novas medições. Nesse período, o ORP diminuiu para 310 mV e o OD para 3,20 mg/L. Embora as condições estritamente anaeróbias ( $\text{ORP} < -300 \text{ mV}$ ) não tenham sido alcançadas, houve um aumento significativo nos valores de ORP e OD durante a microaeração, seguido de uma diminuição após o término da microaeração. Esses resultados confirmam a eficácia da utilização da mangueira de silicone para o processo de microaeração. A Figura 10 apresenta o teste de fornecimento de ar previamente descrito.

Figura 9 - Estrutura do reator anaeróbio durante a microaeração



Legenda: V) Compressor de ar para aquários e VI) Serpentina de mangueira de silicone.

Fonte: Autora, 2023.

Figura 10 - Teste para fornecimento de ar



Fonte: Autora, 2023.

## 5.7. Monitoramento do reator

Durante a pesquisa, o reator foi monitorado por meio de análises físico-químicas, conforme apresentado no Quadro 2. A frequência de monitoramento para os parâmetros físico-químicos foi de duas vezes por semana, exceto a análise de cor, realizada a cada duas semanas, e a análise de sólidos suspensos, que foi feita uma vez ao final de cada fase experimental, incluindo a entrada e saída do reator, bem como amostras retiradas durante a reação.

Quadro 2 - Análises físico-químicas, métodos e equipamentos utilizados

Parâmetros	Método	Equipamento
Demanda Química de Oxigênio (DQO) g/L	APHA, 2012	Espectrofotômetro Hexis DR2800
Compostos fenólicos totais (CFT) mg/L	Bravo et al 2013	Espectrofotômetro Hexis DR2800
Alcalinidade total, parcial e intermediária mg/L	Ripley et al (1986)	Bureta eletrônica Jencons Digirate 50 mL e pHmêtro Tecnal Tec 3MP
Sólidos suspensos totais (SST) g/L	APHA, 2012	-
Sólidos suspensos voláteis (SSV) g/L	APHA, 2012	-
Sólidos suspensos fixos (SSF) g/L	APHA, 2012	-
Temperatura °C	potenciométrico	pHmêtro Tecnal Tec 3MP
pH	potenciométrico	pHmêtro Tecnal Tec 3MP
Potencial redox (ORP) mV	potenciométrico	Sonda ORP – 201H e pHmêtro Tecnal Tec 3MP
Oxigênio dissolvido (OD) mg/L	potenciométrico	Sonda L1T Lutron DO – 5519 e pHmêtro Tecnal Tec 3MP
Cor*	Colorímetro	Hunter Lab MiniScan XE Plus

\*Análise realizada no Laboratório de Polímeros da FZEA-USP.

Fonte: Autora, 2023.

As análises quantitativas de cor foram realizadas em um colorímetro utilizando o espaço de cor CIELAB. Os resultados foram obtidos por meio do programa Universal Software V4.01 Miniscan XE Plus e forneceram os parâmetros  $L^*$   $a^*$   $b^*$ , que correspondem à luminosidade, coordenada verde/vermelho e coordenada azul/amarelo, *respectivamente*. Os valores de  $L^*$  variam entre 0 e 100, onde valores próximos a 0 indicam cores escuras e próximas a 100, cores vibrantes. Os valores de  $a^*$  representam tons de vermelho ( $+a^*$ ) e verde ( $-a^*$ ), e os valores de  $b^*$  representam tons de amarelo ( $+b^*$ ) e azul ( $-b^*$ ). Esses parâmetros foram plotados *em círculo colorimétrico* no espaço de cor CIELAB padronizada pela Comissão Internacional de Iluminação. *Para plotar os pontos foi considerado a média dos valores obtidos nas análises de remoção de cor nos ambientes anaeróbios (C1, C2 e C3) e durante o período de microaeração (C4).*

Durante a fase experimental de microaeração, os parâmetros de ORP e OD foram monitorados na saída do reator, seguindo o ciclo de microaeração estabelecido. Quando se

constatava que o reator estava operando em condições de anaerobiose durante a descarga do efluente, uma amostra era coletada e considerada como correspondente ao período sem microaeração, ou seja, representando a condição anaeróbia. Após o sistema de ar entrar em funcionamento, ao final dos 15 minutos, outra amostra era coletada e o valor registrado correspondia ao período com condição microaeróbia. Para garantir a confiabilidade das medições de ORP, a calibração era realizada semanalmente utilizando a solução padrão de potencial redox de 229,0 mV da marca Quemis *High Purity Zobell's*. Para o parâmetro de OD, a calibração também era efetuada semanalmente, mas dessa vez utilizando o oxigênio presente no ar ambiente, seguindo as especificações do manual de operação do equipamento.

### **5.8. Perfis temporais das variáveis de interesse**

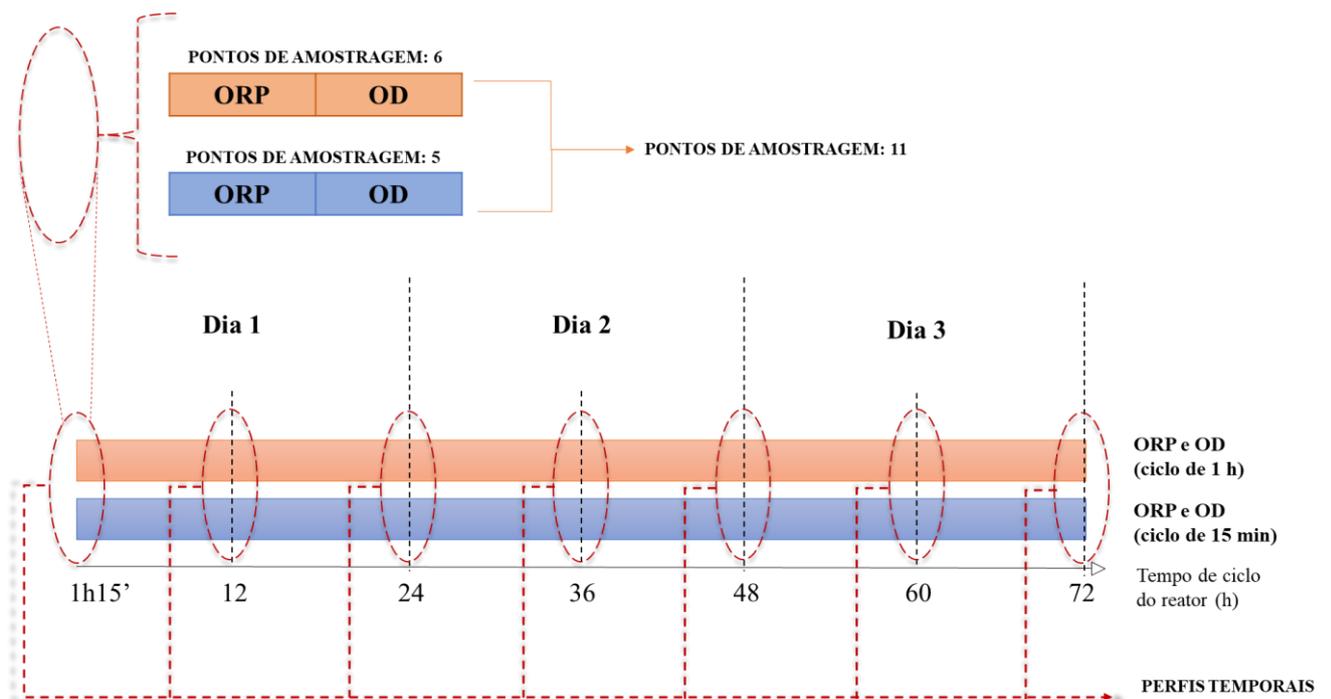
Durante a estabilidade operacional do reator em cada condição experimental, foram realizados os perfis temporais para analisar o comportamento das variáveis ao longo do ciclo. As amostras foram coletadas no interior do reator em intervalos de tempo de 5 min, 30 min, 1 h e 30 min, 3 h, 7 h, 14 h, 24 h, 36 h, 48 h e 72 h. As variáveis analisadas incluíram: compostos fenólicos totais, DQO total e solúvel, alcalinidade total (AT), parcial (Alcalinidade a bicarbonato - AB) e intermediária (Alcalinidade a ácidos voláteis – AAV e a ácidos voláteis totais – AVT) e pH. Ao todo, foram realizadas 10 coletas para a elaboração dos perfis temporais dessas variáveis.

Durante o regime de microaeração, os perfis temporais das variáveis mencionadas anteriormente foram mantidos, com a adição das variáveis de ORP e OD para análise. Com o objetivo de analisar essas variáveis em seus respectivos ciclos de microaeração e anaerobiose, bem como seu comportamento ao longo do tempo de ciclo, os perfis foram realizados da seguinte forma:

- Foram realizadas coletas de 11 pontos de amostragem a cada 12 horas ao longo de um período de 72 horas. Desses 11 pontos, 6 foram obtidos durante períodos em que o reator se encontrava em condição estritamente anaeróbia, enquanto as 5 restantes foram coletadas durante os ciclos de microaeração;
- As coletas foram planejadas de acordo com os seguintes intervalos: durante o ciclo de 1 hora (sem microaeração), os pontos foram coletados a cada 10 minutos, totalizando 6 pontos de amostragem. Durante o ciclo de 15 minutos (com microaeração), a coleta ocorreu a cada 3 minutos, totalizando 5 pontos de amostragem;

- Os 11 pontos de amostragem foram coletados em 7 intervalos de tempo, sendo: 1 hora e 15 minutos (início do tempo de ciclo), 12 horas, 24 horas, 36 horas, 48 horas, 60 horas e 72 horas. Dessa forma, foram, a cada intervalo supracitado, elaborados perfis temporais para cada variável (ORP e OD) e para cada condição de amostragem (com microaeração e sem microaeração).
- Os dados obtidos foram agrupados em dois gráficos (ORP e OD - 1 hora e ORP e OD - 15 minutos) para representar o comportamento das variáveis ao longo do tempo de ciclo (72 horas). O esquema de amostragem adotado é apresentado de maneira esquematizada na Figura 11.

Figura 11 - Esquematização de amostragem e elaboração de perfis tempos de ORP e OD



Fonte: Autora, 2023.

### 5.9. Cinética de degradação de DQO e compostos fenólicos totais

As cinéticas de degradação tanto da DQO quanto dos CFT foram submetidas a análises visando identificar o modelo que melhor representasse os processos de degradação dessas variáveis. O modelo de primeira ordem com resíduo foi o que demonstrou ser mais apropriado para descrever esses processos. Em reatores operados em bateladas, tal modelo, de acordo com Fazolo (2003), pode ser descrito como:

$$C = C_R + (C_O - C_R)e^{-K_1^{ap} \cdot t}$$

Sendo,  $C_R$  a concentração residual de matéria orgânica em termos de DQO,  $C_O$  a concentração inicial expressa em gDQO/L,  $K_1^{ap}$  a constante cinética aparente de primeira ordem em minutos e, por fim,  $t$  é o tempo em minutos.

Através da análise detalhada dos perfis temporais, foi possível determinar o coeficiente cinético ( $k$ ) para cada uma das condições experimentais. Para realizar a adaptação dos dados ao modelo de primeira ordem, o *Software Origin* na versão 2022b foi empregado.

Ao utilizar o modelo de primeira ordem com resíduo, foi possível estimar a concentração do substrato ao longo do tempo de ciclo e comparar as variáveis entre as diferentes condições experimentais (C1, C2, C3 e C4). Essa abordagem permite uma melhor compreensão dos processos de degradação e fornece informações relevantes para o desenvolvimento de estratégias de tratamento mais eficientes.

## 6. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados e as discussões subsequentes são categoricamente apresentados em seções distintas. A primeira seção aborda a caracterização da água residuária da produção de café solúvel (ARCS) e do inóculo. Na sequência, são exploradas as três fases de adaptação da biomassa, assim como as três condições de volumes de troca, onde são detalhados os parâmetros monitorados em cada etapa, os perfis temporais das variáveis de interesse, a análise dos ácidos graxos voláteis e a cinética de degradação da matéria orgânica. Por fim, dedica-se uma seção à discussão do teste de microaeração, englobando o monitoramento dos parâmetros, os perfis temporais observados, a análise dos ácidos graxos voláteis, cinética de degradação da matéria orgânica e a remoção de cor, incluindo uma comparação entre as condições anaeróbias e microaeróbia.

### 6.1. Caracterização da ARCS e inóculo

Os resultados e a discussão da caracterização da ARCS são apresentados na Tabela 8. As coletas da ARCS foram realizadas nos meses de junho de 2022, setembro de 2022, fevereiro de 2023 e maio de 2023, sendo a caracterização conduzida para cada lote coletado.

Tabela 8 - Caracterização da ARCS advindo da Cocam Brasil.

Parâmetros	Valores	Parâmetros	Valores
DQO	g/L 10,0 ± 4,5	Níquel total	mg/L <LD
DBO	g/L 9,5 ± 3,5	Potássio total	mg/L 710,0 ± 5,0
Cálcio	mg/L 354,0 ± 0,9	Selênio total	mg/L <LD
Cobalto	mg/L <LD	Zinco total	mg/L 0,5 ± 0,05
Cobre	mg/L <LD	Razão DQO/DBO	UND 1,4
Ferro dissolvido	mg/L 3,5 ± 0,05	AT	gCaCO <sub>3</sub> /L 2,8 ± 1,2
CFT	mg/L 600,0 ± 150,0	AVT	gHAc/L 3,5 ± 1,6
Fósforo total	mg/L 24,7 ± 2,0	AAV	gCaCO <sub>3</sub> /L 1,8 ± 0,55
Magnésio total	mg/L 87,7 ± 5,0	AB	gCaCO <sub>3</sub> /L 1,04 ± 0,35
Manganês total	mg/L 0,5 ± 0,05	pH	6,50 ± 0,20
Molibdênio total	mg/L <LD*	Carboidratos solúveis	g/L 1,2 ± 0,60
Nitrogênio total kjedal	mg/L 307,8 ± 5,0	Relação AI/AP	UND 1,7
Nitrogênio amoniacal	mg/L 49,3 ± 2,0	Sólidos totais	g/L 5,390

\*LD – Limite de detecção

Fonte: Autora, 2023.

As concentrações para os parâmetros de DQO, DBO e CFT foram de  $10,0 \pm 4,5$  g/L,  $9,5 \pm 3,5$  g/L e  $600,0 \pm 150,0$  mg/L, respectivamente. Alexiou et al. (1994) obtiveram concentrações de 10000 mg/L de DQO em sua caracterização da ARCS. Além disso, Saxena (2016), avaliou uma estação de tratamento de ARCS e registrou concentrações de 7785 mg/L para DQO, atribuindo essas concentrações elevadas à presença de pectina. Em outro estudo, Huaccha (2022) relatou valores de 10503 mg/L de DQO. Portanto, os resultados obtidos nesta pesquisa estão em consonância com essas referências.

A concentração de DQO na ARCS pode variar consideravelmente, dependendo dos processos empregados e das características específicas de cada indústria (NOVITA, 2016). Pesquisas realizadas por Lawrence et al. (2004) e Selvamurugan et al. (2010) indicaram uma ampla faixa de concentração para a DQO da ARCS, variando entre 4000 mg/L e 60000 mg/L. Isso reforça a natureza variável e complexa da ARCS, que é influenciada por uma série de fatores relacionados aos processos industriais e suas particularidades.

O processo de formação dos CFT foi abordado por Lincoln & Zeiger (2004), os quais destacaram que esses compostos são produtos do metabolismo vegetal. OS CFT são considerados metabólitos secundários das plantas e podem ser classificados em duas categorias principais: flavonoides e ácidos fenólicos (SCHAFRANSKI, 2019; LUTHRIA, 2006). Novita (2016) indicou que os CFT presentes nos grãos de café podem aumentar durante o processo de torra. As concentrações dos compostos fenólicos totais (CFT) obtidas neste estudo são inferiores àquelas relatadas por Huaccha (2022), que indicou valores de 1022,59 mg/L em sua pesquisa. Comparando com outros estudos, Gonçalves et al. (2008) e Chagas et al. (2015) identificaram uma ampla variação nas concentrações de CFT, variando de 1000 a 17000 mg/L.

Saxena (2016) apontou que a ARCS contém compostos flavonoides. Esses compostos são um dos fatores responsáveis pela coloração escura da ARCS quando o pH é igual ou superior a 7, embora sua contribuição para os níveis de DBO ou DQO da água residuária não seja significativa. O valor médio obtido das medições do pH foi de  $6,50 \pm 0,20$ , o que indica uma condição aproximadamente neutra. De acordo com Terry et al. (2005) e Huaccha (2022), essa faixa de pH é considerada não inibidora para a digestão anaeróbia. Isso sugere que a otimização da digestão anaeróbia pode ser realizada ajustando o pH para valores entre 6,5 e 7,5 (SAXENA, 2016; HUACCHA, 2022). Portanto, o pH médio obtido nas medições está dentro de uma faixa favorável para a realização eficaz do processo de digestão anaeróbia.

Os valores obtidos para a alcalinidade a bicarbonato (AB), que foram de  $1,04 \pm 0,35$  gCaCO<sub>3</sub>/L, são semelhantes aos valores recomendados por Metcalf e Eddy (2003). Esses autores sugerem que valores de AB situados na faixa de 1,0 a 5,0 gCaCO<sub>3</sub>/L contribuem para um controle adequado do pH, mantendo-o dentro de uma faixa propícia para uma boa capacidade de tamponamento do sistema.

As concentrações de carboidratos solúveis na ARCS são outro parâmetro de destaque. Os valores de carboidratos presentes na ARCS podem ser entendidos à luz das observações de Novita (2016), que aponta que os carboidratos presentes nessa água residuária são constituintes da pectina, assim como diversos tipos de açúcares que fazem parte da composição da ARCS. Neste estudo, o valor médio obtido para carboidratos solúveis foi de  $1,2 \pm 0,60$  g/L, o que é comparável ao valor encontrado por Huaccha (2022) em sua pesquisa, sendo de 1,4 g/L. Em grande parte, esses carboidratos solúveis na ARCS são compostos por aproximadamente 51% de manose, 21% de galactose, 16% de glicose, 4% de ácido urônico e 1% de ramnose (OOSTERVELD et al., 2003; HUCCHA, 2022). Alves et al. (2020) destacaram que as águas residuárias da produção de café (ARC) são abundantes em carboidratos e podem ser uma alternativa de reaproveitamento das ARC para a produção de ácidos de interesse por fermentação submersa para processos industriais.

Apesar da complexidade da composição da ARCS, é possível perceber que o tratamento biológico é uma abordagem viável para esse tipo de água residuária. Isso fica evidenciado pelo valor da razão DQO/DBO obtida, que foi de 1,4. Essa razão é importante, pois conforme apontado por Von Sperling (2014), para que um tratamento biológico de águas residuárias seja considerado viável, é necessário que a relação DQO/DBO seja inferior a 2,5. Essa relação indica uma elevada proporção de matéria orgânica biodegradável no efluente, o que é favorável para o tratamento biológico.

Os resultados obtidos da caracterização do inóculo são apresentados na Tabela 9. A caracterização foi realizada previamente ao início da operação do reator. A seleção do inóculo foi fundamentada na sua ampla utilização em várias pesquisas conduzidas no Laboratório de Biotecnologia Ambiental da Faculdade de Engenharia de Alimentos da Universidade de São Paulo, devido à notável diversidade microbiana que o inóculo apresenta (DELFORNO et al., 2017; HUACCHA, 2022).

Tabela 9: Caracterização do lodo advindo da Avícola Dacar.

Parâmetros		Valores
pH	-	7,64 ± 0,11
DQO da fase líquida	mg/L	167 ± 2,67
Sólidos Totais - ST	g/L	63,71 ± 0,79
Sólidos Voláteis Totais – SVT	g/L	57,08 ± 0,90
Sólidos Fixos Totais – SFT	g/L	7,90 ± 0,26
AME	gCH <sub>4</sub> -DQO.gSSV <sup>-1</sup> .dia <sup>-1</sup>	0,3466 ± 0,02

Fonte: Autora, 2023.

O valor de pH obtido de  $7,64 \pm 0,11$  apresentou-se dentro da faixa ótima para digestão anaeróbia, na qual, é considerada entre 6,6 e 7,5 conforme apresentado por Chernicharo (2007).

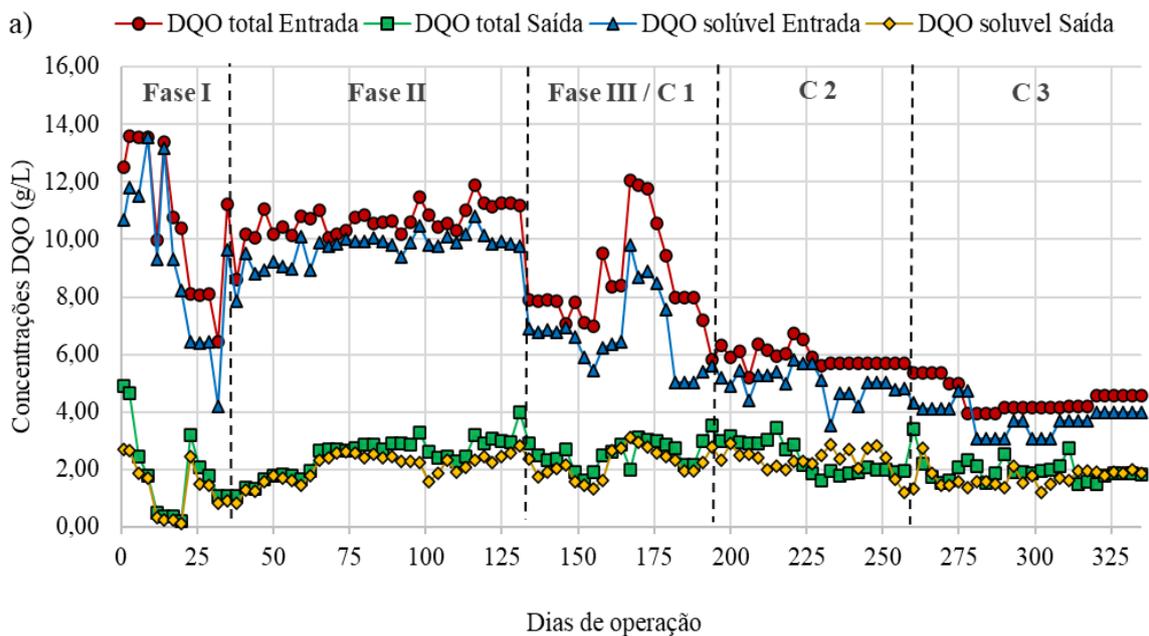
Os resultados obtidos em termos de teor de sólidos secos (%), foram os seguintes: 63,71% de sólidos totais (ST), 57,05% de sólidos voláteis totais (SVT) e 7,90% de sólidos fixos totais (SFT). Os sólidos voláteis totais constituem aproximadamente 89% dos sólidos presente no lodo anaeróbio, o qual se encontra dentro dos valores típicos para lodos granulares, situando-se na faixa de 45% a 90%, conforme relatado por Hulshoff (1989).

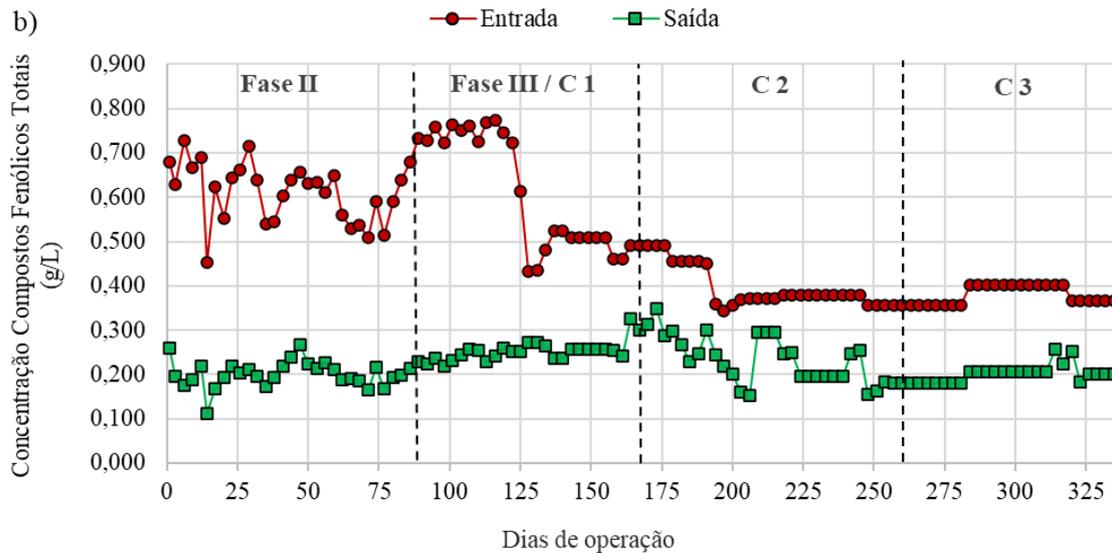
O teste de atividade metanogênica específica (AME), definido como a capacidade máxima de produção de metano por um consórcio de microrganismos anaeróbios para promover a conversão de substratos orgânicos em biogás (AQUINO et al., 2007), foi utilizado como uma ferramenta para avaliar a qualidade operacional do processo anaeróbio. O valor obtido foi de  $0,3466 \pm 0,02$  gDQO-CH<sub>4</sub>.gSSV<sup>-1</sup>.dia<sup>-1</sup>, o que está em conformidade com o que Angelidaki et al. (2009) relatam, ou seja, os lodos anaeróbios granulares devem possuir uma atividade mínima de  $0,30$  gDQO-CH<sub>4</sub>.gSSV<sup>-1</sup>.dia<sup>-1</sup>. Dessa forma, é possível observar que o inóculo utilizado estava em condições favoráveis e adequadas para a realização da digestão anaeróbia.

## 6.2. Monitoramento das variáveis físico-químicas: Adaptação da biomassa e influência do volume de troca

Ao longo das fases experimentais de adaptação da biomassa e da análise dos volumes de troca, a dinâmica das concentrações de entrada e saída do reator, expressas em termos de DQO e compostos fenólicos totais, é ilustrada na Figura 12. É relevante enfatizar que a Fase III de adaptação da biomassa e a condição C1 ocorreram de maneira concomitante, uma vez que um volume de troca de 400 ml (20%) foi mantido durante todas as etapas de adaptação. Após a conclusão da Fase III, a atenção foi direcionada ao estudo mais detalhado do volume de troca, mantendo essa configuração por um período adicional de 23 dias.

Figura 12 - Comportamento entrada e saídas do reator para adaptação de biomassa e volumes de troca de: a) DQO e b) Compostos fenólicos totais





Fonte: Autora, 2023.

O processo de adaptação da biomassa foi conduzido ao longo de 164 dias, estruturado em três fases experimentais distintas. Na primeira fase, abrangendo um período de permanência de 28 dias, a concentração média de DQO total na entrada do reator atingiu  $12,21 \pm 1,58$  g/L, enquanto a DQO solúvel média se estabeleceu em  $10,95 \pm 1,94$  g/L. Observou-se que as concentrações médias de DQO total na saída do reator decresceram para  $1,91 \pm 1,91$  g/L, com a DQO solúvel média alcançando  $1,24 \pm 1,12$  g/L.

Na fase II, com duração de 76 dias, as concentrações médias de DQO total no momento da entrada foram registradas em  $10,14 \pm 1,13$  g/L, e a DQO solúvel média situou-se em  $9,14 \pm 1,42$  g/L. As concentrações médias de DQO total ao sair do reator diminuíram para  $2,25 \pm 0,65$  g/L, acompanhadas por uma DQO solúvel média de  $1,92 \pm 0,54$  g/L. Adicionalmente, a concentração média de compostos fenólicos totais (CFT) na entrada atingiu  $0,616 \pm 0,06$  g/L, e essa concentração decresceu para  $0,202 \pm 0,03$  g/L na saída do tratamento.

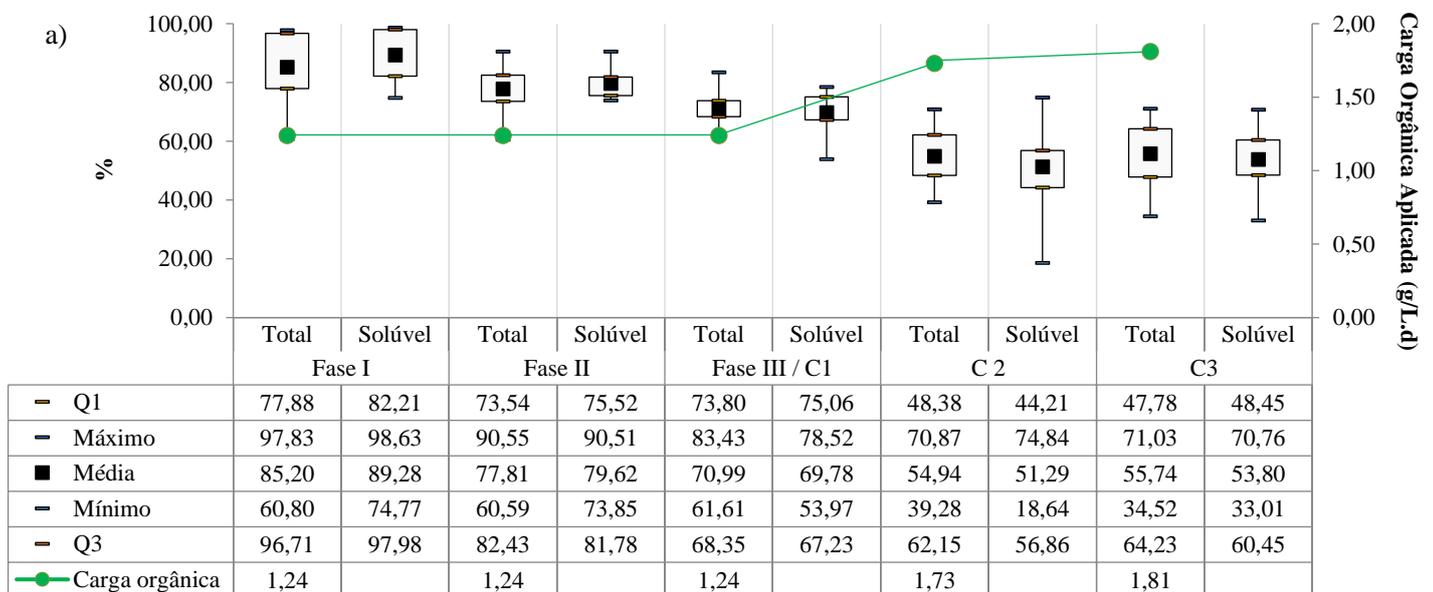
Na fase III e C1, que abrangeram um período de permanência de 83 dias, as concentrações médias de DQO total na entrada atingiram  $9,44 \pm 1,84$  g/L, enquanto a DQO solúvel média foi de  $7,71 \pm 1,80$  g/L. As concentrações médias de DQO total ao sair do sistema situaram-se em  $2,68 \pm 0,52$  g/L, e a DQO solúvel média foi de  $2,27 \pm 0,48$  g/L. No que concerne aos CFT, a concentração média na entrada permaneceu em  $0,628 \pm 0,15$  g/L, reduzindo para  $0,246 \pm 0,02$  g/L na saída do tratamento.

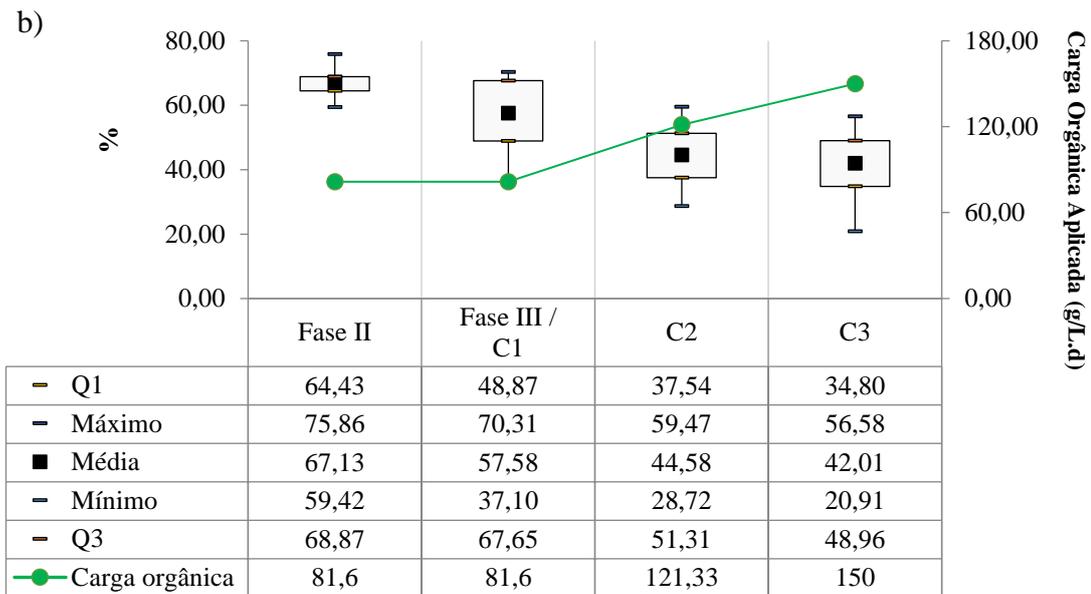
Em C2, com duração de 73 dias, as concentrações médias de DQO total na entrada foram de  $6,10 \pm 0,48$  g/L, enquanto a DQO solúvel média foi de  $4,83 \pm 0,53$  g/L. As concentrações médias de DQO total na saída foram de  $2,71 \pm 0,57$  g/L, enquanto a DQO solúvel média foi de  $2,33 \pm 0,55$  g/L. Em relação aos CFT, a concentração média na entrada foi de  $0,436 \pm 0,06$  g/L, e na saída, reduziu para  $0,259 \pm 0,06$  g/L.

Em C3, com duração de 90 dias, as médias de DQO total na entrada foram de  $4,52 \pm 0,47$  g/L, enquanto a DQO solúvel média foi de  $3,62 \pm 0,51$  g/L. As médias de DQO total na saída foram de  $1,98 \pm 0,51$  g/L, enquanto a DQO solúvel média foi de  $1,66 \pm 0,35$  g/L. Quanto aos CFT, a concentração média na entrada foi de  $0,378 \pm 0,02$  g/L, e na saída, a concentração reduziu para  $0,218 \pm 0,04$  g/L.

Nesse sentido, o reator foi operado por 350 dias contemplando as fases de adaptação da biomassa e as condições de volume de troca. As eficiências de remoção de DQO e compostos fenólicos totais para todas as fases e condições são apresentadas na Figura 13 e 14 a seguir.

Figura 13 - Gráfico Boxplot da adaptação da biomassa e volumes de troca para: a) remoção de DQO e b) compostos fenólicos totais





Fonte: Autora, 2023.

Em relação à remoção de DQO, na Fase I, durante a primeira semana de operação, foram alcançadas eficiências de 65,81% e 77,35% para a fração total e solúvel, respectivamente. Na segunda semana de operação, houve um aumento na eficiência em 31,75% e 13,04% para a fração total e solúvel, respectivamente. Entre a terceira e quarta semana de operação, a eficiência média máxima atingiu 97,51% e 98,30% para a fração total e solúvel, respectivamente. O aumento na eficiência operacional foi esperado, uma vez que o substrato sintético utilizado era de composição simples, contendo glicose como fonte de alimento principal. A eficiências médias de remoção obtidas nesta fase para DQO total e solúvel foram de 85,20% e 89,23%, respectivamente.

Na Fase II, no primeiro ciclo, foi observada uma redução na eficiência de remoção de DQO total e solúvel. Essa redução era prevista, uma vez que 50% da concentração de DQO de entrada consistia em compostos mais complexos do que aqueles fornecidos durante a Fase I ao consórcio microbiano. No entanto, essa redução ocorreu apenas no primeiro ciclo da Fase II, pois a partir do segundo ciclo de operação nessa nova fase, a eficiência aumentou em 27,41% para a fração total e 27,49% para a fração solúvel, atingindo uma remoção de 90,51% para DQO total e 90,55% para DQO solúvel. Essas eficiências representam os valores mais altos de remoção alcançados durante a Fase II e foram observadas após 18 dias operando nessa condição. As eficiências médias obtidas para DQO total e solúvel foram de 77,81% e 79,62%, respectivamente.

Na Fase III e C1, no primeiro ciclo, observou-se uma redução na eficiência de remoção da DQO, tanto na fração total quanto na solúvel. No entanto, essa diminuição foi relativamente

moderada, apresentando valores de 8,76% e 12,35%, respectivamente. Acredita-se que tal decréscimo pouco pronunciado pode ser atribuído à adaptação parcial do consórcio microbiano ao substrato proveniente da ARCS, durante a Fase II. As eficiências máximas foram alcançadas no 167º dia de operação, atingindo 83,43% para a fração total e 78,52% para a fração solúvel. As eficiências médias obtidas ao longo desse período situaram-se em 70,99% para a DQO total e 69,68% para a DQO solúvel. As médias globais das eficiências de remoção contemplando as três fases foram de 78,00% e 79,56% para DQO total e solúvel, respectivamente

Em relação à análise de CFT, eles não foram analisados durante a Fase I devido à ausência desses compostos no substrato sintético. Na Fase II, a eficiência média de remoção foi de 67,13%, e a maior remoção registrada foi de 75,86% após 37 dias de operação nessa fase. Na Fase III e C1, a eficiência média foi de 57,58% e a maior remoção registrada foi de 70,31% após 28 dias de operação. Semelhante ao comportamento da DQO, observa-se uma redução relativamente moderada na eficiência de remoção entre as duas fases monitoradas, correspondendo a 14,22%. As médias globais das eficiências de remoção contemplando as duas fases foram de 62,35%.

Na etapa C2, observou-se uma eficiência média de remoção de DQO total e solúvel de 54,94% e 51,29%, respectivamente. As máximas eficiências, atingidas após 69 dias de operação, foram de 70,87% para a DQO total e notáveis 74,84% para a DQO solúvel. Destaca-se que a eficiência de remoção da fração solúvel superou a da fração total, o que pode indicar uma maior recalcitrância da fração total. Esse cenário aponta para a possibilidade de que a presença de partículas sólidas na fração total possa estar contribuindo para uma menor eficiência de degradação.

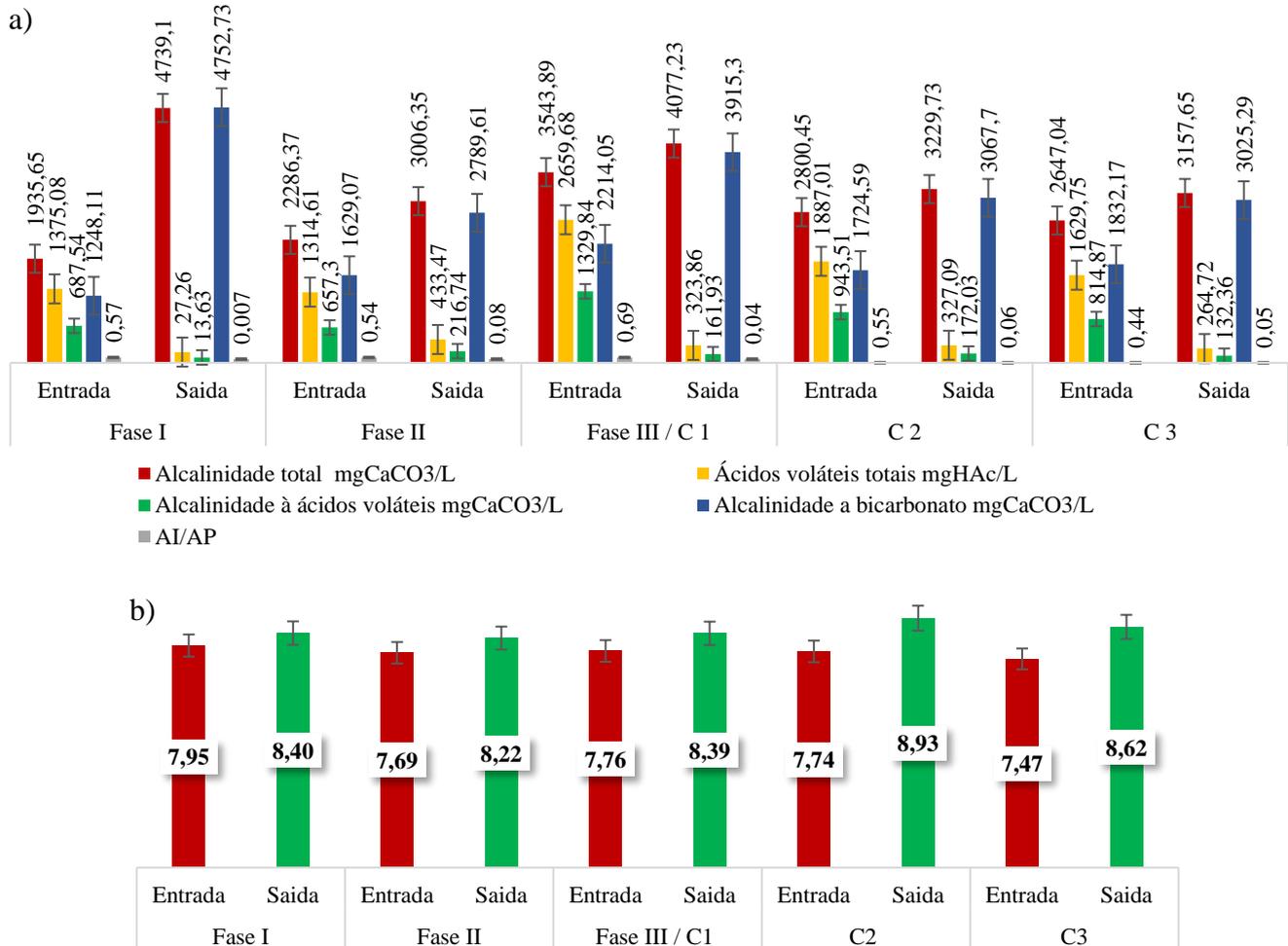
Para C3, a eficiência média de remoção de DQO total e solúvel foram de 55,66% e 53,80%, respectivamente, com eficiências máximas de 69,61% e 70,76% alcançadas em 13 dias de operação. As eficiências médias globais (C1, C2 e C3) de remoção de DQO total e solúvel foram de 60,55% e 58,29%, respectivamente.

Em relação aos CFT, em C2, a eficiência média de remoção foi de 44,58%, com uma eficiência máxima de 59,47% atingida em 42 dias de operação. Para C3, a eficiência média de remoção foi de 42,01%, com uma eficiência máxima de 56,58% atingida em 26 dias de operação. A eficiência média global de remoção foi de 48,05%.

Em relação ao comportamento da alcalinidade total, parcial e intermediária, observou-se que durante as fases de adaptação da biomassa e do incremento do volume de troca a alcalinidade foi

capaz de neutralizar a formação de ácidos voláteis e o pH foi mantido em níveis adequados, conforme apresentado na Figura 14.

Figura 14 - Resultados de alcalinidade, ácidos voláteis, relação AI/AP e pH para fases de adaptação e volumes de troca



Fonte: Autora, 2023.

Com base nesses resultados, verificou-se que não foram observados distúrbios no processo anaeróbio, uma vez que os resultados da relação AI/AP na saída do reator foram inferiores a 0,3. Essa relação é considerada um indicador importante na determinação da alcalinidade, de acordo com Ripley et al. (1986), Foresti (1994) e Chernicharo (1997), os quais afirmam que valores superiores a 0,3 indicam a ocorrência de distúrbios na digestão anaeróbia. No entanto, esses autores também argumentam que a estabilização do processo pode ocorrer para valores diferentes de 0,3.

Durante a avaliação da influência do volume de troca, foram monitoradas a concentração média de entrada, bem como a carga orgânica volumétrica aplicada em cada condição para as variáveis de DQO total e CFT, conforme elencados na Tabela 7.

Tabela 7 – Influência do volume de troca em C1, C2 e C3

	Concentração média de entrada		Carga orgânica média aplicada	
	DQO total (g/L)	Compostos fenólicos totais (mg/L)	DQO total (g/L.d)	Compostos fenólicos totais (mg/ L.d)
<b>C1</b>	9,30 ± 1,79	612 ± 0,13	1,24	81,60
<b>C2</b>	6,50 ± 0,49	455 ± 0,04	1,73	121,33
<b>C3</b>	4,53 ± 0,53	375 ± 0,02	1,81	150,00

Fonte: Autora, 2023.

A concentração média de entrada, expressa em DQO, reflete a quantidade média de matéria orgânica fornecida ao reator em cada condição. A carga orgânica volumétrica, expressa, por exemplo, como gDQO/L.d, representa a quantidade de matéria orgânica que está sendo aplicada no reator por dia, levando em consideração a porcentagem de volume de troca (BEZERRA JÚNIOR, 2007). Essas variáveis permitem avaliar a influência do volume de troca e analisar, a eficiência de remoção de matéria orgânica em cada condição. Foi observado uma elevada variação nas concentrações médias de entrada em termos de DQO e CFT. Essas variações podem ser atribuídas aos distintos lotes de ARCS coletados ao longo da pesquisa. No entanto, ainda que influenciadas pela diversidade dos lotes de ARCS, foi possível investigar a influência do volume de troca por meio do aumento da carga orgânica volumétrica aplicada, em todas as condições estabelecidas.

Na transição de C1 para C2, foi implementado um aumento de 39,51% na carga orgânica volumétrica aplicada ao reator, o que resultou em uma diminuição de 22,60% na eficiência de remoção de DQO total. Essa mesma tendência foi observada na eficiência de remoção de CFT. O aumento de 48,68% na carga orgânica volumétrica aplicada correspondente a uma redução de 22,57% na eficiência de remoção.

Ao comparar C2 com C3, foi identificado um comportamento distinto em relação à DQO. Nesse contexto, um aumento de 4,62% na carga orgânica volumétrica aplicada ao reator levou a um incremento de 1,45% na eficiência de remoção. Apesar de a magnitude desse aumento não ser substancial, o direcionamento oposto em termos de eficiência é notável e contrapõe as tendências previamente observadas. Esse fenômeno encontra respaldo nos achados de Wijekoon et al. (2011), os quais evidenciaram que um aumento adequado na carga orgânica volumétrica pode impactar positivamente a remoção de matéria orgânica. No entanto, é importante ressaltar que um aumento excessivo nessa carga pode comprometer a atividade biológica e, conseqüentemente, a eficiência de remoção. Essa conclusão foi reafirmada em um contexto específico, nomeadamente em um

reator anaeróbio de membrana (AnMBR) utilizado no tratamento de um efluente sintético à base de melação, com cargas volumétricas variando entre 5 a 12 kgDQO/m<sup>3</sup>.d<sup>-1</sup>. Voelklein et al. (2016) corroboraram com essa perspectiva, demonstrando que o aumento da carga orgânica volumétrica pode resultar em uma maior degradação de matéria orgânica, avaliada em termos de DQO, em resíduos alimentícios tratados em um reator anaeróbio de mistura completa. Essa interação complexa salienta a importância de uma abordagem criteriosa na gestão das cargas orgânicas, considerando cuidadosamente os limites que otimizam a atividade microbiana e, por consequência, a eficiência global do processo. Para eficiência de remoção de CFT ocorreu o oposto, após o aumento da carga orgânica volumétrica aplicada em 23,63%, houve uma redução de 5,82%, na remoção desses compostos. Tendo em vista a recalcitrância desses compostos, indica-se que o consórcio microbiano correspondeu bem ao incremento da carga orgânica volumétrica.

Com base nos resultados obtidos, pode-se inferir que as reduções nas eficiências de remoção de DQO e compostos fenólicos foram mais acentuadas entre C1 e C2, em comparação com C2 e C3. Essa diferença significativa pode ser atribuída ao aumento mais expressivo na carga orgânica média volumétrica aplicada entre C1 e C2, as quais estão diretamente relacionadas ao incremento do volume de troca. Em suma, os resultados obtidos para C2 e C3 foram considerados semelhantes. Ainda assim, afirma-se que o consórcio anaeróbio tolerou adequadamente o incremento da troca volumétrica ao longo do experimento, mesmo com as variações na concentração da carga orgânica de entrada.

### 6.2.1. Monitoramento de retenção da biomassa

A fim de monitorar a retenção da biomassa no reator, foram analisados os sólidos suspensos ao longo das fases de adaptação e condições de volume de troca, conforme Tabela 8.

Tabela 8 - Resultados da série de sólidos suspensos para adaptação de biomassa e volumes de troca

		Amostras	Sólidos suspensos totais (g/L)	Sólidos suspensos voláteis (g/L)	Sólidos suspensos fixos (g/L)
Adaptação biomassa	<b>Fase I</b>	Saída do sistema	0,1025	0,0415	0,061
		Entrada do sistema	1,259	1,211	0,048
	<b>Fase II</b>	Saída do sistema	1,266	1,077	0,189
		Entrada do sistema	2,146	1,209	0,937
	<b>Fase III</b>	Saída do sistema	0,865	0,398	0,467
	<b>C 1</b>	Dentro do reator	4,715	3,316	1,555
	<b>C 2</b>		6,945	4,691	2,254
	<b>C 3</b>		6,404	5,357	1,247

Fonte: Autora, 2023.

Foi observado que as duas primeiras fases apresentaram valores reduzidos de sólidos suspensos em comparação com a terceira fase. Essa discrepância pode ser atribuída à natureza da primeira fase, a qual envolveu a utilização de um substrato sintético de composição simplificada, com pouca presença de partículas sólidas. No entanto, na Fase III e nas etapas subsequentes, houve uma notável elevação na concentração de sólidos suspensos fixos conforme o volume de troca aumentou de C1 para C2. Ressalta-se que as amostradas coletadas em Fase III foram ao final desta fase e C1 ao final da condição de C1, desta forma os valores foram separados na tabela.

C2 apresentou os maiores resultados. Esses resultados indicam uma maior presença de partículas em suspensão, o que pode ser atribuído a variações nos lotes de ARCS utilizados. Em suma, o comportamento dos sólidos suspensos no interior e saída do reator foram adequados indicando que a biomassa se manteve retirada durante todas as fases e condições experimentais.

Foi constatado que as duas primeiras fases de adaptação da biomassa apresentaram valores reduzidos de sólidos suspensos quando comparadas à terceira fase. Tal discrepância pode ser imputada à natureza da primeira fase, a qual abraçou a utilização de um substrato sintético de composição simplificada, caracterizado pela escassa presença de partículas sólidas. Não obstante, os resultados do volume de troca, manifestou-se um aumento nas concentrações de sólidos suspensos, à medida que o volume de troca transmutou de C1 para C2. Importante destacar que as amostras foram coletadas ao término da Fase III e ao final da condição C1, motivando a separação dos resultados na tabela. O aumento na concentração de sólidos suspensos encontra-se respalda nos estudos de Dugba et al. (1999). Os resultados indicaram que elevadas cargas orgânicas volumétricas estão associadas a maiores concentrações de sólidos suspensos no reator, podendo acarretar desafios na sedimentação da biomassa, com potencial para impactar negativamente o tempo de residência celular. No entanto, não foi constatada, neste estudo, qualquer evidência de comprometimento na sedimentação da biomassa.

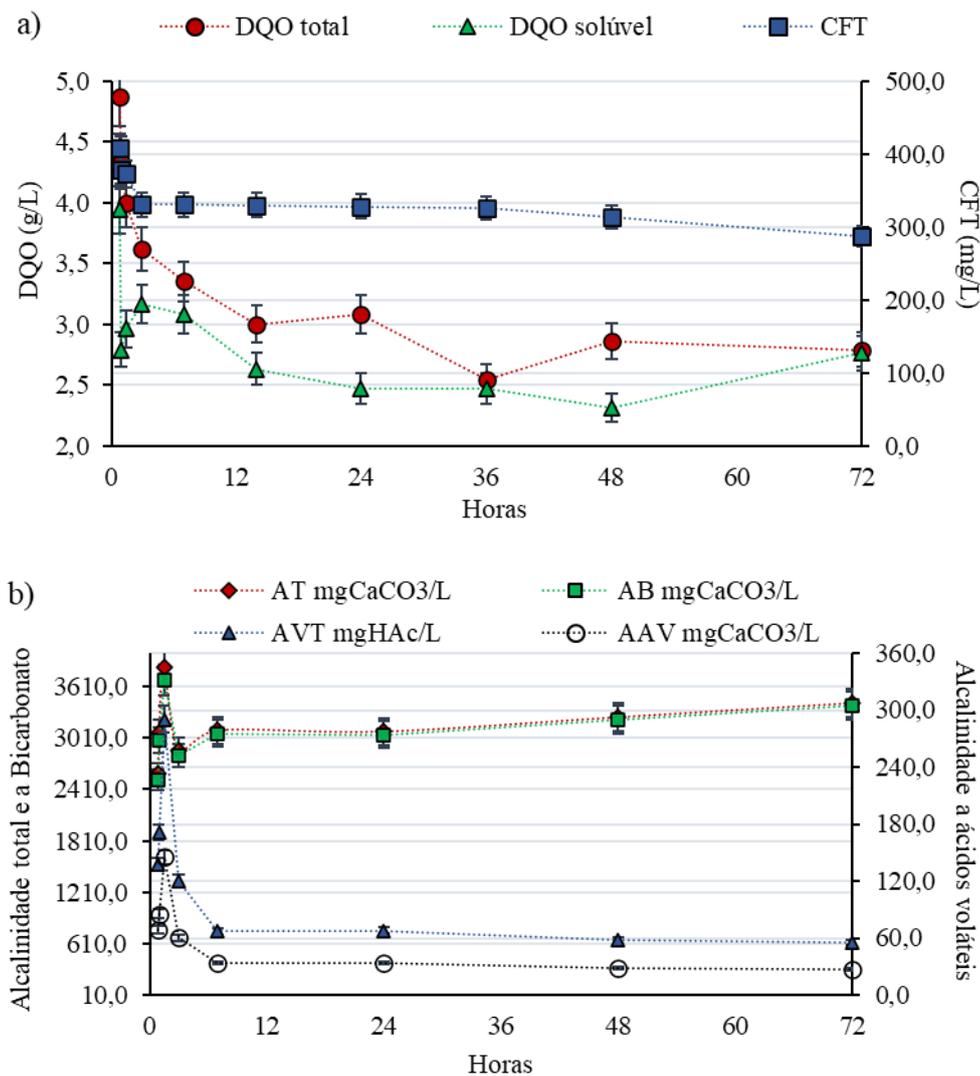
Acredita-se que o aumento do volume de troca não teve um impacto significativo na transição das condições de C2 para C3. Isso é sugerido pelo fato de que C2 apresentou concentrações mais elevadas de sólidos suspensos, possivelmente devido a uma maior presença de partículas em suspensão que pode estar relacionada a variações nos lotes de ARCS utilizados.

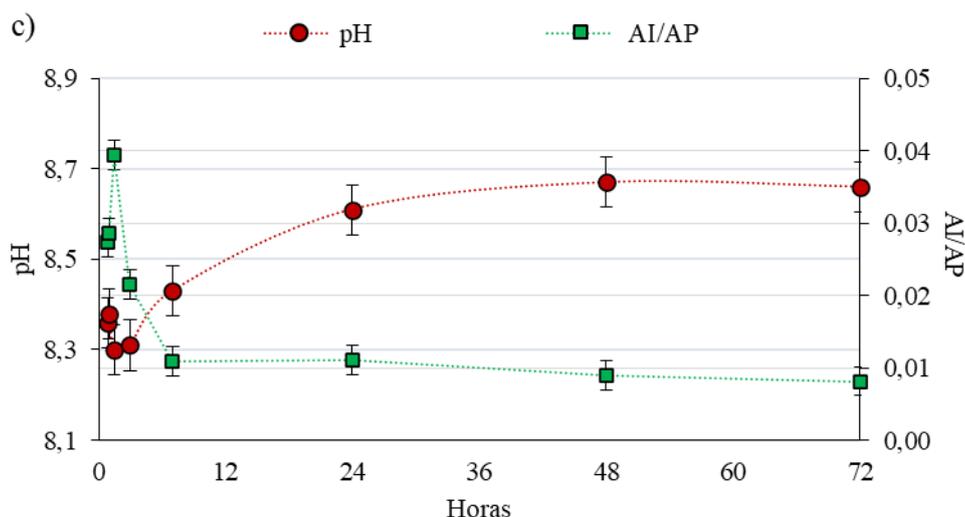
Em síntese, a dinâmica dos sólidos suspensos no interior e na saída do reator demonstrou conformidade, sugerindo que a biomassa permaneceu retida ao longo de todas as fases e condições experimentais.

### 6.2.2. Perfis temporais das variáveis de interesse e cinética de degradação

Durante a avaliação do volume de troca, foram realizados perfis temporais ao longo do ciclo para as variáveis de DQO total e solúvel, alcalinidade total, alcalinidade parcial, alcalinidade intermediária, pH e compostos fenólicos totais. Essas variáveis foram analisadas para as três condições de volume de troca, após observar a estabilização dos resultados de eficiência de remoção de DQO e compostos fenólicos totais. Os perfis temporais permitiram uma compreensão mais detalhada sobre o comportamento das variáveis ao longo do tempo de ciclo e sua relação com as diferentes condições de volume de troca, os quais são apresentados conforme Figura 15, 16 e 17 abaixo.

Figura 15 - Perfis temporais C1 de: a) DQO e compostos fenólicos totais, b) Alcalinidade e c) pH e AI/AP





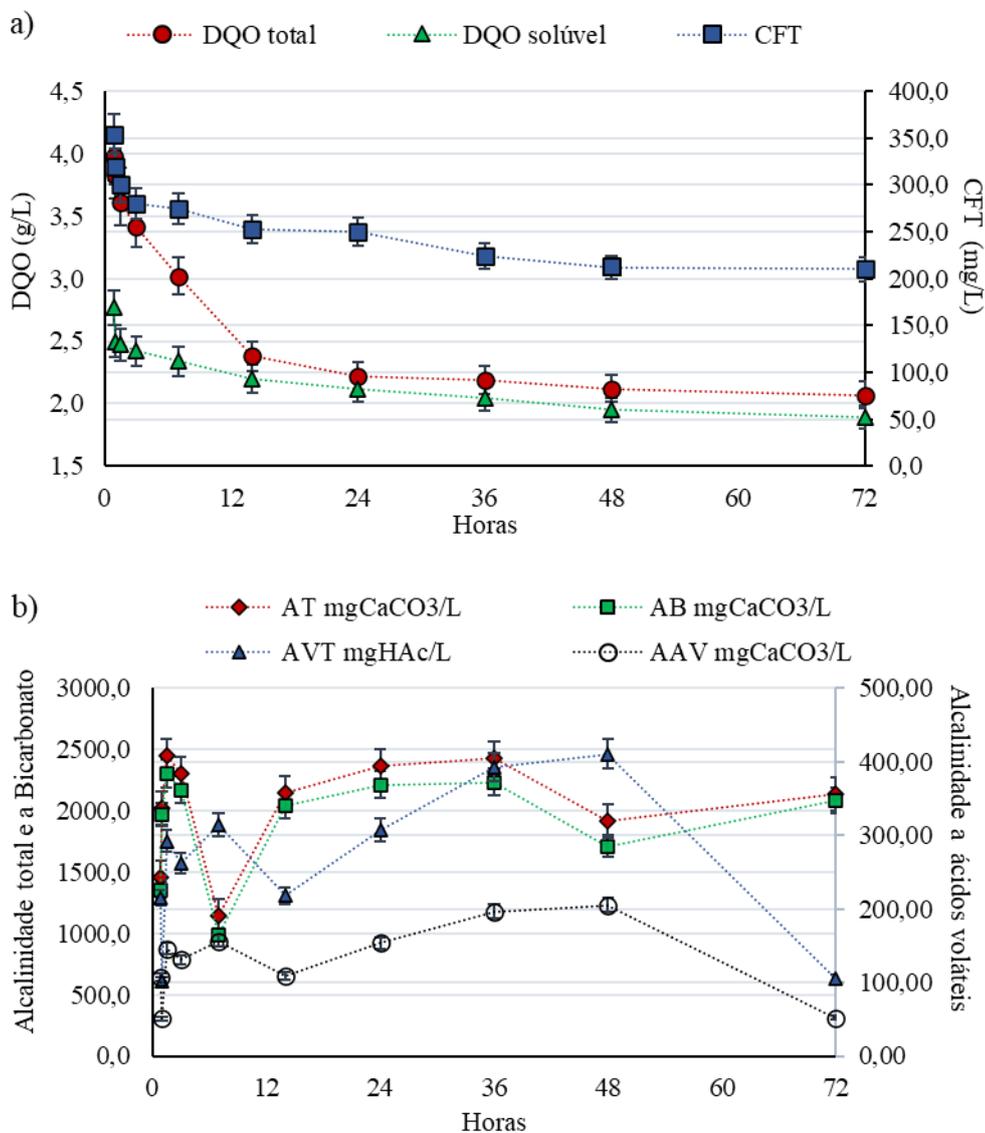
Fonte: Autora, 2023.

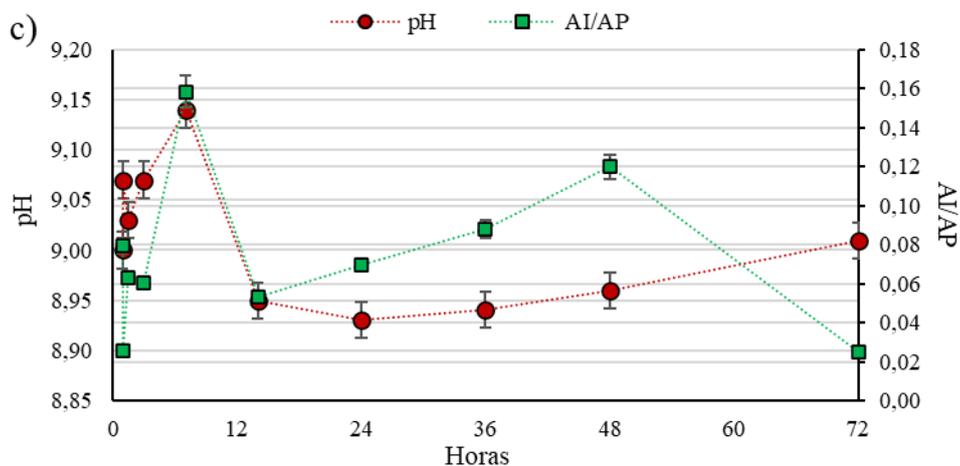
Em C1, para a DQO total, observou-se uma diminuição gradual ao longo do tempo de ciclo, indicando uma eficiente remoção dos compostos orgânicos presentes no efluente. Em relação à DQO solúvel, os resultados apresentaram um aumento na concentração durante as primeiras horas, o que foi temporário, pois em seguida notou-se uma redução significativa com concentração ligeiramente menor em comparação com a DQO total para os mesmos pontos de coleta. Isso pode ser atribuído à natureza dos compostos presentes no afluente, onde uma fração é solúvel e facilmente degradável pelos microrganismos, enquanto outra fração pode ser mais recalcitrante e requerer um tempo maior de degradação. Foi observado que a DQO total e solúvel apresentou estabilidade a partir de 24 horas de ciclo, mantendo-se abaixo de 3 g/L. Isso indica que a maior parte dos compostos orgânicos presentes no efluente foi degradada de forma eficiente pelos microrganismos nas primeiras 24 horas de operação. No entanto, foi notado que os CFT tiveram uma redução em sua concentração nas últimas 24 horas do ciclo, passando de 314 mg/L para 287 mg/L, correspondendo a uma redução de 8,59%.

Em relação à alcalinidade total e parcial, observou-se um aumento progressivo ao longo do ciclo, acompanhado por uma redução nos valores de alcalinidade intermediária. Esse comportamento é esperado, uma vez que a alcalinidade total e a alcalinidade parcial estão relacionadas à neutralização dos ácidos voláteis produzidos durante a digestão anaeróbia. O aumento gradual desses valores ao longo do ciclo indica que a capacidade de tamponamento do sistema foi mantida, proporcionando um ambiente favorável para o crescimento e atividade dos microrganismos. No que diz respeito ao pH e à relação AI/AP, observou-se um aumento gradual do pH ao longo do ciclo, acompanhado de uma redução na razão AI/AP. Esse aumento do pH é

comumente desejado, uma vez que, caso a produção de ácidos voláteis seja maior que seu consumo, eles podem acumular no processo anaeróbio, ocasionando a queda do pH. Isso ocorre quando a alcalinidade do sistema não é suficiente (SPEENCE, 1987; SOUZA, 1984). Apesar de os valores da razão AI/AP terem aumentado no início do ciclo, é importante ressaltar que, durante todo o processo anaeróbio, esses valores se mantiveram abaixo de 0,3, indicando que a digestão anaeróbia estava ocorrendo de forma adequada (RIPLEY et al. 1986; CHERNICHARO, 2007).

Figura 16 - Perfis temporais C2 de: a) DQO e compostos fenólicos, b) Alcalinidade e c) pH e AI/AP





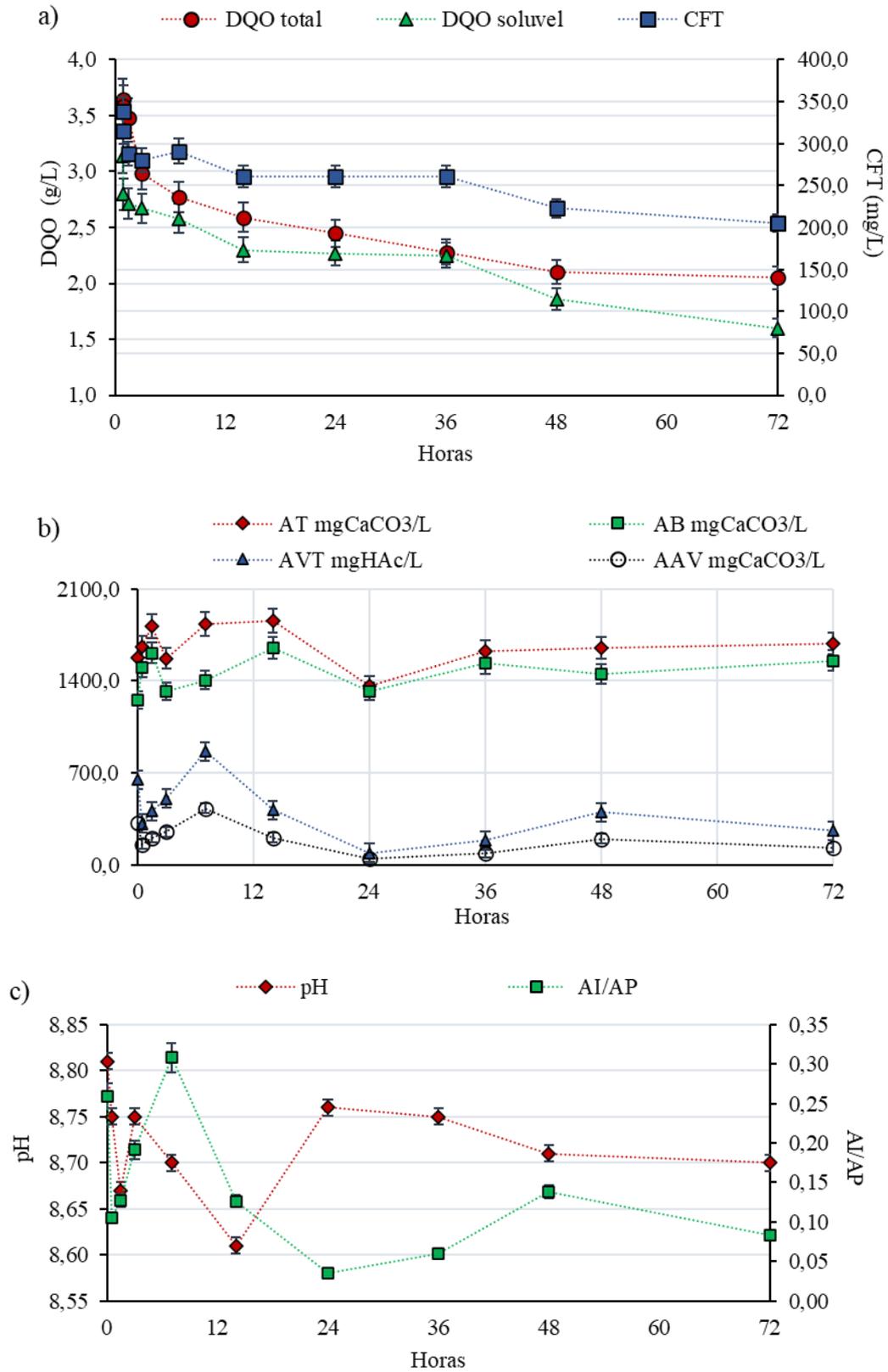
Fonte: Autora, 2023.

Durante C2, em relação à DQO total, verificou-se que os valores se mantiveram relativamente estáveis após 14 horas de operação, indicando uma certa estabilização do processo. No entanto, para a DQO solúvel, houve um consumo maior nas primeiras horas de operação. Nas últimas 24 horas de ciclo, os valores se mantiveram estáveis, abaixo de 2,5 g/L. Em relação aos CFT, observou-se um padrão semelhante ao da DQO solúvel, com uma redução mais intensa nas primeiras horas de operação e uma redução gradual ao longo do ciclo. As últimas 24 horas foram importantes para uma maior redução na concentração desses compostos.

Quanto à alcalinidade total, parcial e intermediária, os perfis temporais revelaram um comportamento menos estável durante o tempo de ciclo, ao ser comparado com C1, principalmente entre as 12 e 48 horas de operação. Apesar disso, a capacidade de tamponamento e neutralização dos ácidos voláteis foi mantida, uma vez que os valores de alcalinidade em relação aos ácidos voláteis se mantiveram em baixas concentrações. Esses valores foram um pouco mais elevados do que os observados em C1, o que era previsto devido ao aumento do volume de troca e, consequentemente, o aumento da formação de ácidos voláteis durante a etapa de reação.

A análise do comportamento do pH e da relação AI/AP ao longo do ciclo de operação, sofreu um aumento dessas variáveis entre as 24 e 48 horas de operação. No entanto, esse aumento foi temporário, pois os valores tanto do pH quanto da razão AI/AP foram inferiores ao término do ciclo. Esse aumento pode ser atribuído à capacidade de tamponamento e neutralização dos ácidos voláteis pelo sistema, o que contribui para a manutenção de um pH mais elevado no reator (KUS & WIESMANN, 1995). Os resultados de AI/AP, apresentou um aumento inicial durante as primeiras horas de operação. No entanto, ao longo do ciclo, esse valor reduziu. Tal redução pode ser associada ao consumo gradual da alcalinidade intermediária ao longo do processo anaeróbio.

Figura 17 - Perfis temporais C3 de: a) DQO e compostos fenólicos, b) Alcalinidade e c) pH e AI/AP



Autora, 2023.

No que se refere à remoção da DQO total e solúvel, constatou-se um padrão de redução constante para a fração total, enquanto a fração solúvel manteve praticamente inalterada entre as horas de operação 12 e 24. Isso sugere uma maior resistência na degradação da DQO solúvel em comparação com as últimas condições. Posteriormente, ocorreu uma diminuição gradual na concentração da matéria orgânica para a fração solúvel. Importante salientar que as últimas 24 horas de operação demonstraram ser fundamentais para a significativa redução da DQO solúvel. Quanto aos CFT, foi observado um comportamento semelhante aos valores de DQO solúvel, com uma constância nos valores entre 12 e 24 horas de operação, seguida por uma degradação gradual, resultando em uma redução da concentração desses compostos de 0,261 g/L para 0,205 g/L, correspondendo a uma redução de 21,45%. Isso é particularmente relevante, uma vez que, nesta condição, o sistema operou com a maior carga orgânica volumétrica aplicada, considerados inibidores da digestão anaeróbia, indica que o consórcio microbiano anaeróbio foi capaz de lidar de forma adequada com a presença desses compostos inibidores.

Para os parâmetros de alcalinidade total, parcial e intermediária, observou-se um comportamento estável a partir de 48 horas de operação. Além disso, os valores foram próximos aos obtidos na condição C2 para os parâmetros de alcalinidade total e parcial. No entanto, houve um aumento na formação de ácidos voláteis em comparação com as duas últimas condições, o que pode ser explicado pelo maior volume de troca e, conseqüentemente, maior formação de ácidos durante o processo anaeróbio. O valor de AI/AP de saída foi próximo ao valor de entrada, apesar do aumento visto nas primeiras 10 horas e 48 horas de operação.

Os resultados mostraram que o reator foi capaz de se adaptar ao incremento no volume de troca ao longo do tempo e evidenciou a robustez do processo anaeróbio e a capacidade dos microrganismos em manter um ambiente propício para sua atividade metabólica.

Os modelos cinéticos de primeira ordem foram utilizados para determinar o coeficiente cinético de degradação da matéria orgânica em termos de DQO total e solúvel e CFT nas três condições de volume de troca. Os resultados são apresentados na Tabela 9.

Tabela 9 - Coeficientes cinéticos da degradação de DQO e CFT em C1, C2 e C3

	DQO total			DQO solúvel			Compostos fenólicos totais		
	$k_1$	R <sup>2</sup>	Residual	$k_1$	R <sup>2</sup>	Residual	$k_1$	R <sup>2</sup>	Residual
<b>C1</b>	0,31916 ± 0,13	0,91	0,43426	0,10764 ± 0,12	0,55	0,89375	0,15597 ± 0,03	0,85	0,00168
<b>C2</b>	0,11562 ± 0,01	0,99	0,02607	0,06217 ± 0,02	0,92	0,05247	0,09127 ± 0,04	0,90	0,00184
<b>C3</b>	0,10807 ± 0,03	0,96	0,13502	0,02011 ± 0,01	0,90	0,18107	0,02188 ± 0,02	0,83	0,00232

Fonte: Autora, 2023.

Observa-se que o aumento do volume de troca resultou em uma redução do coeficiente de degradação. Foi verificado que os valores dos coeficientes cinéticos de degradação da DQO nas condições C2 e C3 foram próximas. Isso sugere que, em termos de eficiência de remoção da matéria orgânica, essas duas condições apresentaram desempenho similar. Essa observação está em concordância com os resultados obtidos nos monitoramentos de eficiência de remoção, onde os valores de DQO total e solúvel foram próximos entre as condições C2 e C3.

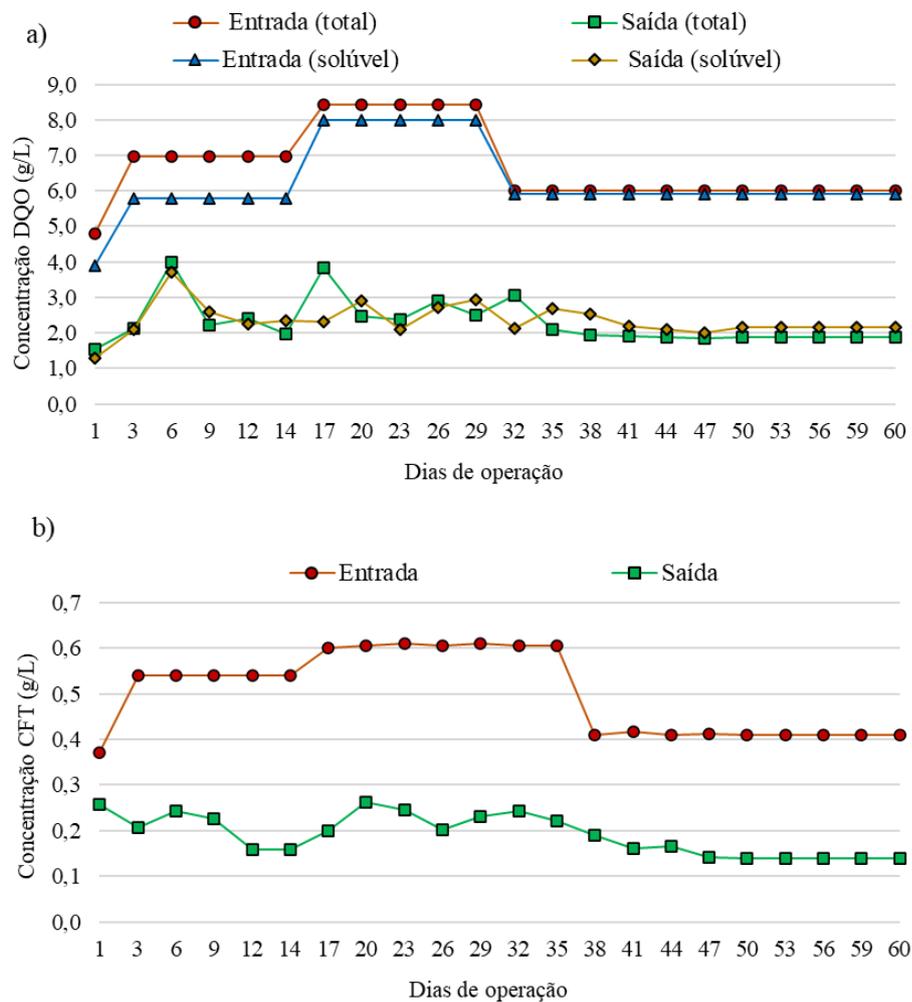
O volume de troca em reatores anaeróbios é um parâmetro importante que desempenha um papel significativo no desempenho e na eficiência de remoção de matéria orgânica, o aumento progressivo no volume de troca pode favorecer na estabilidade do processo de digestão anaeróbia, bem como para evitar o acúmulo de ácidos graxos voláteis (ANGELIDAKI, I., & AHRING, B. K., 1992; SPEECE, R. E., 2008).

Com base nos resultados obtidos, evidencia que, mesmo ao fornecer a maior concentração de carga orgânica volumétrica aplicada em termos de DQO e compostos fenólicos em C3, os valores obtidos foram comparáveis aos de C2, na qual uma carga orgânica menor foi aplicada. Além disso, os perfis temporais das variáveis analisadas ao longo do ciclo de operação demonstraram resultados adequados e estáveis apesar do aumento de volume de troca. A seleção da condição de volume de troca mais adequada foi realizada com base na eficiência de remoção de matéria orgânica (DQO total, DQO solúvel e CFT), resultados consistentes de cinética de degradação e a estabilidade observada ao longo do ciclo operacional. Esses critérios permitiram uma análise abrangente da capacidade de lidar eficientemente com a carga orgânica volumétrica aplicada. Como resultado, a condição C3 foi escolhida para a próxima fase experimental, na qual foi introduzida a microaeração.

### 6.3. Monitoramento das variáveis físico-químicas: Teste de microaeração e análise comparativa entre condições

Ao longo da fase experimental de microaeração, é possível observar o comportamento das concentrações de entrada e saída do reator, expressas em termos de DQO e CFT, conforme ilustrado na Figura 18.

Figura 18 - Comportamento entrada e saídas do reator para: a) DQO e b) Compostos fenólicos totais

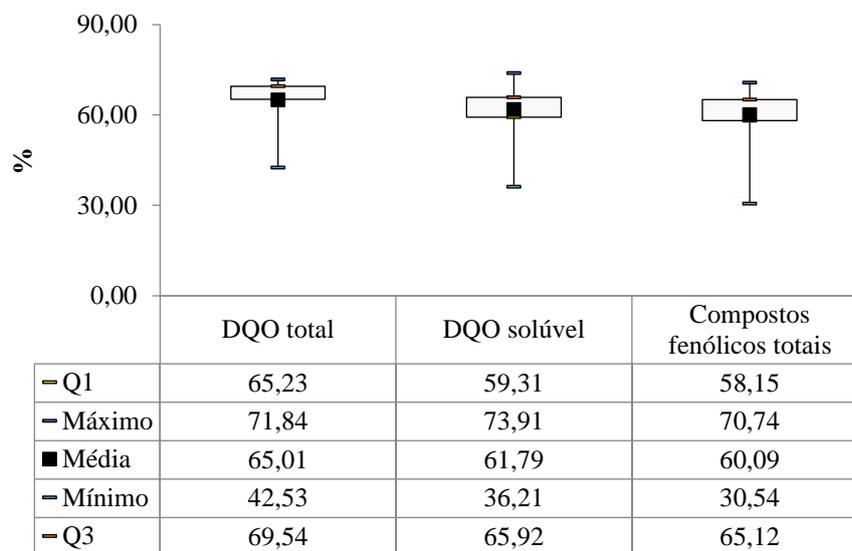


Fonte: Autora, 2023.

Nesta fase, o reator operou por 60 dias com microaeração intermitente, apresentando uma DQO de entrada média de  $6,87 \pm 1,12$  g/L para fração total e  $6,35 \pm 1,15$  g/L para fração solúvel. A saída do reator apresentou médias de  $2,38 \pm 0,67$  g/L para fração total e  $2,39 \pm 0,50$  g/L para fração solúvel. Quanto aos CFT, foi observado uma concentração de entrada média de  $0,505 \pm 0,09$  g/L e de saída  $0,194 \pm 0,04$  g/L. A oscilação nas concentrações de entrada, influenciada

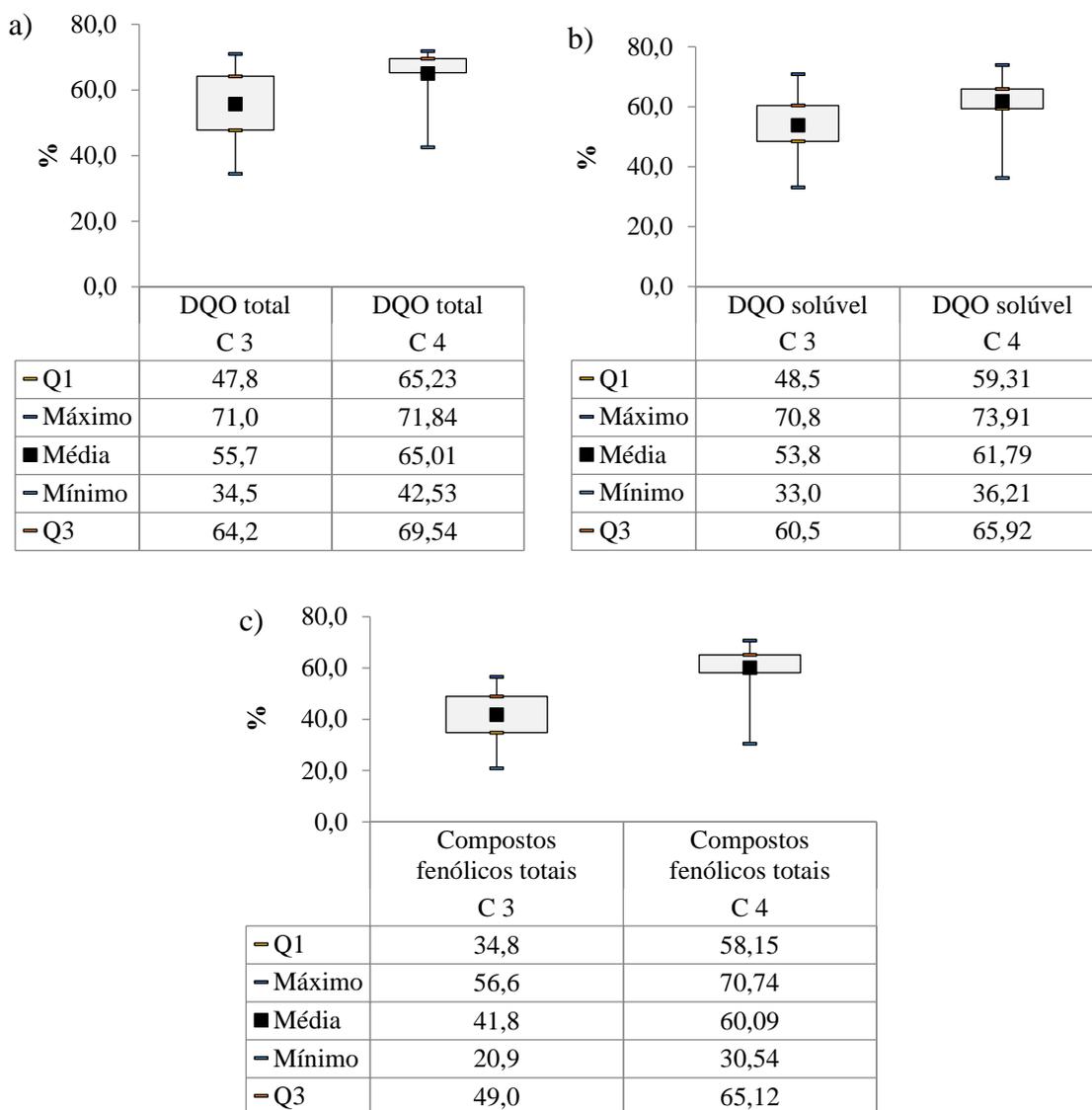
pelas variações nos lotes de água residuária coletada, é responsável pelo aumento das concentrações de saída do reator observados entre os dias 17º e 32º de operação. No entanto, foi notado que essa oscilação não teve um impacto significativo no desempenho do consórcio microbiano. A estabilidade das variáveis de saída do reator foi alcançada a partir do 35º dia de operação. Assim, em um período de 60 dias de operação foi suficiente para o consórcio microbiano conseguiu estabilizar-se durante a fase de microaeração e atingir níveis de eficiência de remoção superiores aos observados em condições estritamente anaeróbias. A Figura 19 demonstra as eficiências de remoção atingidas para C4 e a Figura 20 apresenta a análise comparativa entre C3 e C4.

Figura 19 - Gráfico Boxplot do teste de microaeração para remoção de DQO e compostos fenólicos totais



Fonte: Autora, 2023.

Figura 20 - Análise comparativa C3 e C4 de: a) DQO total, b) DQO solúvel e c) compostos fenólicos totais



Fonte: Autora, 2023.

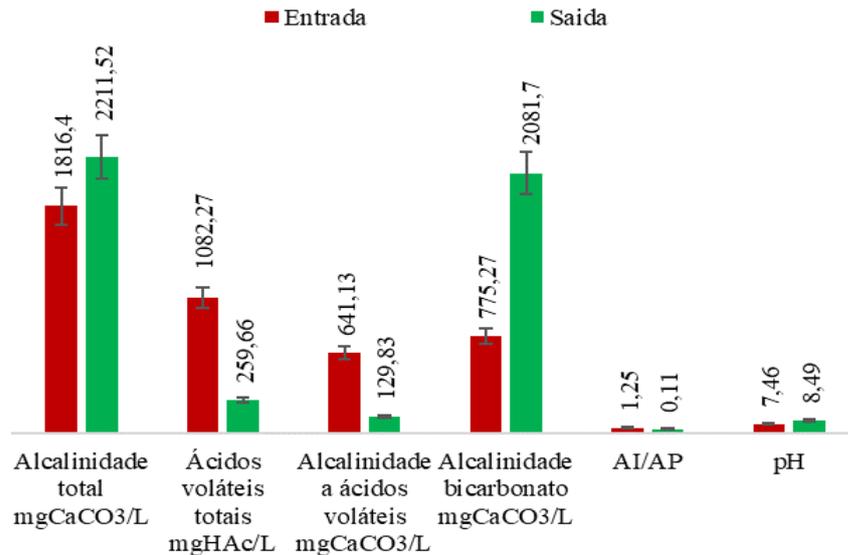
As eficiências médias de remoção de DQO total e solúvel foram de 65,01% e 61,79%, respectivamente, com a máxima eficiência alcançada no 14º dia de operação, 71,84% para DQO total e 73,91% para DQO solúvel. Os resultados indicaram um aumento na remoção de DQO total e solúvel quando comparado com as eficiências médias globais obtidas nas condições totalmente anaeróbias (60,55% e 58,29%), com um aumento de 7,36% na remoção de DQO total e 6,00% na remoção de DQO solúvel. Ao comparar as eficiências médias de DQO total e solúvel obtidas com a microaeração com a melhor condição de volume de troca (C3), observou-se um aumento de 16,71% na remoção de DQO total e 14,85% na remoção de DQO solúvel durante a fase experimental com microaeração.

No que concerne à remoção de CFT, a eficiência média alcançou 60,09%, com a máxima eficiência de remoção atingida no 12º dia desta fase experimental, atingindo 70,74%. Um aumento notável de 25,05% na eficiência de remoção foi observado em comparação com a média global de eficiência nas condições anaeróbias de C1, C2 e C3 (48,05%). Além disso, quando comparados apenas com os resultados de C3, verifica-se um aumento de 43,75% na eficiência de remoção de CFT durante a fase experimental com microaeração. Estes resultados destacam o potencial da microaeração em conjunto com a digestão anaeróbia como uma abordagem eficaz para o tratamento de águas residuárias provenientes da produção de café solúvel. A aplicação dessa estratégia resulta em melhorias substanciais na eficiência de remoção de compostos recalcitrantes.

Os resultados obtidos possuem particular relevância considerando a complexa composição da ARCS. A contribuição positiva da microaeração nesta pesquisa para a remoção de compostos recalcitrantes presentes em águas residuárias industriais também foi documentada por estudos anteriores. Por exemplo, Yang et al. (2015) demonstraram que a microaeração contribuiu em 33 a 42% na remoção de DQO no pré-tratamento de efluente petroquímico operado em reator anaeróbio de mistura completa, alcançando, ao final do tratamento, uma eficiência média de remoção de DQO de 76%. Além disso, Cheng et al. (2018) avaliaram a degradação de tensoativos aniônicos e compostos orgânicos em reator anaeróbio de membrana (AnMBR) associado a pulsos de microaeração. As eficiências de remoção de tensoativos e DQO solúvel foram de 77% e 75%, respectivamente. Buarque et al. (2019) alcançaram eficiência de remoção de hormônios e bisfenol-A acima de 50% utilizando a microaeração em reator UASB para o tratamento de água residuária proveniente da fabricação de fármacos. Menezes et al. (2019) investigaram a influência da microaeração intermitente no tratamento de efluente têxtil associado à digestão anaeróbia, com concentração de entrada expressa em DQO de 1,2 g/L. Eles obtiveram eficiências de remoção de corantes entre 75% e 77% e de DQO entre 79% e 81%. Seguindo essa linha, Silva Júnior (2021) aplicou pulsos de microaeração no tratamento de efluentes têxteis sintéticos, com concentração de entrada de 32,5 mgDQO/L, alcançando cerca de 80% de remoção de corantes e 77% a 88% de remoção de DQO.

Em relação a alcalinidade total, parcial e intermediária, as médias de entrada e saída do reator são apresentadas na Figura 21.

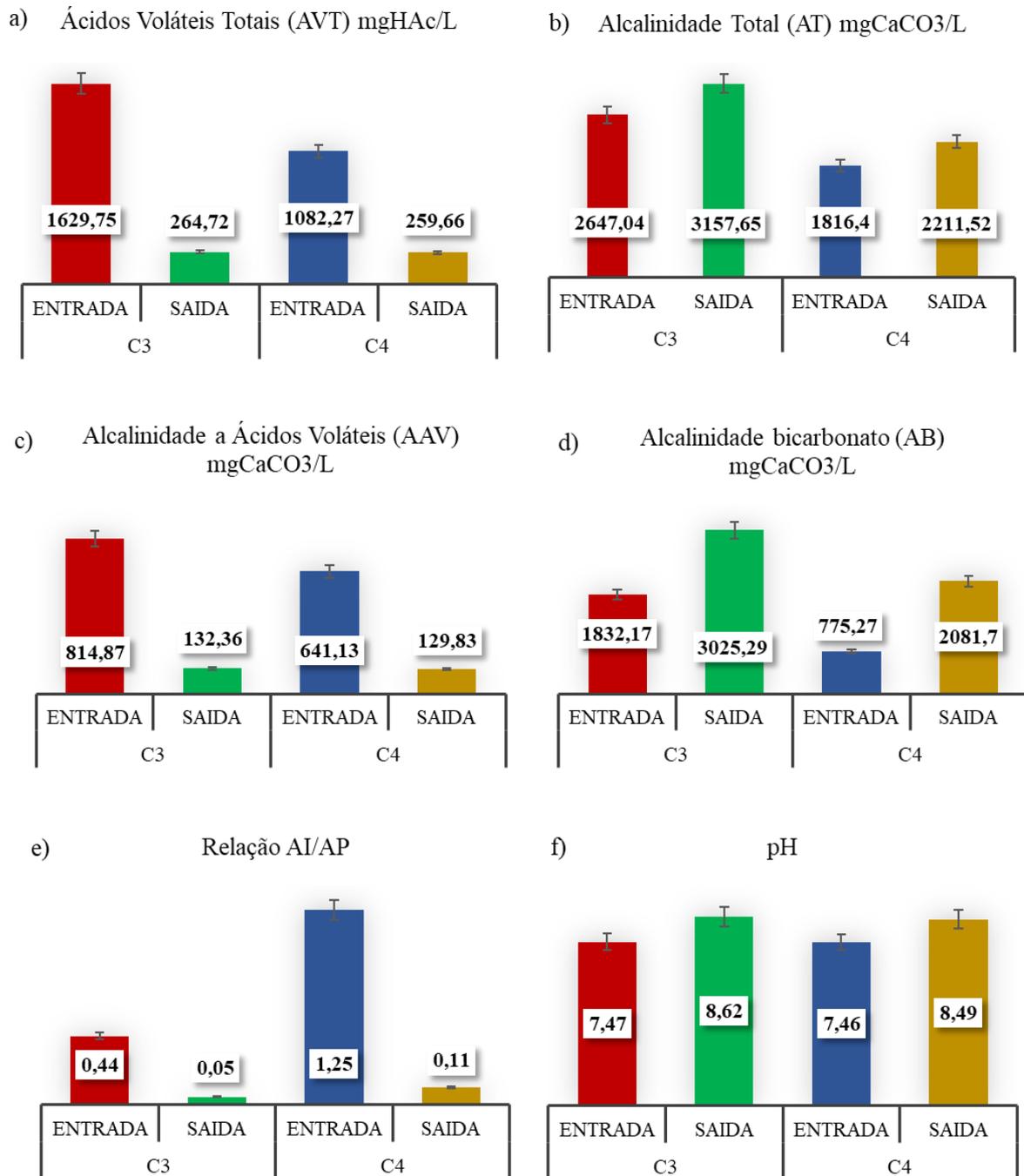
Figura 21 – pH, Alcalinidade total, parcial e intermediária em C4



Fonte: Autora, 2023.

Durante o decorrer do experimento, constatou-se que a alcalinidade intermediária se manteve em níveis adequados, exercendo um papel eficaz no controle do tamponamento no sistema. Adicionalmente, o valor médio da AI/AP apresentou-se consistentemente abaixo de 0,3 ao longo do período analisado, o que sugere a ausência de distúrbios significativos no processo (RIPLEY et al, 1986; CHERNICHARO, 2007). Além disso, destaca-se que os valores de pH na entrada e saída do reator estiveram dentro da faixa ideal de controle, sendo entre 6,6 e 7,4 (CHERNICHARO, 2007). A análise comparativa entre C3 e C4 dessas variáveis são representadas na Figura 22.

Figura 22 - Alcalinidade total, parcial e intermediária em C3 e C4



Fonte: Autora, 2023.

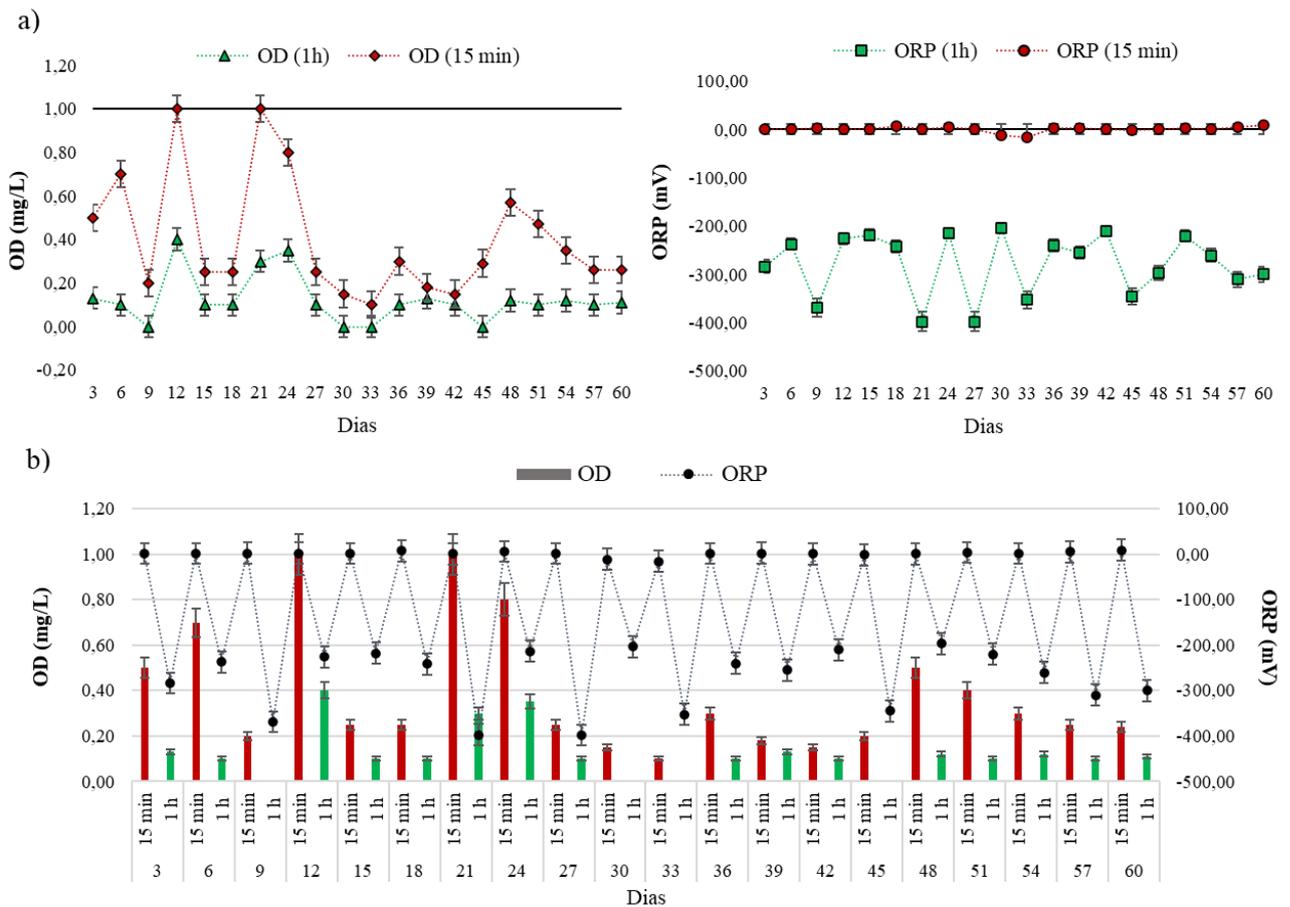
A redução observada nos valores de alcalinidade total, parcial e intermediária entre as condições C3 (operação sob condições estritamente anaeróbias) e C4 (operação com microaeração) pode ser atribuída ao efeito da introdução da microaeração no consórcio microbiano. A presença de oxigênio pode modificar a dinâmica das reações químicas e biológicas envolvidas na alcalinidade. Esse achado está em consonância com estudos

conduzidos por Ruan et al. (2019), que investigaram os impactos da microaeração na fase de hidrólise do lodo anaeróbio para a produção de biogás, assim como a composição da comunidade microbiana na digestão anaeróbia. Os autores conduziram um experimento com dois reatores de mistura completa, um dos quais a microaeração foi fornecida. Foi observada uma tendência de redução na alcalinidade e no pH no reator com microaeração. Essa diminuição foi atribuída ao aumento da eficiência da etapa de hidrólise.

### 6.3.1. Monitoramento do oxigênio dissolvido e potencial redox

O comportamento e a interação entre as variáveis nos ciclos de microaeração e anaerobiose ao longo de 60 dias são apresentadas na Figura 23.

Figura 23 - Monitoramento das variáveis físico-químicas de OD e ORP para: a) os ciclos de microaeração e b) a interação entre elas



Fonte: Autora, 2023.

Com base no monitoramento dos parâmetros de potencial redox (ORP) e oxigênio dissolvido (OD) durante os ciclos de microaeração, foram observadas médias de ORP e OD de  $1,28 \pm 5,54$  mV e  $0,40 \pm 0,28$  mg/L, respectivamente, nos ciclos de 15 minutos de aeração. Em contraste, nos ciclos em ambiente totalmente anaeróbio com duração de 1 hora, foram registradas médias de ORP de  $-278,86 \pm 64,16$  mV e OD de  $0,12 \pm 0,11$  mg/L.

Ao analisar o comportamento dos ciclos de microaeração, foi observado que a introdução controlada de ar afetou os níveis de oxigênio dissolvido no reator. Os valores obtidos indicam que houve manutenção do ambiente microaerado para o tipo de reator utilizado dentro das condições operacionais aplicadas. Esses achados estão em concordância com pesquisas anteriores, como as conduzidas por Nguyen et al. (2018) e Chen et al. (2020), os quais indicaram que ambientes microaerados apresentam um potencial redox ideal na faixa de 0 a -300 mV. No entanto, a literatura também apresenta uma variação de valores, como os mencionados por Yin et al. (2016), que sugeriram valores entre -100 a -200 mV, Khanal e Huang et al. (2003), que indicaram -230 a -180 mV, Liu et al. (2013), que apontaram -50 a -350 mV, e Donoso-Bravo (2018), que relataram valores inferiores a -494 mV. Isso ilustra que, no contexto de ambientes microaerados, não há um consenso estabelecido, e os valores podem variar de acordo com as particularidades do reator, do substrato e do inóculo utilizados.

Em relação, a faixa de concentração de oxigênio dissolvido obtida durante os ciclos de microaeração, também se mostrou adequada para o processo de remoção de compostos recalcitrantes. Esses resultados também estão próximos aos que foram obtidos no estudo realizado por Kumar et al. (2015), no qual pulsos de microaeração foram aplicados em um reator ASBR para a degradação de corante azo Acid Black 10 B. A faixa de concentração de oxigênio registrada foi de entre 0,4 e 0,8 mg/L, e resultou em altas eficiências de remoção de corante e DQO, superiores a 90%. Nessa mesma linha, Brito (2016) manteve um comportamento de oxigênio dissolvido semelhante, variando entre 0 e 0,5 mg/L no tratamento de efluente têxtil sintético em reator operado em bateladas sequenciais.

### 6.3.2. Monitoramento de retenção de biomassa

A fim de monitorar a retenção de biomassa no reator durante esta fase, foram realizadas análises da série de sólidos suspensos na entrada, no interior e na saída do reator. Os resultados obtidos estão resumidos na Tabela 10.

Tabela 10 - Resultados de sólidos suspensos em C4.

<b>Amostras</b>	<b>Sólidos suspensos totais (g/L)</b>	<b>Sólidos suspensos voláteis (g/L)</b>	<b>Sólidos suspensos fixos (g/L)</b>
Entrada do sistema	0,410	0,408	0,200
Dentro do reator	4,332	4,302	0,030
Saída do sistema	0,258	0,244	0,014

Fonte: Autora, 2023.

Foi observado uma concentração de sólidos suspensos totais e fixos no interior do reator, alcançando valores consideráveis de 4,332 g/L para sólidos suspensos totais, 4,302 g/L para sólidos suspensos voláteis e 0,030 g/L para sólidos suspensos fixos. Esse aumento das concentrações dentro do reator sugere a possível formação de biomassa aderida às superfícies internas do reator. A baixa concentração de sólidos suspensos na saída do reator pode ser atribuída a sedimentação da biomassa, indicando a retenção da biomassa dentro do sistema. A análise comparativa entre C3 e C4 é apresentada na Tabela 11.

Tabela 11 -Análise comparativa sólidos suspensos entre C3 e C4

<b>Amostras</b>	<b>Sólidos suspensos totais (g/L)</b>	<b>Sólidos suspensos voláteis (g/L)</b>	<b>Sólidos suspensos fixos (g/L)</b>
<b>C 3</b>	6,404	5,357	1,247
<b>C 4</b> Dentro do reator	4,332	4,302	0,030

Fonte: Autora, 2023.

Ao comparar os resultados entre as condições C3 e C4, foi observado que os valores de sólidos suspensos foram mais elevados em C3, com destaque para os sólidos suspensos voláteis. Esse comportamento também foi identificado no estudo realizado por Jenieck et al. (2017), no qual a microaeração resultou em uma redução de 1,6% a 9,3% nos sólidos voláteis. Em contrapartida, outro estudo conduzido por Tang et al. (2004) investigou a influência da microaeração na diversidade microbiana em um digestor anaeróbio termofílico, tratando efluente sanitário municipal em escala laboratorial. Nesse estudo, foi observada uma diferença mínima de eficiência na digestão de sólidos suspensos voláteis, cerca de 1%, entre os períodos

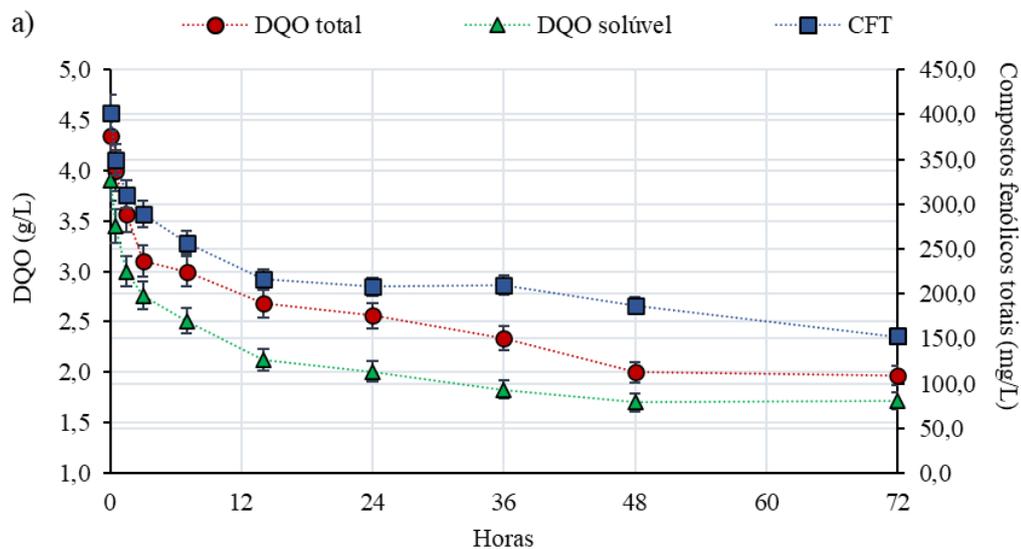
com e sem aeração. Um estudo mais recente publicado por Castillo et al. (2022) corroborou os achados de Jenieck et al. (2017), demonstrando que o uso da microaeração como pré-tratamento de lodo ativado para digestão anaeróbia em reator semi-contínuo, aumentou a degradação de sólidos suspensos em comparação com outras abordagens de pré-tratamento.

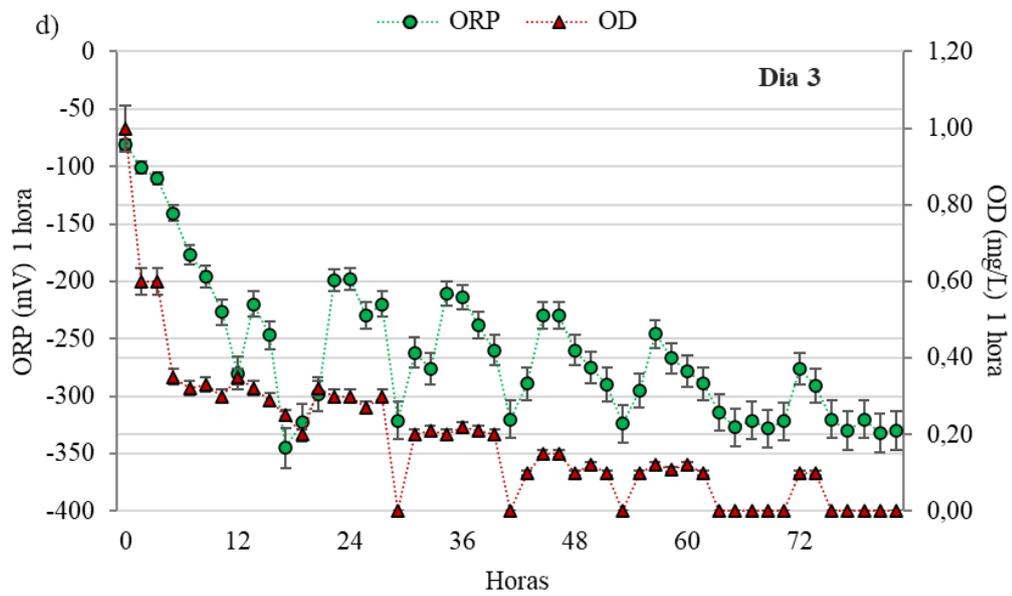
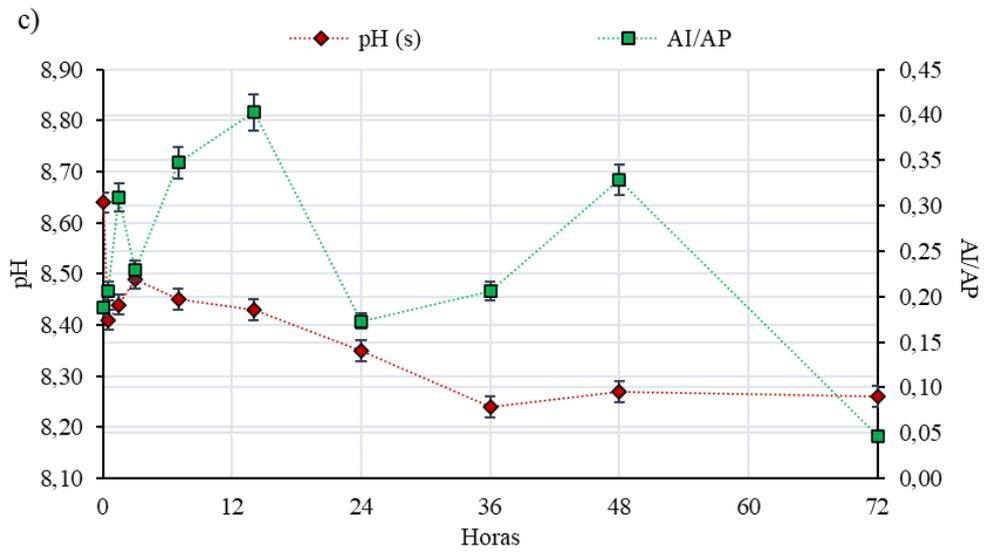
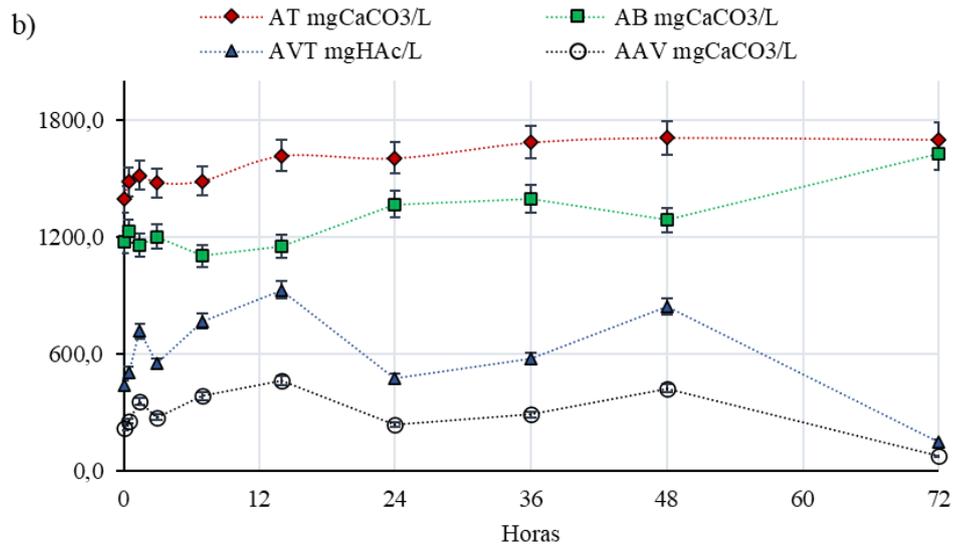
Nesse contexto, os resultados obtidos para a condição C4 sugerem que a presença de oxigênio influenciou os processos de degradação e conversão do substrato, contribuindo para a redução das concentrações de sólidos suspensos.

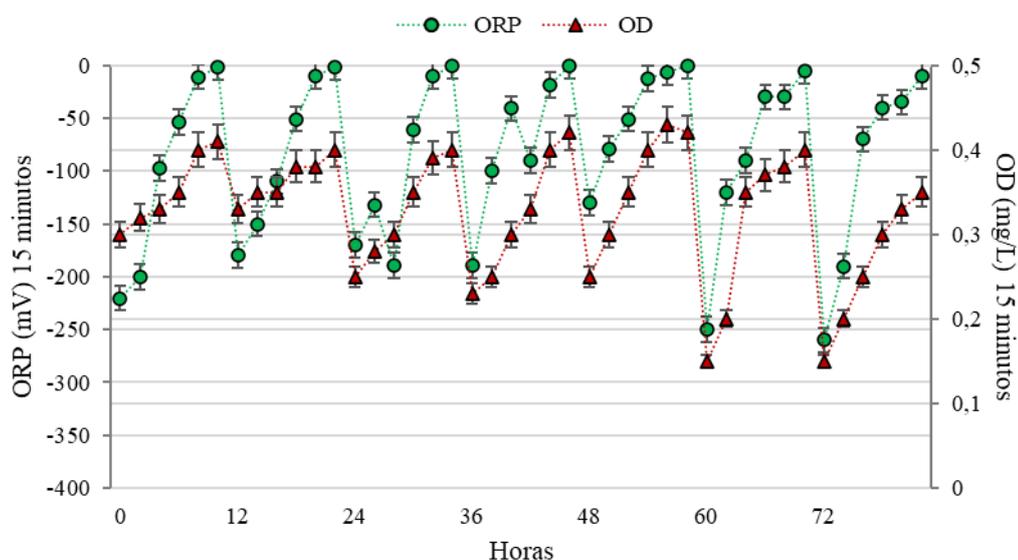
### 6.3.3. Perfis temporais das variáveis de interesse e cinética de degradação

Os perfis temporais das variáveis de DQO, compostos fenólicos totais, pH, alcalinidade, ORP e OD ao longo do tempo de ciclo são apresentados conforme Figura 24.

Figura 24 - Perfis temporais C4 de: a) DQO e compostos fenólicos, b) Alcalinidade, c) pH e razão AI/AP, d) ORP e OD 1h e) ORP e OD 15 min







Fonte: Autora, 2023.

No que diz respeito a DQO, os resultados obtidos apontaram uma degradação mais lenta da fração total em comparação com a fração solúvel, sendo um indicativo da presença de compostos mais complexos e recalcitrantes na fração total, exigindo um tempo maior para sua completa degradação. Após cerca de 48 horas, os valores se estabilizaram. No caso dos CFT, a estabilidade foi alcançada entre 12 e 36 horas de operação, seguida por uma nova redução nas concentrações. As últimas 24 horas do tempo de ciclo (observados também em C1, C2 e C3) foram fundamentais para o consumo mais significativo desses compostos, resultando em uma concentração final de 152 mg/L. Esse valor correspondeu à menor concentração registrada dos perfis temporais elaborados, quando comparado com os valores de C1, C2 e C3, em que o reator operava em condições estritamente anaeróbias.

Quanto aos parâmetros de alcalinidade total, parcial e intermediária, foram observados picos de concentração nos tempos de 8 e 48 horas de operação. O comportamento do pH em C4 apresentou uma particularidade distinta em relação às condições totalmente anaeróbias, visto que o valor de pH na saída foi menor em comparação aos valores de entrada. A relação AI/AP também apresentou picos de valores nos tempos de 8 e 48 horas de operação. Além disso, demonstrou um rápido decréscimo a partir das últimas 24 horas de operação.

No tocante ao ORP e OD, foi possível observar que durante o período de anaerobiose (1 hora sem fluxo de ar, a ORP tornou-se progressivamente mais negativa, seguindo a característica de um ambiente anaeróbio (-300 mV ou inferior), enquanto a concentração de oxigênio diminuiu ao longo do ciclo. Esta dinâmica pode ser explicada pelo fato de a

concentração de oxigênio dissolvido permanecer constante durante a operação do reator, e, à medida que o consórcio microbiano anaeróbico facultativo consumia o oxigênio disponível, essa concentração diminuía. No ciclo de microaeração (15 minutos de fluxo de ar), constatou-se que o aumento do fornecimento de oxigênio resultava em uma ORP mais positiva. Entretanto, a concentração de oxigênio decrescia rapidamente após a interrupção do fluxo de ar, resultando em uma diminuição da ORP novamente. A concentração média de oxigênio dissolvido manteve-se entre 0,15 e 0,45 mg/L, o que foi suficiente para sustentar um ambiente microaerado no reator e permitir variações da ORP entre 0 a -260 mV. Esses resultados são comparáveis ao que Xu et al. (2014) observaram em seu estudo ao analisar o perfil temporal da variável de ORP. Os autores operaram um reator UASB por 18 dias e notaram que o valor de ORP se tornou mais negativo ao longo do experimento para todas as quatro condições experimentais. Isso incluiu condições sem aeração, com 12 minutos de aeração a cada 6 horas, a cada 3 horas e a cada 2 horas. Os valores de ORP variaram de 0 a -350 mV, do quarto dia de operação até o 18º dia.

Conforme visto no perfil temporal, a DQO solúvel apresentou uma degradação mais rápida que a DQO total, tal resultado foi constatado ao ajustar o modelo cinético de primeira ordem para C4. Os resultados dos coeficientes cinéticos de degradação de DQO e CFT, conjuntamente com a análise comparativa com C3 são apresentados na Tabela 12.

Tabela 12 – Análise comparativa do coeficiente cinético de degradação de DQO e CFT em C4

	DQO total			DQO solúvel			Compostos fenólicos totais		
	$k_1$ (h <sup>-1</sup> )	R <sup>2</sup>	Residual	$k_1$ (h <sup>-1</sup> )	R <sup>2</sup>	Residual	$k_1$ (h <sup>-1</sup> )	R <sup>2</sup>	Residual
<b>C3</b>	0,10807 ± 0,03	0,96	0,13502	0,02011 ± 0,01	0,90	0,18107	0,02188 ± 0,02	0,83	0,00232
<b>C4</b>	0,14198 ± 0,05	0,96	0,47337	0,18378 ± 0,05	0,95	0,24327	0,18177 ± 0,06	0,93	0,00387

Fonte: Autora, 2023.

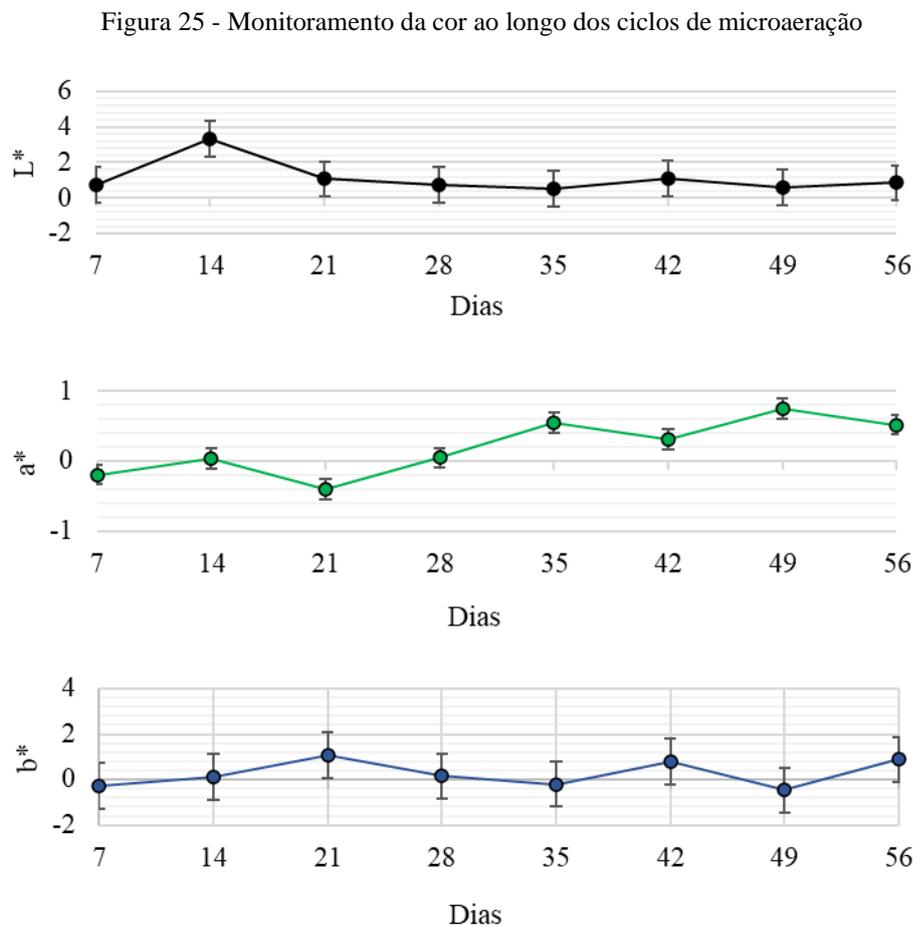
Os coeficientes cinéticos revelaram que a degradação da matéria orgânica, tanto em termos de DQO total quanto solúvel, bem como dos compostos fenólicos totais (CFT), foi maior em C4 em comparação a C3. Essa tendência está em consonância com pesquisas anteriores, como a de Menezes et al. (2019), que observaram coeficientes cinéticos mais altos em reatores operados com fases de microaeração contínua e intermitente, para a degradação de matéria orgânica expressa em DQO. Além disso, Díaz et al. (2011) relataram que uma fase de latência menor, obtida através da aplicação de microaeração, resultou em uma degradação mais rápida da matéria orgânica. Outro estudo que também destacaram resultados similares foi de Zhan et

al. (2023), os quais constataram que todas as estratégias de microaeração testadas foram capazes de reduzir a fase de latência do crescimento microbiano, levando a uma degradação mais rápida do efluentes de avicultura e resíduos de palha de trigo.

Tendo em vista esse cenário, os resultados obtidos nessa fase experimental sugerem que a introdução da microaeração contribuiu para uma maior eficiência na degradação da matéria orgânica, o que é apoiado pelo aumento dos coeficientes cinéticos observados em C4 em comparação com C3.

#### 6.4. Remoção de cor

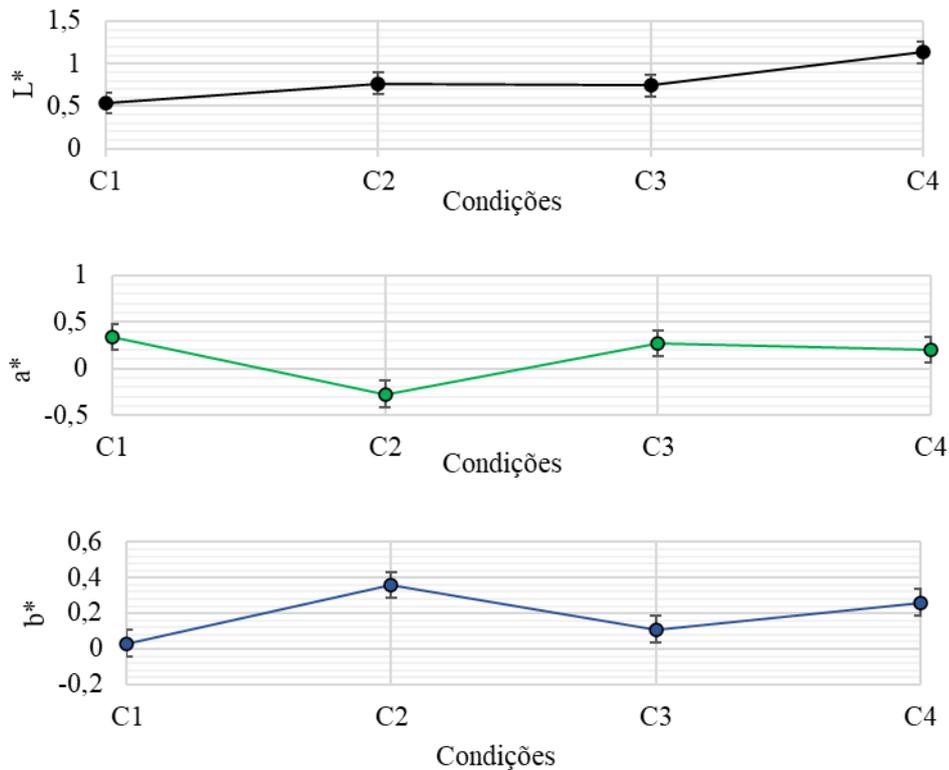
O espaço de cor CIELAB também conhecido como espaço de cor Lab, apresenta três componentes para análise de cor, estes são  $L^*$  = luminosidade,  $a^*$  = coordenada verde/vermelho e  $b^*$  = coordenada azul/amarelo. Com base nessas informações, o monitoramento da cor para os três componentes ( $L^*$ ,  $a^*$  e  $b^*$ ) em C4 é apresentado conforme Figura 25.



Fonte: Autora, 2023.

A análise de cor se estendeu por 56 dias. A média dos dados de luminosidade foi de  $1,13 \pm 0,90$ , indicando que as cores das amostras coletadas na saída do reator apresentaram uma luminosidade média baixa, quase próximas ao preto absoluto. Para o componente  $a^*$  e  $b^*$ , a média dos dados foi de  $0,20 \pm 0,39$  e  $0,28 \pm 0,58$ , respectivamente. Ambos os componentes apresentaram valores próximos do zero, indicando neutralidade nas amostras coletas. Para analisar a remoção de cor, foi realizado um gráfico comparativo entre as condições anaeróbias (C1, C2, C3) e condição microaeróbia (C4). O gráfico comparativo é apresentado conforme Figura 26.

Figura 26 - Análise comparativa do comportamento da cor para C1, C2, C3 e C4

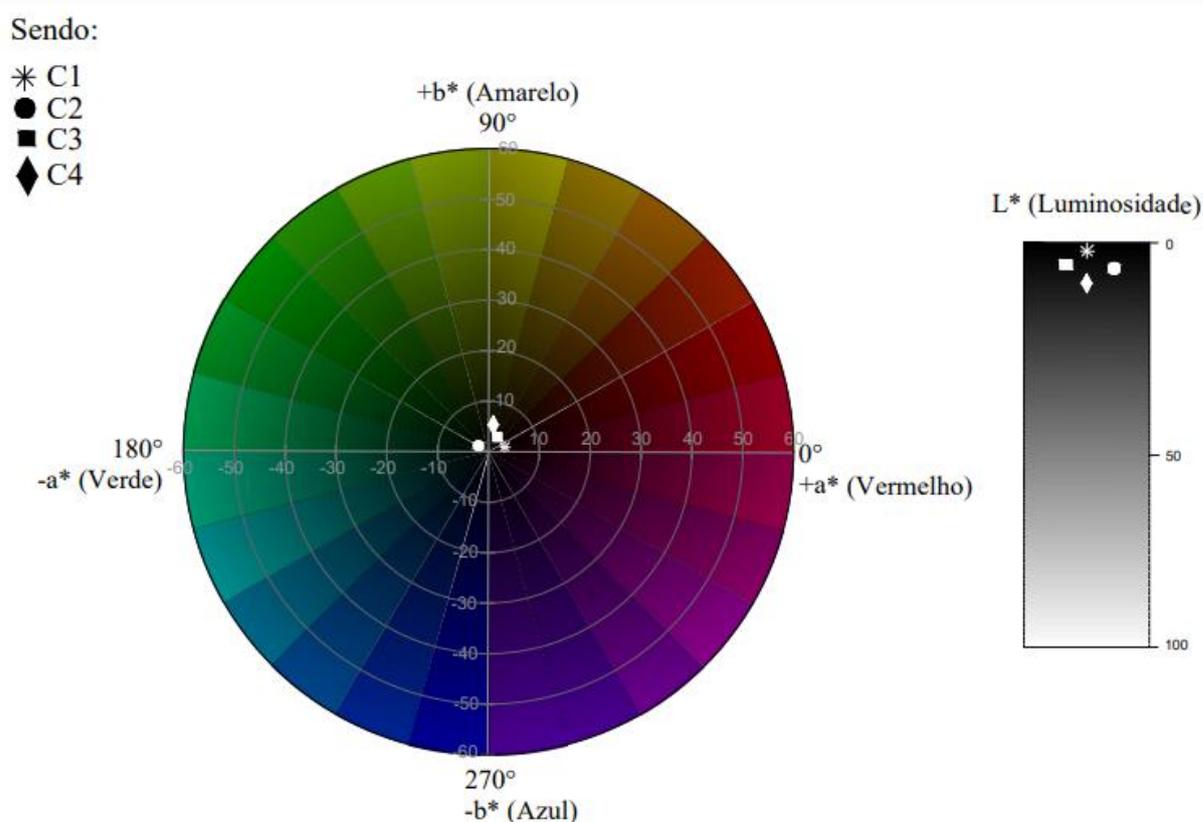


Fonte: Autora, 2023.

Com base no comportamento de cada componente, observa-se que em termos de luminosidade, C4 possui a maior luminosidade, indicando que é uma cor mais clara do conjunto de dados e C1 possui a menor luminosidade entre as quatro condições. Em termos de tonalidade verde/vermelho, C1, C3 e C4 estão na faixa de cor vermelha, sendo C1 apresentando o maior valor. Entretanto C2, indicou um faixa de cor esverdeada, com valor negativo de  $a^*$ . Em relação a tonalidade azul/amarelo, todas as condições apresentaram valores positivos, indicando coloração amarela, onde C2 apresentou amarela mais intensa e C1, o oposto.

A análise comparativa entre o volume de troca escolhido (C3) e a fase experimental da microaeração (C4) revela diferenças visuais nas cores das amostras. C4 apresenta uma tonalidade mais clara, com um verde menos intenso e um amarelo mais acentuado quando comparado a C3. Para melhor compreensão dos dados e visualização das variações de cor, foram plotados os valores médios dos componentes no espaço de cor CIELAB, representados em um círculo colorimétrico e uma rampa de luminosidade, conforme ilustrado na figura 27.

Figura 27 - Cores de C1 a C4 em círculo colorimétrico e rampa de luminosidade no espaço de cor CIELAB



Fonte: Adaptado de Silva, 2022.

Com base nas informações apresentadas, observou-se que a introdução da microaeração teve um efeito parcial na remoção da cor da ARCS, em comparação com as condições estritamente anaeróbias. No entanto, essa remoção de cor não foi tão expressiva quanto o esperado, o que pode ser atribuído à presença de outros compostos que contribuem para a coloração da ARCS. Os compostos fenólicos, conhecidos por serem responsáveis pelas altas concentrações de cor no efluente (SAXENA, 2016), podem representar apenas uma fração de compostos mais recalcitrantes, que mesmo com a introdução da microaeração, não foram significativamente removidos. Embora esses estudos tratem de tipos diferentes de efluentes e

apresentem composições distintas, os resultados podem ser relevantes para entender a limitação na remoção de cor da ARCS. Isso se deve à semelhança nos desafios enfrentados: efluentes de cor escura e composição complexa. Portanto, a possibilidade de autooxidação deve ser considerada ao abordar a melhoria da eficiência de remoção de cor da ARCS.

Diante desse cenário, é sugerido que a melhoria da eficiência na remoção de cor da ARCS possa requerer a combinação de outros métodos de tratamento conhecidos, como floculação, coagulação, processos de oxidação avançada, adsorção, ou abordagens mais recentes, como o pré-tratamento enzimático ligninolítico para a biodegradação de compostos recalcitrantes (PARRA GUARDADO et al., 2019, COELHO et al., 2019, MOREIRA-NETO et al., 2021, SILVA, 2022). Essas estratégias podem ser essenciais para melhorar significativamente a eficiência na remoção de cor da ARCS, especialmente considerando a complexidade dos compostos presentes nesse tipo de efluente.

## 7. CONCLUSÃO

O presente estudo teve como objetivo principal avaliar os efeitos da microaeração intermitente no tratamento da água residuária da produção de café solúvel (ARCS), buscando o aumento da eficiência de remoção compostos complexos presentes nessa água residuária. Ao longo do experimento, o reator anaeróbio foi operado em regimes de bateladas sequenciais por um período de 410 dias, abrangendo fases de adaptação da biomassa (Fase I, II e III), análise do volume de troca no reator (C1, C2 e C3) e a avaliação da microaeração (C4). A etapa de adaptação e avaliação de volume de troca estendeu-se por 350 dias, enquanto a microaeração foi conduzida ao longo de 60 dias. As eficiências médias de remoção durante as três fases de adaptação da biomassa alcançaram 78% para DQO total, 79,56% para DQO solúvel e 62,35% para compostos fenólicos totais. No tocante à avaliação do volume de troca, as médias globais se situaram em 60,55% para DQO total, 58,29% para DQO solúvel e 48,05% para compostos fenólicos totais. Em termos de remoção de matéria orgânica e cinética de degradação, as condições C2 e C3 apresentaram resultados similares, mas a melhor performance em relação ao volume de troca foi observada na condição C3, que registrou médias de eficiência de 55,66% para DQO total, 53,80% para DQO solúvel e 42,01% para compostos fenólicos, sob a maior carga orgânica volumétrica aplicada.

A introdução de microaeração aumentou em média 7,36% a remoção de DQO total e 6% na remoção de DQO solúvel, além de promover um notável acréscimo de 25,05% na remoção de compostos fenólicos, em comparação com as condições estritamente anaeróbias (C1, C2 e C3 conjuntamente). Ao comparar-se exclusivamente com C3, evidenciou-se um aumento de 16,71% na remoção de DQO total, 14,85% na remoção de DQO solúvel e um expressivo aumento de 43,75% na remoção de compostos fenólicos totais.

Ademais, a microaeração influenciou no aumento do coeficiente cinético de degradação da matéria orgânica, promoveu a redução das concentrações de sólidos suspensos. A contribuição da microaeração para a remoção da cor foi limitada, possivelmente devido à presença de compostos mais recalcitrantes do que os considerados alvo ou até à indução de autooxidação de outros compostos após a sua implementação.

Dessa maneira, o presente estudo conclui que a abordagem de ciclos intermitentes de microaeração, associada à digestão anaeróbia, apresenta maior eficiência na remoção de compostos complexos e recalcitrantes presentes na ARCS em comparação com a digestão anaeróbia tradicional.

## 8. SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS

Após a condução do presente estudo, esta seção destaca algumas direções para pesquisas futuras que podem ser empreendidas:

- a) Otimização das condições de microaeração: Investigar diferentes parâmetros da microaeração, como frequência, duração e intensidade, para determinar as condições ideais que proporcionem uma maior eficiência de remoção de compostos complexos da ARCS.
- b) Análise de compostos intermediários: Realizar análises mais detalhadas para identificar os compostos intermediários formados durante o processo de digestão anaeróbia com microaeração. Isso ajudaria a compreender melhor os mecanismos de degradação e os impactos da microaeração.
- c) Estudo de toxicidade: Avaliar o potencial de toxicidade dos compostos gerados durante o processo de digestão anaeróbia com microaeração. Isso poderia fornecer informações sobre a viabilidade da utilização do efluente tratado para outros fins, como irrigação.
- d) Análise microbiana: Efetuar análises microbiológicas mais detalhadas para compreender a dinâmica da comunidade microbiana durante o processo de digestão anaeróbia com microaeração. Isso poderia esclarecer como a introdução de oxigênio afeta a composição microbiana e as vias metabólicas.
- e) Estudo de viabilidade técnico-econômica: Efetuar uma análise detalhada da viabilidade técnica e econômica da implementação do processo de digestão anaeróbia com microaeração em escala real. Isso consideraria aspectos como custos de operação, investimentos em equipamentos e benefícios ambientais.
- f) Avaliação da qualidade do biogás gerado: Investigar a composição e a qualidade do biogás gerado durante o processo de digestão anaeróbia com microaeração. Isso poderia determinar a utilidade do biogás para geração de energia ou outros fins.
- g) Impacto ambiental global: Efetuar uma avaliação de ciclo de vida para compreender o impacto ambiental global da aplicação do processo de digestão anaeróbia com microaeração em comparação com outras abordagens de tratamento.
- h) Validação em escala piloto: Efetuar testes em escala piloto para validar a eficácia e a aplicabilidade do processo de digestão anaeróbia com microaeração e determinar os critérios de aumento de escala do processo.

## 9. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ADORNO, M. A.; HIRASAWA, J.; VARESCHE, M. 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, p. 406–414, 1 jan. 2014.

ÁLVAREZ, J., Y SARMIENTO, J. **Evaluación de la producción de Biogás en régimen continuo y discontinuo a partir de aguas residuales de Café Instantáneo**. Universidad de Guayaquil, Guayas, Ecuador, 2016.

ALEXIOU I.; ANDERSON, G; EVISON, L. Design of pre-acidification reactors for the anaerobic treatment of industrial wastewater. **Water Science & Technology**, v. 29, n. 9, p. 199-204, 1994.

ANDERSON, B. A. et al. The diffusion kinetics of carbon dioxide in fresh roasted and ground coffee. **Journal of Food Engineering**, London, v. 59, n.1, p. 71-78, 2003.

ANGENENT, L. T.; DAGUE, R. R. **A laboratory scale comparison of the USAB and ASBR processes**. In: 50th Purdue Industrial Wastewater Conference Proceedings, Ann Arbor Press, Chelsea, p. 365-377, 1995.

ANGELIDAKI, I.; ALVES, M.; BOLZONELLA, D.; BORZACCONI, L.; CAMPOS, J. L.; GUWY, A. J.; KALYUZHNYI, S.; JENICEK, P.; VAN LIER, J. Defining the biomethane potencial (BMP) of solid organic waste and energy crops: a proposed protocol for batch assays. **Water Science and Technology**, v.59, n.5, p. 927-934, 2009.

AKIL, K.; JAYANTHI, S. Anaerobic sequencing batch reactors and its influencing factors: an overview. **Journal of Environmental Science and Engineering**, v. 54, n. 2, p. 317-322, 2012.

APHA, A. **Standard method for the examination of water and wastewater**. American Public Health Association. Inc., Washington, DC, 2012.

AQUINO, S. F. DE; CHERNICHARO, C. A. L. Acúmulo de ácidos graxos voláteis (AGVs) em reatores anaeróbios sob estresse: causas e estratégias de controle. **Engenharia Sanitaria e Ambiental**, v. 10, n. 2, p. 152–161, 2005.

AQUINO, S. F.; CHERNICHARO, C. A., FORESTI, E., SANTOS, M. MONTEGGIA, L. Metodologias para determinação da Atividade Metanogênica Específica (AME) em lodos anaeróbios. **Engenharia Sanitária e Ambiental**, v. 12, n. 2, p. 192 – 201, 2007.

ANGELIDAKI, I.; SANDERS, W. Assessment of the anaerobic digestion biodegradability of macropollutants. **Rev. Environ. Sci. Biotechnol.** v. 3, p. 114-129, 2004.

BAGLEY, M.; BRODKORB, T. S., Modeling microbial kinetics in an anaerobic sequencing batch reactor-model development and experimental validation. **Water Environ. Res.**, v. 71, p. 1320-1332, 1999.

BEZERRA JUNIOR, Roberto Antonio. **Influência da carga orgânica, da carga de choque, do tempo de alimentação e da suplementação de alcalinidade em um ASBR com recirculação para tratamento de soro de queijo.** Tese (Doutorado em Hidráulica e Saneamento) - Escola de Engenharia d São Carlos, Universidade de São Paulo, 2007.

BORGES, A. C; SIMAN, R. R, RODRIGUES, J. A. D.; RATUSZNEI, S. M., ZAIAT, M.; FORESTI, E.; BORZANI, W. Stirred anaerobic sequencing batch reactor containing immobilized biomass: a behavior study when submitted to different fill times. **Water Sci. Technol.**, v. 49, p. 311-318, 2004.

BRAVO, J. MONENTE, C.; JUÁNIZ, I.; PEÑA M. P. **Influence of extraction process on antioxidant capacity of spent coffee. Food Research International, Stability of phytochemicals during processing.** Food Science, Physiology, and Toxicology, School of Pharmacy, University of Navarra. v. 50, n. 2, p. 610 – 616, 2013.

BRIOUKHANOV, A. L., NETRUSOV, A. I. Aerotolerance of strictly anaerobic microorganisms and factors of defense against oxidative stress: a review. **Appl. Biochem. Microbiol.** v. 43, p. 567–582, 2007.

BUARQUE, P. M. C.; LIMA, R. B. P. D.; VIDAL, C. B.; BUARQUE, H. L. D. B.; FIRMINO, P. I. M.; SANTOS, A. B. D. Enhanced removal of emerging micropollutants by applying microaeration to an anaerobic reactor. **Engenharia Sanitaria e Ambiental**, v. 24, p. 667-673, 2019.

BANIK, T. VIRARAGHAVAN & R. R. DAGUE. Low Temperature Effects on Anaerobic Microbial Kinetic Parameters. **Environmental Technology**, v. 19, ed. 5, 503-512, 1998.

BAGLEY, DAVID M.; BRODKORB, TOBY S. Modeling Microbial Kinetics in an Anaerobic Sequencing Batch Reactor-Model Development and Experimental Validation. *Water Environment Research*, v. 71, n. 7, p. 1320-1332, 1999.

CÂMARA, I. R. M. **Influência da microaeração intermitente na degradação anaeróbia da anilina**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Universidade Federal de Pernambuco, Recife, Brasil, 2021.

CHEN, Q.; WU, W.; QI, D.; DINGA, Y., ZHAO, Z. Review on microaeration-based anaerobic digestion: State of the art, challenges, and prospectives. **Science of The Total Environment**, v. 710, 2020.

CHEN, Y., CHENG, J., CREAMER, K. Inhibition of anaerobic digestion process: A review. **Bioresource Technology**, v. 99, p. 4044 – 4064, 2008.

CHEN, Y.; HE, J.; WANG, Y.; KOTSOPOULOS, T.; KAPARAJO, P.; ZENG, R. Development of an anaerobic co-metabolic model for degradation of phenol, m-cresol and easily degradable substrate. *Biochemical Engineering Journal*, v. 106, p. 19 -25, 2016,

CAMILOTI, P. R., OLIVEIRA, G. H. D., ZAIAT, M. Sulfur Recovery from Wastewater Using a Micro-aerobic External Silicone Membrane Reactor (ESMR). **Water, Air, & Soil Pollution**, v. 1, p.227, 2015.

CHERNICHARO, C. A. **Reatores anaeróbios - Princípio do tratamento biológico de águas residuárias** (Vol. 2 ed). Belo Horizonte, MG, Brasil: Ed. da UFMG, 2007.

CLARKE, R., AND MACRAE, R. Coffee. **Chemistry and Technology**. Applied Science Publishers, London, and New York, 1985.

COLTRO, L., MOURAD, A., OLIVEIRA, P., BADDINI, J., AND KLETECKE, R. **Environmental Profile of Brazilian Green Coffee**. *The International Journal of Life Cycle Assessment*. v 11, n. 1, p. 16-21, 2006.

COELHO, G. D. et al. Characterization of a thermostable *Deconica castanella* Laccase and application toward pentachlorophenol degradation. **Preparative Biochemistry and Biotechnology**, v. 49, n. 9, p. 908–915, 2019.

COMPANHIA NACIONAL DE ABASTECIMENTO (CONAB). **Acompanhamento de safra brasileira: café**, Safra 1, p. 1 – 59, 2022.

CONTRERA, R. C. **Tratamento de lixiviados de aterros sanitários em sistema de reatores anaeróbio e aeróbio operados em batelada seqüencial**. 2008. Tese de Doutorado. Universidade de São Paulo.

CHAGAS, P.; TORRES, J.; SILVA, M. C.; CORREA, A. D. Immobilized soybean hull peroxidase for the oxidation of phenolic compounds in coffee processing wastewater. **International Journal of Biological Macromolecules**. v. 81, p. 568–575, 2015.

CAO, W. ZHANG, T. LIAN, S. WANG, F. YIN, T. ZHOU, H. ZHANG, J. ZHU, H. DONG. Roles of micro-aeration on enhancing volatile fatty acids and lactic acid production from agricultural wastes **Bioresour. Technol.**, p.347, 2022.

DAE-YEOL CHEONG, CONLY L. HANSEN. Effect of feeding strategy on the stability of anaerobic sequencing batch reactor responses to organic loading conditions. **Bioresource Technology**, Volume 99, Issue 11, p. 5058-5068, 2008.

KUNZ, A; STEINMETZ, R. L. R; DO AMARAL, A. C. **Fundamentos da digestão anaeróbia, purificação do biogás, uso e tratamento do digestato**. 1 ed. 2019.

DEL NERY, V.; ALVES, I.; DAMIANOVIC, M. H. R. Z.; PIRES, E. C. Hydraulic and organic rates applied to pilot scale UASB reactor for sugar cane vinasse degradation and biogas generation, **Biomass and Bioenergy**, v.119, p. 411-417, 2018.

DEL NERY, Valéria. **Utilização de lodo anaeróbio imobilizado em gel no estudo de partida de reatores de fluxo ascendente com manta de lodo**. Dissertação (Mestrado em Hidráulica e Saneamento) - Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 1987.

DEUBLEIN, D.; STEINHAUSER, A. **Biogas from Waste and Renewable Resources: an introduction**. Wiley-VCH, 2011.

DELFORNO, T.; LACERDA, G.; NORONHA, M.; SAKAMOTO, I.; VARESCHE, M.; OLIVEIRA, V. Microbial diversity of a full-scale UASB reactor applied to poultry slaughterhouse wastewater treatment: integration of 16S rRNA gene amplicom and shotgun metanogenic sequencing. **Microbiology Open**, v. 1, n. 443, p.1-12, 2017.

DÍAZ-BÁEZ, M., ESPITIA, S., & MOLINA, F. **Digestión Anaerobia una Aproximación a la Tecnología**. Bogotá, Colombia: UNIBIBLIOS, 2002.

DINSDALE, R.; HAWKES, F.; HAWKES, D. Mesophilic and thermophilic anaerobic digestion with thermophilic pre – acidification of instant coffee production wastewater. **Water Research Journal**, v. 31, n. 8, p. 1931 – 1938, 1997.

DUC NGUYEN, ZHUOYING WU, SHILVA SHRESTHA, PO-HENG LEE, LUTGARDE RASKIN, SAMIR KUMAR KHANAL. Intermittent micro-aeration: New strategy to control volatile fatty acid accumulation in high organic loading anaerobic digestion, **Water Research**, v. 166, 2019.

DUGBA, P. N.; ZHANG, R. H., RUMSEY, T. R.; ELLIS, T. G. Computer simulation of two-stage anaerobic sequencing batch reactor system for animal wastewater treatment. **Transactions of the ASAE**, v.42, p.471-477, 1999.

ENG WEE EAN. **Pretreatment of instant coffee wastewater by coagulations and flocculations**. Master's thesis. University Technology Malaysia. Faculty of Chemical and Natural Resources Engineering, 2008.

ESTEVES, Bruno Neves. **Influência do processo de secagem por pulverização mecânica (spray dryer) no tamanho de partícula e densidade aparente do café solúvel**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) - Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2006.

ETIENNE, H. **Somatic embryogenesis protocol: coffee** (*Coffea arabica* L. and *C. canephora* P.). In S. M. Jain & P. K. Gupta (Eds.), Protocol for somatic embryogenesis in woody plant, v.77, p.167–168, 2005.

FAZOLO, Ajadir. **Determinação de parâmetros cinéticos e de transferência de massa em reator radial aeróbio-anóxico alimentado com esgoto sanitário tratado em reator**

**anaeróbio.** Tese (Doutorado em Hidráulica e Saneamento) – Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, 2003.

FU, S.; LIAN, S.; ANGELIDAKI, I.; GUO, R. Micro-aeration: an attractive strategy to facilitate anaerobic digestion, **Trends in Biotechnology**, v. 41, ed. 5 p. 714-726, 2023.

FU, S.F., SHI, X.S., XU, X.H., WANG, C.S., WANG, L., DAI, M., GUO, R.B. Secondary thermophilic microaerobic treatment in the anaerobic digestion of corn straw. **Bioresource Technol.** v. 186, p. 321–324, 2015.

FU, S.F., WANG, F., SHI, X.S., GUO, R.B. Impacts of microaeration on the anaerobic digestion of corn straw and the microbial community structure. **Chem. Eng. J.** v. 287, p. 523–528, 2016.

GAO, F.; ZHANG, C.; SUN, Q.; XU, G. The Control Strategy and Kinetics of VFAs Production in an ASBR Reactor Treating Low-Strength Mariculture Wastewater. **Int. J. Environ. Res. Public Health**, v. 19, 2022.

GRANDY, C.; LIM, H. **Biological Waste Treatment.** New York: Marcel Dekker, 1980.

GAUDENCIO, B. O. **Reator anaeróbio híbrido (leito fixo e manta de lodo) em escala plena tratando esgoto sanitário: avaliação da nova configuração.** Tese de Doutorado. Universidade de São Paulo. 2016.

GAVALA, H.N., ANGELIDAKI, I., AHRING, B.K. (2003). Kinetics and Modeling of Anaerobic Digestion Process. In: et al. Biomethanation I. **Advances in Biochemical Engineering/Biotechnology**, v. 81. Springer, Berlin, Heidelberg, 2003.

GIROTTO, F., PENG, W., RAFIEENIA, R., COSSU, R. Effect of aeration applied during different phases of anaerobic digestion. **Waste Biomass Valorized.** v. 9, p. 161–174, 2018.

GONZÁLEZ-GONZÁLEZ, A., CUADROS, F. Effect of aerobic pretreatment on anaerobic digestion of olive mill wastewater (OMWW): a coefficient treatment. **Food Bioprod.Process.** v. 95, p. 339–345, 2015.

GRANDO, R. L.; DE SOUZA ANTUNE, A. M.; DA FONSECA, F. V.; SÁNCHEZ, A., BARRENA, R.; FONT, X. 2017. Technology overview of biogas production in anaerobic

digestion plants: A European evaluation of research and development. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, v. 80, p. 44-53, 2017.

HAO, L.P.J.H., LU, F., SHAO, L., ZHU, M. Regulating the hydrolysis of organic waste by micro-aeration and effluent recirculation. **Waste Manag.** v. 29, p. 2042–2050, 2009.

HASEGAWA, S., SHIOTA, N., KATSURA, K., AKASHI, A. Solubilization of organic sludge by thermophilic aerobic bacteria as a pre-treatment for anaerobic digestion. **Water Sci. Technol.** v. 41, p. 163–169, 2000.

HUACCHA, K. **Digestão anaeróbia de efluentes da produção de café solúvel.** (Mestrado) – Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos, Universidade de São Paulo, Pirassununga, 2022.

HUERTAS, R. A. P. Digestión anaeróbia: mecanismos biotecnológicos en el tratamiento de aguas residuales y su aplicación en la industria alimentaria. **Producción + Limpia.** v. 10 n. 2, p.142-159, 2015.

HUELSHOFF POL, LOOK. The phenomenon of granulation of anaerobic sludge. Landbouwuniversiteit te Wageningen, 1989.

HEJNFELT, A.; ANGELIDAKI, I. Anaerobic digestion of slaughterhouse by – products. **Biomass and Bioenergy**, v. 33, p. 1046-1054, 2009.

IJANU, E. M., KAMARUDDIN, M. A., & NORASHIDDIN, F. A. Coffee processing wastewater treatment: a critical review on current treatment technologies with a proposed alternative. **Applied Water Science**, v. 10(1), 2019.

KANNAN, AKIL, SINGARAM, JAYANTHI. Anaerobic sequencing batch reactors and its influencing factors: an overview. V. 54, **Journal of environmental science & engineering**, 2012.

KATO, M.T., FIELD, J.A., LETTINGA, G. High tolerance of methanogens in granular sludge to oxygen. **Biotechnol. Bioeng.** v. 42, p. 1360–1366, 1993.

KENNEDY K J, SANCHEZ W A, HAMODA M F; DROSTE R L. Performance of anaerobic sludge blanket sequencing batch reactors, **Res. J. Wat. Pol. Con. Fed.**, v. 63, p. 75-83, 1991.

KHAN, A., CHEN, Z., ZHAO, S., NI, H., PEI, Y., XU, R., LI, X. Micro-aeration in anode chamber promotes p-nitrophenol degradation and electricity generation in microbial fuel cell. **Bioresource technology**, v. 285, p.121-291, 2019.

KHANAL, S.K., HUANG, J.C. Online oxygen control for sulfide oxidation in anaerobic treatment of high-sulfate wastewater. **Water Environ. Res.** v. 78, p. 397–408, 2006.

KIRK-OTHMER. **Concise encyclopedia of chemical technology**. 3 ed. John Wiley & Sons. A Wiley-Interscience Publications, New York, 1985.

KUS, F. WIESMANN, U. Degradation kinetic of acetate and propionate by immobilized anaerobic mixed cultures. **Water Research**, New York, v. 29, n. 29, n. 6, p. 1437-43, 1995.

LAPA, K. R. **Avaliação de desempenho do reator anaeróbio em batelada seqüencial (ASBR), contendo biomassa imobilizada em pedra pome, para tratamento de esgoto sanitário**. Tese de Doutorado. Escola de Engenharia de São Carlos, 106p. Universidade de São Paulo, São Carlos, SP, Brasil, 2003.

LAWRENCE, K.; HUNG, Y.; HOWARD, H.; YAPIJAKIS, C. Handbook of Industrial and Hazardous. **Wastes Treatment**, 2nd ed. New York: Marcel Dekker Inc., 2004.

LETTINGA, G. A. F. M. 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, 1980.

LIM, J.W., CHIAM, J.A., WANG, J.W. Microbial community structure reveals how microaeration improves fermentation during anaerobic co-digestion of brown water and food waste. **Bioresour. Technol.** v. 171, p. 132–138, 2014.

LINCOLN, T. ZEIGER, E. **Fisiologia vegetal**. 3 ed. Porto Alegre: Artmed, 2004. p. 720.

LOUGHRIN, J., ANTLE, S., BRYANT, M., BERRY, Z., LOVANH, N. Evaluation of microaeration and sound to increase biogas production from poultry litter. **Environments**, v.7, n. 8, p. 62, 2020.

LUTHRIA, D. L. et al. A systematic approach for extraction of phenolic compounds using parsley (*Petroselinum crispum*) flakes as a model substrate. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, v. 86, n. 9, p. 1350–1358, mar. 2006.

SEGHEZZO, L.; ZEEMAN, G.; VAN LIER, J. B.; HAMELERS, H.V.M.; LETTINGA, G. A review: The anaerobic treatment of sewage in UASB and EGSB reactors, **Bioresource Technology**, v. 65, Issue 3, p. 175-190, 1998.

MAPA (Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento). Culturas: Café. Disponível em: <<http://www.agricultura.gov.br/vegetal/culturas/cafe/saiba-mais>> Acesso em 21/08/2022.

MASSE, D. I.; PATNIK, N. K.; DROSTE, R. L.; KENNEDY, K. J. Operation strategies for psychrophilic anaerobic digestion of swine manure slurry in sequencing batch reactors. **J. of Civil Eng.** v. 23, p. 1285-1294, 1996.

MEKONNEN, A., LETA, S., & NJAU, K. N. Kinetic analysis of anaerobic sequencing batch reactor for the treatment of tannery wastewater. **African Journal of Environmental Science and Technology**, v.11(6), p.339-348, 2017.

METCALF & EDDY. *Wastewater engineering: treatment, disposal and reuse*. 4. Ed. Rev. New York: McGraw-Hill, p. 1819, 2003.

MENEZES, O; BRITO, R.; HALLWASS, F.; FLORÊNCIO, L.; KATO, M. T.; GAVAZZA, S. Coupling intermittent micro-aeration to anaerobic digestion improves tetra-azo dye Direct Black 22 treatment in sequencing batch reactors, **Chemical Engineering Research and Design**, v. 146, p. 369-378, 2019.

MENG, Q., LIU, H., ZHANG, H. Anaerobic digestion, and recycling of kitchen waste: a review. **Environ Chem Lett.** v.20, p.1745–1762, 2022.

MOCKAITIS, G.; RATUSZNEI, S. M.; RODRIGUES, J. A. D.; ZAIAT, M.; FORESTI, E. Anaerobic whey treatment by a stirred sequencing batch reactor (ASBR): effects of organic loading and supplemented alkalinity, **Journal of Environmental Management**, v. 79, Issue 2, p. 198-206, 2006.

MONNET, F. **An Introduction to Anaerobic Digestion of Organic Wastes**. A Report by Remade Scotland. Final Report. 2003.

MONTALVO, S., HUILLIÑIR, C., OJEDA, F., CASTILLO, A., LILLO, L., GUERRERO, L. Microaerobic pretreatment of sewage sludge: effect of air flow rate, pretreatment time and temperature on the aerobic process and methane generation. *Int. Biodeterior. Biodegrad.* v. 110, p. 1–7, 2016.

MORAES, B. S.; ZAIAT, M.; BONOMI, A. Anaerobic digestion of vinasse from sugarcane ethanol production in Brazil: Challenges and perspectives. *Renewable and Sustainable Energy Reviews.* v. 44, p. 888–903, 2015.

MORAIS, J. C. **Remoção de matéria orgânica e nitrogênio em reator compartimentado anaeróbio / anóxico e aeróbio tratando esgoto doméstico.** (Tese Doutorado). Universidade Federal de Pernambuco, 2015.

MORALES PAREDES, C.; RIVADENEIRA MENDOZA, B.; GARCÍA MOREIRA, S. Digestión anaerobia de las aguas residuales de la industria del café instantáneo. *Revista Espamciencia*, v. 9, n. 1, p. 23-31, 2018.

MOREIRA, S.; MILAGRES, A. M. F.; MUSSATTO, S. I. Reactive dyes and textile effluent decolorization by a mediator system of salt-tolerant laccase from *Peniophora cinerea*. *Separation and Purification Technology*, v. 135, n. 1, p. 183–189, 2014.

MYRA, T., DAVID, H., JUDITH, T., MARINA, Y., RICKY, B. J., & REYNALDO, E. Biological treatment of meat processing wastewater using anaerobic sequencing batch reactor (ASBR). *International Research Journal of Biological Sciences*, v. 4, n. 3, p. 66-75, 2015.

NASSER. P. Mexido de ideias – Brasil – **O Gigante do Café**, 2007. Disponível em: <http://www.mexidodeideias.com.br/index.php/mundo-do-cafe/brasil-o-gigante-do-cafe/>> Acesso em 21/08/2022.

NEVES L, OLIVEIRA R, ALVES, M. M. Influence of inoculum activity on the biomethanization of a kitchen waste under different waste/ inoculum ratios. *Process Biochem* v.39(12), p. 2019–2024, 2004.

NGUYEN, D., GADHAMSSETTY, V., NITAYAVARDHANA, S., KHANAL, S.K. Automatic process control in anaerobic digestion technology: a critical review. *Bioresour. Technol.* v. 193, p. 513–522, 2015.

NGUYEN, D., KHANAL, S.K., 2018. A little breath of fresh air into an anaerobic system: how microaeration facilitates anaerobic digestion process. **Bioresour. Technol.** v. 36, p. 1971–1983, 2018.

NOVITA, E. Biodegradability Simulation of Coffee Wastewater Using Instant Coffee. **Agriculture and Agricultural Science Procedia**, v. 9, p. 217–229, 2016.

ORRA, A. A., RATUSZNEI, S. M., RODRIGUES J. A. D., FORESTI, E. ZAIAT, M. Effect of feeding strategies on the performance of an anaerobic discontinuous reactor containing immobilized biomass with circulation system for liquid phase mixing. **Water Sci. Technol.** v. 49, p.303-310, 2004.

OOSTERVELD, A.; HARMSSEN, J.; VORAGEN, A.; SCHOLS, H. Extraction and characterization of polysaccharides from green and roasted *Coffea arabica* beans. *Carbohydrate Polymers*, v. 52, n. 1, p. 285-296, 2003.

PICKBRENNER, K. **Uso de reator sequencial em batelada (RSB) para pós-tratamento de efluente de reator anaeróbio.** Tese de Doutorado. Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2002.

PIND, P.F., ANGELIDAKI, I., AHRING, B.K., STAMATELATOU, K., LYBERATOS, G. Monitoring and Control of Anaerobic Reactors. In: et al. Biomethanation II. **Advances in Biochemical Engineering/Biotechnology**, vol 82. Springer, Berlin, Heidelberg. 2003.

PARRA GUARDADO, A. L. et al. Effect of redox mediators in pharmaceuticals degradation by laccase: A comparative study. **Process Biochemistry**, v. 78, n. October 2018, p. 123–131, 2019.

QIAO, W.; TAKAYANAGI, K.; SHOFIE, M.; NIU, Q.; YU, H. Q.; LI, Y. Y. Thermophilic anaerobic digestion of coffee grounds with and without waste activated sludge as co-substrate using a submerged AnMBR: System amendments and membrane performance. **Bioresource Technology**. v. 150, p. 249–258, 2013.

QING CHEN, WANQING WU, DACHENG QI, YIHONG DING, ZIHAO ZHAO. Review on microaeration-based anaerobic digestion: State of the art, challenges, and prospectives, **Science of The Total Environment**, v. 710, 2020.

RAFIEENIA, R., GIROTTI, F., PENG, W., COSSU, R., PIVATO, A., RAGA, R., LAVAGNOLO, M.C. Effect of aerobic pre-treatment on hydrogen and methane production in a two-stage anaerobic digestion process using food waste with different compositions. **Waste Manag.** v. 59, p. 194–199, 2016.

RAMOS, I., FDZ-POLANCO, M. The potential of oxygen to improve the stability of anaerobic reactors during unbalanced conditions: results from a pilot-scale digester treating sewage sludge. **Bioresour. Technol.** v. 140, p. 80–85, 2013.

RATTAN, S.; PARANDE, A. K.; NAGARAJU, V. D.; GHIWARI, G. K. 2015. A comprehensive review on utilization of wastewater from coffee processing. **Environmental Science and Pollution Research.** v 22, n. 9, p. 6461-6472, 2015.

RIPLEY, L. E.; BOYLE, W. C.; CONVERSE, J. C. Improved alkalimetric monitoring for anaerobic digestion of high-strength waste. **J. Water Pollut. Control Fed.**; (United States), v. 58:5, 1986.

RUAN, D., ZHOU, Z., PANG, H., YAO, J., CHEN, G., & QIU, Z. Enhancing methane production of anaerobic sludge digestion by microaeration: Enzyme activity stimulation, semi-continuous reactor validation and microbial community analysis. *Bioresource technology*, v.289, p. 121-643. 2019.

ROSA, M. F; SOUZA FILHO, M. S. M.; FIGUEIREDO, M. C. B.; MORAIS, J. P. S.; SANTAELLA, S. T., LEITÃO, R. C. **Valorização de resíduos da agroindústria.** II Simpósio Internacional sobre Gerenciamento de Resíduos Agropecuários e Agroindustriais, Foz do Iguaçu. 2011.

SANDHYA, S. S. PADMAVATHY, K.; SWAMINATHAN, Y.V.; SUBRAHMANYAM; S.N. KAUL. Microaerophilic-aerobic sequential batch reactor for treatment of azo dyes containing simulated wastewater. **Process biochemistry**, v. 40, n. 2, p. 885–890, 2005.

SANTOS, I. V. V. S. **Biodigestão Anaeróbia dos Resíduos da Agroindústria de Citrus em consórcio com dejetos de suínos.** Dissertação (Mestrado Profissional em Energia da Biomassa) – Centro de Ciências Agrárias, Programa de Pós-Graduação em Energia da Biomassa, Universidade Federal de Alagoas, Rio Largo, 2016.

SAXENA, D. A case study on effluent treatment plant of an instant coffee production unit. **Water Today**, p. 84 – 89, 2016.

SILVA JÚNIOR, Luiz Pereira da. **Biodegradação de corantes mono e diazo através de processo anaeróbio associado à microaeração intermitente**. 2021. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2021.

SILVA, M.A. **Pré-tratamento fúngico para a melhoria da biodegradabilidade anaeróbia de água residuária da produção de café solúvel (ARCS)**. 2022. Dissertação (Mestrado) - Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2022.

SELVAMURUGAN, M.; DORAISAMY, P.; MAHESWARI, M.; NANDAKUMAR, N. High-rate anaerobic treatment of coffee processing wastewater using upflow anaerobic hybrid reactor. **Journal Environmental Health Science Engineering**, v.7, n. 2, p. 129 – 136, 2010.

SHANMUKHAPPA, D. R.; ANANDA ALWAR, R. P.; SRINIVASAN, C. S. Water pollution by coffee processing units and its abatement, **Ind. Coffee**, v.10, p. 3–9, 1998.

SCHAFRANSKI, K. et al. **Extração e caracterização de compostos fenólicos de folhas de amoreira preta (*Morus nigra* L.) e encapsulamento em esferas de alginato**. 100 p. Dissertação de Mestrado - Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Ponta Grossa, 2019.

SHEETS, J.P., GE, X., LI, Y. Effect of limited air exposure and comparative performance between thermophilic and mesophilic solid-state anaerobic digestion of switchgrass. **Bioresour. Technol.** v. 180, p. 296–303, 2015.

SHIZAS I AND BAGLEY D M. Improving anerobic sequencing batch reactor performance by modifying operational parameters, **Water Res.** v. 36, p. 363-367, 2002.

SILVA, B; NEBRA, M. J.; MACHADO SILVA; SANCHEZ, C. G. The use of biomass residues in the Brazilian soluble coffee industry. **Fuel and Energy Abstracts**, v. 40, n. 2, p. 138, 1999.

SOUZA, M. E. Fatores que influenciam a digestão anaeróbia. **Revista DAE**, v. 44, n. 137, 184, 2014.

SPEECE, R. E.; CHYNOWETH D. P. E; ISAACSON R. Toxicity. In: Anaerobic digestion of biomass (eds). Elsevier **Applied Science**, London, 1987.

TAN, L. C.; PESCHARD, R.; DENG, Z.; FERREIRA, A. L. C.; LENS, P. N. L.; PACHECO-RUIZ, S. Anaerobic digestion of dairy wastewater by side-stream membrane reactors: Comparison of feeding regime and its impact on sludge filterability, **Environmental Technology & Innovation**, v. 22, 2021.

TERRY, A; RODRIGUEZ, S.; BERMÚDEZ, R.; FERNÁNDEZ, M.; AGUILERA, I.; BUZÓN, J. Evaluación de un inóculo para el arranque de reactores UASB empleados en el tratamiento de resialul liquid de café. **Revista Cubana de Química**, v. 17, n. 1, p.206-211, 2005.

TOMMASO, G.; CHEN, W.; LI, P.; SCHIDEMAN, L.; ZHANG, Y. Chemical characterization and anaerobic biodegradability of hydrothermal liquefaction aqueous products from mixed – culture wastewater algae. **Bioresource Technology**, v. 178, p. 139 – 146, 2015.

TRIPATHI, N.; HILLS, C. D.; SINGH, R. S.; ATKINSON, C. J. **Biomass waste utilization in low-carbon products: harnessing a major potential resource**. Nature NPJ / Climate and Atmospheric Science, n. 35, 2019.

VAN HAANDEL, A., & LETTINGA, G. **Tratamento anaeróbio de esgotos**. Campina Grande, Brasil: EPGRAF,1994.

VATS, N., KHAN, A.A. & AHMAD, K. Options for Enhanced Anaerobic Digestion of Waste and Biomass: a Review. **J. Biosyst. Eng.** v.45, p.1–15, 2020.

VOELKLEIN, M. A. et al. Assessment of increasing loading rate on two-stage digestion of food waste. **Bioresource technology**, v. 202, p. 172-180, 2016.

WU, C., ZHOU, Y., WANG, P., GUO, S. Improving hydrolysis acidification by limited aeration in the pretreatment of petrochemical wastewater. **Bioresour. Technol.** v. 194, p. 256–262, 2015.

WELLINGER, A. Process design of agricultural digesters. Nova Energie GmbH Elggerstrasse, Report, 1999.

WIJEKOON, Kaushalya C.; VISVANATHAN, Chettiyappan; ABEYNAYAKA, Amila. Effect of organic loading rate on VFA production, organic matter removal and microbial activity of a two-stage thermophilic anaerobic membrane bioreactor. **Bioresource Technology**, v. 102, n. 9, p. 5353-5360, 2011.

XIANGWEN SHAO, DANGCONG PENG, ZHAOHUA TENG, XINGHUA JU. Treatment of brewery wastewater using anaerobic sequencing batch reactor (ASBR), **Bioresource Technology**, v.99, Issue 8, 2008.

XU, H., LI, Y., HUA, D., ZHAO, Y., CHEN, L., ZHOU, L., CHEN, G. Effect of microaerobic microbial pretreatment on anaerobic digestion of a lignocellulosic substrate under controlled pH conditions. **Bioresource Technology**, v. 328, p. 124-852, 2021.

YEJIAN ZHANG, LI YAN, LINA CHI, XIUHUA LONG, ZHIJIAN MEI, ZHENJIA ZHANG, Startup and operation of anaerobic EGSB reactor treating palm oil mill effluent, **Journal of Environmental Sciences**, v. 20, Issue 6, 2008.

YING MENG, FUBO LUAN, HAIRONG YUAN, XUE CHEN, XIUJIN LI. Enhancing anaerobic digestion performance of crude lipid in food waste by enzymatic pretreatment. **Bioresource Technology**, v. 224, Pages 48-55, 2017.

YU, N., GUO, B., ZHANG, Y., ZHANG, L., ZHOU, Y., LIU, Y. Different micro-aeration rates facilitate production of different end-products from source-diverted blackwater. **Water research**, v. 177, p. 115-783, 2020.

YUANHANG ZHAN, XIAOXIA CAO, YITING XIAO, XIAOYUAN WEI, SARAH WU, JUN ZHU. Start-up of co-digestion of poultry litter and wheat straw in anaerobic sequencing batch reactor by gradually increasing organic loading rate: Methane production and microbial community analysis, **Bioresource Technology**, v. 354, 2022.

ZAIAT M, RODRIGUES J A D, RATUSZNEI S M, DE CAMARGO E F M AND BORZANI W. Anaerobic sequencing batch reactors for wastewater treatment: a developing technology, **Appl. Microbiol. Biotechnol.** v. 55, p. 29-35, 2001.

ZHANG, Y., LI, Y. A. N., LINA, C. H. I., XIUHUA, L. O. N. G., ZHIJIAN, M. E. I., & ZHANG, Z. tartup and operation of anaerobic EGSB reactor treating palm oil mill effluent. **Journal of Environmental Sciences**, v. 20, n. 6, p. 658-663, 2008.

ZHAN, Y., CAO, X., XIAO, Y., WEI, X., WU, S., & ZHU, J. The Startup of Anaerobic Co-Digestion of Poultry Litter and Wheat Straw in an Asbr by Gradually Increasing Organic

Loading Rate: Methane Production and Microbial Community Analysis. Available at SSRN 4067155.

ZARRINBAKSH, N., WANG, T., RODRIGUEZ-URIBE, A., MISRA, M., AND MOHANTY, A. K. Characterization of wastes and coproducts from the coffee industry for composite material production. **Bioresources**. v.11, n. 3, p. 7637-7653, 2016.

ZEB, I.; ALI, S.; YOUSAF, M.; YASMEEN, A.; KHAN, A. Z.; TARIQ, J. A.; ZHAO, Q.; ABBASI, A. M.; AHMAD, R.; KHALIL, T. M.; YAQOOB, A.; BILAL, M. In-situ microaeration of anaerobic digester treating buffalo manure for enhanced biogas yield, *Renewable Energy*, v. 181, p.843-850, 2021.

ZIELS R.M., BECK D.A.C., STENSEL H.D. Long-chain fatty acid feeding frequency in anaerobic codigestion impacts syntrophic community structure and biokinetics. **Water Res.**, v. 117, p. 218-229, 2017.



***EESC • USP***