

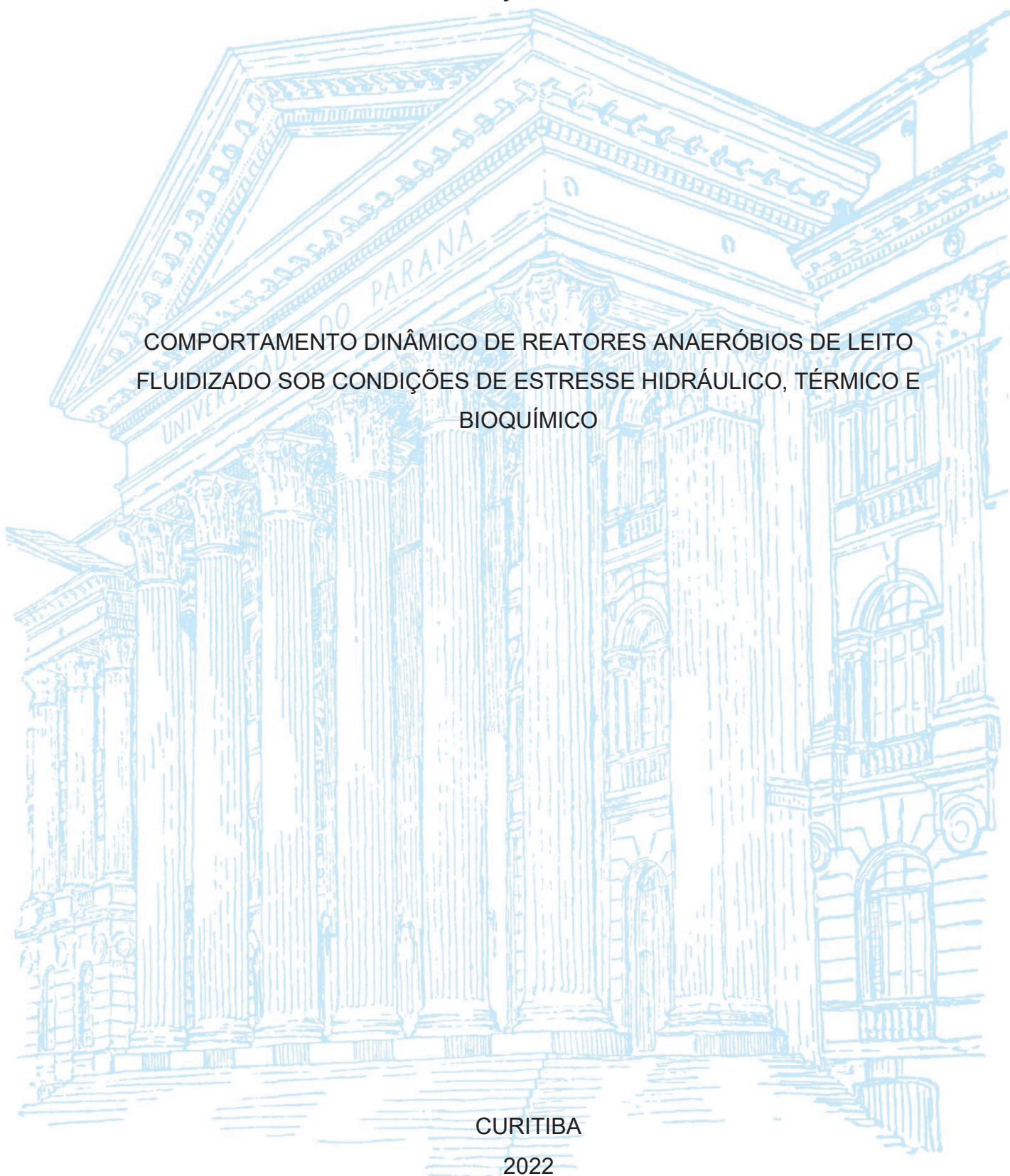
UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ

RICARDO GONÇALVES DE MORAIS

COMPORTAMENTO DINÂMICO DE REATORES ANAERÓBIOS DE LEITO
FLUIDIZADO SOB CONDIÇÕES DE ESTRESSE HIDRÁULICO, TÉRMICO E
BIOQUÍMICO

CURITIBA

2022



RICARDO GONÇALVES DE MORAIS

COMPORTAMENTO DINÂMICO DE REATORES ANAERÓBIOS DE LEITO
FLUIDIZADO SOB CONDIÇÕES DE ESTRESSE HIDRÁULICO, TÉRMICO E
BIOQUÍMICO

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Recursos Hídricos e Ambiental, Setor de Tecnologia, Universidade Federal do Paraná, como requisito parcial à obtenção do grau de Doutor em Engenharia de Recursos Hídricos e Ambiental.

Orientadora: Maria Cristina Borba Braga, PhD

Coorientador: Dr Sérgio Michelotto Braga

CURITIBA

2022

DADOS INTERNACIONAIS DE CATALOGAÇÃO NA PUBLICAÇÃO (CIP)
UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ
SISTEMA DE BIBLIOTECAS – BIBLIOTECA CIÊNCIA E TECNOLOGIA

Morais, Ricardo Gonçalves de
Comportamento dinâmico de reatores anaeróbios de leito
fluidizado sob condições de estresse hidráulico, térmico e
bioquímico / Ricardo Gonçalves de Moraes. – Curitiba, 2022.
1 recurso on-line : PDF.

Tese (Doutorado) – Universidade Federal do Paraná, Setor de
Tecnologia, Programa de Pós-Graduação em Engenharia
Recursos Hídricos e Ambiental.

Orientadora: Profa. Dra. Maria Cristina Borba Braga.
Coorientador: Prof. Dr. Sérgio Michelotto Braga.

1. Hidráulica. 2. Águas residuais. 3. Matéria orgânica. I. Braga,
Maria Cristina Borba. II. Braga, Sérgio Michelotto. III. Universidade
Federal do Paraná. Programa de Pós-Graduação em Engenharia
Recursos Hídricos e Ambiental. IV. Título.

Bibliotecário: Nilson Carlos Vieira Junior CRB-9/1797

TERMO DE APROVAÇÃO

Os membros da Banca Examinadora designada pelo Colegiado do Programa de Pós-Graduação ENGENHARIA DE RECURSOS HÍDRICOS E AMBIENTAL da Universidade Federal do Paraná foram convocados para realizar a arguição da tese de Doutorado de **RICARDO GONÇALVES DE MORAIS** intitulada: **COMPORTAMENTO DINÂMICO DE REATORES ANAERÓBIOS DE LEITO FLUIDIZADO SOB CONDIÇÕES DE ESTRESSE HIDRÁULICO, TÉRMICO E BIOQUÍMICO.** , sob orientação da Profa. Dra. MARIA CRISTINA BORBA BRAGA, que após terem inquirido o aluno e realizada a avaliação do trabalho, são de parecer pela sua APROVAÇÃO no rito de defesa.

A outorga do título de doutor está sujeita à homologação pelo colegiado, ao atendimento de todas as indicações e correções solicitadas pela banca e ao pleno atendimento das demandas regimentais do Programa de Pós-Graduação.

CURITIBA, 11 de Março de 2022.

Assinatura Eletrônica
14/03/2022 14:43:05.0
MARIA CRISTINA BORBA BRAGA
Presidente da Banca Examinadora

Assinatura Eletrônica
14/03/2022 20:35:00.0
MIGUEL MANSUR AISSE
Avaliador Interno (UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ)

Assinatura Eletrônica
15/03/2022 12:01:27.0
MARCELO ZAIAT
Avaliador Externo (55001737)

Assinatura Eletrônica
14/03/2022 17:03:23.0
ANDRE LUIZ TONSO FABIANI
Avaliador Interno (UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ)

Assinatura Eletrônica
21/03/2022 21:32:34.0
SÉRGIO MICHELOTTO BRAGA
Coorientador(a)

Assinatura Eletrônica
15/03/2022 12:16:43.0
ÉDIO DAMÁSIO DA SILVA
Avaliador Externo (52030016)

Assinatura Eletrônica
20/03/2022 12:32:35.0
ALEXANDRE KNESEBECK
Avaliador Externo (null)

Assinatura Eletrônica
14/03/2022 15:22:55.0
MARIA CAROLINA VIEIRA DA ROCHA
Avaliador Interno (CENTRO UNIVERSITÁRIO DE ENSINO, CIÊNCIA E
TECNOLOGIA)

AGRADECIMENTOS

A todas as pessoas que, de alguma forma, contribuíram para a elaboração desta pesquisa.

Em especial, agradeço aos meus orientadores. À Maria Cristina Borba Braga, por mais uma oportunidade de orientação e paciência durante o desenvolvimento deste trabalho. Obrigado por acreditar e não desistir e por enobrecer meus pensamentos. Ao Sérgio Michelotto Braga, obrigado pelos ensinamentos práticos, que certamente pouparam várias semanas de trabalho.

Ao corpo docente e técnico do PPGERHA. Em especial, agradeço ao Professor Cristóvão Vicente Scapulatempo Fernandes, por inspirar por meio do seu espírito guerreiro e coração honesto.

Aos membros da banca, que aceitaram a empreitada para aprimorar a qualidade da pesquisa e, conseqüentemente, os resultados produzidos ao longo da elaboração desta tese.

A minha parceira de pesquisa e de jornada, Elaine Cristina Latocheski, pelo acolhimento nos momentos difíceis e inspiração profissional e ética que me proporciona a cada dia. Obrigado por ser minha fortaleza.

À CAPES, pela concessão da bolsa de Doutorado.

E, por fim, a todos os amigos e familiares que apoiaram nos momentos de cansaço e ausência, vocês sabem quem são.

"This is your sigil, whispered the fading voice that bore with it the dusk-sweet scent of roses, the scent of home on a summer evening

- O lost! -

a stone, a rose, an unfound door; a stone, a rose, a door.

This is your promise that things may be different, Roland - that there may yet be rest. Even salvation.

A pause, and then:

If you stand. If you are true"

Dark Tower VII, Stephen King

RESUMO

O objetivo desta pesquisa foi avaliar a influência da aplicação de diferentes parâmetros hidráulicos e de condições ambientais adversas sobre o desempenho e estabilidade de reatores anaeróbios de leito fluidizado (RanLF), com relação $H/D \approx 2$, para a redução da concentração de matéria orgânica de lixiviado de aterro sanitário e água residuária sintética (ARS). Foram construídos dois reatores idênticos, RanLFb1 e RanLFb2, com volume total de 1,9 L. Areia com diâmetro médio geométrico de 357 μm foi utilizada como material suporte. O lodo anaeróbio foi aclimatado por 78 dias em reatores biológicos de bancada (RBB) anteriormente à inoculação dos RanLFb. Para a partida dos RanLFb, realizada de forma intermitente, foram utilizados lodo proveniente dos RBB e lixiviado de aterro sanitário. Esta fase teve duração de 334 dias. Após diversos testes hidráulicos realizados durante a operação intermitente, foi determinada a velocidade mínima de fluidização de 10,7 m/h. As velocidades de fluidização entre 22 e 40 m/h promoveram a faixa ideal de operação com fluidização uniforme. Nesta condição, as intensidades de fluidização (IF) de 25% a 45% favoreceram menor formação de zonas mortas e de canais preferenciais. Durante o período de operação contínua dos RanLFb, que teve duração de 49 dias, foi observada a eficiência média de redução da concentração da DQO (E_{DQO}) de 27%, quando a carga orgânica volumétrica (COV) foi aumentada de 1 até 2,5 kg DQO/ m^3d . A baixa eficiência de redução da DQO foi atribuída à baixa biodegradabilidade do lixiviado. Para o período de 317 dias, quando os RanLFb foram operados com ARS, foram observados valores médios de E_{DQO} de 87% quando a COV foi aumentada de 0,72 para 4,2 kg DQO/ m^3d . Os valores médios para as relações de alcalinidade total/acidez volátil total (AT/AVT) e de alcalinidade intermediária/alcalinidade parcial (AI/AP) foram de 5,5 e 0,15, respectivamente, o que representa estabilidade e tamponamento do sistema. Durante a aplicação de condições de estresse foi observada redução significativa do desempenho do RanLFb1 para a condição de não suplementação de nutrientes ao substrato. Foi observado o valor de 65,3% para a E_{DQO} média, e valores de 2,02 e 0,6 para AT/AVT e AI/AP, respectivamente, o que sugere instabilidade do sistema. Quando a COV foi aumentada de 2,3 para 3,6 kg DQO/ m^3d foi observado o valor médio para a E_{DQO} de 67,9%, e tendência de instabilidade. O controle da temperatura mostrou ser um fator importante. Para amplitudes térmicas médias de 16,5°C e 9°C foi observada redução da E_{DQO} de 91% para 76%, respectivamente. Para o RanLFb1, a IF de 35% resultou em 92% de E_{DQO} , enquanto para IF igual a 20% e 50% a E_{DQO} foi de 88% e 90%, respectivamente. Apesar de todas as condições de estresse aplicadas, a capacidade de tamponamento do sistema foi mantida, retornando às condições anteriores aos distúrbios aplicados após 10 dias de operação, no máximo. Por fim, o RanLF, com $H/D \approx 2$, mostrou-se uma alternativa viável para o tratamento de água residuária com elevada concentração de matéria orgânica biodegradável, mesmo quando submetido a condições de estresse.

Palavras-chave: Remoção de matéria orgânica. Lixiviado de aterro sanitário. Água residuária sintética. Condições de estresse. Testes hidráulicos. Aclimação do lodo.

ABSTRACT

The main goal of this research was to evaluate the influence of different hydraulic parameters and adverse environmental conditions on the performance and stability of anaerobic fluidized bed reactors (AnFBR) used for the treatment of landfill leachate and synthetic wastewater (SWW). Two identical reactors were built, RanLFb1 and RanLFb2, with a total volume of 1.9 L and $H/D \approx 2$. The support material for biofilm growth was sand with a geometric mean diameter of 357 μm . Before being inoculated into RanLFb, the anaerobic sludge was acclimated for 78 days in bench-scale biological reactors (BSBR). The startup of the AnFBR was performed with sludge from the BSBR and landfill leachate. This phase lasted 334 days and was performed intermittently. After a series of hydraulic tests, a minimum fluidization velocity of 10.7 m/h was obtained during the intermittent operation. Fluidization velocities between 22 and 40 m/h promoted the optimal range for operation with uniform fluidization of the support material. Under this condition, fluidization intensities (IF) between 25% and 45% favored less formation of dead zones and preferential channels. The period of continuous operation of the AnFBR lasted 49 days. During this time, an average COD concentration reduction efficiency (E_{COD}) of 27% was observed when the volumetric organic load (VOL) was increased from 1 to 2.5 kg COD/m³d. The low COD reduction efficiency was attributed to the low biodegradability of the leachate. Over a 317-day period, E_{COD} values of 87% were recorded when AnFBR was operated with SWW, and the VOL was increased from 0.72 to 4.2 kg COD/m³d. The values of the ratios of total alkalinity to total volatile acidity (TA/TVA) and of intermediate alkalinity to partial alkalinity (IA/PA) were 5.5 and 0.15, respectively. These values are related to the stability and buffering of the system. During the application of stress conditions, it was observed a significant reduction in the RanLFb1 performance, when no nutrients were supplemented to the system. The average E_{COD} value was 65.3%, with values of 2.02 and 0.6 for AT/AVT and AI/AP, respectively, which suggests instability of the system. When the VOL was increased from 2.3 to 3.6 kg COD/m³d, an average value of 67.9% was observed for E_{COD} , as well as a tendency towards system instability. The control of temperature has proven to be an important factor. A reduction in the E_{COD} was observed from 91% to 76%, respectively, for average temperature ranges of 9°C and 16.5°C. Regarding the RanLFb1, an IF of 35% resulted in an E_{COD} of 92%, whereas the IF of 20% and 50% the E_{COD} were 88% and 90%, respectively. The recovery of the conditions prior to the applied disturbances occurred after 10 days of operation at the most. The recovery of the conditions prior to the applied disturbances occurred after 10 days of operation at the most. Finally, AnFBR, with $H/D \approx 2$, proved to be a viable alternative for the treatment of wastewater with a high concentration of biodegradable organic matter, even when subjected to stress conditions.

Keywords: Organic matter removal. Landfill leachate. Synthetic wastewater. Stress conditions. Hydraulic tests. Sludge acclimation.

LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1 - ETAPAS DE FLUIDIZAÇÃO COM VARIAÇÃO DA VELOCIDADE	25
FIGURA 2 - REPRESENTAÇÃO ESQUEMÁTICA DAS CONFORMAÇÕES GEOMÉTRICAS UTILIZADAS NOS RanLF	32
FIGURA 3 - REPRESENTAÇÃO ESQUEMÁTICA DO RanLF A) INVERSO E B) TURBULENTO INVERSO	38
FIGURA 4 - MICROGRAFIAS REALIZADAS POR DIFERENTES TÉCNICAS PARA BIOPARTÍCULAS DE RanLF	42
FIGURA 5 - ETAPAS DA DIGESTÃO ANAERÓBIA	48
FIGURA 6 - RESUMO CRONOLÓGICO DAS ETAPAS EXPERIMENTAIS REALIZADAS	71
FIGURA 7 - REPRESENTAÇÃO DO SISTEMA ANAERÓBIO DE LEITO FLUIDIZADO ESCALA BANCADA.....	73
FIGURA 8 - DIMENSÕES DO REATOR ANAERÓBIO DE LEITO FLUIDIZADO ESCALA DE BANCADA	74
FIGURA 9 - CARACTERÍSTICAS E DIMENSÕES DOS DECANTADORES DE1 E DE2	75
FIGURA 10 - DETALHES DAS PEÇAS DE DISTRIBUIÇÃO	77
FIGURA 11 - REPRESENTAÇÃO ESQUEMÁTICA DO REATOR BIOLÓGICO DE BANCADA	81
FIGURA 12 - REPRESENTAÇÃO ESQUEMÁTICA DA CONFIGURAÇÃO PARA O TESTE DA AME VOLUMÉTRICA	95
FIGURA 13 - CONDIÇÃO OPERACIONAL DO RBB1.....	100
FIGURA 14 - CONDIÇÃO OPERACIONAL DO RBB2.....	100
FIGURA 15 - VARIAÇÃO DA ALCALINIDADE TOTAL, DA ACIDEZ VOLÁTIL TOTAL E DO pH NOS RBB	101
FIGURA 16 - ESTABILIDADE DOS SISTEMAS BIOLÓGICOS DO RBB1 E DO RBB2	102
FIGURA 17 - EFICIÊNCIA DE REDUÇÃO DA DQO PARA O RBB1 E RBB2	103
FIGURA 18 - VARIAÇÃO PARA A SÉRIE DE SÓLIDOS PARA O RBB1 E RBB2	103
FIGURA 19 - FORMAÇÃO DA ZONA MORTA EM FUNÇÃO DO DISTRIBUIDOR E DA VELOCIDADE APLICADA.....	114

FIGURA 20 - VARIAÇÃO DA TEMPERATURA COM O TEMPO DE OPERAÇÃO DOS RanLFb.....	118
FIGURA 21 - VARIAÇÃO DA TEMPERATURA DO SISTEMA COM O DECANTADOR 2.....	118
FIGURA 22 - INTENSIDADE DE FLUIDIZAÇÃO MÉDIA EM RELAÇÃO AO TEMPO DE OPERAÇÃO DOS RanLFb.....	120
FIGURA 23 - INTENSIDADES MÍNIMAS E MÁXIMAS DE FLUIDIZAÇÃO OBSERVADAS DURANTE OS TESTES HIDRÁULICOS.....	121
FIGURA 24 - MONITORAMENTO DOS RanLFb1 E RanLFb2 NA FASE 1 DE PARTIDA.....	123
FIGURA 25 - ENSAIO DE REDUÇÃO DE DQO REALIZADO NOS RanLFb.....	125
FIGURA 26 - EFICIÊNCIA DE REDUÇÃO DA CONCENTRAÇÃO DE DQO EM FUNÇÃO DO ENTUPIAMENTO DO DISTRIBUIDOR DE FLUXO.....	127
FIGURA 27 - PARÂMETROS DE OPERAÇÃO DE PARTIDA E EFICIÊNCIA DE REDUÇÃO DA DQO PARA OS RanLFb.....	132
FIGURA 28 - RELAÇÕES PARA AVALIAÇÃO DA ESTABILIDADE E pH NA PARTIDA DOS RanLFb.....	133
FIGURA 29 - CONDIÇÕES DE ESTABILIDADE DO SISTEMA BIOLÓGICO DURANTE PARTIDA DOS RanLFb.....	133
FIGURA 30 - MONITORAMENTO DA OPERAÇÃO CONTÍNUA DO RanLFb COM LIXIVIADO DE ATERRO SANITÁRIO.....	137
FIGURA 31 - ALCALINIDADE TOTAL (AT) E ACIDEZ VOLÁTIL TOTAL (AVT) DURANTE A OPERAÇÃO CONTÍNUA COM ARS.....	141
FIGURA 32 - PERFORMANCE DOS RanLFb NA OPERAÇÃO CONTÍNUA COM ARS.....	142
FIGURA 33 - DESEMPENHO DOS RanLFb NO PERÍODO DE TRANSIÇÃO DA OPERAÇÃO COM LIXIVIADO PARA ARS.....	143
FIGURA 34 - CONCENTRAÇÃO DE AT E AVT PARA OS REATORES PARA A TRANSIÇÃO DE OPERAÇÃO COM LIXIVIADO PARA ARS.....	144
FIGURA 35 - MATERIAL GELATINOSO ACUMULADO NO DISTRIBUIDOR DE FLUXO.....	146
FIGURA 36 - FORMAÇÃO DE BIOFILME NO INTERIOR DAS MANGUEIRAS DO SISTEMA DE TRATAMENTO.....	147

FIGURA 37 - MATERIAL GELATINOSO ACUMULADO NA BOMBA DE RECIRCULAÇÃO SUBMERSA	148
FIGURA 38 - MICROGRAFIAS ELETRÔNICAS DE AMOSTRAS COLETADAS NO 36° DIA DE OPERAÇÃO	150
FIGURA 39 - MICROGRAFIAS ELETRÔNICAS DE REFERÊNCIA	151
FIGURA 40 - CONDIÇÕES OPERACIONAIS DOS REATORES EM FUNÇÃO DO AUMENTO DA COV	153
FIGURA 41 - PERFORMANCE DOS RanLFb COM O AUMENTO DA COV DE 0,7 kg DQO/m ³ .d PARA 2,7 kg DQO/m ³ .d	154
FIGURA 42 - DIFERENÇA DE ALTURA DA COLUNA LÍQUIDA NA SAÍDA DO DECANTADOR	158
FIGURA 43 - PERFORMANCE DOS REATORES QUANDO APLICADA A CONDIÇÃO DE ESTRESSE PELA VARIAÇÃO DE TEMPERATURA NO RanLFb1	160
FIGURA 44 - AMPLITUDE TÉRMICA REGISTRADA NO RanLFb1 NO PERÍODO DE ESTRESSE TÉRMICO	161
FIGURA 45 - MICROGRAFIAS ELETRÔNICAS DO PERÍODO DE ESTRESSE TÉRMICO	164
FIGURA 46 - CRESCIMENTO DO BIOFILME NAS PAREDES DOS REATORES	165
FIGURA 47 - SUPERFÍCIE DO DECANTADOR DO SISTEMA RanLFb1	166
FIGURA 48 - APARÊNCIA DO EFLUENTE DOS REATORES NA ANÁLISE DO 137° DIA	168
FIGURA 49 - MECANISMOS DE RECIRCULAÇÃO DO LÍQUIDO PARA O DECANTADOR	169
FIGURA 50 - PERFORMANCE DOS REATORES ASSOCIADA À CONDIÇÃO DE ESTRESSE PELO AUMENTO DA INTENSIDADE DE FLUIDIZAÇÃO	170
FIGURA 51 - PERFORMANCE DOS REATORES EM FUNÇÃO DA CONDIÇÃO DE ESTRESSE RESULTANTE DA FALTA DE NUTRIENTES	175
FIGURA 52 - ALCALINIDADE TOTAL (AT) E ACIDEZ VOLÁTIL TOTAL (AVT) DURANTE APLICAÇÃO DA CONDIÇÃO DE ESTRESSE PELA NÃO SUPLEMENTAÇÃO DE NUTRIENTES	177
FIGURA 53 - MICROGRAFIAS REALIZADAS DURANTE O PERÍODO DE ESTRESSE PELA NÃO SUPLEMENTAÇÃO DE NUTRIENTES	179

FIGURA 54 - PAREDES DOS REATORES E SUPOSTO BIOFILME DURANTE APLICAÇÃO DA CONDIÇÃO DE ESTRESSE POR NÃO SUPLEMENTAÇÃO DE NUTRIENTES.....	180
FIGURA 55 - PERFORMANCE DOS REATORES EM FUNÇÃO DA APLICAÇÃO DA CONDIÇÃO DE ESTRESSE PELO AUMENTO DA COV	184
FIGURA 56 - CONCENTRAÇÕES DE ALCALINIDADE TOTAL (AT) E ACIDEZ VOLÁTIL TOTAL (AVT) DURANTE APLICAÇÃO DA CONDIÇÃO DE ESTRESSE PELO AUMENTO DA COV	188
FIGURA 57 - PERFORMANCE DOS REATORES COM AUMENTO DA COV DE 2,3 PARA 4,2 kg DQO/m ³ .d.....	191
FIGURA 58 - MICROGRAFIAS REALIZADAS PARA AS AMOSTRAS DO ÚLTIMO DIA DE OPERAÇÃO DOS REATORES.....	194

LISTA DE QUADROS

QUADRO 1 - ESTUDOS DO TRATAMENTO DE ÁGUAS RESIDUÁRIAS EM RanLF E PRINCIPAIS PARÂMETROS DE ANÁLISE.....	31
QUADRO 2 - CARACTERÍSTICAS DO AUMENTO DA COV PARA O RBB1 E RBB2	83
QUADRO 3 - CARACTERÍSTICAS DOS TESTES HIDRÁULICOS APLICADOS AO SISTEMA DE LEITO FLUIDIZADO ESCALA BANCADA.....	85
QUADRO 4 - CONDIÇÕES DE OPERAÇÃO CONTÍNUA DOS RanLFb COM ARS 90	
QUADRO 5 - SÍNTESE DAS CONDIÇÕES DE OPERAÇÃO DOS REATORES DURANTE A APLICAÇÃO DOS TESTES DE ESTRESSE.....	94
QUADRO 6 - VALORES DAS VARIÁVEIS MONITORADAS E VALORES DE p PARA OS RBB	104
QUADRO 7 - VALORES MÉDIOS DAS VARIÁVEIS MONITORADAS E VALOR ESTATÍSTICO p PARA A PARTIDA DOS RanLFb	135
QUADRO 8 - VALORES MÉDIOS DAS VARIÁVEIS MONITORADAS E VALOR ESTATÍSTICO p PARA A OPERAÇÃO CONTÍNUA DO RanLFb COM LIXIVIADO DE ATERRO SANITÁRIO.....	138
QUADRO 9 - RESULTADOS DAS VARIÁVEIS MONITORADAS DURANTE OPERAÇÃO CONTÍNUA DOS RanLFb COM ARS	141
QUADRO 10 - VALORES DAS VARIÁVEIS MONITORADAS E VALORES DE p SEM CONTROLE DA VELOCIDADE DE OPERAÇÃO	149
QUADRO 11 - PARÂMETROS DE MONITORAMENTO PARA O AUMENTO DA COV 0,7 kg DQO/m ³ .d PARA 2,7 kg DQO/m ³ .d.....	155
QUADRO 12 - PARÂMETROS DE MONITORAMENTO PARA O AUMENTO DA COV DE 1,15 kg DQO/m ³ .d PARA 1,85 kg DQO/m ³ .d EM FUNÇÃO DA REDUÇÃO DO TDH.....	155
QUADRO 13 - PARÂMETROS DE MONITORAMENTO PARA O AUMENTO DA COV DE 1,85 kg DQO/m ³ .d PARA 2,7 kg DQO/m ³ .d EM FUNÇÃO DO AUMENTO DA CONCENTRAÇÃO DE DQO.....	155
QUADRO 14 - VALORES DAS VARIÁVEIS MONITORADAS PARA AVALIAÇÃO DA CONDIÇÃO DE ESTRESSE TÉRMICO	159
QUADRO 15 - VARIÁVEIS MONITORADAS PARA AVALIAÇÃO DA CONDIÇÃO DE ESTRESSE PELO AUMENTO DA IF ENTRE O 145° E 179° DIA..	171

QUADRO 16 - VARIÁVEIS MONITORADAS PARA AVALIAÇÃO DA CONDIÇÃO DE ESTRESSE PELO AUMENTO DA IF ENTRE O 145° E 165° DIA..	172
QUADRO 17 - VARIÁVEIS MONITORADAS PARA AVALIAÇÃO DA CONDIÇÃO DE ESTRESSE PELO AUMENTO DA IF ENTRE O 166° E 179° DIA..	174
QUADRO 18 - VARIÁVEIS MONITORADAS PARA AVALIAÇÃO DA PERTUBAÇÃO PELA NÃO SUPLEMENTAÇÃO DE NUTRIENTES.....	176
QUADRO 19 - VARIÁVEIS MONITORADAS PARA AVALIAÇÃO DA CONDIÇÃO DE ESTRESSE PELA NÃO SUPLEMENTAÇÃO DE NUTRIENTES ENTRE O 187° E 207° DIA	178
QUADRO 20 - VARIÁVEIS MONITORADAS PARA AVALIAÇÃO DA CONDIÇÃO DE ESTRESSE PELA NÃO SUPLEMENTAÇÃO DE NUTRIENTES ENTRE O 208° E 221° DIA	181
QUADRO 21 - VARIÁVEIS MONITORADAS PARA AVALIAÇÃO DA CONDIÇÃO DE ESTRESSE PELO AUMENTO DA COV	185
QUADRO 22 - VARIÁVEIS MONITORADAS PARA AVALIAÇÃO DO TESTE DE ESTRESSE POR AUMENTO DA COV ENTRE O 232° E 245° DIA	185
QUADRO 23 - VARIÁVEIS MONITORADAS PARA AVALIAÇÃO DO TESTE DE ESTRESSE POR AUMENTO DA COV ENTRE O 246° E 264° DIA	187
QUADRO 24 - VARIÁVEIS MONITORADAS PARA O AUMENTO DA COV DE 2,3 ATÉ 4,2 kg/m ³ d	190

LISTA DE TABELAS

TABELA 1 - CORRELAÇÕES ENTRE OS PARÂMETROS C_d E n PARA RanLF	34
TABELA 2 - PRINCIPAIS CARACTERÍSTICAS DE MATERIAIS SUPORTES UTILIZADOS EM RanLF	39
TABELA 3 - CONCENTRAÇÕES ESTIMULANTES E INIBIDORAS PARA O CRESCIMENTO DOS MICRORGANISMOS ANAERÓBIOS.....	53
TABELA 4 - PRÁTICAS DE INOCULAÇÃO APLICADAS A RanLF	57
TABELA 5 - PARÂMETROS DE AVALIAÇÃO PARA O ENCERRAMENTO DA PARTIDA DO RanLF	59
TABELA 6 - CARACTERIZAÇÃO DO LIXIVIADO EM FUNÇÃO DO TEMPO DE OPERAÇÃO DO ATERRO SANITÁRIO	68
TABELA 7 - CARACTERÍSTICAS DOS LIXIVIADOS DE ATERRO SANITÁRIO DO PARANÁ	69
TABELA 8 - CARACTERÍSTICAS DOS DISTRIBUIDORES AVALIADOS NOS RanLFb	76
TABELA 9 - CONJUNTO DE SÓLIDOS DO LODO COLETADO.....	78
TABELA 10 - PARÂMETROS PARA A CARACTERIZAÇÃO DO LIXIVIADO E ARS	79
TABELA 11 - COMPOSIÇÃO DA ÁGUA RESIDUÁRIA SINTÉTICA	79
TABELA 12 - PARÂMETROS DE AVALIAÇÃO DA INOCULAÇÃO E ACLIMATAÇÃO DOS REATORES BIOLÓGICOS DE BANCADA.....	83
TABELA 13 - CARACTERÍSTICAS DE PARTIDA DO RanLFb	86
TABELA 14 - CARACTERÍSTICAS DE OPERAÇÃO DA FASE 1 DE PARTIDA DOS RanLFb	87
TABELA 15 - CARACTERÍSTICAS DE OPERAÇÃO DA FASE 2 DE PARTIDA DOS RanLFb	87
TABELA 16 - PARÂMETROS DA ESTABILIDADE E RENDIMENTO EM OPERAÇÃO CONTÍNUA	88
TABELA 17 - CARACTERÍSTICAS DE OPERAÇÃO CONTÍNUA DOS RanLFb.....	89
TABELA 18 - CONDIÇÕES MÍNIMAS DE DESEMPENHO PARA O AUMENTO DA COV DURANTE OPERAÇÃO CONTÍNUA DO RanLFb COM ARS ...	89
TABELA 19 - PARÂMETROS DE CONTROLE UTILIZADOS DURANTE APLICAÇÃO DAS CONDIÇÕES DE ESTRESSE	91

TABELA 20 - VALORES DOS PARÂMETROS DE ENTRADA PARA O CÁLCULO DA VELOCIDADE MÍNIMA DE FLUIDIZAÇÃO TEÓRICA.....	95
TABELA 21 - SOLUÇÃO DE MACRONUTRIENTES.....	97
TABELA 22 - SOLUÇÃO DE MICRONUTRIENTES	97
TABELA 23 - PARÂMETROS DO LIXIVIADO COLETADO	99
TABELA 24 - RESULTADOS DO TESTE AME PARA OS REATORES BIOLÓGICOS DE BANCADA.....	104
TABELA 25 - CARACTERÍSTICAS DOS DISTRIBUIDORES UTILIZADOS PARA OS TESTES COM OS RanLFb.....	113
TABELA 26 - CONDIÇÕES DE OPERAÇÃO APLICADAS AO RanLFb DURANTE A FASE 1.....	122
TABELA 27 - COMPORTAMENTO DOS REATORES DURANTE OS 12 PRIMEIROS DIAS DA FASE 1 DE PARTIDA.....	124
TABELA 28 - SÍNTESE DAS CONDIÇÕES DE OPERAÇÃO CONTÍNUA DO RanLFb COM LIXIVIADO E PARÂMETROS AVALIADOS	135
TABELA 29 - CONDIÇÃO DE RESTRIÇÃO AO SUBSTRATO	152
TABELA 30 - TEMPERATURAS REGISTRADAS NO REATOR NO PERÍODO DE APLICAÇÃO DA CONDIÇÃO DE ESTRESSE TÉRMICO.....	161
TABELA 31 - TEMPERATURAS REGISTRADAS NO REATOR TESTE DURANTE APLICAÇÃO DA CONDIÇÃO DE ESTRESSE PELA NÃO SUPLEMENTAÇÃO DE NUTRIENTES	182

LISTA DE SIGLAS E ABREVIÇÕES

- AF – Ácidos fúlvicos
AGV – Ácidos graxos voláteis
AME – Atividade metanogênica específica
AVT – Acidez volátil total
AH – Ácidos húmicos
AI – Alcalinidade intermediária
AP – Alcalinidade parcial
AT- Alcalinidade total
ARS – Água residuária sintética
C₁, C₂ – Constantes da equação de Ergun
C_D – Coeficiente de arraste
C_{DQO} – Concentração de DQO (mg/L)
C_{EDQO} – Concentração de entrada da DQO no reator (mg/L)
C_{SDQO} - Concentração de saída da DQO do reator (mg/L)
COV – Carga orgânica volumétrica (kg DQO/m³.d)
COT – carbono orgânico total
CC – Areia de construção civil
D – Diâmetro da seção cilíndrica de um reator de leito fluidizado
d_p – diâmetro do material suporte
DS- Decantador secundário
D1, D2, D3, D4, D5 – Distribuidores de fluxo
d_{re} – diâmetro da seção transversal do reator
DE1, DE2 – Decantador 1 e Decantador 2
DBO – Demanda bioquímica de oxigênio
DQO – Demanda química de oxigênio
EDS – Análise por energia dispersiva
E_{DQO} – Eficiência na redução da concentração da DQO (%)
FA - Areia de filtro
FISH – Hibridização *in situ* por fluorescência
FL – Fluidização do leito
Forma – indica a conformidade do reator – (cilíndrico, cônico ou forma prismática)
H - Altura do reator
IF – Intensidade de fluidização (%); volume do leito fluidizado em relação ao volume de leito fixo;
IF_{mín} - Intensidade de fluidização mínima, referente a menor altura do leito fluidizado durante fluidização não homogênea;

IF_{máx} - Intensidade de fluidização máxima, referente a maior altura do leito fluidizado durante fluidização não homogênea;

Inoc – Quantidade de inóculo adicionado

MEV – Microscopia eletrônica de varredura

ME – Método de enchimento

MET – Microscopia eletrônica de transmissão

NTK – Nitrogênio total Kjeldahl

RanLF – Reator anaeróbio de leito fluidizado

RanLFb – Reator anaeróbio de leito fluidizado escala de bancada

RanLFsp – Reator anaeróbio de leito fluidizado escala semi-piloto

RBB – Reator biológico de bancada

Re – Número de Reynolds

RR – Razão de recirculação

SST – Sólidos suspensos totais

ST – Sólidos totais

SFT – Sólidos fixos totais

SAV - Sólidos aderidos voláteis

SVT – Sólidos voláteis totais

SST – Sólidos suspensos totais

Sup – Quantidade de material suporte

T – Temperatura

T_{min} – Temperatura mínima

T_{máx} – Temperatura máxima

TDH – Tempo de detenção hidráulica

t_{op} – tempo de operação

u_i - Extrapolação da velocidade para quando $\varepsilon = 0$

u_{mfe} – Velocidade mínima de fluidização experimental

u_{mft} – Velocidade mínima de fluidização teórica

u_{op} – Velocidade de operação (geralmente associada a velocidade de fluidização)

u_s – Velocidade superficial do fluido

u_t – Velocidade de sedimentação

Y_{CH4} – Rendimento da produção de metano (m³CH₄/kgDQO_{removida})

ε - Porosidade

ρ_L – Massa específica do fluido

ρ_s – Massa específica do sólido

μ - Viscosidade do fluido (Pa.s)

\varnothing_s – Esfericidade da partícula

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	21
1.1	OBJETIVOS	23
2	REVISÃO DA LITERATURA	25
2.1	REATOR ANAERÓBIO DE LEITO FLUIDIZADO	25
2.1.1	Conformação dos reatores	32
2.1.2	Sentido de fluxo	37
2.1.3	Material suporte e crescimento do biofilme	38
2.1.4	Fluidização do leito e velocidade de operação	43
2.1.5	Parâmetros físicos e químicos e a digestão anaeróbia	46
2.1.6	Partida do RanLF	54
2.1.7	Carga orgânica volumétrica e desempenho do RanLF	62
2.2	ÁGUAS RESIDUÁRIAS	66
2.2.1	Lixiviado de aterro sanitário	67
2.2.2	Água residuária sintética	69
3	MATERIAL E MÉTODOS	71
3.1	REATOR ANAERÓBIO DE LEITO FLUIDIZADO E O SISTEMA DE TRATAMENTO	73
3.2	LODO ANAERÓBIO	78
3.3	CARACTERIZAÇÃO DA ÁGUA RESIDUÁRIA	78
3.4	INOCULAÇÃO E ACLIMATAÇÃO DOS REATORES BIOLÓGICOS DE BANCADA	80
3.5	TESTES HIDRÁULICOS APLICADOS AOS REATORES ANAERÓBIOS DE LEITO FLUIDIZADO	84
3.6	PARTIDA DOS REATORES ANAERÓBIOS DE LEITO FLUIDIZADO	86
3.7	OPERAÇÃO CONTÍNUA DOS REATORES ANAERÓBIOS DE LEITO FLUIDIZADO COM LIXIVIADO DE ATERRO SANITÁRIO SUPLEMENTADO	88

3.8	OPERAÇÃO CONTÍNUA DOS REATORES ANAERÓBIOS DE LEITO FLUIDIZADO COM ÁGUA RESIDUÁRIA SINTÉTICA	89
3.9	CONDIÇÕES DE ESTRESSE APLICADAS AO SISTEMA BIOLÓGICO	91
3.10	PARÂMETROS DE AVALIAÇÃO	94
3.10.1	Determinação da velocidade mínima de fluidização.....	94
3.10.2	Atividade Metanogênica Específica – AME	95
3.10.3	Microscopia eletrônica de varredura.....	97
3.11	ANÁLISE ESTATÍSTICA	98
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	99
4.1	CARACTERIZAÇÃO DO LIXIVIADO DE ATERRO SANITÁRIO.....	99
4.2	REATORES BIOLÓGICOS DE BANCADA	99
4.2.1	Operação dos reatores biológicos de bancada	105
4.2.2	Comparação entre os reatores biológicos de bancada.....	106
4.2.3	Suplementação com glicose	107
4.2.4	Condição de estresse aplicada e lixiviado não recalcitrante.....	108
4.2.5	Resposta do pH.....	109
4.2.6	Conjunto de sólidos e teste da AME.....	109
4.3	TESTES HIDRÁULICOS REALIZADOS NOS REATORES ANAERÓBIOS DE LEITO FLUIDIZADO	111
4.3.1	Teste de distribuição de fluxo	112
4.3.2	Teste de arraste.....	116
4.3.3	Teste de temperatura	116
4.3.4	Teste de fluidização.....	118
4.4	PARTIDA DOS REATORES ANAERÓBIOS DE LEITO FLUIDIZADO.....	122
4.4.1	Fase 1 de partida do RanLFb	122
4.4.2	Fase 2 de partida do RanLFb	131
4.5	OPERAÇÃO CONTÍNUA COM LIXIVIADO DE ATERRO SANITÁRIO SUPLEMENTADO	135

4.6	OPERAÇÃO CONTÍNUA COM ÁGUA RESIDUÁRIA SINTÉTICA.....	140
4.6.1	Transição da operação dos RanLFb de lixiviado de aterro sanitário suplementando para água residuária sintética	143
4.6.2	Período de restrição ao substrato.....	152
4.6.3	Desempenho dos reatores em função do aumento da COV	153
4.6.4	Condição de estresse em função da temperatura	159
4.6.5	Condição de estresse pelo aumento da intensidade de fluidização	169
4.6.6	Condição de estresse pela não suplementação de nutrientes	174
4.6.7	Condição de estresse pelo aumento da carga orgânica volumétrica	183
4.6.8	Carga orgânica volumétrica limite.....	189
5	CONCLUSÃO.....	195
6	SUGESTÕES PARA ESTUDOS FUTUROS.....	198
	REFERÊNCIAS.....	199
	ANEXO I - MATERIAL REFERENTE AO REATOR ANAERÓBIO DE LEITO FLUIDIZADO ESCALA SEMI PILOTO	213
	ANEXO II - ANÁLISE DE ESPECTROSCOPIA POR ENERGIA DISPERSIVA.....	232
	ANEXO III - ANÁLISE DE MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA PARA MATERIAL SÓLIDO DO DECANTADOR.....	235

1 INTRODUÇÃO

O início da aplicação industrial da operação unitária chamada fluidização data da década de 1940, com a utilização em operações de craqueamento catalítico. Desde então, tem sido aplicada nos mais diversos ramos, como operações de secagem, de troca de calor e de reações químicas e bioquímicas. Para o tratamento biológico de águas residuárias, foco desta pesquisa, teve os primeiros registros na literatura científica somente na década de 1980.

Resumidamente, o conceito básico da fluidização sólido-líquido consiste na passagem de um líquido por um leito preenchido com partículas de material suporte, inicialmente estáticas, até que fluidizem com o aumento da velocidade aplicada. Para que as reações bioquímicas ocorram, inicialmente, é necessário que seja inoculada uma cultura mista de microrganismos aeróbios ou anaeróbios. Após um determinado tempo, com o fluxo da água residuária pelo leito, acontece a colonização das partículas sólidas por microrganismos, formando a biopartícula, isto é, material suporte e biofilme, responsável pela degradação dos contaminantes biodegradáveis do resíduo líquido afluente ao sistema.

Em relação à alternativa biológica para degradação da matéria orgânica e crescimento do biofilme, a digestão anaeróbia tem sido utilizada em razão das suas características como, por exemplo, menor produção de lodo, quando comparado com a digestão aeróbia e, principalmente, a geração de biogás, o qual, pode ser utilizado na geração de energia. Porém, a lenta taxa de crescimento das arqueas metanogênicas, etapa limitante da digestão anaeróbia, juntamente com a necessidade de períodos longos para a partida dos reatores, apresentam-se como complicadores para sua aplicação. Entretanto, os reatores de leito fluidizado são uma alternativa quando se considera a possibilidade de abordagem deste problema.

Em função da dinâmica de crescimento/desprendimento do biofilme, o ambiente em reatores de leito fluidizado, aliado ao sistema de recirculação de parte do efluente, favorece a manutenção de um consórcio microbiano. Ainda, com a fluidização, aumenta-se o contato entre o material celular e a água residuária. Dessa maneira, o reator anaeróbio de leito fluidizado (RanLF) é capaz de tratar águas residuárias com alto ou baixo teor de matéria orgânica, mesmo em reduzidos tempos de detenção hidráulica.

Apesar de diversos estudos terem definido algumas diretrizes para a aplicação do RanLF, ainda persistem diversas lacunas sobre o desenvolvimento do biofilme e seu impacto sobre o rendimento dos reatores em relação à redução da concentração de matéria orgânica. Além disso, ainda existem diversas contradições e conflitos na literatura técnica sobre o RanLF, e reatores em aplicação plena são protegidos por patentes e segredos industriais, o que dificulta a coleta de dados e informações.

Grande parte das pesquisas que aplicam o RanLF no tratamento de águas residuárias tem sido realizada em escala de bancada, apresentando conformação de difícil aplicação em escala plena, devido à relação altura/diâmetro (H/D). Valores típicos para a relação H/D em pesquisas científicas estão na faixa de 5 a 35, enquanto em plantas industriais esses valores encontram-se entre 2 e 5. No entanto, a relação H/D de construção do RanLF afeta diretamente os parâmetros de operação do reator e no crescimento do biofilme, como por exemplo:

- parâmetros hidráulicos: velocidade mínima de fluidização do material suporte, velocidade de fluidização de operação, intensidade de fluidização, formação de canais preferenciais, zonas mortas e formas de distribuição de fluxo;
- parâmetros bioquímicos: a velocidade de fluidização e a razão de recirculação (vazão de recirculação do substrato/vazão de alimentação do substrato) estão associadas ao desenvolvimento do biofilme, assim como ao consumo de nutrientes e alcalinidade pela microbiota e produção de ácidos graxos voláteis.

Consequentemente, para um procedimento de mudança de escala mais efetivo, é necessário que os estudos com RanLF em escala de bancada e piloto utilizem valores para a relação H/D adequados à aplicação em escala plena, sendo esta uma premissa deste estudo.

Para avaliar a viabilidade do crescimento biológico em RanLF com relação H/D na faixa entre 2 e 5 e, considerando a complexidade das águas residuárias que necessitam de tratamento biológico, o lixiviado de aterro sanitário talvez seja aquela que apresente a composição que pode afetar mais seriamente o consórcio de microrganismos.

Entretanto, a utilização de água residuária com característica de composição conhecida justifica a utilização do RanLF para a avaliação do seu comportamento em relação à redução da concentração de matéria orgânica, quando aplicadas condições de perturbação do sistema.

Dessa forma, o objetivo desta pesquisa foi utilizar a operação unitária fluidização, aliada à digestão anaeróbia, para a redução da concentração de matéria orgânica biodegradável de lixiviado de aterro sanitário e de água residuária sintética, e avaliar o impacto dos diversos parâmetros associados ao rendimento e à estabilidade dos reatores.

Hipótese

O crescimento e a manutenção da microbiota e a redução da concentração de matéria orgânica de águas residuárias são condições viáveis em reatores anaeróbios de leito fluidizado com relação altura/diâmetro (H/D) de aproximadamente 2, quando aplicadas condições de estresse ao sistema biológico.

1.1 OBJETIVOS

O objetivo principal foi avaliar a influência da aplicação de diferentes parâmetros hidráulicos e de condições ambientais adversas sobre o desempenho da microbiota de um reator anaeróbio de leito fluidizado, com relação H/D de ≈ 2 , na redução da matéria orgânica de águas residuárias.

Para atingir o objetivo principal da pesquisa, os seguintes objetivos específicos foram definidos:

- conceber e construir sistemas de leito fluidizado modificado em escala de bancada, que sejam mais adequados para a adaptação à escala plena;
- determinar a influência das condições de partida aplicadas aos reatores, por meio de testes hidráulicos, sobre a estabilidade e rendimento do sistema;
- determinar as condições hidráulicas para operação estável dos biorreatores, assim como as suas condições limite; com aplicação de lixiviado de aterro sanitário como substrato;
- determinar as condições hidráulicas para operação estável dos biorreatores, assim como as suas condições limite; com aplicação de água residuária sintética como substrato;
- determinar a performance dos RanLF sob diferentes situações de perturbação, assim como o tempo necessário para sua recuperação.

Dessa forma, após a contextualização do tema de pesquisa, além dos objetivos e hipótese propostos para o trabalho, apresentados no capítulo 1, é discutido no capítulo 2 a revisão da literatura, com ênfase nos principais parâmetros de operação de um reator anaeróbio de leito fluidizado no tratamento de águas residuárias. No capítulo 3, na seção de material é métodos, é apresentado a descrição dos sistemas de operação utilizados na pesquisa, desde a descrição de equipamentos até a operação contínua dos reatores de leito fluidizado. No capítulo 4, são apresentados e discutidos os resultados obtidos. No capítulo 5 são apresentadas as conclusões relacionadas aos RanLF, enquanto no capítulo 6 são apresentadas as recomendações para estudos futuros.

2 REVISÃO DA LITERATURA

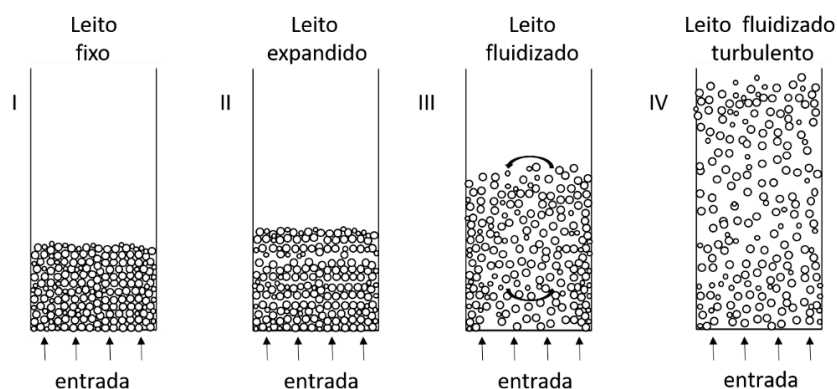
A operação de um reator anaeróbio de leito fluidizado (RanLF), no tratamento de águas residuárias, é complexa, cujo rendimento é avaliado, principalmente, pela redução de matéria orgânica do efluente, pela produção de biogás, pela geração do biofilme e pelas condições de estabilidade, conforme apresentado na seção 2.1. Os principais parâmetros que influenciam no rendimento do RanLF são apresentados nas seções 2.1.1 a 2.1.7. Na seção 2.2 é apresentado as características de algumas águas residuárias utilizadas em tratamento com RanLF, com ênfase no lixiviado de aterro sanitário e nas águas residuárias produzidas em laboratório.

2.1 REATOR ANAERÓBIO DE LEITO FLUIDIZADO

A fluidização de partículas sólidas em ambientes líquidos ou gasosos é uma operação unitária que está associada à movimentação da massa das partículas pelo líquido ou pelo gás. Nesta condição, a partícula comporta-se como um fluido que tende a estabelecer um nível e um fluxo em resposta a um gradiente de pressão. Como consequência, ocorre uma intensa mistura e contato entre o líquido ou o gás e o sólido, resultando em um sistema próximo do estado isotérmico e com favorável transferência de massa (PELL, 1992). A fluidização é ideal para aplicações de secagem, mistura, troca de calor, reações químicas e bioquímicas (LIM et al., 1993; BORJA e BANKS, 1995; SYAHRUL et al., 2003).

Na FIGURA 1 são apresentadas as etapas da fluidização (PENG e FAN, 1997), e discutidas na sequência.

FIGURA 1 - ETAPAS DE FLUIDIZAÇÃO COM VARIAÇÃO DA VELOCIDADE



FONTE: O autor (2022), adaptado de Peng e Fan (1997)

- (I) Leito fixo. O fluido simplesmente passa através do leito e a perda de carga do sistema aumenta com o aumento da velocidade superficial, porém a porosidade mantém-se inalterada;
- (II) Leito expandido. As partículas sofrem leve expansão a partir de certa vazão aplicada, porém parte do leito ainda pode manter-se fixo. A velocidade nesse momento é denominada *velocidade mínima de fluidização* (u_{mf}). Nesta etapa, a porosidade aumenta na região expandida, enquanto mantém-se parcialmente constante na região fixa;
- (III) Leito fluidizado. Nesta etapa, as partículas do leito possuem movimento aleatório e a porosidade aumenta ainda mais que na fase do leito expandido. A perda de carga nesta etapa é praticamente constante com o aumento da velocidade superficial. O leito não possui regiões fixas, apenas uma camada de material suporte nas regiões próximas às paredes do reator (IZA, 1991);
- (IV) Leito fluidizado turbulento. Nesta etapa, com o aumento da velocidade superficial, a turbulência e a perda de carga aumentam e, conseqüentemente, pode ocorrer o arraste de parte das partículas. Ainda, ocorre a não homogeneidade do leito, com diferenças em sua altura por toda a seção transversal do reator.

Apesar da aplicação industrial da fluidização iniciar da década de 1940 (NICHOLSON et al., 1948), com processos de craqueamento catalítico da indústria do petróleo (MURPHREE et al., 1943), sua aplicação ao tratamento de águas residuárias teve os primeiros registros na literatura científica somente na década de 1980. Neste período, são apresentados os primeiros resultados da aplicação de reatores anaeróbios de leito fluidizado (SWITZENBAUM et al., 1980; SHIEH et al., 1981; JEWELL et al., 1981; SHIEH e MULCAHY, 1986). A partir desse momento, passou a ser denominado de RanLF. Como as expansões de leito eram consideradas pequenas, menores do que 20% do volume de material suporte utilizado, esses reatores ficaram conhecidos como reatores de leito expandido, enquanto reatores que apresentavam leitões com expansões superiores a 20% passaram a ser denominados de leito fluidizado (DENAC e DUNN, 1988).

No caso do RanLF, durante o tratamento de águas residuárias, ocorre o crescimento de material celular na superfície do material suporte, formando o biofilme. O material suporte recoberto com biofilme muitas vezes é denominado biopartícula. São inúmeras as vantagens desse sistema de alta taxa, que são capazes de operar

com altas cargas orgânicas volumétricas, apresentadas a seguir e discutidas ao longo do trabalho.

- alta concentração de biomassa aderida ao suporte, que não pode ser facilmente arrastada do reator (SHIEH, SUTTON e KOS, 1981). Assim, com a recirculação do substrato, é possível o tratamento de águas residuárias com elevadas cargas orgânicas e melhor distribuição do fluxo;
- grande área para a adesão dos microrganismos (KIDA et al., 1990). Pode-se ainda adaptar o suporte a um tratamento específico por processos físicos e/ou químicos (FENG et al., 2015), ou aclimatar a biopartícula ao substrato (LABARGE et al., 2016);
- boas propriedades de troca de massa. Gradientes de baixa concentração em torno das biopartículas são possíveis, permitindo também o tratamento de resíduos com pequenas cargas orgânicas (BORJA et al., 2001);
- possibilidade de controlar e otimizar a espessura do biofilme (HEIJNEN et al., 1989; JAAFARI et al., 2014);

O desempenho (ou performance) do RanLF, no tratamento de águas residuárias, pode ser avaliado:

(i) pela eficiência da redução (remoção) da concentração de matéria orgânica (E_{DQO}) ou algum componente específico. Geralmente, a concentração de DQO é o parâmetro associado à concentração de matéria orgânica. Nos RanLF, a concentração de matéria orgânica é relacionada com o tempo de detenção hidráulica (TDH), que resulta no parâmetro carga orgânica volumétrica (COV). É o parâmetro que indica a quantidade de matéria orgânica a ser alimentada a um reator, calculada em função da relação entre a concentração de matéria orgânica e da vazão aplicada por volume de reator. Indiretamente, expressa a capacidade de um reator suportar a concentração de matéria orgânica aplicada sem perder a estabilidade. Quanto maior a COV suportada, maior a quantidade de matéria orgânica passível de ser tratada no reator. O aumento da COV, e as respectivas eficiências de remoção de matéria orgânica, é a prática mais comum para avaliar o desempenho do RanLF. Seu cálculo é realizado pela Equação (1):

$$COV = \frac{[MO] \cdot Q}{V} = \frac{[MO]}{TDH} = \frac{C_{DQO}}{TDH} \quad (1)$$

em que: $Q[L^3/T]$ é a vazão de entrada do substrato no reator (diferente da vazão de recirculação); $MO [M/L^3]$ é a concentração de matéria orgânica, sendo a concentração de DQO (C_{DQO}) o parâmetro mais utilizado; $V[L^3]$ é o volume útil do reator; TDH é o tempo de detenção hidráulica [T].

O volume para o cálculo da COV, ou o que foi considerado como volume útil, não é claramente informado em muitos trabalhos. Isso pode provocar incoerências ao comparar diferentes faixas de COV aplicadas. Marín e colaboradores (1999), por exemplo, utilizaram o volume total do reator, incluindo o do decantador acoplado. Düppenbecker e Cornel (2016) utilizaram o volume útil de 317 mL, equivalente a porção cilíndrica do reator, para os cálculos de COV e TDH. Essa definição de volume útil, baseado no volume disponível para fluidização no reator, é a mais utilizada em trabalhos (GARDNER et al., 1988; WU et al. 2017). Por outro lado, outros autores utilizaram o volume do leiteo fluidizado para a determinação da COV (CHEN et al., 1988; HUANG et al., 2000; PEREZ et al., 2001; PEREZ et al., 2007).

(ii) pela produção de biogás ou metano durante o tratamento do substrato, assim como sua composição. A avaliação do biogás é também utilizada como parâmetro de estabilidade do processo anaeróbio no RanLF. O rendimento máximo teórico de produção de metano (Y_{CH_4} , *methane yield*), negligenciando a DQO para o crescimento da biomassa e nas condições normais de temperatura e pressão (CNTP), é de 0,350 $m^3_{CH_4}/kgDQO_{removida}$ (YOUNG e MCCARTY, 1969; JENNETT e DENNIS, 1975). Atingir este valor indica que a maior parte do carbono é utilizada pelo biofilme para respiração anaeróbia e sustento (MICHAUD et al., 2002).

É utilizado como parâmetro indireto de avaliação do desenvolvimento do biofilme. Na partida do reator, o Y_{CH_4} é baixo, pois acontecem importantes reações anabólicas dos microrganismos para o desenvolvimento da biomassa. Quando atinge um valor estável, corresponde ao fim da formação do biofilme. Em outras palavras, expressa o balanço dinâmico entre o anabolismo (síntese biológica) e catabolismo (produção de metano) (MICHAUD et al., 2005). É importante ressaltar que, em alguns casos, o Y_{CH_4} é fornecido em relação à DQO adicionada ao reator, e não em relação à DQO degradada (MONTALVO et al., 2010; YESHANEW et al., 2016).

Outra maneira de avaliar a produção de biogás, desta vez relacionada a parâmetros hidráulicos, é pela vazão volumétrica do metano, ou do biogás, por volume do reator ($m^3_{biogás(CH_4)}/m^3_{R.d}$). Muitos autores informam somente a produção de biogás

diária, ou não apresentam informação sobre o volume de referência, isto é, total, útil ou de leite fluidizado, por exemplo.

(iii) pelo biofilme gerado, realizada pela quantificação dos sólidos voláteis aderidos ao material suporte, por microscopia eletrônica ou por análise microbiológica.

A concentração de biofilme é apresentada, geralmente, pelas relações $\text{mg}_{\text{SSV}}/\text{L}_{\text{fluidização}}$ e $\text{mg}_{\text{SSV}}/\text{g}_{\text{suporte}}$. A primeira relação permite a comparação entre o leite fluidizado com os demais sistemas anaeróbios aplicados ao tratamento águas residuárias, enquanto a segunda permite melhor comparação entre leitos fluidizados ou sistemas com crescimento aderido. Daqui para frente, essa concentração muitas vezes será definida como SAV (sólidos aderidos voláteis).

O biofilme pode também ser avaliado por técnicas de microscopia. A microscopia eletrônica de varredura (MEV) é bastante utilizada em estudos com RanLF, pois permite a visualização tanto do material suporte quanto do biofilme, sendo possível assim avaliar a morfologia da biopartícula (CARBAJO et al., 2010; XING et al., 2010; FENG et al., 2015). Em conjunto com a análise por energia dispersiva (EDS), pode-se obter a caracterização da composição da amostra. Por outro lado, a técnica de microscopia eletrônica de transmissão (MET) (HIDALGO e GARCÍA-ENCINA, 2002; SONG et al., 2003) é aplicada quando se deseja avaliar a estrutura da biopartícula por meio de cortes, em fatias muito finas. Além disso, permite a observação de material extracelular. Com isso, é possível avaliar a espessura do biofilme em relação ao material suporte.

(iv) pela estabilidade do reator, que é relacionada, principalmente, aos fatores interferentes na digestão anaeróbia. Os parâmetros mais utilizados são, além da Y_{CH_4} já apresentado, a mudança de pH, a avaliação da biomassa pelo teste de atividade metanogênica específica (AME) e as relações entre as concentrações de alcalinidade total e acidez volátil total (AT/AVT), e entre alcalinidade intermediária e alcalinidade parcial (AI/AP).

O teste AME avalia a capacidade de produção de metano pelos microrganismos anaeróbios. Existem diversos métodos para sua realização, como os manométricos e os volumétricos, e os resultados podem ser expressos em diferentes unidades. Aquino e colaboradores (2007) apresentaram uma extensa discussão sobre

os métodos de realização do teste da AME, e sugerem valores para os principais parâmetros empregados no ensaio.

Alguns estudos apontam os valores limites para as relações AT/AVT e AI/AP. Para a relação AT/AVT, o reator é considerado estável se esse valor for superior a 2,5 (ZICKEFOOSE e HAYES, 1976; BORJA e BANKS, 1995) ou 3,3 (ANDALIB et al., 2014). Para a relação AI/AP, o valor deve ser inferior a 0,3 (RIPLEY et al., 1986).

A estabilidade pode também ser avaliada pela intensidade de fluidização (IF) do RanLF, que é o valor resultante da razão do volume de leito fluidizado por volume de leito fixo, decorrência do aumento da velocidade de operação do reator. Está relacionada a área superficial disponível para o crescimento dos microrganismos.

Para avaliar os fatores listados acima, vários parâmetros de operação foram testados por diversas pesquisas, podendo ou não ser dependente dos demais. Uma compilação desses parâmetros é apresentada no QUADRO 1, coletados em vários estudos ao longo dos últimos 20 anos. Dessa forma, a partir da seção 2.1.1, esses parâmetros são discutidos, com o QUADRO 1 servindo de base para eventuais comparações entre estudos.

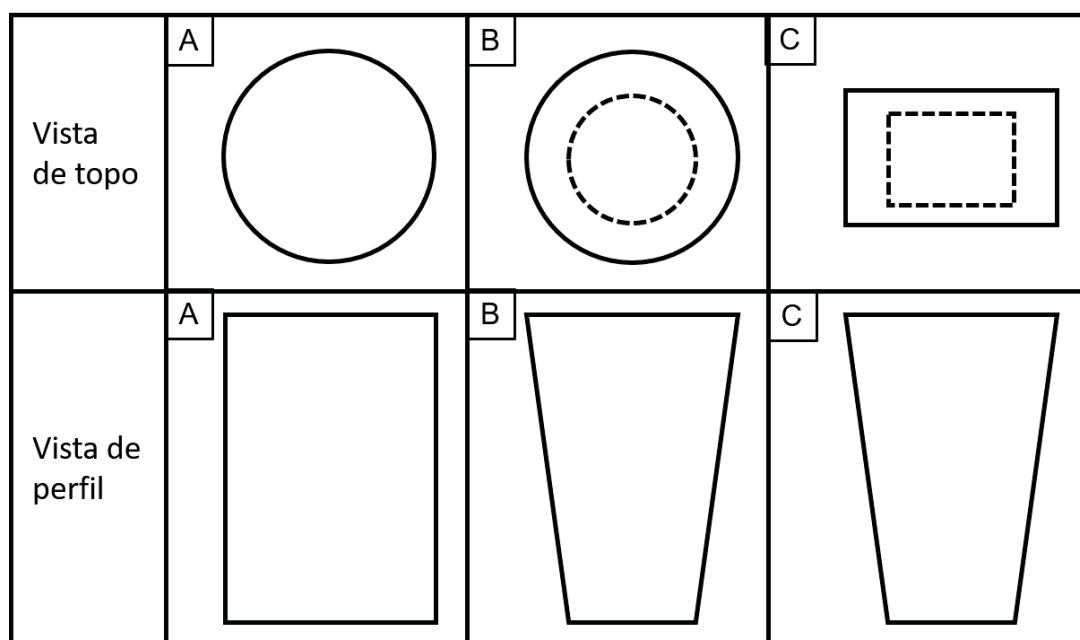
Além disso, apresenta-se aqui algumas definições dos componentes básicos do RanLF:

- material suporte: partícula sólida na qual acontece o crescimento do biofilme, resultando na biopartícula;
- substrato: refere-se à matéria orgânica e/ou nutrientes presentes na água residuária;
- biomassa: células microbianas responsáveis pela redução da matéria orgânica. Podem ter crescimento suspenso ou aderido (biofilme);
- intensidade de fluidização: valor resultante da razão do volume de leito fluidizado por volume de leito fixo;
- vazão de alimentação: vazão de entrada da água residuária no sistema de tratamento;
- vazão de recirculação: vazão de água residuária que recircula pelo reator, necessária para a fluidização da biopartícula;
- velocidade de operação: velocidade medida no reator, também denominada como velocidade de fluidização.

2.1.1 Conformação dos reatores

A conformação geométrica mais utilizada em reatores de leito fluidizado é a cilíndrica, sendo chamada de forma convencional. Porém, formas prismático-cônicas (PITT et al., 1978; BOENING e LARSEN 1982; DENAC e DUNN 1988; BRAGA, 1989; RANGASAMY et al., 2007) e retangulares (CHEN et al., 1988; ZHANG et al., 2009; ANDALIB et al., 2014), com paredes inclinadas, também são aplicadas ao tratamento de águas residuárias. As formas estão associadas a distribuição de fluxo, mistura e crescimento celular ao longo do reator. Na FIGURA 2 é apresentado as características de cada forma geométrica dos RanLF.

FIGURA 2 - REPRESENTAÇÃO ESQUEMÁTICA DAS CONFORMAÇÕES GEOMÉTRICAS UTILIZADAS NOS RanLF



FONTE: O autor (2022)

LEGENDA: conformação A) cilíndrica; B) prismático-cônico; C) prismático- retangular

Reatores de forma cilíndrica possuem a vantagem de serem mais simples de construir e operar, em função da velocidade de operação constante pela seção transversal, do que reatores com paredes inclinadas. Porém, reatores com distribuição equitativa de fluxo ao longo da seção transversal, e principalmente no ponto de entrada do substrato, podem apresentar problemas de design e operação, assim como reatores de leito fixo (PITT et al., 1978), além do arraste de biopartículas se a velocidade de operação ultrapassar o limite estabelecido (RANGASAMY et al., 2007).

Boening e Larsen (1982) observaram maior estabilidade em reatores inclinados do que reatores cilíndricos, que arrastavam continuamente material suporte do sistema, no tratamento de efluente de laticínios. Em relação a Y_{CH_4} , ambos apresentaram valor próximo do valor máximo de $0,350 \text{ m}^3_{CH_4}/\text{kgDQO}_{removida}$.

Ao utilizarem material suporte de mesma granulometria, reatores com seção transversal constante possuem velocidade superficial constante, enquanto reatores inclinados possuem redução gradual da velocidade superficial com a elevação da altura do reator, o que resulta, primeiramente, na fluidização parcial do leito (PENG e FAN, 1997). Além disso, ocorre a segregação das partículas ao longo do eixo vertical, o que tende a estabilizar o leito para condições de operação mais amplas (RANGASAMY et al., 2007). Ainda, a forma inclinada pode contornar o problema das faixas de vazões de operação relativamente estreita dos RanLF (PITT et al., 1978; BOENING e LARSEN, 1982).

A forma do reator também afeta o equacionamento para o cálculo da velocidade mínima de fluidização do material suporte, informação importante para dimensionamento, *scale-up* e planejamento de um sistema que opera com RanLF. Para a forma cilíndrica, o cálculo da velocidade mínima de fluidização pode ser realizado mediante aplicação da Equação de Ergun:

$$f(u)=(C_1u+C_2u^2) \quad (2)$$

Em que

$$C_1=150 \cdot \frac{(1-\varepsilon_0)^2}{\varepsilon_0^3} \frac{\mu}{(\varnothing_s d_p)^2} \quad (3)$$

$$C_2=1,75 \cdot \frac{(1-\varepsilon_0)}{\varepsilon_0^3} \frac{\rho_L}{\varnothing_s d_p} \quad (4)$$

Em que: ρ_L é a massa específica do fluido (M/L^3); μ é a viscosidade do fluido ($ML^{-1}T^{-1}$); \varnothing_s é a esfericidade do material suporte; ε_0 é a porosidade inicial do leito; d_p é o diâmetro médio do material suporte e u é velocidade (LT^{-1}).

Com o crescimento do biofilme, o tamanho e a massa específica da partícula são alterados, pois a massa específica do material celular aderido é diferente da do material suporte. Com isso, o modelo para o leito fluidizado apresentado anteriormente deve ser modificado. Para um leito de partículas esféricas e uniformes,

a Equação (5) é utilizada para o cálculo da velocidade superficial do líquido (RICHARDSON e ZAKI, 1997), ou velocidade de fluidização com biofilme aderido.

$$u_s = u_i (\epsilon)^n \quad (5)$$

em que u_s é a velocidade superficial do líquido, n é uma constante dada a partir do número de Reynolds do sistema ($Re = \frac{\rho_L d_p u_t}{\mu}$) e u_i definida pela Equação (6):

$$u_i = u_t 10^{\frac{d_p}{D}} \quad (6)$$

em que D é o diâmetro interno da seção de fluidização do reator, d_p é o diâmetro da partícula e u_t é a velocidade de sedimentação da partícula esférica, dada pela Equação (7).

$$u_t = \left(\frac{4g(\rho_s - \rho_L)d_p}{3C_d\rho_L} \right)^{0,5} \quad (7)$$

Na TABELA 1 são apresentadas as principais correlações entre C_d e n .

Geralmente, os RanLF cilíndricos apresentam elevado valor para a relação altura e diâmetro interno do reator (H/D). Os estudos apresentam valores para a relação H/D entre 7 (CARBAJO et al., 2010) a 40 (SHIN et al., 2011), com valores médios próximos a 20. A escolha ideal da relação entre altura e diâmetro são fundamentais na hora de projetar o reator para um determinado tratamento, pois fatores como quantidade máxima de material suporte a ser inoculada, velocidade máxima de operação, distribuição de fluxo e intensidade de fluidização são dependentes dessa relação e do volume total do reator.

TABELA 1 - CORRELAÇÕES ENTRE OS PARÂMETROS C_d E n PARA RanLF

Referência	Re	C_d	n
Thomas e Yates (1985)	20-100		$30 Re^{-0,505}$
Mulcahy e Shieh (1987)	40-90	$36,66 Re^{-0,67}$	$10,35 Re^{-0,18}$
Harada et al. (1987)	10-50		$8,733 Re^{-0,341}$
Hermanovicz e Cheng (1990)	50-100		$9,11 Re^{-0,21}$
Yu e Rittmann (1997)	40-90	$24/Re + 14,55.Re^{-0,48}$	$4,526 Re^{-0,0126}$
Nicolella et al. (1997)	7-90	$29,6 Re^{-0,6}$	$4,4 Re^{-0,1}$

FONTE: Traduzido de Nicolella et al., (2000)

LEGENDA: Re – número de Reynolds; C_d – coeficiente de arraste; n é o índice de expansão

Para os reatores convencionais, em muitos casos, um decantador é acoplado a sua parte superior, logo após a seção de fluidização, para que os sólidos permaneçam em seu interior (CHEN et al., 1988; WEBER, 2006; ASLAM et al., 2018). Águas residuárias com elevadas concentração de sólidos suspensos se beneficiam dessa configuração do RanLF, como realizado por (ANDALIB et al., 2014). Esses autores conseguiram remoção de 78% de sólidos suspensos voláteis (SSV) de vinhaça, com concentração de inicial de 47 gSSV/L e COV de 30 kg DQO/m³.d, e de 70% de SSV para lodo primário, com 31 gSSV/L de concentração inicial e COV de 19 kg DQO/m³.d. Em outros casos, um decantador secundário é instalado logo após a saída do RanLF, para garantir que não haja arraste de material suporte para a bomba de recirculação (SHIEH et al., 1981; BOENING e LARSEN, 1982 ;BRAGA, 1989, DÜPPENBECKER e CORNEL, 2016).

Podem ser instaladas também saídas de amostragem ao longo do corpo do RanLF. Siqueira e colaboradores (2013) instalaram cinco pontos de amostragem, à 20, 40, 70, 110 e 160 cm da base do reator (D = 53 cm e altura total de 190 cm), enquanto Jaafari e colaboradores (2014) instalaram 6 pontos de amostragem, de 5, 30, 55, 80, 105 e 130 cm acima da base do reator (D = 6 cm e altura total de 140 cm). Esses pontos de amostragem permitem, por exemplo, verificar diferenças de crescimento celular e estratificação do leito, além da retirada de flocos de lodo suspensos acima do leito de fluidização, que podem competir com o material celular aderido por substrato.

Em relação ao local de alimentação do RanLF, com fluxo ascensional, é realizada em sua base, geralmente após a união da vazão de refluxo com a vazão de alimentação do substrato. Podem também ser alimentadas no corpo do reator, como Düppenbecker e Cornel (2016) realizaram, a 40 mm da base do reator. Porém, desta maneira, a distribuição do substrato pode não ser realizada uniformemente por toda a extensão do material suporte.

Como consequência da distribuição de fluxo deficiente ou não uniforme, é possível a formação de caminhos preferenciais, quando o leito não é fluidizado homogeneamente. Para melhorar a distribuição do fluxo, são instaladas seções cônicas na base do reator (PEREZ et al., 2007; MORAIS, 2016). Feng e colaboradores (2015) utilizaram seção cônica com 55° de inclinação, em relação ao eixo horizontal. Gülşen e Turan (2004), além de usarem a seção cônica (70°, em relação ao eixo horizontal) para distribuição de fluxo, empregaram ainda esferas de plástico,

depositadas abaixo do material suporte, a fim de intensificar a aleatoriedade do movimento do fluido. Com o mesmo propósito, esferas de vidro com aproximadamente 5 mm de diâmetro, podem ser utilizadas (MARÍN et al., 1999; SONG et al., 2003; MORAIS, 2016). Song e colaboradores (2003) também utilizaram uma estrutura de aço inoxidável para separar o material suporte de um contato direto com o líquido e assim diminuir a transferência deste material suporte para a seção de distribuição de fluxo.

Outro fator importante na conformação e tamanho do RanLF é a possível estratificação do leito no tratamento de águas residuárias. Alguns autores observaram concentração maior de sólidos aderidos voláteis (SAV) na parte superior do reator (EHLINGER et al., 1988; HUANG et al., 2000; GÜLŞEN e TURAN 2004). Huang e colaboradores (2000) observaram maiores concentrações de SAV na parte superior dos três RanLF que operaram, dois cônicos e um cilíndrico, no tratamento de água residuária sintética. Por exemplo, para a porção inferior do reator cilíndrico, para as COVs aplicadas de 2,8 kg DQO/m³.d e 49,3 kg DQO/m³.d, foi observado o aumento da concentração SAV de 53,8 mg_{SSV}/g_{sup} para 114,5 mg_{SSV}/g_{sup}, e da espessura do biofilme de 54,5 µm para 78 µm. Para a parte superior, para as mesmas COVs aplicadas, foi observado aumento da concentração de SAV de 64,6 mg_{SSV}/g_{sup} para 140,6 mg_{SSV}/g_{sup}, e aumento da espessura do biofilme de 74,5 µm para 110,5 µm. Nas menores COVs, até o valor de 5,5 kg DQO/m³.d, o reator cilíndrico apresentou maior eficiência na remoção de matéria orgânica. A partir dessa COV, os reatores cônicos apresentaram melhores eficiências. Para o reator cônico com ângulo de 2,5°, as E_{DQO} obtidas foram de 93,3% a 51,9% com o aumento da COV, e de 94,4% a 58,8%, para o reator cônico com ângulo de 5°. O reator cilíndrico apresentou E_{DQO} de 97,5% a 43,3% para essas mesmas COVs.

Gülşen e Turan (2004) também avaliaram o crescimento da biomassa ao longo da altura do reator cilíndrico, no tratamento de lixiviado de aterro sanitário. Foi observada maior concentração de SAV no topo, com variação entre a base/topo de 3% a 38% durante a operação do reator. A concentração de SAV variou de 4 g/L a 7,1 g/L do 25° ao 163° dia de operação, com aumento da COV de 3 kg DQO/m³.d para 27 kg DQO/m³.d, tendo aumentado bruscamente após dois meses para 70 g/L, com a COV aplicada de 37 kg DQO/m³.d. Os autores atribuíram essa observação ao fato de a performance do RanLF ser limitada pela estabilização concomitante da carga orgânica e do desenvolvimento do biofilme. Além disso, foi observado que a

concentração de SAV correspondiam a mais de 90% da biomassa total do reator. Esse resultado está de acordo com (CHEN et al., 1988), que observaram que 95% da biomassa do RanLF, no tratamento de amido de milho, correspondem ao material aderido. Yee e colaboradores (1992) observaram que para suportes porosos o material aderido correspondia a 90% da massa total do reator, enquanto para areia correspondia a 80%.

No entanto, diferentemente dos estudos acima, Jaafari e colaboradores (2014) observaram maior concentração de sólidos voláteis aderidos na base do reator, em um RanLF cilíndrico no tratamento de água sintética. Foram observados valores médios de 12-19 g/L na base do reator, e de 9-14 g/L no topo do reator. A espessura, por outro lado, aumentou com a altura do reator. Foram observados valores médios de 180-290 μm na base do reator, e de 240-360 μm no topo. Os autores também avaliaram a influência da velocidade de fluidização na estratificação no leito, discutida na seção de fluidização de leito.

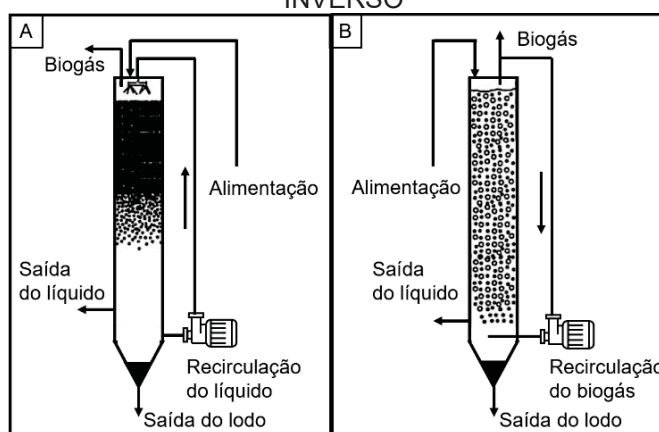
2.1.2 Sentido de fluxo

Os RanLF podem ser operados em fluxo ascendente ou descendente. O primeiro é tido como o sistema convencional, sendo o mais aplicado para tratamento de águas residuárias. O RanLF com fluxo descendente, ou inverso, tem sido utilizado mais recentemente (REYES-ALVARADO et al., 2017). Neste tipo de reator, o material suporte tem densidade menor que do líquido, e flutuam sobre sua superfície quando o reator não está em operação. Ao ligar a bomba de recirculação, o material suporte é fluidizado por uma corrente descendente de líquido, conforme FIGURA 3A. Esta condição requer menor energia para a fluidização do leito e permite a recuperação dos sólidos, que podem ser arrastados, na base inferior do reator (SOWMEYAN e SWAMINATHAN, 2008). O líquido recirculante e o biogás gerado fluem em direções opostas, que favorece a fluidização (GARCIA-CALDERON et al., 1998). Além disso, permite explorar diferente gama de materiais suporte.

Arnaiz e colaboradores (2003) avaliaram as diferenças entre o RanLF inverso e o turbulento inverso, no tratamento de água sintética de laticínios. No primeiro, a fluidização acontece pelo líquido em tratamento (FIGURA 3A), enquanto no segundo, acontece pelo biogás gerado (FIGURA 3B). Os rendimentos ($E_{DQO} > 90\%$) foram semelhantes para os dois reatores, para COV de até 12 kg DQO/m³.d e levemente

superior aos RanLF convencionais após essa COV. Avaliou também o método de ALP (*Attached lipid phosphate*), expressa em nmol/mL, que melhor quantifica a biomassa no reator, e comparou com a concentração de sólidos aderidos voláteis. Foi observada concentração de SAV de 2,1 g_{ssv}/L a 7,9 g_{ssv}/L, para uma variação de COV de 6 kg/m³.d a 9 kg/m³.d. Para essa mesma faixa de COV, foram observadas as concentrações de ALP de 6,80 nmol/mL a 33,26 nmol/mL. Atenta-se ao fato que elevadas eficiências foram obtidas, mesmo com baixa concentração de sólidos, se comparada com outros trabalhos.

FIGURA 3 - REPRESENTAÇÃO ESQUEMÁTICA DO RanLF A) INVERSO E B) TURBULENTO INVERSO



FONTE: O autor (2022), modificado de Arnaiz e colaboradores (2003)

Ao longo do texto serão discutidas as eficiências de mais trabalhos com RanLF inversos.

2.1.3 Material suporte e crescimento do biofilme

A escolha do material suporte para um RanLF é de fundamental importância, pois é a superfície sobre a qual o biofilme irá se desenvolver. Salienta-se que uma fração menor desenvolve-se em suspensão. Vários materiais suporte têm sido avaliados para a utilização em reatores de biomassa aderida. O material suporte é considerado adequado em função de parâmetros como: i) desempenho do reator, medido como taxa de remoção de substrato e/ou produção de biogás ou ii) parâmetros físicos e químicos, como área de superfície específica, rugosidade, velocidade mínima de fluidização ou composição do suporte. Contudo, muitas vezes a adesão microbiana não é considerada no rendimento do reator (ARNAIZ et al., 2006).

Com isso, os materiais devem apresentar algumas características básicas, tais como as apresentadas a seguir, e com diversos exemplos aplicados em estudos apresentados na TABELA 2.

TABELA 2 - PRINCIPAIS CARACTERÍSTICAS DE MATERIAIS SUPORTES UTILIZADOS EM RanLF

Meio suporte	dp (mm)	Área específica (m ² /g)	Densidade (g/cm ³)	Porosidade suporte (%)	Referência n°
Areia	0,3-1,7	-	2,3-2,65	-	1;2;3;4;5
Carvão					
Carvão ativado	0,02-1,7	1124,8-5000	1,12-2,51	-	2;6;7;8
Carvão ativado granular (GAC)	<1	1100	1,38	-	9;10;11;12;13
Carvão ativado mesoporoso	0,6	438,9	0,56 (bulk)	69,3%	14
Carvão mineral (antracito)	0,7	-	1,41	-	5
Argila					
Não especificada	0,1-2,8	16,5	1,71	-	2;8
Bentonita	0,3-0,5	250	1,52	63%	15
Saponita	0,4-0,8	220	0,55	17%	16;17;18;19
Vermiculita	0,3-1	0,8	0,97	-	8
Cerâmica					
Não especificada	0,1-0,3	1,7	1,69	-	8
Grânulos de tijolo	0,5-0,8	-	2,13	38,20%	20
Cerâmica porosa	0,4-0,8	-	1,96	48,40%	20
Sílica					
Cristobalita	0,1-0,3	50,9	1,55	-	8
Perlita	0,9-1	6199-7010 m ² /m ³	2,13-2,95	-	21;22
Vidro sinterizado (SIRAN)	1,5-2	87000 m ² /m ³	1,832	50-60%	23;24
Sepiolita	0,25-0,6	-	2,3	-	22
Zeólita (alumino-silicato)	0,1-0,8	15,3	1,57-2,36	32-61%	8;25;26;27;28;29
Polímeros					
Polietileno	0,1-4	0,0166	0,267-0,93	-	30;31;32;33
Poliestireno	2,2 (h)x2,2 (d)		1,05	14,60%	34
Polipropileno	3-5	524mm ² /partícula	0,87	-	35;36
PVC	2	1800 m ² /m ³	1,45	40%	37
Rochas vulcânicas					
Cinza de vulcão	0,1-0,3	-	1,99	-	8
Pedra Pomes	0,25-1,4	-	1,764	-	37
Produzidos					
Biolite®	0,25-0,32	0,6	1,25	-	38
Extendsphere™	0,1-0,4	0,0355	0,7	-	31;39;40
Kaldness-K1		500 m ² /m ³	0,145		41

FONTE: o autor (2022)

NOTA: [1] Braga et al. (2015); [2] Oliveira et al. (2010); [3] Turan et al. (2005); [4] Balaguer et al. (1997); [5] Fox et al. (1990); [6] Haroun e Idris (2009); [7] Saravanane et al. (2001); [8] Kida et al. (1990); [9] Düppenbecker e Cornel (2016); [10] Shin et al. (2011); [11] Xing et al. (2010); [12] Fdz-Polanco et al. (2001); [13]; Huang et al. (2000); [14] Rangasamy et al. (2007); [15] Borja e Banks (1995); [16] Borja et al. (2004); [17] Borja et al. (2001); [18] Borja e Banks (1995)b; [19]; Fiestas et al. (1990); [20] Feng et al. (2015); [21] Sowmeyan e Swaminathan (2008); [22] Arnaiz et al. (2006); [23] Perez et al. (2007); [24] Perez et al. (2001); [25] Andalib et al. (2014); [26] Andalib et al. (2012); [27] Montalvo et al. (2010); [28] Fernández et al. (2008); [29] Kuba et al. (1990); [30] Reyes-Alvarado et al. (2017); [31] Alvarado-Lassman et al. (2008); [32] Celis-Garcia et al. (2007); [33] Castilla et al. (2000); [34] Siqueira et al. (2013); [35] Haribabu; Sivasubramanian (2014); [36] Papirio et al. (2013); [37] Jaafari et al. (2014); [38] Carbajo et al. (2010); [39] Arnaiz et al. (2007); [40] Arnaiz et al. (2003); [41] Yeshanew et al. (2016).

- superfície adequada para crescimento do biofilme: uma grande área de superfície específica é ideal para o crescimento do biofilme. Superfícies rugosas e com poros internos tendem a ser melhores para a adesão do biofilme do que superfícies lisas, pois protegem o biofilme do descolamento do suporte (BRYERS, 1987). Em alguns casos, não se observa o crescimento de material celular na superfície do grão, somente no interior dos poros, fendas ou rachaduras (PETROZZI et al., 1991; FENG et al., 2015). Em outros estudos, por outro lado, não se observou o crescimento microbiológico no interior dos poros, em função dos pequenos diâmetros das cavidades do suporte em relação aos microrganismos, com aproximadamente 200 Å e 1 a 4 µm, respectivamente (KIDA et al., 1990). Ainda, os microrganismos retidos no interior dos poros, ou dentro de um nicho microbiano, podem encontrar resistência difusiva ao fluxo de substratos (HUYSMAN et al., 1983);
- massa específica: a massa específica do suporte deve ser superior à do fluido para fluxo ascendente (ASLAM et al., 2018) e inferior à do fluido para fluxo descendente (REYES-ALVARADO et al., 2017);
- tamanho da partícula: o tamanho da partícula do material suporte implica desde questões hidráulicas até a quantidade de área disponível para crescimento. Quanto menor o diâmetro do material suporte, menor é a velocidade mínima de fluidização, o que causa menor requerimento energético. Os diâmetros podem ser calculados de diferentes formas: (i) pela média aritmética dos diâmetros de abertura superior e inferior das peneiras,; (ii) pelo diâmetro Sauter (CHEN et al., 1988) ou (iii) pelo diâmetro médio geométrico, como realizado por Boening e Larsen (1982), pela equação $d_g = (d_1 d_2)^{1/2}$, em que d_1 e d_2 são os diâmetros da abertura superior e inferior das peneiras que separam o material. Heijnen e colaboradores (1989) sugeriram o uso de material suporte na faixa de tamanho de 0,3 mm a 0,5 mm. Dos estudos apresentados no QUADRO 1, a faixa observada nos estudos variaram de 0,02 mm (HAROUN e IDRIS, 2009) a 5 mm (ANDALIB et al., 2012);
- resistência à tensão de cisalhamento: o material deve ser resistente ao fluxo para evitar seu arraste com o efluente, o que pode causar danos à bomba de recirculação, e da biomassa aderida (BRYERS, 1987; ALVES et al., 1999). Existem evidências de que maior força de cisalhamento, assim como o atrito entre as partículas, resulta em biofilmes mais finos e densos (CHANG et al., 1991; LIU e TAY, 2002). Ainda, foi observado que a turbulência causada pelo fluxo de biogás

através do reator leva ao cisalhamento do biofilme, o que compensa o seu crescimento, de modo que a espessura do biofilme é mantida (BOENING e LARSEN 1982; CHEN et al., 1985);

- material inerte: o material suporte deve ser inerte para não causar reações indesejáveis com o substrato ou com o biofilme aderido;
- custo e facilidade de obtenção: a areia é o material suporte mais utilizado em RanLF, principalmente pela facilidade de obtenção e baixo custo, mas também pelo sucesso do crescimento da biomassa em outros sistemas de biofilme aderido, como filtros, por exemplo (SWITZENBAUM et al., 1985).

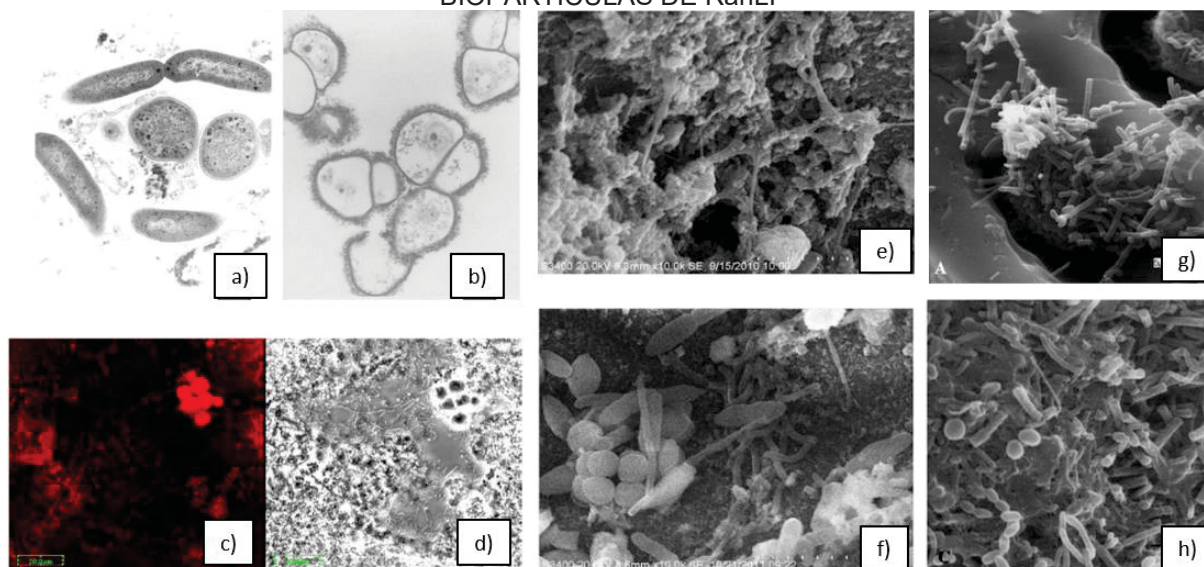
Uma forma de avaliar o crescimento dos microrganismos no material suporte é por microscopia. Song e colaboradores (2003) avaliaram o lodo anaeróbio por MEV e MET. Foi observado, a partir das micrografias eletrônicas de varredura, indício de crescimento de dentro para fora dos poros do suporte de poliuretano. Foi observada a total colonização da partícula (cilindro com 6mm de comprimento e 6 mm de diâmetro) após 45 dias, com espessura do biofilme de 1 mm a 2 mm. A partir das micrografias de transmissão, foi possível observar a diversidade de espécies e a estrutura da comunidade. Como se trata de uma técnica não molecular, não é possível afirmar quais os gêneros microbianos observados. Porém, formas típicas de *Methanothrix*, levemente curvada, com extremidade mais estreita; *Methanobacterium* sp., cadeia de bastões, e *Methanosarcina* sp., aglomerados, foram observadas, como apresentadas nas FIGURA 4a e 4b.

Zhang e colaboradores (2009) avaliaram por meio de MEV o biofilme gerado no tratamento de licor de milho, coproduto do processo da maceração do milho, sobre PVA como material suporte (grânulos de gel de álcool polivinílico). Os resultados foram, ainda, comparados aos obtidos pela técnica FISH (do inglês *Fluorescence in situ hybridization* - Hibridização *in situ* por fluorescência). A técnica de FISH permite visualizar e identificar células microbianas individuais no interior do seu microambiente natural ou artificial, como em reatores (MOTER e GÖBEL, 2000). Por meio da MEV, foram observadas a superfície e as cavidades do suporte, assim como a massa compacta de microrganismos e, a partir das condições observadas no interior dos poros, foi sugerido que a colonização do material suporte progrediu da superfície para o interior dos poros, diferente do observado por Song e colaboradores (2003). A resposta da fluorescência da técnica de FISH foi muito intensa, corroborando a

observação de grandes quantidades de biomassa. Foi sugerido também a abundância das arqueas metanogênicas, em função do desempenho estável do reator e da produção contínua de metano, com valor máximo observado de Y_{CH_4} de 0,24 $m^3_{CH_4}/kg_{DQ_{rem}}$. As FIGURAS 4c e 4d apresentam as imagens da FISH e da MEV, respectivamente.

Carbajo e colaboradores (2010) estudaram a formação do biofilme no material suporte Biolite™, utilizado para o tratamento de água residuária contendo fenol. Foi avaliada a estratificação do leito, com imagens de MEV da parte superior e inferior do reator, conforme apresentado nas FIGURAS 4g e 4h. Na parte inferior do reator, foi observada maior concentração de biomassa no interior dos poros, com a predominância de microrganismos de formas filamentosas. Ao contrário, no topo do reator, foi observada a formação do biofilme por toda a extensão do suporte, além de diversas morfologias microbianas, como por exemplo, cocos, cocobacilos, estreptobacilos e filamentosos.

FIGURA 4 - MICROGRAFIAS REALIZADAS POR DIFERENTES TÉCNICAS PARA BIOPARTÍCULAS DE RanLF



LEGENDA: a) e b) técnica de MET, fonte: Song et al. (2003); c) técnica de FISH e d) técnica de MEV, fonte: Zhang et al. (2009); e) técnica de MEV para o tijolo e f) cerâmica porosa, fonte: Feng et al. (2015); g) técnica de MEV aplicada a biopartícula do topo do leito e h) da parte inferior do leito, fonte: Carbajo et al. (2010).

Feng e colaboradores (2015) avaliaram a formação do biofilme sobre dois materiais suportes, pedaços de tijolo e cerâmica porosa, no tratamento de água residuária petroquímica. Não foi observada formação do biofilme na superfície dos suportes. Porém, no interior poroso, foi observada boa afinidade para imobilização da

biomassa microbiana. Para os pedaços de tijolos, após 34 dias, foi observada uma concentração de SAV de 9,3 mg_{SSV}/g_{sup}. Para a cerâmica porosa, após 18 dias, foi observada a concentração de SAV 13,5 mg_{SSV}/g_{sup}. Nas FIGURAS 4e e 4f são apresentadas a formação de biofilme em ambos os suportes. Os melhores resultados, maior concentração de sólidos voláteis e menor tempo de formação do biofilme, são atribuídos à maior porosidade, maior rugosidade e maior diâmetro dos poros da cerâmica porosa.

Outro método para a avaliação da biomassa gerada em reatores anaeróbios é o teste da atividade metanogênica específica (AME). Andalib e colaboradores (2014) avaliaram a biomassa presente no RanLF por meio da AME para o tratamento de i) lodo primário de estação de tratamento de esgoto e ii) vinhaça da produção de bioetanol. Os autores utilizaram ácido acético como substrato no teste da AME. Foram observados os valores máximos de produção de metano de 508 mL_{CH₄}/g_{SSV} e de 405 mL_{CH₄}/g_{SSV}, para o lodo primário e vinhaça, respectivamente. Por vezes, avalia-se a atividade específica do lodo, a partir da degradação de matéria orgânica por massa de sólidos voláteis em um período de tempo. Zitomer e Tonuk (2003), por exemplo, observaram valores na faixa de 0,58 a 0,61 g_{DQOrem}/g_{SV}.d, para um RanLF que tratou efluente industrial. Celis-Garcia e colaboradores (2007) obtiveram valor superior, porém utilizando propionato como substrato para o teste da AME. O resultado foi de 0,72 g_{DQO}/g_{SSV}.d, para um RanLF aplicado ao tratamento de água sintética na presença de sulfato. Alvarado-Lassman e colaboradores (2008) observaram valor similar de 0,71 g_{DQO}/g_{SVT}.d, para um lodo de RanLF no tratamento de efluente de cervejaria, medido para a COV de 70 kg DQO/m³.d.

2.1.4 Fluidização do leito e velocidade de operação

A fluidização do leito está associada à velocidade superficial aplicada ao sistema, assim como o material suporte utilizado. É uma das principais variáveis para o aumento de escala de um RanLF, pois estabelece o tempo de residência da matéria orgânica na zona de degradação e está diretamente relacionada ao custo de bombeamento do processo (DIEZ BLANCO et al., 1995). Quanto maior a velocidade, maior é a tendência de fluidização do leito e, portanto, maior a agitação do material suporte. Está relacionada com a geração, manutenção e arraste do biofilme, assim como na eficiência na redução da matéria orgânica.

A intensidade de fluidização (IF) é medida pela altura ou pelo volume do leito fluidizado em relação ao do leito inicialmente estático. Abaixo de 20% de fluidização, o sistema é considerado “leito expandido” (JEWELL et al., 1981; DENAC e DUNN, 1988), com pouca agitação do leito. Entretanto, alguns trabalhos usam o termo leito fluidizado mesmo quando se aplicam IF abaixo de 20% (PEREZ et al., 2007; PAPIRIO et al., 2013). Outras pesquisas avaliam a IF em relação à altura ou volume do reator (CELIS-GARCIA et al., 2007; ALVARADO-LASSMAN et al., 2008), podendo atingir, neste caso, o máximo de 100% de fluidização.

Nas pesquisas em RanLF, dos últimos 20 anos, foram aplicadas diversas velocidades superficiais para diferentes materiais suportes. Velocidades inferiores a 1 m/h foram aplicadas, como realizado por Alvarado-Lassman e colaboradores (2008), com velocidade de 0,9 m/h para os materiais suportes Extendsphere™ e polietileno, porém a expansão alcançada foi de somente 10%. A maior velocidade reportada foi de 122 m/h, aplicada por Reyes-Alvarado e colaboradores (2017), também com polietileno como material suporte, porém a IF não foi informada.

Outra informação importante para o estudo e *scale-up* do RanLF é a razão de recirculação RR (vazão de recirculação/vazão de entrada). Para uma dada vazão de alimentação, altos valores de RR sugerem que o RanLF atinge alto grau de mistura, porém exige maior consumo energético da bomba de recirculação. Para baixas RR, menor grau de mistura é alcançado. Os valores de RR aplicados nas pesquisas variam consideravelmente, entre valores de 3 (SHIN et al., 2011) a 738 (GULSEN eTURAN 2004), com grande parte dos estudos apresentando valores na faixa de 300. Porém, em estudos com reatores em escala de bancada e baixa relação H/D, valores mais elevados de RR podem ser observados, pois com o aumento do diâmetro é necessária uma maior vazão de recirculação para se alcançar determinada velocidade de fluidização (BELLO et al., 2017).

A velocidade superficial e a intensidade de fluidização também estão associados ao desenvolvimento do biofilme no RanLF. Maiores velocidades e vazões de recirculação provocam melhor mistura e contato entre o substrato e a biopartícula. Porém, maiores velocidades podem provocar o desprendimento do biofilme e arraste de material biológico ou, até mesmo, do material suporte (HEIJNEN et al., 1989). Testes hidráulicos devem ser realizados para determinar as melhores condições hidrodinâmicas para o reator (HUANG et al., 2000; ALVARADO-LASSMAN et al., 2008; JAAFARI et al., 2014). Chen e colaboradores (1988) observaram que para

baixas COVs existe um balanço entre os processos de desprendimento do biofilme, induzido pela geração do biogás, e crescimento, pela redução de DQO. Para COVs maiores, o controle da fluidização foi necessária, para remover o excesso da biomassa.

Fernández e colaboradores (2008) avaliaram o impacto da intensidade de fluidização, em conjunto com o aumento da COV e do diâmetro do material suporte, sobre o desempenho de um RanLF. Foi observado que a E_{DQO} não foi alterada significativamente com a variação de 20% para 40% da IF, porém, a produção de metano aumentou, aproximadamente, de 0,5 L_{CH_4}/d para 1 L_{CH_4}/d .

Xing e colaboradores (2010) utilizaram o RanLF, no tratamento de água residuária sintética, com carvão ativado de material suporte. Encontraram relação diretamente proporcional entre a concentração de SAV e a IF. O crescimento foi de 1,75 g/L para 3,15 g/L, para as IF de 11% e 20%, respectivamente. A E_{DQO} reduziu de 45% para 20%, para as COV de 21,6 e 54 kg DQO/ $m^3.d$, respectivamente.

Alvarado-Lassman e colaboradores (2008) apresentaram as IF em relação à altura do reator. Avaliaram principalmente o rendimento de dois RanLF inversos, na remoção de matéria orgânica, em relação a dois fatores: quantidade de material suporte inoculado e velocidade superficial aplicada. Um reator utilizou o suporte Extendsphere™ e o outro polietileno triturado. Foi concluído que, entre os dois fatores, o último exerceu impacto maior no rendimento do reator. Obtiveram mais que 90% de E_{DQO} ao longo de todo o processo, com COV de até 70 kg DQO/ $m^3.d$. Para ambos reatores, a quantidade ótima de suporte inoculado foi 25% do volume ativo, com velocidade de fluidização menor que 6 m/h. Utilizar mais que 30% de material suporte e velocidades superiores a 3 m/h causou arraste considerável de material suporte. A colonização superficial não excedeu 40% da área do polietileno, mas foi de 100% para a Extendsphere™. Já Papirio e colaboradores (2013), em um RanLF com fluxo inverso e com *pellets* de polipropileno como material suporte, operaram com 10% de expansão e observaram que a adesão dos microrganismos não foi satisfatória em intensidades de fluidização maiores.

Shin e colaboradores. (2011) utilizaram diferentes IF em RanLF, de 240% a 400%. Essas diferentes IF foram realizadas para controlar a relação OD/DQO (oxigênio dissolvido/DQO) e observar o impacto no rendimento do RanLF no tratamento de água sintética. Para razões de OD/DQO de 0,05, com IF de 300-340%, foram observados E_{DQO} de 93%, com Y_{CH_4} de 97 $mL_{CH_4}/gDQO_{adic}$ e composição do

biogás gerado com 62% de metano. Com o aumento da razão OD/DQO para 0,13, a produção de biogás foi praticamente inibida, e E_{DQO} reduziu para 84%.

Jaafari e colaboradores (2014) avaliaram três velocidades ascensionais diferentes, 30 m/h, 45 m/h e 60 m/h, em um RanLF com PVC de material suporte. A concentração de SAV diminuiu com o aumento da velocidade e da COV. Para a velocidade 30 m/h, e com aumento da COV de 9,4 para 24,2 kg DQO/m³.d, a concentração de SAV foi de 20,2 g/L para 16,7 g/L, respectivamente. Para a velocidade de 60 m/h, com as mesmas COVs aplicadas, a concentração de SAV reduziu de 12,1 g/L para 10,8 g/L. A espessura do biofilme foi maior para a menor velocidade aplicada, de 30 m/h, com média de 325 µm. Para a velocidade de 60 m/h, a espessura média foi de 225 µm. Em relação a eficiência de remoção de matéria orgânica, ela reduziu com o aumento da COV, e foi sempre maior para a velocidade intermediária de 45 m/h. Para este caso, a E_{DQO} foi de 95% para 80% com aumento da COV.

Além dos parâmetros apresentados até o momento, existem aqueles que impactam diretamente sobre a digestão anaeróbia, e conseqüentemente, no desempenho do RanLF. Eles serão discutidos na seqüência.

2.1.5 Parâmetros físicos e químicos e a digestão anaeróbia

Para tratamento eficiente em um RanLF, é importante que se atenda as certas condições anaeróbias. McCarty (1964) apresentou as etapas da digestão anaeróbia e apontou as principais exigências de um sistema anaeróbio para tratamento de águas residuárias, complementado por diversos estudos (LAWRENCE e MCCARTY, 1969; SPEECE, 1983; GUJER e ZEHNDER, 1983; PAVLOSTATHIS e GOMEZ, 1991). Resumidamente, na digestão anaeróbia, a matéria orgânica é degradada a metano (CH₄) e dióxido de carbono (CO₂) por diversos grupos de microrganismos, e suas etapas apresentadas na seqüência.

2.1.5.1 Digestão anaeróbia

O esquema da digestão anaeróbia é apresentado na FIGURA 5, cuja etapas são:

a) Hidrólise: nesta etapa, as bactérias hidrolíticas reduzem as moléculas complexas, como proteínas, carboidratos e lipídeos a moléculas mais simples, por meio da secreção de enzimas extracelulares, visto que os microrganismos não são capazes de assimilar matéria orgânica particulada (PAVLOSTATHIS e GOMEZ, 1991). Os produtos de hidrólise são ácidos orgânicos mais simples e solúveis, que podem, então, ser assimilados através das paredes celulares e membranas das bactérias, como açúcares, ácidos graxos de cadeia longa e aminoácidos.

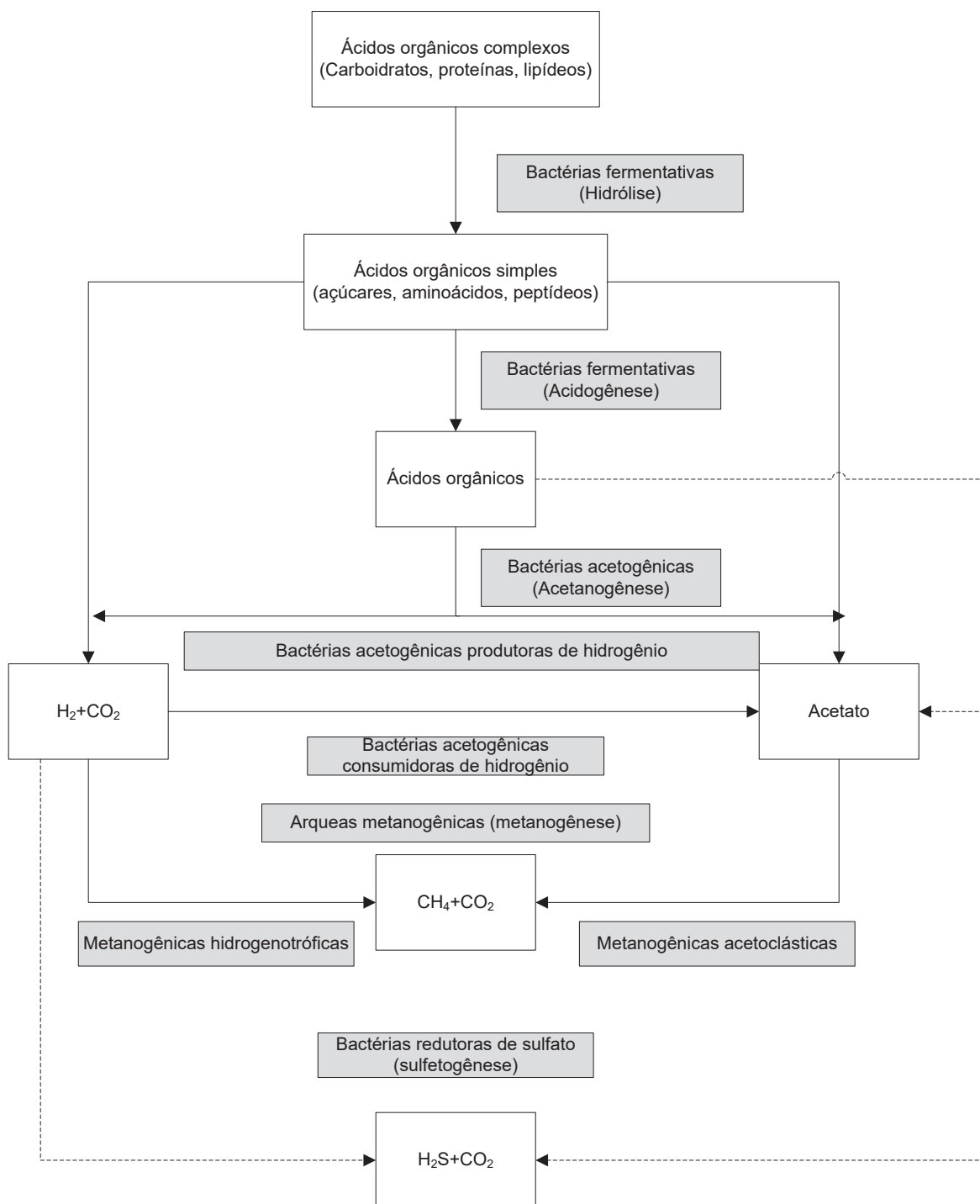
A taxa de transformação do processo de hidrólise depende de parâmetros como tamanho da partícula e composição do substrato, pH, entre outros. Os microrganismos envolvidos nesta etapa são, principalmente, do gênero *Streptococcus* e *Enterobacter* (BRYANT, 1979). A hidrólise pode ser a etapa limitante da digestão anaeróbia, dependendo da relação entre microrganismos hidrolíticos para microrganismos metanogênicos (MA et al., 2013). Em reatores anaeróbios, quantitativamente, existe uma concentração celular de 10^8 a 10^9 bactérias hidrolíticas/mL, que engloba tanto anaeróbias facultativas como obrigatórias (ANDERSON et al., 2003).

b) Acidogênese: Os produtos solúveis da etapa de hidrólise são transformados principalmente a H_2 , acetato, CO_2 e ácidos orgânicos de cadeia curta, também denominados ácidos graxos voláteis (AGV), como o butírico, o propiônico, acético e o fórmico, via metabolismo fermentativo. Esta etapa pode ocorrer por duas rotas: i) a transformação direta dos ácidos orgânicos simples para CO_2 , H_2 e acetato; ou ii) a transformação dos ácidos orgânicos simples a AGV, compostos que não são assimilados pelas arqueas metanogênicas, que são os microrganismos da etapa final da digestão anaeróbia. Esses compostos passam por uma etapa intermediária, chamada de acetogênese, discutida no próximo tópico.

Em relação à cinética das reações bioquímicas, as bactérias fermentativas acidogênicas apresentam taxa de crescimento muito mais rápida quando comparada a outros organismos do consórcio microbiano (MCINERNEY, 1999).

Em reatores anaeróbios, utilizados para o tratamento de águas residuárias, observam-se, principalmente, os seguintes gêneros de bactérias acidogênicas: *Clostridium*, *Bacteroides*, *Ruminococcus*, *Butyribacterium*, *Propionibacterium*, *Bacillus*, *Micrococcus*, entre outras.

FIGURA 5 - ETAPAS DA DIGESTÃO ANAERÓBIA



FONTE: Modificado de McInerney e Bryant (1981)

c) **Acetogênese**: nesta etapa, ocorre a conversão dos AGV a acetato, CO₂ e H₂, por bactérias produtoras e redutoras de hidrogênio. Nessa etapa, os gêneros de bactérias envolvidos são *Syntrophobacter* e *Syntrophomonas* (MCINERNEY, 1999).

A produção de hidrogênio pode resultar em efeitos inibitórios para os microrganismos acetogênicos, dependendo da água residuária utilizada. Dessa forma, é necessária uma relação sintrófica entre os microrganismos acetogênicos e os metanogênicos consumidores de hidrogênio, para que a digestão anaeróbia prossiga (SCHINK, 1997). Por esse motivo, os microrganismos desta etapa são conhecidos como bactérias sintróficas acetogênicas.

d) Metanogênese: etapa final da conversão de compostos orgânicos a CH_4 e CO_2 , realizada por microrganismos denominados arqueas metanogênicas. São separados em dois grupos estritamente anaeróbios: i) as hidrogenotróficas, que utilizam o H_2 e, em alguns casos, o formato (COOH^-) para reduzir CO_2 a CH_4 , e ii) as acetoclásticas, que metabolizam acetato (CH_3COO^-) a CO_2 e CH_4 .

Os principais gêneros das metanogênicas acetoclásticas são a *Methanosarcina* e a *Methanotrix*. São responsáveis por cerca de 70% da produção de metano. Para as metanogênicas hidrogenotróficas, os gêneros encontrados em reatores anaeróbios são o das *Methanobacterium*, das *Methanospirillum*, das *Methanobrevibacter*, das *Methanoculleus* e das *Methanocorpusculum* (BOONE et al., 1993).

Em relação à cinética dos processos bioquímicos, os valores da constante de saturação, que indicam a concentração do substrato na qual os microrganismos estariam em 50% do seu crescimento máximo, é sugerido que os microrganismos metanogênicos, por terem crescimento lento, são facilmente inibidos (ANDERSON et al., 2003), o que pode causar acúmulo de compostos das fases anteriores. Dessa maneira, a metanogênese é, geralmente, a etapa limitante da digestão anaeróbia.

e) Sulfetogênese: em águas residuárias com alto teor de sulfato, a metanogênese não é a etapa reacional final de recepção de elétrons. Neste caso, a matéria orgânica é preferencialmente oxidada a CO_2 com redução de sulfato (SO_4^{2-}) a sulfeto (S_2^-), etapa conhecida como sulfetogênese. Conseqüentemente, pode ser a etapa limitante da digestão anaeróbia, e até inibitória. Assim como na acidogênese, diversos grupos metabólicos estão envolvidos nesta etapa, com as bactérias redutoras de sulfato existindo em relação de simbiose com os demais microrganismos (BRYANT, 1979).

2.1.5.2 Requisitos ambientais e inibidores do processo anaeróbio em sistemas de tratamento

Para que a digestão anaeróbia ocorra com sucesso, é necessário que o sistema alcance condições físicas e químicas adequadas. Os principais parâmetros de interesse para o acompanhamento do tratamento anaeróbio estão relacionados à concentração de matéria orgânica afluyente; ao controle da temperatura, do crescimento e da diversidade dos microrganismos; à exigência de nutrientes; à relação alcalinidade total/acidez volátil; à capacidade de geração de biogás e à presença de substâncias tóxicas (MCINERNEY, 1999).

A temperatura é um fator físico com impacto para a seleção das espécies de microrganismos. Ela afeta as constantes de equilíbrio químico e bioquímico e altera valores dos parâmetros de controle como o pH e a condição de tamponamento do sistema. As faixas ótimas de operação estão entre 29 e 38 °C e 49 e 57 °C, para sistemas na faixa mesofílica e termofílica, respectivamente (MCCARTY, 1964). Segundo Boone e colaboradores (1993), apenas poucas arqueas metanogênicas apresentam crescimento ótimo em temperaturas menores do que 30 °C. Deve ser salientado que, para temperaturas menores do que 15°C, a taxa de crescimento das arqueas metanogênicas é severamente afetada (VAN LIER et al., 1997).

Porém, muitos trabalhos em RanLF avaliaram o tratamento sem atender essas exigências, ou o objetivo foi avaliar a resposta do reator a tais choques de temperatura. Algumas pesquisas avaliaram o tratamento em RanLF em temperaturas abaixo da faixa mesofílica (BOENING e LARSEN, 1982; TOLDRÁ et al., 1987; ZITOMER e TONUUK, 2003; PAPIRIO et al., 2013; FENG et al., 2015; DÜPPENBECKER e CORNEL, 2016; LABARGE et al., 2016).

Boening e Larsen (1982) avaliaram as temperaturas de 15 °C, 25°C e 35°C em RanLF com água sintética. Foi observado a redução da E_{DQO} com a redução da temperatura. Por exemplo, para o TDH de 0,4 dias, e CE_{DQO} de 3 g/L, foram observadas E_{DQO} de 95%, 70% e 30%, para as temperaturas de 35°C, 25°C e 15°C, respectivamente. A Y_{CH_4} também foi menor com a redução da temperatura. Os valores observados de Y_{CH_4} foram de 0,396 $m^3_{CH_4}/kgDQO_{rem}$ (valor acima do máximo teórico, mas considerado como o limite pelos autores) e 0,102 $m^3_{CH_4}/kgDQO_{rem}$, para as temperaturas de 35°C e 15°C, respectivamente. Porém, foi observado que a eficiência para baixas temperaturas pode ser aumentada com TDH maiores e concentrações

menores de substrato. Para a temperatura de 15°C, houve o aumento da E_{DQO} de 30% para 55%, mantendo a CE_{DQO} em 3 g/L e aumentando o TDH para 0,58 dias.

Toldrá e colaboradores (1987) avaliaram um RanLF no tratamento de três efluentes industriais, de matadouro, laticínios e cervejaria. Foram avaliadas duas temperaturas (35°C e 20°C) e quatro TDH (8h, 6h, 4h e 2h). A E_{DQO} foi similar para o efluente de matadouro, para as duas temperaturas, na faixa de 30-80% com a redução do TDH. Já para os efluentes de laticínios e cervejaria, a E_{DQO} foi afetada pela mudança de temperatura. Para o primeiro, a E_{DQO} foi de 30%-50% e 40-80%, para as temperaturas de 20°C e 35 °C, respectivamente, e 10%-30% e 40%-45% para o segundo. Düppenbecker e Cornel (2016) avaliaram o tratamento de esgoto municipal em RanLF, com temperatura de 20 °C, e obtiveram E_{DQO} médio de 62%, entre a COV de 3,8 a 8,5 kg DQO/m³.d (TDH entre 3h e 1,4 h), menor que o esperado para esse tipo de efluente, como encontrado por Castilla e colaboradores (2000), na faixa de 80-96%, com COV aumentando de 5,88 kg DQO/m³.d para 32 kg DQO/m³.d.

Outros autores ainda trabalharam na faixa termofílica, com temperatura entre 49-57°C (PEREZ et al., 2001; PEREZ et al., 2007). Perez e colaboradores (2007) operaram um RanLF, no tratamento de efluente de óleo de corte, com temperatura de 55°C. Observaram E_{DQO} máximo de 95%, com COV de 13 kg DQO/m³.d e TDH de 5 horas, e chegando até $E_{DQO} \sim 70\%$, para a COV de 51 kg DQO/m³.d e HRT de 2 horas.

Em relação ao pH, para o processo anaeróbio, a condição ótima está na faixa entre 6,8 e 7,2 (BOONE et al., 1993). Apesar da afirmação que uma faixa ótima de pH deva ser considerada para o tratamento anaeróbio de águas residuárias, Braga (1989) e Rocha (2011) obtiveram resultados satisfatórios em relação a E_{DQO} de 95% e 60%, respectivamente, fora desta faixa. A primeira, operou um RanLF para o tratamento de efluente de cervejaria e, a segunda, um reator anaeróbio sequencial em batelada utilizado para o tratamento de lixiviado de aterro sanitário, ambos com pH acima de 8,5.

Porém, os valores do pH podem ser uma avaliação tardia das condições operacionais do sistema, não sendo um parâmetro efetivo de controle de estabilidade do sistema. Assim, para acompanhar a capacidade de tamponamento de um reator anaeróbio, e avaliar a sua estabilidade, é utilizada as relações AT/AVT e AI/AP, em que os limites para essas relações foram apresentados anteriormente na seção 2.1. Morais (2016) avaliou essas relações na adaptação de inóculo ao lixiviado de aterro sanitário, em três reatores estáticos de bancada. Por mais de 400 dias, foram

observados valores médios superiores a 7,7 e inferiores a 0,21 para a relação AT/AVT e AI/AP, respectivamente, o que indicou estabilidade no reator.

Em vários estudos de RanLF considerados estáveis, os valores para a relação AT/AVT ficaram na faixa de 2,5-10 (PEREZ et al., 2007; ANDALIB et al., 2014). Para a relação AI/AP, Motta-Marques e colaboradores (1990), operando um RanLF no tratamento de laticínios, obtiveram boa E_{DQO} (~75%), mesmo com valores para essa relação entre 0,4 e 2,2, bem superiores ao limite de 0,3 (RIPLEY et al., 1986). Já Balaguer e colaboradores (1991) consideraram estável o RanLF com valores oscilando entre 0,17 e 0,34, no tratamento de vinhaça.

Outro fator importante a ser considerado em processos biológicos é o fornecimento de nutrientes. A insuficiência de nitrogênio e de fósforo está associada à limitação do processo para a metabolização da matéria orgânica. Uma estimativa aproximada da quantidade necessária de nutrientes pode ser obtida a partir da composição e crescimento bacteriano (SPEECE, 1983; LETTINGA, 1995). Henze e Harremoes (1983) recomendam uma relação de C-N-P de 350:7:1, baseado em resultados de McCarty (1964) e Speece (1983). Denac e Dunn (1988) utilizaram a relação 600:7:1, enquanto Cresson e colaboradores (2007) utilizaram 400:7:1 e Carbajo e colaboradores (2010) utilizaram 100:7:1. Os esgotos domésticos tendem a atender a esta exigência, entretanto, para as águas residuárias industriais, normalmente existe a necessidade da complementação de um ou ambos os nutrientes (MCCARTY, 1964). Soluções de NH_4Cl , NH_4HCO_3 , K_2HPO_4 e KH_2PO_4 são utilizadas para manter a relação de C-N-P (DENAC e DUNN, 1988; YESHANEW et al., 2016). Para atender as necessidades de micronutrientes, diferentes composições/relações de micronutrientes são utilizadas (JAAFARI et al., 2014; AMORIM et al., 2015; FENG et al., 2015).

Ainda, para um processo anaeróbio eficiente, é necessário que o despejo esteja livre de materiais nocivos, como, por exemplo, o oxigênio, o qual, mesmo em quantidades mínimas, é prejudicial às arqueas metanogênicas. Outros materiais podem ser tóxicos e inibitórios, em função da concentração presente. Chen e colaboradores (2008) reuniram os principais inibidores da digestão anaeróbia. Entre eles podem ser citados:

- o *nitrogênio amoniacal*: de acordo com esses autores, há uma ampla faixa de concentração de inibição pelo nitrogênio amoniacal, com valores variando de 1,7 g/L a 14 g/L, que estão associados à redução de 50% da produção de CH_4 . Essa

faixa de concentração de inibição é atribuída aos diferentes substratos e procedimentos de inoculação, as condições ambientais e o tempo de aclimação (BAERE et al., 1984; HASHIMOTO, 1986). Por outro lado, de acordo com Zickefoose e Hayes (1976), concentrações de nitrogênio amoniacal entre 1,5 g/L e 3 g/L podem ser inibidoras do processo anaeróbio. Para concentrações superiores a 3 g/L, de acordo com os autores, a amônia torna-se tóxica e causa instabilidade no reator, com menor produção de metano, independentemente do pH;

- *Enxofre*: O sulfato é um constituinte comum em águas residuárias. A competição por substratos orgânicos e inorgânicos dos microrganismos redutores de sulfato, com as arqueas metanogênicas, é a primeira forma de inibição da digestão anaeróbia. A segunda forma de inibição é que certas concentrações de sulfito são tóxicas para diversos grupos de bactérias (CHEN et al., 2008).
- *Compostos orgânicos*: Substâncias que são pouco solúveis na água ou que adsorvem na superfície do lodo podem acumular no reator e se tornarem tóxicos para a digestão anaeróbia. Alguns exemplos são alquilbenzenos, benzenos halogenados, fenóis, álcoois, entre outros.
- os *metais*: os principais íons de metais alcalinos são o sódio, o cálcio, o potássio e o magnésio. Baixas concentrações desses íons estimulam o crescimento da população bacteriana, enquanto uma faixa maior pode ser considerada fortemente inibidora. Na TABELA 3 são apresentadas as faixas de concentrações inibidora e estimulante do processo anaeróbio por metais alcalinos. Mesmo em pequenas concentrações, a presença de metais como o cromo, o ferro, o cobalto, o zinco, o cádmio e o níquel, dependendo das suas concentrações, podem ser inibidoras para a estabilidade dos sistemas anaeróbios, pois pode ocorrer o acúmulo desses elementos no processo (JIN et al., 1998).

TABELA 3 - CONCENTRAÇÕES ESTIMULANTES E INIBIDORAS PARA O CRESCIMENTO DOS MICRORGANISMOS ANAERÓBIOS

Cátion	Estimulante (mg/L)	Levemente inibidora (mg/L)	Fortemente inibidora (mg/L)
Sódio	100-200	3500-5500	8000
Potássio	200-400	2500-4500	12000
Cálcio	100-200	2500-4500	8000
Magnésio	75-150	1000-1500	3000

FONTE: Traduzido de Zickefoose e Hayes (1976)

2.1.6 Partida do RanLF

O período de *start-up* ou de partida de um RanLF é a principal e mais longa etapa em um processo de tratamento de águas residuárias, além do menos compreendido e do mais complexo de controlar, em função da complexidade e diversidade dos fenômenos envolvidos durante a formação do biofilme (BULL et al., 1983; MICHAUD et al., 2002).

Nessa etapa são avaliadas a estabilidade e a adaptação da microbiota ao substrato. É o tempo necessário para seleção e arranjo espacial das cepas bacterianas mais aptas de um consórcio em contato com um substrato (HEPPNER et al., 1992). Nesse processo dinâmico, vários parâmetros físicos, químicos e biológicos, assim como condições operacionais, são de elevada relevância, como condições hidrodinâmicas (DIEZ BLANCO et al., 1995; BUFFIERE et al., 1995; CRESSON et al., 2006), natureza e quantidade de material suporte (ARNAIZ et al., 2006; HABOUZIT et al., 2014), composição de substrato (GORRIS et al., 1988; YESHANEW et al., 2016), fonte e quantidade de inóculo (SREEKRISHNAN et al., 1991; LABARGE et al., 2016) além da presença de componentes inibidores (PETROZZI et al., 1993; CHEN et al., 2008). O entendimento mais profundo dos vários fatores que afetam o processo de *start-up* é essencial para o desenvolvimento da configuração otimizada do RanLF (YESHANEW et al., 2016).

A obtenção de um biofilme maduro e estável pode demorar vários meses, de 2 a 9 meses (LAUWERS et al., 1990; HSU e SHIEH 1993; ESCUDIÉ et al., 2011). Porém, estudos desenvolveram e aceleraram a partida do RanLF, com períodos de 20 dias (HAROUN e IDRIS, 2009) e 32 dias (CARBAJO et al., 2010), com utilização de substratos sintéticos que estimulam o crescimento da microbiota anaeróbia, como metanol e glicose, e operação inicial do reator em sistema fechado, ou batelada. As técnicas aplicadas para uma partida mais rápida e estável serão discutidas ao longo do texto.

A primeira etapa de partida do reator é o processo de inoculação, em que ocorre a adesão inicial das células microbianas ao material suporte. Em seguida, vem o período de aclimação, no qual ocorre a maturação do biofilme e, conseqüentemente, o aumento da eficiência do RanLF no tratamento, até a condição pré-determinada como ideal para operação contínua.

2.1.6.1 Inoculação

Resumidamente, a inoculação é a etapa de preenchimento do RanLF com material suporte, substrato e inóculo, e o desenvolvimento inicial do biofilme. Alguns autores consideram a etapa de inoculação como a partida do reator propriamente dito (RANGASAMY et al., 2007; PAPIRIO et al., 2013). Porém, a maioria dos estudos considera apenas como parte do período de *start-up*. É nessa etapa que são realizadas alguns testes hidráulicos no reator, como a verificação da vedação de toda a tubulação do sistema (ANDALIB et al., 2014). Também é nessa etapa que usualmente são executadas, para reatores em escala de bancada e piloto, algumas ações, como cobrir o reator com alumínio para evitar o crescimento de algas (BRAGA, 1989; LABARGE et al., 2016), a lavagem do material suporte com ácido fluorídrico para remover resíduos orgânicos do material (CHANG et al., 1991) e aspersão de argônio ou de nitrogênio para garantir a condição anaeróbia no início do processo (STRONACH et al., 1987; YESHANEW et al., 2016).

Geralmente, o inóculo para o RanLF é coletado de alguma estação de tratamento de águas residuárias, e não necessariamente do mesmo substrato que irá operar o RanLF. Podem ser originados de reatores anaeróbios que tratam águas residuárias (SIQUEIRA et al., 2013; BRAGA et al., 2015) ou de digestores do lodo de estações de tratamento (ANDALIB et al., 2014; REYES-ALVARADO et al., 2017). De modo geral, são avaliados pelas suas concentrações de sólidos voláteis totais e/ou sólidos suspensos voláteis. Para reatores anaeróbios, são observadas concentrações de inóculo na faixa de 15 g_{SSV}/L (BORJA et al., 2004) até em torno de 36 g_{SVT}/L (OLIVEIRA et al., 2010; BRAGA et al., 2015), enquanto para digestores na faixa de 13,3 g_{SSV}/L (ANDALIB et al., 2014) até 104 g_{SVT}/L (FERNÁNDEZ et al., 2008). A maior parte dos estudos de RanLF tem utilizado inóculo de digestores, principalmente pela maior concentração média de sólidos voláteis. Ainda, Jaafari e colaboradores (2014) inocularam o RanLF com lodo aeróbio de um sistema de lodo ativado, com concentração de 16,9 g_{SSV}/L.

O inóculo bruto, em função da sua origem, pode conter impurezas que são indesejadas no reator, e podem ser removidas por centrifugação e filtração antes da inoculação (YESHANEW et al., 2016). Dependendo da origem, deve ser peneirado para desagregar os grânulos já formados que dificultam a adesão ao material suporte.

Celis-Garcia e colaboradores (2007) desagregaram o lodo granular, proveniente de reator UASB, pressionando-o através de uma seringa, sob atmosfera de nitrogênio.

A quantidade de inóculo adicionada ao reator, por muitas vezes, não é informado nos trabalhos. Geralmente é indicado o volume de inóculo adicionado em relação ao volume do reator, mas também pode ser fornecido em relação ao volume de substrato (SIQUEIRA et al., 2013; LABARGE et al., 2016). Podem variar de 1% (volume de inóculo/volume de reator) (PAPIRIO et al., 2013) a todo o volume do reator (ANDALIB et al., 2012).

Outra informação indispensável para a avaliação do RanLF é a quantidade adicionada de material suporte. A quantidade influencia na área disponível para o crescimento do biofilme, nas intensidades de fluidização do reator e na possibilidade de arraste. Não existe padronização sobre a forma de cálculo, entretanto, alguns autores o expressam como o volume adicionado de material suporte (YODA et al., 1987; REYES-ALVARADO et al., 2017), ou altura e volume de suporte ocupado no reator (CHEN et al., 1985; BRAGA, 1989; SIQUEIRA et al., 2013; FENG et al., 2015). Por vezes, a quantidade de material suporte é fornecida pela sua massa adicionada (PÉREZ et al., 1999; BRAGA et al., 2015). A faixa observada, de volume útil do reator ocupado pelo suporte, varia bastante nas pesquisas, de 6% (HUANG et al., 2000) a 60% (SONG et al., 2003). Para a massa de suporte por volume de reator, observam-se valores na faixa de 42,7 g/L (HUANG et al., 2000) a 2000 g/L (SARAVANANE et al., 2001). Detalhes do tipo de material suporte utilizados no RanLF foram discutidos na seção 2.1.3.

Existem algumas práticas para a inoculação, porém, as mais comumente utilizadas são operar o RanLF em batelada, sistema fechado ou até mesmo utilizar o material suporte, ou o lodo anaeróbio, de um processo já em operação, denominado aqui de previamente aclimatado. Alguns estudos de inoculação e os respectivos períodos de operação são apresentados na TABELA 4, e discutidos na sequência. Foram identificados como sistemas em batelada as operações em que não foi especificado se houve recirculação do substrato durante a inoculação, ao contrário do sistema fechado, em que houve recirculação do material pelo reator.

O período de operação em sistema fechado/batelada é escolhido empiricamente e pode variar de dias a meses. Acredita-se que um longo tempo de contato (TDH) entre um inóculo concentrado e o material suporte favorece o crescimento do biofilme (ESCUDIÉ et al., 2011). O tempo de contato aplicado durante

esse período é de, geralmente, um a dois dias, ou até que certa condição seja atingida, por exemplo, certa percentagem de remoção de matéria orgânica. Posteriormente, o substrato digerido é substituído por um novo substrato. Porém, Cresson e colaboradores (2006) observaram que, após somente 12 horas de inoculação em batelada e por meio de técnicas de biologia molecular, o biofilme gerado era muito similar ao inóculo alimentado. Alguns RanLFs, no entanto, operam desde o princípio em operação contínua, como realizado por Reyes-Alvarado e colaboradores (2017).

TABELA 4 - PRÁTICAS DE INOCULAÇÃO APLICADAS A RanLF

Inoculação	Período	Referências
Sistema fechado	7-45 d	Chen et al. (1988); Anderson et al. (1990); Saravanane et al. (2001); Arnaiz et al. (2003); Rangasamy et al. (2007); Oliveira et al. (2010); Andalib et al. (2012); Siqueira et al. (2013); Braga. et al. (2015)
Batelada	7-126 d	Perez et al. (2001); Cresson et al. (2006); Fernández et al. (2007); Celis-Garcia et al. (2007); Fernández et al. (2008); Alvarado-Lassman et al. (2008); Montalvo et al. (2010); Shin et al. (2011); Papirio et al. (2013); Jaafari et al. (2014); Yeshanew et al. (2016)
Prev. aclimatado	Meses-anos	Toldrá et al. (1987); Chen et al. (1988); Lauwers et al. (1990); Perez et al. (2007); Celis-Garcia et al. (2007); Zhang et al. (2009); Carbajo et al. (2010); Düppenbecker e Cornel (2016)

FONTE: o autor (2022)

Alvarado-Lassman e colaboradores (2008) operaram dois RanLF inversos, ambos inoculados com lodo anaeróbio granular. Para o reator 1, 48 ciclos de batelada foram realizados ao longo de 225 dias. Para o reator 2, foram 10 ciclos ao longo de 115 dias. O critério final para o encerramento de cada ciclo foi a remoção de 80% da DQO de entrada. Siqueira e colaboradores (2013) operaram um reator em sistema fechado por 14 dias, com 10% de inóculo, isto é, volume inóculo/volume de reator, e vinhaça diluída com DQO aplicada de 5 g/L. Braga e colaboradores (2015) operaram um reator em sistema fechado por 20 dias, com a relação de volume de inóculo para volume de substrato de 5% e concentração de substrato de 480 mg DQO/L.

Existem diversas maneiras de cultivar o inóculo e o material suporte, antes de sua aplicação em RanLF. Arnaiz e colaboradores (2006) avaliaram dois materiais suportes, perlita e saponita, para futuro uso em RanLF. Foram utilizados frascos de

125 mL, com 10 mL de material suporte, 10 mL de inóculo e 80 mL de substrato sintético. Além disso, ambos os suportes foram calcinados antes da sua inoculação para eliminar qualquer impureza orgânica. Celis-Garcia e colaboradores (2007) enriqueceram o lodo a ser usado no RanLF, para sua adequação a condições de redução de sulfato, em um UASB de escala laboratorial por 100 dias. Perez e colaboradores (2007) também cultivaram o material suporte, porém em um reator de leito fixo. Zhang e colaboradores. (2009) utilizaram um material suporte de polivinil, já biologicamente ativo em um reator UASB, como material suporte do RanLF no tratamento de efluente de destilaria, observando eficiência de remoção de DQO de aproximadamente 90% para COVs de até 67 kg DQO/m³.d. Carbajo e colaboradores (2010) mudaram as condições do RanLF, que já estava em operação por anos e com biofilme já maduro, para as novas condições do estudo do tratamento de fenol. Morais (2016) adaptou lodo anaeróbio proveniente de lagoa facultativa em reatores estáticos de bancada, com volume de 4 L, para futuro uso em RanLF. Depois de 400 dias de operação, foi avaliada a aclimatação do lodo pelo teste AME. Foi observado o aumento valor inicial de 0,5 g_{DQO}/g_{SVT}.d para 1,2 g_{DQO}/g_{SVT}.d.

Em relação ao substrato, geralmente é sintético na inoculação, para estimular o crescimento de certos microrganismos (STRONACH et al., 1987). Pode-se, porém, utilizar a própria água residuária a ser tratada já na inoculação, como realizado por Siqueira e colaboradores (2013). Glicose é geralmente o substrato sintético utilizado como fonte de carbono (YESHANEW et al., 2016), ou uma mistura de ácidos voláteis de cadeia curta, como acetato, lactato, propionato e butirato (CELIS-GARCIA et al., 2007). Pode, de acordo com os requisitos ambientais, ser suplementado com micro e macronutrientes. Ao passar para a etapa de aclimatação, o substrato, ou as concentrações de certos componentes, podem ser alterados.

Arnaiz e colaboradores (2006) iniciaram o *start-up* de um RanLF com uma mistura de 2:1 de acetato de potássio e lactato de sódio diluído com meio mineral. A proporção do inóculo para o substrato foi de 1:4 (v/v). Yeshanew e colaboradores (2016) deram partida no RanLF com alimentação única de glicose por 57 dias. Em seguida, este substrato foi substituído por uma mistura de acetato e propionato, na razão de 3:1 (v/v). Foram adicionados também macro e micronutrientes e bicarbonato de amônio foi utilizado como fonte de nitrogênio e de alcalinidade.

2.1.6.2 Aclimação

A aclimação é aqui definida como o período que a COV é progressivamente aumentada, até a condição determinada como fim da partida do reator (ANDALIB et al., 2014; DÜPPENBECKER e CORNEL, 2016), ou em que a COV aplicada, constante durante esse período, resulte na estabilidade nos parâmetros avaliados (ALVARADO-LASSMAN et al., 2008; FENG et al., 2015). Valores de COV de até 66 kg DQO/m³.d foram observadas na partida de RanLF (SARAVANANE et al., 2001). Ainda, o RanLF pode operar com COVs maiores durante o *start-up* do que as aplicadas na operação contínua, para que se possa avaliar as melhores condições operacionais (HAROUN e IDRIS, 2009). Recomenda-se também aumentar cautelosamente a COV para evitar choques no reator (ARNAIZ et al., 2007).

É importante salientar que os critérios determinados para o fim do *start-up* não são padronizados, o que dificulta uma comparação direta entre os estudos. Estes critérios são também usualmente monitorados na operação contínua do RanLF. Entre eles estão a estabilidade da relação AT/AVT (MARÍN et al., 1999), o biogás produzido (MICHAUD et al., 2002; MICHAUD et al., 2005), a concentração de biomassa/biofilme gerada (ARNAIZ et al., 2006; FENG et al., 2015) e eficiência na remoção de matéria orgânica (YESHANEW et al., 2016). A escolha do parâmetro a ser utilizado é principalmente referente ao propósito da pesquisa. Na TABELA 5 são apresentados alguns trabalhos e seus principais parâmetros de avaliação para o fim da partida do reator.

TABELA 5 - PARÂMETROS DE AVALIAÇÃO PARA O ENCERRAMENTO DA PARTIDA DO RanLF

Critério de parada	faixa	Referência
Redução de DQO	25-90%	Saravanane et al. (2001); Song et al. (2003); Fernández et al. (2007); Perez et al. (2007); Rangasamy et al. (2007); Sowmeyan e Swaminathan (2008); Alvarado-Lassman et al. (2008); Carbajo et al. (2010); Siqueira et al. (2013); Papirio et al. (2013); Feng et al. (2015); Düppenbecker e Cornel (2016)
Produção biogás	estável	Song et al. (2003); Rangasamy et al. (2007); Fernández et al. (2008); Montalvo et al. (2010)
Conc. Sólidos	8,5-75,2 mgSSV/g	Haroun e Idris (2009); Andalib et al. (2012); Jaafari et al. (2014); Andalib et al. (2014); Feng et al. (2015)

FONTE: o autor (2022)

Existem algumas técnicas para o processo de aclimação do *start-up*. O caso mais comum é a elevação da COV, passo a passo, pelo aumento da vazão de alimentação (STRONACH et al., 1987). Essa estratégia geralmente é bem-sucedida, mas precisa de vários meses para atingir o estado estacionário, além de favorecer a competição entre biomassa suspensa e aderida (ESCUDIÉ et al., 2011). Hsu e Shieh (1993) fizeram essa elevação de COV de duas maneiras, e as denominaram de (i) carga máxima de substrato (*maximum substrate loading*), em que a COV foi aumentada se o pH se mantivesse na faixa de 6,5-7,5 por 24 horas, e de (ii) utilização máxima e estável do substrato (*maximum and stable substrate utilization*), em que se aumentava a COV quando a remoção máxima e estável da matéria orgânica era alcançada (>98% da remoção de carbono orgânico total (COT), por pelo menos 3 dias). Foi utilizado substrato sintético com uma concentração de COT de 5 g/L. Em relação a concentração do biofilme gerado, no segundo caso, foi limitada pelo substrato disponível, o que resultou em menos biomassa viável, além de proliferar *Methanothrix*. Na primeira estratégia, o efeito contrário aconteceu, com rápido crescimento de biomassa, mais viável, e menor tempo de partida. No final do período de partida, aproximadamente 200 dias, a concentração de SAV foi parecida, de 30 e 28 g_{SAV}/L, respectivamente, para os dois métodos. A remoção de matéria orgânica foi excelente nas duas estratégias (>97%), com produção estável de metano, de aproximadamente 1,4 L_{biogas}/gCOT_{rem}. Consequentemente, recomenda-se o primeiro caso para situações em que se deseja uma partida mais rápida, enquanto o segundo é indicado para situações que possa ocorrer sobrecarga do reator, o que poderia causar a falha da partida do RanLF.

Outra estratégia é pela aplicação do TDH reduzido, também denominado de estratégia de alta taxa de diluição (SREEKRISHNAN et al., 1991; ESCUDIÉ et al., 2011). Neste caso, se favorece a colonização do material suporte ao invés de crescerem em suspensão (MICHAUD et al., 2005; CRESSON et al., 2006; CRESSON et al., 2008). Por exemplo, Denac e Dunn (1988) não conseguiram observar o crescimento do biofilme com TDH elevados no tratamento de melaço e proteína de leite, mas somente com TDH de 2-3 horas. Cresson e colaboradores (2006) concluíram que baixos TDH favorecem a partida mais rápida do RanLF, pois ocorre o arraste da biomassa suspensa, que não mais compete com a biomassa aderida pela degradação do substrato.

A condição hidrodinâmica também é importante na partida do sistema anaeróbio de biofilme aderido, pois é um dos meios de controle da relação crescimento e desprendimento do biofilme, assim como na intensidade de mistura do sistema (STRONACH et al., 1987; ARAKI e HARADA, 1994; ESCUDIÉ et al., 2011), como já apresentado em secções anteriores. O controle dessa condição é realizado principalmente pelo ajuste da velocidade de fluidização. Alguns estudos observaram partida mais rápida, e mais favorável para o amadurecimento do biofilme, com a estratégia de baixa condição hidrodinâmica (CRESSON et al., 2007; ESCUDIÉ et al., 2011), ou seja, intensidades de fluidização menores. Cresson e colaboradores (2007) observaram acumulação mais rápida de biomassa aderida com esse método, e na operação contínua, sugere que se administre a velocidade de fluidização para que se possa controlar a espessura do biofilme.

Stronach e colaboradores (1987) avaliaram seis expansões de leito na partida de um RanLF, de 5 a 30%, no tratamento de água sintética, com COV constante de 5,3 kg DQO/m³.d. Foi observado concentração similar de sólidos voláteis para IF de 10% a 30%, de 2 g/L, com um leve aumento para a IF de 25%, em torno de 2,2 g/L. No entanto, as E_{DQO} foram maiores nas IF de 10% até 15%, com remoção de 80%, enquanto na IF de 25%, a remoção foi de 75%. Araki e Harada (1994) operaram quatro RanLFs, com COV constante de 5 kg DQO/m³.d e velocidades de 4 m/h, 7 m/h, 14 m/h e 25 m/h, para avaliar o crescimento do biofilme em carvão ativado, utilizando água sintética. Foi observado que em velocidades maiores, um biofilme foi imediatamente formado, em função da adesão direta dos microrganismos. Em velocidades intermediárias, o biofilme primeiramente se formou, e gradativamente maturou. Porém, em velocidades menores, grânulos eram formados ao invés de biofilme. A espessura do biofilme foi em torno de 100 µm, independentemente da velocidade, enquanto a concentração de SAV foi de 4,4 para 24,1 mgvss/cm³ com a redução da velocidade ascensional.

Em relação ao substrato utilizado na aclimatação, por vezes, é sintético, e gradualmente substituído pela água residuária a ser tratada (STRONACH et al., 1987). Assim como na inoculação, os mais utilizados são glicose e ácidos de cadeia curta. Metanol pode ser adicionado ao efluente a ser tratado (BULL et al., 1983; SEN e DEMIRER, 2003; SHIN et al., 2011; JAAFARI et al., 2014), para incentivar a produção de polissacarídeos extracelulares e melhorar a adesão a superfície. Com o mesmo

objetivo, Stronach e colaboradores (1987) controlaram a relação C/N da água sintética durante a partida do RanLF.

Na pesquisa de Jaafari e colaboradores (2014), o inóculo foi aclimatado com elevação gradual da concentração de DQO, com a COV aumentando até 15 kg DQO/m³.d. Metanol, responsável inicialmente por 75% de toda a concentração de DQO, foi utilizado para estimular o crescimento de *Methanosarcina*. Na sequência, foi gradualmente reduzida sua concentração (75% a 0%) e, no final do *start-up*, o substrato foi uma mistura de 25% de glicose e 75% de efluente de groselha, porcentagens em relação à DQO total. Shin e colaboradores (2011) inocularam o reator com uma mistura de substrato de metanol (20-50%), acetato de sódio (40-50%) e propionato de sódio (0-40%), e operaram batelada por 21 dias. Após essa etapa, a aclimação contínua iniciou, com o aumento da COV de 3,2 kg DQO/m³.d para 6,5 kg DQO/m³.d, utilizando uma mistura de acetato, propionato e metanol, com duração de 75 dias. Os próximos 110 dias foram alimentados somente com acetato e propionato. Sen e Demirer (2003) utilizaram, inicialmente, proporção igual de soluções de glicose e metanol (do total da DQO aplicada). A concentração de metanol foi gradativamente reduzida, enquanto a de glicose, aumentada. Foi aumentado também a concentração de NH₄Cl para conseguir uma alta relação C:N, para incentivar a produção de polímero extracelular, que auxilia na adesão dos microrganismos ao suporte.

Na próxima seção, será abordada a operação contínua de RanLFs, e como o aumento da COV afeta o desempenho desses reatores.

2.1.7 Carga orgânica volumétrica e desempenho do RanLF

O aumento da COV, e a eficiência de redução da matéria orgânica (E_{DQO}) resultante, é o principal parâmetro de avaliação de um RanLF no tratamento de águas residuárias. Nesta seção serão discutidas a implicação de seu aumento no desempenho do RanLF.

Ao definir volume útil do reator, a COV aplicada pode ser alterada pela variação da concentração de matéria orgânica (CHEN et al., 1988; MONTALVO et al., 2010) do efluente a ser tratado, geralmente pela concentração de DQO (C_{DQO}), pelo aumento/diminuição da vazão de entrada do substrato no reator, ou variação do TDH (ANDALIB et al., 2014), e de ambos os parâmetros em conjunto (CONVERTI et al.,

1990; REYES-ALVARADO et al., 2017). Zhang e colaboradores (2009) variaram a COV das duas formas, primeiramente pelo aumento da concentração da DQO afluente e, por fim, pela redução do TDH. Com isso, a COV é relacionada ao TDH, porém, é possível mudá-la sem modificar o TDH, alterando apenas a concentração de matéria orgânica.

Alguns estudos observaram que o aumento da COV, ao diminuir progressivamente o TDH, não afeta a eficiência de remoção de matéria orgânica (ARNAIZ et al., 2007; SOWMEYAN e SWAMINATHAN, 2008; DÜPPENBECKER e CORNEL, 2016). Nesses casos, os TDH utilizados eram altos ($TDH > 1$ dia) e o substrato continha carga orgânica baixa. Esses estudos são discutidos na sequência.

Arnaiz e colaboradores (2007) operaram um RanLF inverso, no tratamento do efluente da indústria do vinho (CE_{DQO} entre 20-30 g/L), com redução do TDH de 29,2 h para 11,7 h. A E_{DQO} alternou entre 83-92%, e produção de biogás aumentou de 6,5 para 15,2 L/L_{reator.d}, com composição média de metano de 64,7%. A concentração de SAV aumentou de 11,3 gSSV/L para 20,5 gSSV/L, enquanto o ALP atingiu um pico de 49,1 nmol/mL mas caiu para 20 nmol/mL. Sowmeyan e Swaminathan (2008) aumentaram a COV com redução do TDH de 2 dias para 4,6 horas, com E_{DQO} médio de 84%, no tratamento de substrato sintético com CE_{DQO} de 12 g/L. Düppenbecker e Cornel (2016) reduziram o TDH de 3 h para 1,4h, ao tratarem esgoto municipal na temperatura de 20°C e com CE_{DQO} de 0,481 g/L, e observaram E_{DQO} médio entre 59% e 65%.

Porém, outros estudos como de Jewell e colaboradores (1981) e Yoda e colaboradores (1987), e mais recentemente por Perez e colaboradores (2001) e Reyes-Alvarado e colaboradores (2017), observaram queda do rendimento (E_{DQO}) para TDH muito baixos, menores que uma hora para os dois primeiros estudos, e de 12 horas e 0,46 horas para os dois últimos, respectivamente. Ainda, alguns estudos (ANDALIB et al., 2014; JAAFARI et al., 2014) observaram queda progressiva na eficiência ($E_{DQO}\%$) com a redução do TDH, mesmo para $TDH > 1$ dia.

Já o aumento da COV, com a variação da concentração de substrato, foi avaliado em alguns estudos (CHEN et al., 1988; HAROUN e IDRIS 2009; MONTALVO et al., 2010; SIQUEIRA et al., 2013), e abordado na sequência.

Chen e colaboradores (1988) observaram a queda da E_{DQO} com o aumento da concentração de amido de milho, de aproximadamente 90% para 70%, quando a CE_{DQO} aumentou de 2 g/L para 6 g/L. Para essa mesma faixa de concentração, houve

um aumento de produção de metano de 3 L/L_{Reator.d} para 14 L/L_{Reator.d}, e a redução da concentração de metano no biogás, de 66% para 55%. A Y_{CH_4} não mostrou uma tendência de aumento ou redução, sendo a média de 0,28 L_{CH₄}/gDQO_{rem}. A concentração de SAV aumentou de 15 g_{SVT}/L para 21 g_{SVT}/L durante esse período, e de 0,033 g_{SVT}/g_{sup} para 0,065 g_{SVT}/g_{sup}.

Já Hauron e Idris (2009) não observaram aumento significativo na eficiência (E_{DQO} média de 98%), quando a COV foi aumentada de 4,4 para 8,4 kg DQO/m³.d, pelo aumento da C_{DQO} do efluente de indústria têxtil de 2,2 para 4,4 g/L e TDH constante de 12h. No entanto, Montalvo e colaboradores (2010) observaram um aumento da E_{DQO} de 60% para 85%, avaliando dois RanLF no tratamento de efluente de destilaria, com o aumento da C_{DQO} de 1 g/L para 12 g/L e TDH fixo de 1 dia. A Y_{CH_4} observada variou entre 0,2-0,28 L_{CH₄}/gDQO_{adic}. Siqueira e colaboradores (2013) observaram, inicialmente, a mesma tendência, com o aumento da E_{DQO} de 60% para 72%, com o aumento da C_{DQO} de 2,2 g/L para 4,9 g/L, no tratamento de vinhaça e TDH fixo de 1 dia. Porém, com o aumento da C_{DQO} para 8,2 g/L, 10,3 g/L, 15 g/L e 20 g/L, a E_{DQO} oscilou entre valores próximos de 66%. Foi observado aumento na produção de biogás, de 0,87 a 5,3 m³_{biogás}/m³_{reator.d}, que equivale a Y_{CH_4} de 0,32-0,37 m³_{CH₄}/kgDQO_{rem}.

Outros estudos alteraram a COV com a mudança conjunta do TDH e da concentração de substrato (CONVERTI et al., 1990; BORJA et al., 2004; ALVARADO-LASSMAN et al., 2008; FENG et al., 2015). Pesquisas como de Ozturk e colaboradores (1989) sugerem que a eficiência na remoção de matéria orgânica é somente função da COV, e a mudança do TDH e C_{DQO} , separadamente, não afetam a performance do reator.

Converti e colaboradores (1990) observaram a redução da E_{DQO} , no tratamento de vinho em RanLF, de aproximadamente 95% para 65%, com o aumento da COV até 50 kg DQO/m³.d, com redução do TDH de 30h para 9,8 h e aumento da C_{DQO} de 7,8 g/L para 19,9 g/L. A produção de metano aumentou continuamente com a COV, de 2 L/L_{R.d} para 10 L/L_{R.d}. A concentração de SAV aumentou, de 22 g_{SSV}/L para 27 g_{SSV}/L. A mesma tendência, tanto de E_{DQO} , produção de metano e SAV, foi observada pelos autores quando realizado o tratamento de esgoto. Essa redução de eficiência (E_{DQO}) foi também observada por Borja e colaboradores (2004), que operaram um RanLF para tratar o efluente da produção de farinha de grão de bico, com aumento da COV de 0,58 kg DQO/m³.d para 3 kg DQO/m³, e C_{DQO} entre 1,9 e

4,4 g/L e TDH entre 14,9 d e 2,8 d. A redução de E_{DQO} foi de 80% para 60%. A produção de metano aumentou, de 0,15 para 0,6 L/L_{R.d}. Já Feng e colaboradores (2015) operaram dois RanLF, no tratamento de efluente de ácido tereftálico, na faixa de COV de 7,37-18,52 kg/m³.d, com aumento da C_{DQO} de 2,5 g/L a 6 g/L e redução do HRT de 20 h para 8h. Foi observado um aumento da E_{DQO} de 65% para 75% com o aumento da COV até 12,33 kg/m³.d. A E_{DQO} se manteve constante com o aumento para 18,52 kg DQO/m³.d. Durante o start-up do reator, a concentração de SAV foi de 9,3 gSSV/L.

A partir das pesquisas apresentadas, observa-se que a produção de biogás, por volume de reator, tende a crescer com o aumento da COV, independentemente da forma como essa é alterada. Isso é observado por outras pesquisas (PEREZ et al., 2001; RANGASAMY et al., 2007; CARBAJO et al., 2010). Porém, a Y_{CH_4} pode aumentar (SIQUEIRA et al., 2013) ou variar entre uma faixa com o aumento da COV (GÜLŞEN e TURAN, 2004; FERNÁNDEZ et al., 2007; MONTALVO et al., 2010).

As concentrações de metano observados nas pesquisas, geralmente, não oscilam muito com o aumento da COV, mas sim com o substrato utilizado (SONG et al., 2003; GÜLŞEN e TURAN, 2004; ARNAIZ et al., 2007; ZHANG et al., 2009). Porém, no caso de Denac e Dunn (1988) e Carbajo e colaboradores (2010), a composição do biogás alterou com o aumento da COV. Para o primeiro estudo, após o aumento direto da COV de 12 para 40 kg DQO/m³.d, no tratamento de melaço, houve aumento na produção de biogás de 5 L/d para 15 L/d, porém a composição de CO₂ aumentou de 12 para 27%. Para a segunda pesquisa, a concentração de metano no biogás diminuiu de 90% a 75% no tratamento de água residuária fenólica, mesmo com o aumento da produção volumétrica do biogás de 1,4 para 4,4 L/L_{Reator.d}.

A concentração de sólidos aderidos voláteis (SAV), em grande parte dos estudos apresentados, cresceu com o aumento da COV (CHEN et al., 1988; CONVERTI et al., 1990; GÜLŞEN e TURAN, 2004; ARNAIZ et al., 2007; DÜPPENBECKER e CORNEI, 2016). É importante ressaltar que muitas vezes a coleta da biopartícula é realizada durante alguma parada de reator, devido a impossibilidade de alguns reatores de amostrar esse material, que impossibilita a correlação entre a concentração e a altura do leito fluidizado. Gülşen e Turan (2004) observaram o aumento da SAV, de 4 g_{SVT} para 7,1 g_{SVT}/L, com aumento da COV de 5 kg DQO/m³.d para 27 kg DQO/m³.d., com E_{DQO} oscilando entre 83-89%. Ao aumentar ainda mais a COV, ocorreu a redução na eficiência, e foi necessário, aproximadamente, 3 semanas

para o reator voltar a operar em condições estáveis. Com o aumento da COV para 37 kg DQO/m³.d, a SAV aumentou para 70 g g_{SVT}/L, porém com redução da E_{DQO} para 82%.

Porém, alguns estudos observam a redução da SAV com aumento da COV. Perez et al. (2001), no tratamento de vinhaça, operou um RanLF com aumento da COV de 11,6-32 kg DQO/m³.d, e observou a redução da SAV de 137 g_{SVT}/L para 53 g_{SVT}/L (75 mg_{SVT}/g_{sup} para 29 mg_{SVT}/g_{sup}). Jaafari e colaboradores (2014) observaram a redução da SAV com o aumento da COV, ao tratar um efluente de groselha. Por exemplo, para a COV de 9,4 kg DQO/m³.d, foi observado 20,2 g_{SVT}/L, e para COV de 24,2 kg DQO/m³.d, foi observado a concentração de 16,7 g_{SVT}/L. A E_{DQO} também reduziu com o aumento da COV de 90% para, aproximadamente, 60%.

Na próxima seção, serão abordados os tipos de água residuárias utilizados no tratamento em RanLF.

2.2 ÁGUAS RESIDUÁRIAS

Diferentes tipos de águas residuárias foram tratadas ao longo do tempo em RanLFs, com uma grande faixa de DQO avaliadas. É importante salientar que, muitas vezes, o substrato foi diluído (SIQUEIRA et al., 2013; BRAGA et al., 2015), concentrado (HAROUN e IDRIS, 2009) ou teve suas características modificadas pelo pré-processamento, com adição de macro e micronutrientes ou de algum composto que se desejava fosse degradado (OLIVEIRA et al., 2010). Porém, em vários outros estudos, o substrato foi avaliado na sua forma bruta (SEN e DEMIRER, 2003; JAAFARI et al., 2014; DÜPPENBECKER e CORNEL, 2016), sem adição de outros compostos. Ainda, águas residuárias sintéticas são produzidas para assemelharem-se a características específicas de águas residuárias reais e podem ser utilizadas para avaliação de desempenho dos RanLF.

Algumas características das águas residuárias empregadas ao longo do tempo são apresentadas no QUADRO 1. Elevadas concentrações de DQO foram avaliadas, como as empregadas por Montalvo e colaboradores (2010), que operaram um RanLF até a C_EDQO de 24 g/L, obtendo E_{DQO} de 70%; para a C_EDQO de 16 g DQO/L, foi obtido E_{DQO} de 80%. Siqueira e colaboradores (2013), que monitoraram o desempenho de um RanLF até a concentração de 20 g DQO/L, advinda de vinhaça de cana-de-açúcar, observaram E_{DQO} de 51%.

Substratos com baixa concentração de matéria orgânica também são passíveis de tratamento em RanLF. Braga e colaboradores (2015), que trabalharam com concentrações de 0,598 g DQO/L a 0,723 g DQO/L de efluente de lavanderia, obtiveram média de E_{DQO} de 89%. Düppenbecker e Cornel (2016), que operaram um RanLF no tratamento de esgoto municipal, observaram uma E_{DQO} média de 61% para CE_{DQO} de 0,48 g DQO/L.

Na sequência, serão discutidas as características das águas residuárias utilizadas nesta pesquisa: o lixiviado de aterro sanitário, apresentado na seção 2.2.1, e a água residuária sintética, apresentada na seção 2.2.2.

2.2.1 Lixiviado de aterro sanitário

No Brasil, o aterro sanitário é a forma mais comumente utilizada para a disposição de resíduos sólidos domiciliares. O resultado da degradação da matéria orgânica associada à percolação e à infiltração da precipitação pluviométrica sobre a área das células de disposição dos resíduos gera o lixiviado.

A composição do lixiviado é associada ao volume de água pluvial que se infiltra nas células de resíduos do aterro sanitário e está diretamente relacionada a fatores climáticos e hidrogeológicos; às características da camada de cobertura e dos resíduos e ao método de impermeabilização de cada aterro (Lange e Amaral, 2009). Segundo Kjeldsen e colaboradores (2002), a composição do lixiviado pode ser dividida em quatro grupos:

- matéria orgânica dissolvida: quantificada como DBO, DQO, COT;
- macrocomponentes inorgânicos: cálcio (Ca^{2+}), magnésio (Mg^{2+}), sódio (Na^+), potássio (K^+), íon amônio (NH_4^+), ferro (Fe^{2+}), manganês (Mn^{2+}), cloro (Cl^-), sulfato (SO_4^{2-}) e íon bicarbonato (HCO_3^-);
- metais pesados: cádmio (Cd^{2+}), cromo (Cr^{3+}), cobre (Cu^{2+}), chumbo (Pb^{2+}), níquel (Ni^{2+}) e zinco (Zn^{2+});
- compostos orgânicos xenobióticos: originários, normalmente, da indústria química e presentes em baixas concentrações, representados pelos hidrocarbonetos aromáticos, fenóis, alifáticos clorados, pesticidas, fármacos, domissanitários, entre outros.

Apesar das diferentes fases de decomposição, o lixiviado pode ser caracterizado em função do tempo de operação/encerramento do aterro sanitário, conforme apresentado na TABELA 6 (RENOU et al., 2008).

TABELA 6 - CARACTERIZAÇÃO DO LIXIVIADO EM FUNÇÃO DO TEMPO DE OPERAÇÃO DO ATERRO SANITÁRIO

	Recente	Intermediário	Velho
Idade (anos)	<5	5-10	>10
pH	6,5	6,5-7,5	>7,5
DQO (mg/L)	>10000	4000-10000	<4000
DBO/DQO	>0,3	0,1-0,3	<0,1
Compostos orgânicos	80% AGV	5-30% AGV + AH +AF	AH+AF
Biodegradabilidade	Alta	Média	Baixa

FONTE: Modificado de Renou e colaboradores (2008)

Algumas pesquisas foram realizadas com o lixiviado proveniente da região a ser abordada nesta pesquisa (ROCHA, 2011; MORAIS, 2016; BAETTKER, 2019), com suas características sintetizadas na TABELA 7. Para o tratamento anaeróbio de lixiviado, as principais vantagens são a boa eficiência na remoção de matéria orgânica (~90%) e a baixa produção de lodo, assim como a possibilidade da utilização do biogás como energia. Porém, uma desvantagem é a alta concentração de nitrogênio amoniacal, que pode ser tóxica para os microrganismos, como apresentado na seção da digestão anaeróbia. Todavia, o nitrogênio amoniacal pode também ser responsável pelo tamponamento do sistema, caso a digestão anaeróbia no reator se torne instável.

Poucas pesquisas avaliaram a redução da DQO do lixiviado de aterro sanitário em RanLF. Um desses estudos foi realizado por Gülşen e Turan (2004), que avaliaram o desempenho do reator no tratamento de lixiviado com CE_{DQO} de 37 g/L e COV aplicada de até 37 kg DQO/m³.d. A $EDQO$ média observada foi de 85%. Uma boa $Y_{biogás}$ foi obtida, com valores de 0,50-0,52 L_{Biogás}/gDQO_{rem}. A composição de metano foi de 75% do biogás gerado. Além disso, não foi observada inibição por amônia, com o lixiviado contendo concentração de NH₃-N na faixa de 1030-2350 mg/L. Turan e colaboradores (2005), utilizando o mesmo RanLF da pesquisa anterior combinado com uma coluna de zeólita, avaliaram a eficiência do reator na redução de DQO e NH₃-N no tratamento de lixiviado de aterro sanitário. As eficiências de remoção de DQO e produção de biogás mantiveram-se próximas do estudo anterior, porém

obtiveram a remoção de 90% de nitrogênio amoniacal. Ainda, observaram uma concentração média de SAV de 6 g/L, com a maior concentração no topo do reator.

TABELA 7 - CARACTERÍSTICAS DOS LIXIVIADOS DE ATERRO SANITÁRIO DO PARANÁ

	Caximba ¹	Guaratuba ²	Guaratuba ³	RM Curitiba ⁴
T (°C)	24 ^a ,	22 ^a	25 ^a	22,4 ^c
pH	8,4 ^a ; 8,3 ^b	8,2 ^a	7,9 ^a	8,1 ^c
DBO (mg/L)	415 ^a ;	-	4300 ^a	1503 ^c
DQO (mg/L)	3320 ^a ; 9369 ^b	4821 ^a	7938 ^a	4527 ^c
N _{amoniaca} (mg/L)	1400 ^a ; 1800 ^b	3348 ^a	2161 ^a	2682 ^c
P _{total} (mg/L)	25 ^a ; 3,2 ^b	16 ^a	-	16,82 ^c

FONTE: o autor (2022)

NOTA: (1) Coletado no Aterro sanitário do Caximba, Curitiba; (2) Lixiviado coletado na entrada da lagoa de tratamento do Aterro de Guaratuba; (3) Coletado na saída da nova célula do aterro de Guaratuba; (4) Coletado na entrada da estação de tratamento do Aterro sanitário da Estre Ambiental, da região metropolitana de Curitiba. Referências: (a) Morais (2016); (b) Rocha (2011); c) Baettker (2019)

2.2.2 Água residuária sintética

Águas residuárias sintéticas (ARS) são amplamente utilizadas em estudos de tratamento de efluentes. Pode-se produzir a ARS com características específicas, como determinada concentração de DQO (HUANG et al., 2000), presença de algum componente específico (OLIVEIRA et al., 2010), ou tentar reproduzir as características de uma determinada água residuária específica (RANGASAMY et al., 2007; XING et al., 2010). Por vezes utiliza-se ARS pela impossibilidade de estocagem de uma água residuária específica ou pela possibilidade da perda de características originais de coleta, como observado por Baettker (2019) e Latocheski (2020) no período de estocagem de lixiviado de aterro sanitário. Além disso, a utilização de ARS permite melhor avaliação do comportamento de reatores a alterações das características de operação, pois a variabilidade na composição do substrato pode ser controlada.

Geralmente, são utilizados os seguintes compostos como fonte de carbono: (i) glicose (C₆H₁₂O₆) e sacarose (C₁₂H₂₂O₁₁), pois são carboidratos que envolvem a participação dos microrganismos da toda digestão anaeróbia, desde hidrólise até metanogênese (HUANG et al., 2000; MICHAUD et al., 2002; SOWMEYAN e SWAMINATHAN, 2008a).

(ii) solução de ácidos orgânicos, como acético, propiônico e butírico (CELIS-GARCIA et al., 2007; CARBAJO et al., 2010), pois estimulam o crescimento da arqueas

metanogênicas e aceleraram sua adesão ao material suporte (YESHANEW et al., 2016).

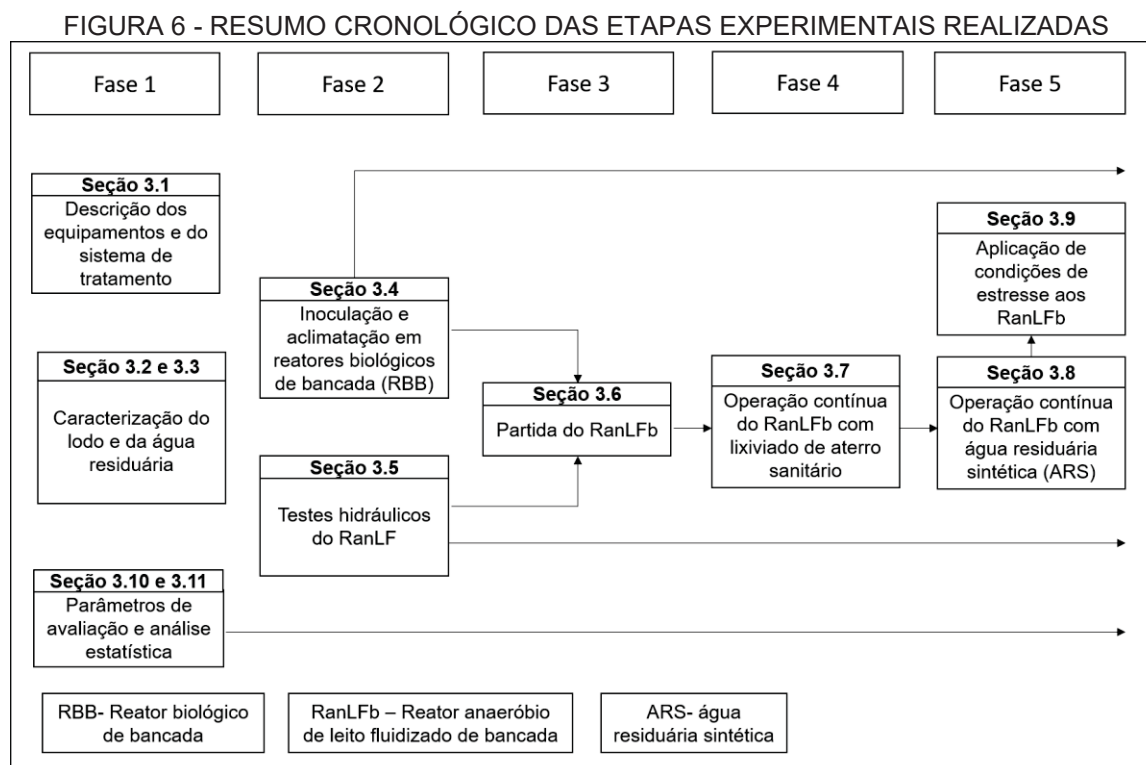
No que se refere a composição nutricional da ARS, geralmente deve-se atender os requisitos mínimos apresentados na seção 2.1.5.2. As principais fontes de nitrogênio utilizadas são NH_4Cl (PAPIRIO et al., 2013; REYES-ALVARADO et al., (2017), NH_4HCO_3 (YESHANEW et al., 2016), $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ (XING et al., 2010). Como fonte de fósforo, geralmente são utilizadas KH_2PO_4 e K_2HPO_4 (HUANG et al., 2000; MICHAUD et al., 2002; YESHANEW et al., 2016).

Como fonte de alcalinidade, são utilizados bicarbonato de sódio (NaHCO_3) (CELIS-GARCIA et al., 2007; CARBAJO et al., 2010), hidróxido de sódio (NaOH) (SOWMEYAN e SWAMINATHAN, 2008a) e bicarbonato de amônio (NH_4HCO_3) (DIEZ BLANCO et al., 1995a).

Em relação aos demais macro e micronutrientes, diferentes fontes e composições são apresentadas na literatura. As pesquisas indicadas no QUADRO 1, em que o substrato utilizado é ARS, apresentam em detalhes as composições de diversas águas residuárias sintéticas utilizadas em reatores anaeróbios de leito fluidizado. No que se refere a operação do RanLF com ARS, foram discutidos diversos estudos ao longo da revisão da literatura apresentada.

3 MATERIAL E MÉTODOS

Os procedimentos implantados e implementados para o desenvolvimento desta pesquisa são apresentados na FIGURA 6. Esta figura foi concebida como um resumo cronológico das atividades realizadas a serem apresentadas neste capítulo., e contextualizadas na sequência.



FONTE: o autor (2022)

A Fase 1 engloba o início das atividades realizadas para o desenvolvimento desta pesquisa. Na Seção 3.1, são apresentadas a descrição dos equipamentos e do sistema de tratamento utilizado. Cabe salientar que foram concebidos dois sistemas com reatores anaeróbios de leito fluidizado em escala de bancada (RanLFb), e um sistema com reator anaeróbio de leito fluidizado escala semi-piloto (RanLFsp). Nas Seções 3.2 e 3.3 são apresentados os procedimentos para a realização e caracterização do lodo anaeróbio, fonte dos microrganismos para os reatores, e das águas residuárias utilizadas para estudo. Na Seção 3.10 são apresentados os parâmetros utilizados para avaliação do desempenho do sistema de tratamento dos reatores de leito fluidizado e, na Seção 3.11, são apresentados os procedimentos utilizados na análise estatística dos dados.

Na Fase 2 foi iniciada a preparação do lodo a ser inoculado nos reatores de leito fluidizado. Primeiramente, os lodos foram aclimatados em reatores biológicos de bancada, sem agitação e com alimentação em batelada, conforme apresentado na Seção 3.4. Os meios de cultivo desenvolvidos nos reatores estáticos foram mantidos mesmo após a inoculação do reator anaeróbio de leito fluidizado, pois atuam como fonte de produção de cultura de microrganismos anaeróbios em caso de falhas no sistema, como vazamentos e sobrecargas hidráulicas ou orgânicas. A montagem dos sistemas de leito fluidizado, bem como os procedimentos utilizados para a realização dos testes hidráulicos, são apresentados na Seção 3.5.

A Fase 3 engloba a partida dos reatores anaeróbios de leito fluidizado de bancada. O lodo previamente aclimatado na Fase 2 foi inoculado nos RanLF e, na sequência, foram iniciados os testes para avaliação da performance do sistema de leito fluidizado. Assim, na Seção 3.6 são apresentadas as características de operação para a partida dos reatores. Cabe ressaltar que os testes hidráulicos iniciados na Fase 2 continuaram a ser realizados na Fase 3, porém em conjunto com o início do tratamento biológico.

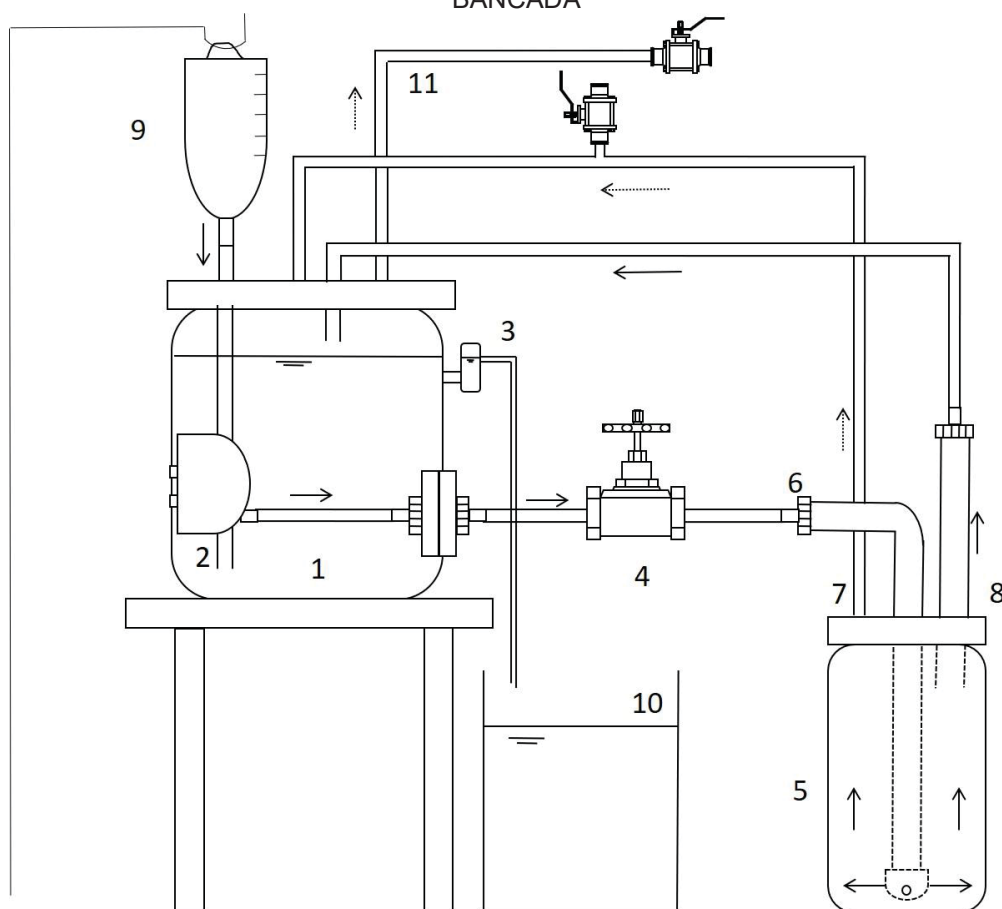
Salienta-se que, em função da fragilidade da estrutura do material de construção do reator anaeróbio de leito fluidizado em escala semi-piloto (RanLFsp), não foi possível a continuidade da operação para a partida do sistema. Para melhor fluência do texto optou-se por apresentar em anexo (ANEXO I) todo o material referente ao RanLFsp, assim como os resultados obtidos nesta etapa. Além disso, um artigo científico foi publicado a partir dos resultados produzidos com os testes realizados (seção 3.5) (DOI: <https://doi.org/10.1080/09593330.2021.1939794>).

Na Fase 4 foi iniciada a operação contínua do reator anaeróbio de leito fluidizado de bancada, com lixiviado de aterro sanitário como substrato, com as características de operação apresentadas na seção 3.7. Na Fase 5, e etapa final dessa pesquisa, foi realizada a operação contínua do RanLFb com água residuária sintética (ARS), e aplicado condições de estresse aos reatores. A mudança de lixiviado para ARS foi em função da possibilidade de melhor se controlar a composição deste substrato durante a aplicação das condições de estresse, além de avaliar o desempenho do RanLF no tratamento de uma água residuária com diferentes características do lixiviado de aterro sanitário. Na seção 3.8 é apresentado as características de operação dos reatores com aumento da carga orgânica volumétrica com ARS, enquanto na seção 3.9 são detalhadas as condições de estresse aplicadas.

3.1 REATOR ANAERÓBIO DE LEITO FLUIDIZADO E O SISTEMA DE TRATAMENTO

O sistema composto pelo reator anaeróbico de leito fluidizado escala de bancada é apresentado na FIGURA 7. Dois sistemas idênticos foram construídos, e são compostos pelo reator de leito fluidizado, um decantador, uma bomba de recirculação e reservatórios para alimentação e retirada do líquido do sistema. Dois volumes diferentes do tanque de decantação foram avaliados, de 2 L e 4 L. O volume total aproximado de todo o sistema, incluindo as conexões, é de 3,6 L e 5,6 L, com o uso do primeiro e do segundo decantador, respectivamente. A razão da construção de dois sistemas idênticos foi a possibilidade de comparar o desempenho dos reatores quando aplicadas diferentes condições de operação.

FIGURA 7 - REPRESENTAÇÃO DO SISTEMA ANAERÓBIO DE LEITO FLUIDIZADO ESCALA BANCADA

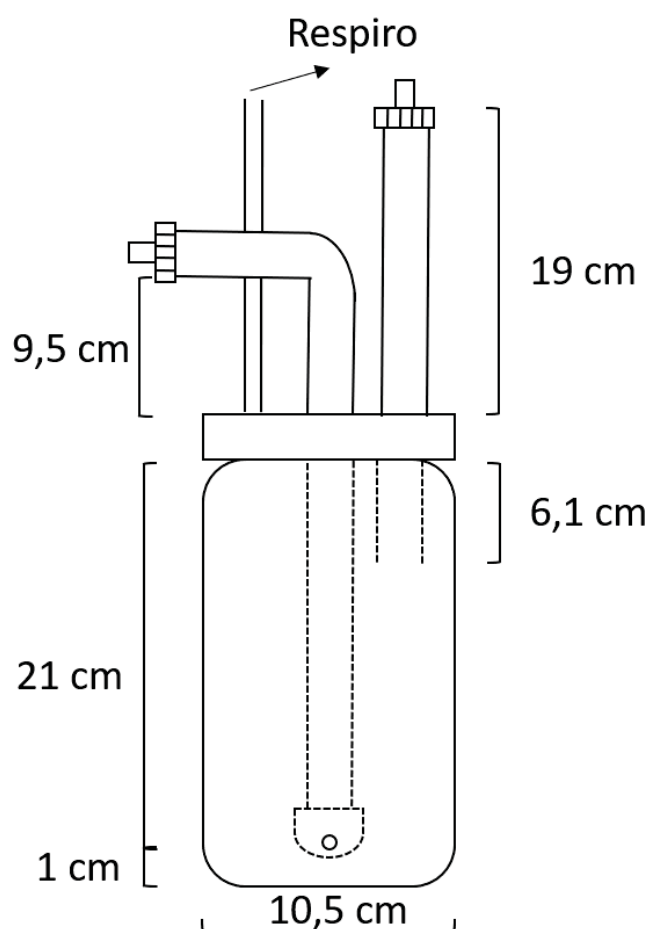


FONTE: O Autor (2022)

LEGENDA: 1- Decantador/reservatório de mistura, 2- bomba submersa de recirculação; 3- Sifão para saída do líquido; 4- válvula globo 5- reator de leito fluidizado, 6- tubo de entrada do reator, 7- saída de gás do reator (respiro), 8- saída de líquido do reator, 9- reservatório de alimentação do substrato, 10- reservatório de saída; 11 - saída do gás do sistema. As setas indicam o sentido do escoamento.

O volume total de ambos os reatores de leito fluidizado é 1,9 L, com altura de 22 cm e diâmetro de 10,5 cm. A relação H/D para este reator é de aproximadamente 2. A partir deste ponto os reatores serão denominados RanLFb1 e RanLFb2. Na FIGURA 8 são apresentadas as dimensões do RanLFb. O volume útil do reator, em função da altura disponível até o tubo de saída, é de 1,37 L, e esse valor foi utilizado para os cálculos de TDH e COV durante a operação dos reatores.

FIGURA 8 - DIMENSÕES DO REATOR ANAERÓBIO DE LEITO FLUIDIZADO ESCALA DE BANCADA



FONTE: o autor (2022)

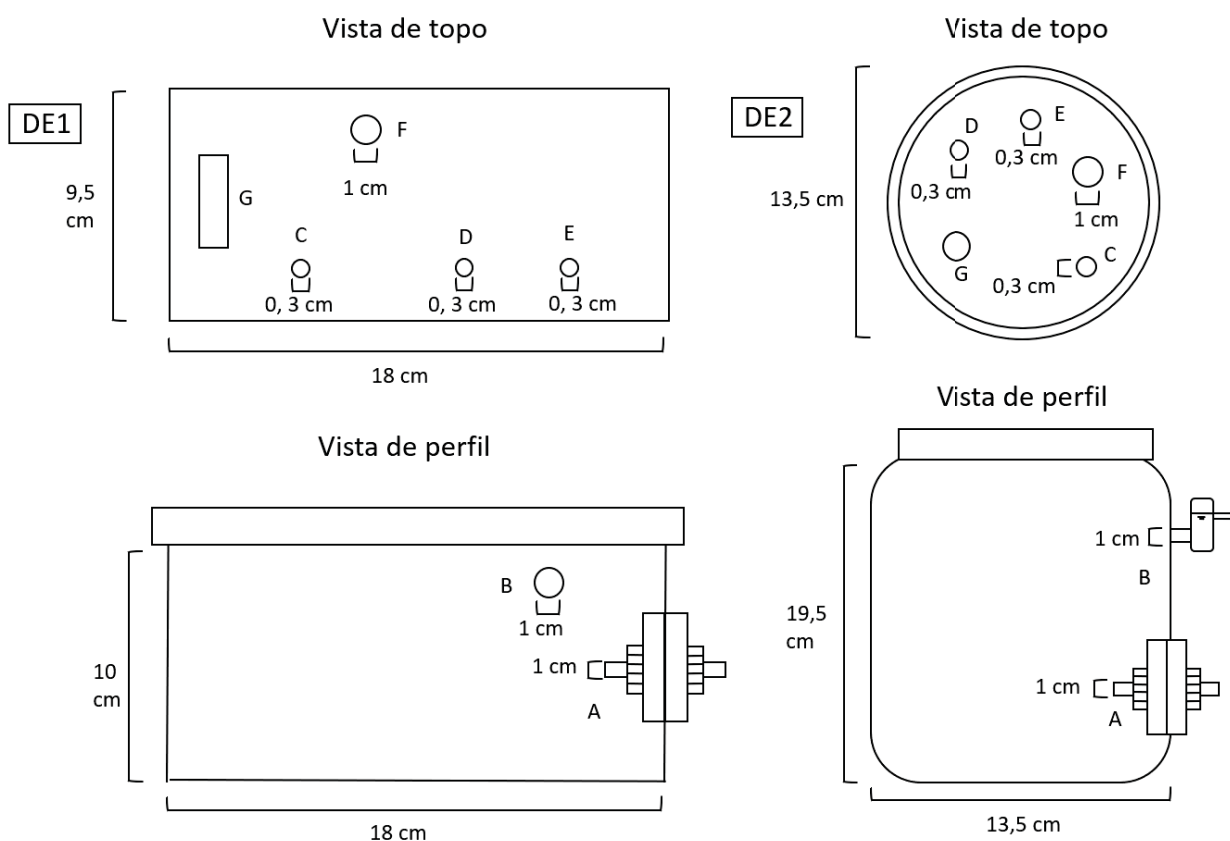
O RanLFb operou inundado e possui 3 acessos: o primeiro para a entrada do líquido de recirculação; o segundo para a saída do líquido para o decantador e, o terceiro, para a saída do gás gerado no sistema. A última saída opera com a mangueira acoplada parcialmente inundada, o que proporciona o respiro do reator, e é conectada ao tanque de decantação. O diâmetro da mangueira utilizada no respiro

é de aproximadamente 2mm. As conexões entre o RanLFb e o decantador são feitas por mangueiras de silicone de $\frac{3}{4}$ polegadas.

Decantador/tanque de equalização

O fluxo do efluente do RanLFb é recirculado até um reservatório de decantação/equalização. Foram avaliados dois decantadores, com volumes totais de 2 L e 4 L., denominados a partir desse momento de DE1 e DE2, respectivamente. O primeiro foi utilizado durante os primeiros testes hidráulicos e na partida dos reatores. Possui, aproximadamente, altura de 10 cm, largura de 9,5 cm e comprimento de 18 cm. O segundo, altura de 19,5 cm, e diâmetro de base de 13,5 cm, e foi utilizado a partir da operação contínua dos reatores. Na FIGURA 9 é apresentado as características de ambos os decantadores.

FIGURA 9 - CARACTERÍSTICAS E DIMENSÕES DOS DECANTADORES DE1 E DE2



FONTE: o autor (2022)

LEGENDA: A) saída do líquido de recirculação; B) saída do efluente do sistema; C) entrada da alimentação; D) saída de gás do sistema; E) conexão entre o respiro do RanLFb e decantador; F) entrada do líquido de recirculação; G) saída da afiação elétrica da bomba de recirculação.

Ambos possuem uma saída de líquido para o reator; saída do gás do sistema, entrada do gás proveniente do reator, entrada do líquido de recirculação, entrada do substrato e saída do líquido do sistema.

Bomba de recirculação e método de alimentação

A recirculação foi realizada por uma bomba submersa (modelo SB1000, marca SarloBetter), com vazão máxima de 1000 L/h, instalada no interior do decantador. A vazão pode ser alterada com o controle instalado na bomba, mas também por meio de uma válvula globo localizada na saída do decantador.

A alimentação foi realizada por um sistema de infusão de macrogotas, por gravidade. A mistura do substrato alimentado e do líquido em recirculação ocorre no decantador. A saída do líquido do sistema ocorre a partir do preenchimento de certo volume, ou em outras palavras, até o alcance do orifício de saída.

Medição de vazão

A medição da vazão foi realizada manualmente pela mensuração do volume recirculado por um determinado tempo. A medição era realizada no local em que o líquido recirculado entrava no decantador.

Distribuição de fluxo

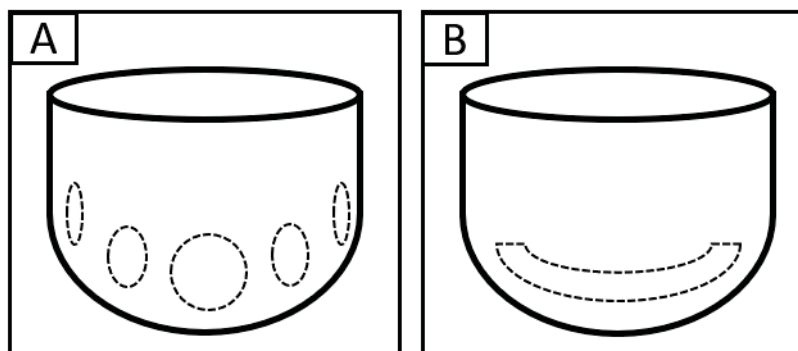
A entrada do líquido foi realizada pelo topo do reator, porém a distribuição foi realizada na região inferior por um *cap* perfurado, conforme apresentado na FIGURA 8, e detalhado na FIGURA 10. Diferentes configurações e tamanhos dos orifícios do distribuidor foram avaliadas, conforme apresentado na TABELA 8.

TABELA 8 - CARACTERÍSTICAS DOS DISTRIBUIDORES AVALIADOS NOS RanLFb

Distribuidor	Sigla	Número de furos	Tamanho dos furos (mm)	área total dos furos (m ²)	Velocidade de fluidização (m/h)
1	D1	8	4	1,01x10 ⁻⁴	10-45
2	D2	8	3	5,65x10 ⁻⁵	10-45
3	D3	4	4	5,03x10 ⁻⁵	10-35
4	D4	16	8 furos de 4mm 8 furos de 3mm	1,57x10 ⁻⁴	10-45
5	D5	Corte transversal	4 mm altura 56,8 mm largura	2,27x10 ⁻⁴	10-40

FONTE: o autor (2022)

FIGURA 10 - DETALHES DAS PEÇAS DE DISTRIBUIÇÃO



FONTES: o autor (2022)

LEGENDA: A) Exemplo da peça de distribuição por furos (D1-D4); B) Exemplo da peça de distribuição por corte (D5). As regiões pontilhadas representam o local da saída do líquido para o reator

Material suporte

O material suporte utilizado para os testes de fluidização foi areia utilizada na construção civil (CC). Para obter um material suporte similar à literatura (FENG et al., 2015; WANG e LIU, 2019), a areia CC foi mecanicamente separada por meio de peneiras, com aberturas de 300 μm , 425 μm e 600 μm , obtendo-se as granulometrias médias de 357 μm e 505 μm , que foram avaliadas nesta pesquisa. O diâmetro médio geométrico foi calculado pela Equação (8) (BOENING e LARSEN, 1982):

$$d_g = \sqrt{d_1 d_2} \quad (8)$$

em que: d_g é o diâmetro geométrico; d_1 e d_2 são os diâmetros de abertura superior e inferior das peneiras

A densidade do grão de areia de CC determinada foi de 2690 kg/m^3 .

Medição de biogás

O mecanismo para determinação da quantidade de metano gerado foi realizado de acordo com Borja e colaboradores (2001). Foram acoplados frascos de Mariotte à saída de biogás do sistema, preenchidos com uma solução de NaOH, para absorção do CO_2 produzido. O metano gerado desloca o líquido no frasco, o que permite avaliar a produção volumétrica do gás. Uma válvula foi instalada entre o sistema de frascos de Mariotte e a saída do biogás antes de uma ramificação, e ligada a uma seringa para possível a amostragem do biogás gerado, como realizado por Perez e colaboradores (2001).

3.2 LODO ANAERÓBIO

O lodo anaeróbio utilizado como inóculo foi coletado na porção anaeróbia da lagoa facultativa, componente do sistema de tratamento de lixiviado do Aterro Sanitário do Caximba, em Curitiba (25° 37' 09.9" S e 49°20' 09.6" W) (ROCHA, 2011; MORAIS, 2016). Na TABELA 9 é apresentada a relação de sólidos do lodo coletado.

TABELA 9 - CONJUNTO DE SÓLIDOS DO LODO COLETADO

Parâmetro	L1 (mg/l)	DP
Sólidos totais	13123,3	3861,1
Sólidos fixos totais	10103,3	3187,7
Sólidos voláteis totais	3020,0	682,3

FONTE: o autor (2022)

É importante salientar que algumas análises e procedimentos da etapa de avaliação do lodo e lixiviado foram realizadas em conjunto com uma dissertação de mestrado do grupo de pesquisa.

3.3 CARACTERIZAÇÃO DA ÁGUA RESIDUÁRIA

Para o desenvolvimento desta pesquisa foram utilizadas duas águas residuárias ao longo do estudo, a saber: i) lixiviado de aterro sanitário e ii) água residuária sintética. A última simula as características de uma água residuária de alta concentração de matéria orgânica, com valor de concentração de DQO de 1 g/L, porém é produzida a partir de determinados compostos e concentrações disponíveis na literatura. O lixiviado de aterro sanitário foi utilizado em todas as etapas da pesquisa, enquanto a aplicação da água residuária sintética foi iniciada na operação contínua do RanLFB.

O lixiviado foi coletado no Aterro Sanitário da Estre Ambiental CGR Iguaçu (25°39'45.6"S e 49°20'19.2" W), unidade Fazenda Rio Grande, localizada na região metropolitana de Curitiba-PR. As datas de coleta foram abril/2019 e março/2020. Cabe salientar que o lixiviado foi armazenado em recipientes de 30 L a temperatura ambiente. O lixiviado proveniente da primeira coleta foi estocado por um período de, aproximadamente, 6 meses, antes da sua utilização nos reatores biológicos de

bancada. O lixiviado proveniente da segunda coleta teve aplicação imediata, e estocado novamente a temperatura ambiente.

A caracterização do lixiviado foi realizada mediante avaliação dos parâmetros, conforme apresentado na TABELA 10. A determinação da concentração dos parâmetros de controle será realizada de acordo com os métodos especificados pelo *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater* (APHA; AWWA; WEF (2005), em triplicata.

TABELA 10 - PARÂMETROS PARA A CARACTERIZAÇÃO DO LIXIVIADO E ARS

Parâmetro	Método	Nº método	Ref
DBO	Método Oxitop - respirométrico/manométrico	5210d	
DQO	Refluxo fechado - colorimétrico	5220d	
Nitrogênio amoniacal	Destilação	4500 –NH ₃ B e C	
Fósforo total	Redução ácido ascórbico	4500 – P- E	APHA (2005)
Alcalinidade total/ acidez volátil	Titulométrico/potenciométrico	Método Kapp	
Conjunto de sólidos (ST, SVT, SFT)	Gravimétrico	2540	

As características físico-químicas da água residuária sintética, denominada a partir deste ponto de ARS, são apresentadas na TABELA 11. Sua composição foi baseada nos estudos de Aquino e colaboradores (2007), Papirio e colaboradores (2013) e Yeshanew e colaboradores (2016). Glicose foi utilizada como fonte de carbono. Em um primeiro momento, ela foi produzida para atender a concentração de DQO de 1 g/L.

TABELA 11 - COMPOSIÇÃO DA ÁGUA RESIDUÁRIA SINTÉTICA

Macronutriente	(mg/L)	Micronutriente	(mg/L)
NH ₄ Cl	100	ZnCl ₂	0,05
KH ₂ PO ₄	650	CuCl ₂ .2H ₂ O	0,03
K ₂ HPO ₄	150	MnCl ₂ .4H ₂ O	0,5
Mg.Cl ₂ .6H ₂ O	100	(NH ₄) ₆ Mo ₇ O ₂₄ .4H ₂ O	0,05
CaCl ₂ .2H ₂ O	50	AlCl ₃ .6H ₂ O	0,05
Extrato levedura	50	CoCl ₂ .6H ₂ O	2
NaHCO ₃	1000	NiCl ₂ .6H ₂ O	0,05
FeCl ₃ .6H ₂ O	2	H ₃ BO ₄	0,01

Todos os componentes da ARS foram preparados separadamente e misturados, na proporção correta, apenas na hora de alimentação dos reatores, para evitar precipitação, segundo indicado por Yeshanew e colaboradores (2016). As soluções estoques foram preparadas a cada 5 dias, e mantidas em geladeira a 4°C, como sugerido por Oliveira e colaboradores (2010) e Shin e colaboradores (2011).

3.4 INOCULAÇÃO E ACLIMATAÇÃO DOS REATORES BIOLÓGICOS DE BANCADA

Dois reatores biológicos de bancada, com alimentação em bateada, denominados a partir deste ponto como RBB1 e RBB2, com volumes totais aproximados de 4 L, foram utilizados para a produção de inóculo, conforme realizado por Morais (2016). Os reatores foram mantidos em caixa térmica à temperatura constante de $35\pm 2^\circ\text{C}$.

Os reatores de bancada foram montados em um frasco de vidro com capacidade útil de 4L. No topo foi adaptada uma rolha de borracha com dois furos, aos quais foram conectados tubos de vidro. Um deles com extensão de $2/3$ da altura do frasco, cuja finalidade é a alimentação e retirada dos volumes equivalentes à alimentação e, outro, posicionado em altura suficiente para não tocar a superfície líquida quando o volume útil do reator estiver completo, cuja finalidade é a liberação do biogás eventualmente gerado. A cada um deles foi conectada mangueira de borracha fechada por pinças de Mohr. Na FIGURA 11 é apresentada a concepção para cada um dos reatores. Cabe salientar que o tubo de vidro de alimentação/retirada do lixiviado não atinge a região composta pela biomassa.

O volume de lodo inoculado aos reatores estáticos foi 1 litro, aproximadamente. A COV inicialmente aplicada foi de $0,05 \text{ kg DQO/m}^3\cdot\text{d}$, e a final, $0,7 \text{ kg DQO/m}^3\cdot\text{d}$, antes da sua transferência para o RanLF. Esse valor final de COV foi definido em função da produção de gás diária no reator, em que a pressão resultante por vezes rompia o lacre de borracha da parte superior dos reatores biológicos de bancada. O volume útil do reator é de, aproximadamente, 3,3 L, com 0,7 L de *headspace* para o biogás gerado.

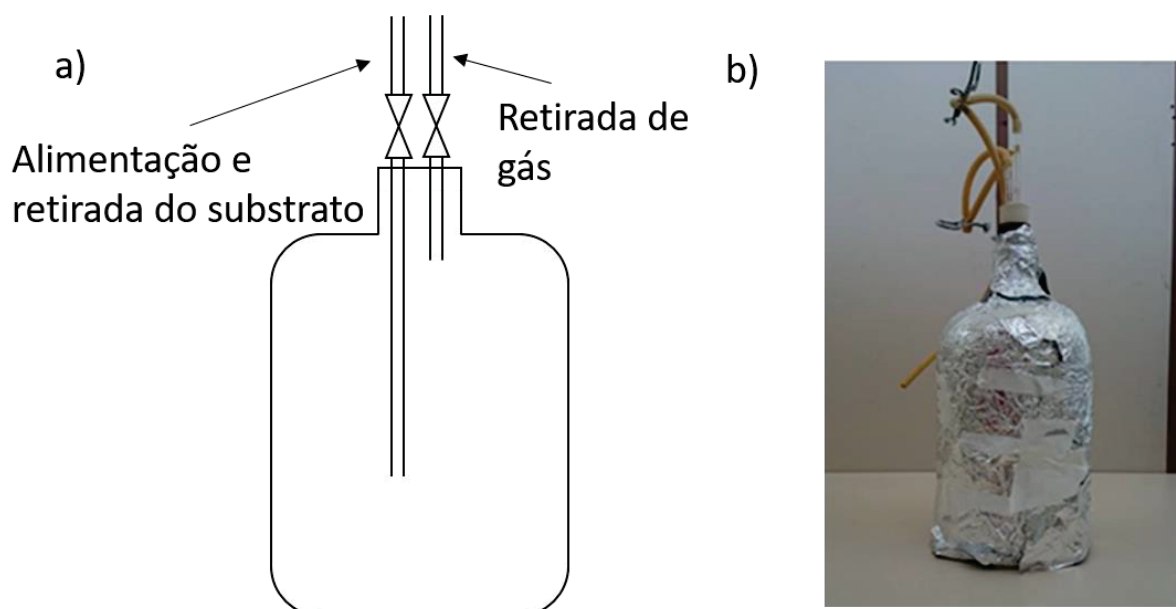
A alimentação de lixiviado foi realizada diariamente, primeiramente até que o volume útil do reator fosse completado e, posteriormente, para a administração do

volume equivalente à COV aplicada. O volume alimentado diariamente, isto é, a vazão de alimentação diária dos reatores, é calculada pela Equação (10).

$$Q = \frac{COV \cdot V}{[CE_{DQO}]} \quad (10)$$

em que: COV é a carga orgânica volumétrica ($ML^{-3}T^{-1}$); V é o volume útil do reator, que inicialmente equivale ao volume de lodo (L^3); $[CE_{DQO}]$ é a concentração de DQO da solução alimentada (ML^{-3}) e Q é a vazão a ser alimentada diariamente (L^3T^{-1}).

FIGURA 11 - REPRESENTAÇÃO ESQUEMÁTICA DO REATOR BIOLÓGICO DE BANCADA



FONTE: Morais (2016)

LEGENDA: a) representação esquemática do reator estático de bancada, modificado de McCarty e Brosseau (1963); b) reator estático de bancada

Como são operados dois reatores, foi decidido aumentar a COV com procedimentos diferentes. São eles:

- Procedimento 1: o tempo de detenção hidráulica (TDH), que equivale ao volume útil do reator pelo volume alimentado por dia, foi mantido fixo enquanto a concentração de DQO de entrada (CE_{DQO}) do reator foi aumentada (diluição menor do substrato de entrada).
- Procedimento 2: a concentração de entrada do substrato foi mantida constante enquanto o volume alimentado foi aumentado, ou seja, reduzido o TDH.
- Procedimento 3: variou-se a concentração de entrada do substrato e o TDH.

Inicialmente, para o RBB1, optou-se pela alimentação do reator pelo procedimento 1 e, para o RBB2, pelo procedimento 2. Em função do lixiviado se mostrar recalcitrante durante a aclimação dos reatores biológicos, foi iniciado a sua alimentação em conjunto com uma solução de glicose a partir do 48° dia de operação. A fonte escolhida foi a glicose, que é utilizada em inúmeras pesquisas como fonte de carbono em águas residuárias sintéticas (SWITZENBAUM e JEWELL 1980; YESHANEW et al., 2016) A suplementação da glicose foi equivalente a 50% da DQO do substrato alimentado ao reator, com o 50% restante da DQO resultante do lixiviado. Por fim, para atingir os requisitos mínimos da digestão anaeróbia, avaliado pela relação C:N:P de 350:5:1, suplementou-se o substrato com uma solução de KH_2PO_4 , em função da insuficiência do fósforo presente no lixiviado. A concentração de alimentação do KH_2PO_4 foi calculada referente a COV aplicada aos reatores.

A partir do 60° dia de operação, com a COV de 0,2 kg DQO/m³.d, inverteu-se o procedimento de aumento da COV entre os reatores, pois o RBB1 operava com uma concentração de DQO próxima à concentração máxima do lixiviado, e o RBB2 operava com um volume de alimentação diário de 1/3 do volume útil do reator. Dessa forma, o aumento da COV para o RBB1, a partir desse momento, foi realizado com a redução do TDH, e para o RBB2, com diluição menor do lixiviado. A partir da COV de 0,6 kg DQO/m³.d, foram equalizadas as características de alimentação dos dois reatores. No QUADRO 2 são apresentados detalhes sobre o aumento da COV realizado.

No período entre o primeiro dia de operação até 102° dia, o lixiviado proveniente da primeira coleta foi alimentado aos dois reatores, enquanto do 103° dia até o final da operação dos reatores foi alimentado lixiviado da segunda coleta. Entre os dias 96 e 102 foi aplicada uma situação de estresse aos reatores, a princípio por falta de lixiviado bruto. O lixiviado alimentado era composto por lixiviado já digerido pelo sistema, que foi estocado para esta operação. Este lixiviado foi suplementado com glicose, e a COV resultante aplicada aos reatores de 0,34 kg DQO/m³.d.

A avaliação da estabilidade dos reatores estáticos é realizada por meio da determinação dos parâmetros e das condições mínimas a serem atendidas para o aumento da COV, apresentados na TABELA 12. A atividade metanogênica específica foi realizada no primeiro dia de operação dos reatores, e para a COV de 0,4 kg DQO/m³.d, momento no qual os reatores de leito fluidizado de bancada foram inoculados, com o lodo proveniente dessa etapa de operação dos RBB. A

determinação das concentrações do conjunto de sólidos, total e volátil, é realizada sempre que se aumenta a COV.

Salienta-se que a operação dos RBB continuou ao longo de toda a pesquisa, para o caso da necessidade de biomassa aclimatada. Porém, as análises foram realizadas até o 403º dia.

QUADRO 2 - CARACTERÍSTICAS DO AUMENTO DA COV PARA O RBB1 E RBB2

COV (kg _{DQO} / m ³ d)	Tempo operação (d)	RBB1				RBB2			
		CE _{DQO} (mg/L)	Q (mL/d)	TDH (d)	Proc	CE _{DQO} (mg/L)	Q (mL/d)	TDH (d)	Proc
0,05	15-25	844,4	200,0	16,9	1	844,4	200,0	16,9	2
0,10	26-32	1688,9	200,0	16,9	1	844,4	400,0	8,4	2
0,15	33-39	2533,3	200,0	16,9	1	844,4	600,0	5,6	2
0,20	40-45	3377,7	200,0	16,9	1	844,4	800,0	4,2	2
0,25 ¹	46-53	3377,7	200,0	16,9	1	844,4	800,0	4,2	2
0,25	54-60	4222,2	200,0	16,9	1	844,4	1000,0	3,4	2
0,30	61-67	4222,2	240,0	14,1	2	1013,3	1000,0	3,4	1
0,35	68-74	4222,2	280,0	12,1	2	1182,2	1000,0	3,4	1
0,40 ²	75-81	4222,2	320,0	10,6	2	1351,1	1000,0	3,4	1
0,45	82-88	4222,2	360,0	9,4	2	1900,0	800,0	4,2	3
0,50	89-95	4222,2	400,0	8,4	2	2814,8	600,0	5,7	3
0,34 ³	96-102	2654,0	400,0	7,7	2	2335,0	500,0	6,8	3
0,55	103-137	4222,2	440,0	7,7	2	3715,5	500,0	6,8	3
0,60 ⁴	138-151	4503,6	450,0	7,5	1	4503,6	450,0	7,5	1
0,65	151-165	4878,9	450,0	7,5	1	4878,9	450,0	7,5	1
0,70	166-403	5254,2	450,0	7,5	1	5254,2	450,0	7,5	1

FONTE: o autor (2022)

LEGENDA: CE_{DQO} - concentração de DQO da alimentação; Q – vazão de alimentação do reator; TDH – tempo de detenção hidráulica; Proc – Procedimento adotado para aumento da COV. ¹iniciou-se a alimentação de glicose com o lixiviado; ²período em qual foi retirado o lodo para inoculação dos RanLFb; ³alimentação com lixiviado digerido; ⁴as condições de alimentação foram equalizadas

TABELA 12 - PARÂMETROS DE AVALIAÇÃO DA INOCULAÇÃO E ACLIMATAÇÃO DOS REATORES BIOLÓGICOS DE BANCADA

Parâmetro	Intervalo de amostragem	Condição mínima
Redução de matéria orgânica	a cada 7 dias, ou quando a COV foi aumentada, ou quando uma situação de estresse foi aplicada	redução de 10% de DQO
Produção de biogás	Diariamente	Produção
AT/AVT	a cada 7 dias, ou quando a COV foi aumentada, ou quando uma situação de estresse foi aplicada	valor mínimo de 2,5 (Zickefoose e Hayes, 1976)
AI/AP	a cada 7 dias, ou quando a COV foi aumentada, ou quando uma situação de estresse foi aplicada	valor máximo de 0,3 (Ripley et al., 1986)
AME	no mínimo, no início e final do processo de inoculação	-
Sólidos (ST, SVT e SFT)	sempre que foi aumentada a COV	-

3.5 TESTES HIDRÁULICOS APLICADOS AOS REATORES ANAERÓBIOS DE LEITO FLUIDIZADO

No QUADRO 3 são apresentados os testes hidráulicos aplicados aos reatores de leito fluidizado de bancada. Água e lixiviado de aterro sanitário diluído foram utilizados como líquido de circulação durante os testes realizados. Salienta-se que parte dos testes hidráulicos foram realizados durante a partida dos RanLFb, apresentada na seção 3.6.

Anteriormente ao início dos testes de fluidização, foram determinadas as porosidades do leito fixo para cada granulometria. Ela foi determinada a partir do conhecimento da sua massa específica e das dimensões de uma coluna teste. A coluna foi preenchida até certa altura com uma massa conhecida de areia, e a partir do conhecimento de sua massa específica, foi possível determinar o volume ocupado pela areia. Na sequência, o volume total (volume da areia e volume de “vazio”) foi calculado. Por fim, a porosidade foi calculada por meio da Equação (11).

$$\varepsilon = \frac{V_T - V_A}{V_T} = \frac{V_V}{V_T} \quad (11)$$

em que: V_T , V_A e V_V são, respectivamente, o volume total, o volume de areia e o volume de vazio.

Para as areias de 357 μm e 505 μm , foram encontrados valores de porosidade de 0,50 e 0,49, respectivamente.

O volume útil (disponível) considerado para a fluidização foi de 1,37 L. A velocidade de fluidização foi calculada a partir da área de seção cilíndrica do reator, igual a 86,6 cm^2 .

Nos testes de fluidização, foram observadas as características das expansões/fluidizações do leito, em relação a sua altura inicial, também denominada como intensidade de fluidização (IF). A IF é relacionada a altura média do topo do leito fluidizado. A IF pode ser representada pela Equação (12).

$$(IF\%) = \left(\frac{V_{\text{Fluid}} - V_{\text{LFixo}}}{V_{\text{LFixo}}} \right) \times 100 \quad (12)$$

em que: V_{Fluid} é o volume do leito fluidizado [L^3]; V_{LFixo} é o volume de leito fixo [L^3] e IF é a intensidade de fluidização, em porcentagem.

Além disso, define-se que:

- IF inicial – intensidade de fluidização média no início da operação intermitente diária dos reatores;
- IF final - intensidade de fluidização média no final da operação intermitente diária dos reatores;
- IF_{mín} - intensidade de fluidização mínima, referente a menor altura do leito fluidizado durante fluidização não homogênea;
- IF_{máx} - intensidade de fluidização máxima, referente a maior altura do leito fluidizado durante fluidização não homogênea.

QUADRO 3 - CARACTERÍSTICAS DOS TESTES HIDRÁULICOS APLICADOS AO SISTEMA DE LEITO FLUIDIZADO ESCALA BANCADA

	Teste de arraste	Teste do decantador	Teste de temperatura	Teste de distribuição	Teste de fluidização
Objetivo	Identificar arraste de material sólido	Avaliar o comportamento do sistema com o uso de cada decantador	Analisar como a variação da temperatura afeta o sistema	Avaliar diferentes quantidades e tamanhos dos furos do distribuidor	Avaliar a fluidização
Vazão bomba recirculação (m³/h)	0,1-0,5	0,1-0,5	0,1-0,5	0,1-0,5	0,1-0,5
Diâmetro da areia (µm)	357 e 505	357	357	357	357 e 505
Quantidade de areia (V_{MS}/V_{útil})	20% e 40%	40%	20% e 40%	40%	20% e 40%
Tempo dos testes	1 hora por vazão aplicada	Durante a operação de partida e contínua dos reatores	Até a estabilização da temperatura, em função do aquecimento da bomba	Para cada distribuidor, 1h por vazão aplicada	No mínimo, 30 min por condição aplicada
Método	Pesagem do material suporte no decantador	Avaliação da formação de biofilme, do acúmulo de material sólido, da intensidade de mistura, da hidráulica de entrada e saída do líquido	Medição da temperatura com o tempo de operação	Avaliação do comportamento de fluidização, formação de zonas mortas e distribuição de fluxo com distribuidor utilizado	Medição da intensidade de fluidização com o tempo de operação e vazão aplicada

FONTE: o autor (2022)

3.6 PARTIDA DOS REATORES ANAERÓBIOS DE LEITO FLUIDIZADO

A operação dos RanLFb iniciou em sistema fechado, ou seja, com a circulação do substrato, porém sem entrada e saída contínuas. Os reatores operaram de maneira intermitente, com estado fluidizado mantido de 6 a 12 horas por dia. A alimentação/retirada do líquido foi realizada em batelada, e a válvula de saída do biogás foi mantida aberta. As características da inoculação dos reatores são apresentadas na TABELA 13.

TABELA 13 - CARACTERÍSTICAS DE PARTIDA DO RanLFb

Volume total sistema (L)	Volume total reator (L)	Volume lodo (L)	Volume areia (L)
3,6	1,9	0,6	0,8

FONTE: o autor (2022)

O volume de lodo inicial inoculado foi equivalente a 31,5% do volume dos reatores, enquanto o volume inicial da areia foi equivalente a 42%. Estas condições foram próximas àquelas definidas por Moraes e colaboradores (2021). Os lodos inoculados nos RanLFb1 e RanLFb2 foram provenientes dos RBB1 e RBB2, respectivamente.

Nos primeiros 14 dias, foram alimentados 200 mL de lodo a cada nova batelada de alimentação, proveniente da coleta da lagoa facultativa anteriormente apresentada.

A partida do RanLFb foi dividida em 2 fases. Na fase 1, até o 60º dia de operação, foram avaliados os diferentes distribuidores de fluxo, diferentes velocidades de operação e intensidades de fluidização, além de avaliar o comportamento geral do sistema de tratamento. Na TABELA 14 é apresentado as características de operação dessa fase, que foi dividida em 7 etapas. As análises realizadas são semelhantes àquelas realizadas para os reatores biológicos de bancada, conforme apresentado na TABELA 12. Também deve ser salientado que, em função dos resultados observados nos RBB, o lixiviado foi suplementado com glicose (50% da concentração de DQO da alimentação é proveniente da glicose, e os 50% restantes do lixiviado de aterro sanitário) e com solução de KH_2PO_4 , para atender aos requisitos da relação de DQO:N:P de 350:5:1 e, também, porque o lixiviado apresentava-se recalcitrante.

TABELA 14 - CARACTERÍSTICAS DE OPERAÇÃO DA FASE 1 DE PARTIDA DOS RanLFb

Etapa	Período	COV (kg DQO/m ³ .d)	Reator	Distribuidor	Velocidade média (m/h)
1	1-19	0,25	RanLFb1	D1	37,3 ± 2,1
			RanLFb2	D2	39,8 ± 3,0
2	20-26	0,36	RanLFb1	D2	34,0 ± 1,2
			RanLFb2	D2	35,6 ± 3,1
3	27-33	0,36	RanLFb1	D1	41,5 ± 2,3
			RanLFb2		44,5 ± 2,1
4	34-40	0,36	RanLFb1	D1	39,6 ± 0,7
			RanLFb2		39,6 ± 0,4
5	41-47	0,4	RanLFb1	D1 e D4	33,1 ± 0,7
			RanLFb2		30,2 ± 0,5
6	48-54	0,4	RanLFb1	D1	10,8 ± 0,5
			RanLFb2		10,6 ± 0,6
7	55-60	0,4	RanLFb1	D1	23,9 ± 1,3
			RanLFb2		21,4 ± 0,1

FONTE: o autor (2022)

A partir do 61º dia de operação, em função das limitações operacionais impostas pela pandemia do COVID-19, foi necessário iniciar um período de ajustes na operação dos reatores, denominado Fase 2. O objetivo principal foi a manutenção da cultura de microrganismos e, não necessariamente, sua aclimação com o aumento da COV. O período total de operação na Fase 2 foi de 274 dias.

Assim, os reatores ficaram armazenados em câmara térmica à temperatura de $32 \pm 3^\circ\text{C}$, e continuaram operando de maneira intermitente, com a bomba de recirculação ligada por um período médio de 1 hora por dia, para circulação do substrato por todo o sistema e fluidização do leito. A alimentação/retirada do líquido continuou sendo realizada em batelada, e a válvula de saída do biogás mantida aberta. Nessa fase, a IF de fluidização foi mantida em, aproximadamente, 20% para cada reator. Na TABELA 15 é apresentado as características de operação da Fase 2, idênticas para ambos os reatores.

TABELA 15 - CARACTERÍSTICAS DE OPERAÇÃO DA FASE 2 DE PARTIDA DOS RanLFb

Período	COV (kg DQO/m ³ .d)	CE _{DQO} (mg/L)	TDH (d)
61-86	0,4	1400,0	6,9
87-100	0,5	1718,8	
101-114	0,6	2062,5	
115-128	0,7	2406,3	
129-142	0,8	2750,0	
143-149	0,9	3093,8	
150-212	0,8	2750,0	
213-273	0,9	3093,8	
274-334	1	3437,5	

LEGENDA: CE_{DQO} – Concentração de DQO de entrada do lixiviado suplementado; Q – Vazão de alimentação; TDH – Tempo de detenção hidráulica

3.7 OPERAÇÃO CONTÍNUA DOS REATORES ANAERÓBIOS DE LEITO FLUIDIZADO COM LIXIVIADO DE ATERRO SANITÁRIO SUPLEMENTADO

Para a operação contínua dos RanLFb, a bomba de recirculação foi mantida em operação 24 horas por dia, com leito em estado expandido/fluidizado. A alimentação do lixiviado foi realizada por macro gotejamento, com entrada/saída contínua do sistema, segundo o princípio de Pascal. A estabilidade e rendimento dos reatores para a operação contínua foram avaliados a partir dos mesmos parâmetros utilizados para sua partida, porém com período entre amostragens maior, conforme apresentado na TABELA 16.

Para a avaliação da possibilidade de aumento da carga orgânica volumétrica aplicada ao RanLF, foram considerados, principalmente, os valores das relações de estabilidade. A princípio, se o valor de uma das relações AT/AVT ou AI/AP estivesse dentro dos limites de estabilidade, o sistema biológico se encontrava tamponado, e assim a COV era aumentada.

TABELA 16 - PARÂMETROS DA ESTABILIDADE E RENDIMENTO EM OPERAÇÃO CONTÍNUA

Parâmetro	Intervalo de amostragem	Condição mínima
Redução de matéria orgânica	a cada 7 dias, ou quando a COV foi aumentada, ou quando uma situação de estresse foi aplicada	redução de 20% de DQO
Produção de biogás	diariamente	Produção
AT/AVT	a cada 7 dias, ou quando a COV foi aumentada, ou quando uma situação de estresse foi aplicada	valor mínimo de 2,5 (Zickefoose e Hayes, 1976)
AI/AP	a cada 7 dias, ou quando a COV foi aumentada, ou quando uma situação de estresse foi aplicada	valor máximo de 0,3 (Ripley et al., 1986)
Intensidade de fluidização	diária	20% de fluidização

FONTE: o autor (2022)

A operação contínua do RanLFb foi iniciada com a aplicação da COV final da etapa de partida, de 1 kg DQO/m³ d, e mantida a intensidade de fluidização mínima de 20%. Na TABELA 17 são apresentadas as características de operação contínua com lixiviado suplementado e o período de transição para ARS. O período total de operação com lixiviado de aterro sanitário suplementado foi de 49 dias, com aumento da COV de 1 kg DQO/m³.d até 2,5 kg DQO/m³.d.

TABELA 17 - CARACTERÍSTICAS DE OPERAÇÃO CONTÍNUA DOS RanLFb

COV _{reator} (kgDQO/m ³ .d)	água residuária	Período de operação (d)	RanLFb			
			CE _{DQO} (mg/l)	Q (mL/d)	TDH _{reator} (d)	TDH _{sistema} (d)
1	LS	1-23	2750,0	500	2,8	11,1
2	LS	24-42	2750,0	1000	1,4	5,6
2,5	LS	43-49	2750,0	1250	1,1	4,6
0,72	ARS	50-67	1000,0	1000	1,4	5,6

FONTE: o autor (2022)

LEGENDA: LS - lixiviado suplementado com glicose; ARS - água residuária sintética; CE_{DQO} – Concentração de DQO de entrada da água residuária; Q – Vazão de alimentação; TDH – Tempo de detenção hidráulica

3.8 OPERAÇÃO CONTÍNUA DOS REATORES ANAERÓBIOS DE LEITO FLUIDIZADO COM ÁGUA RESIDUÁRIA SINTÉTICA

Após a operação contínua do RanLFb com lixiviado de aterro sanitário, o substrato foi alterado para água residuária sintética (ARS), conforme composição apresentada anteriormente (TABELA 11, seção 3.3). O objetivo da mudança foi a possibilidade de melhor controlar a composição da ARS se comparada com o lixiviado de aterro sanitário e, assim, melhor se observar o impacto da mudança das condições de operação sobre a performance dos RanLFb. Esta etapa teve duração total de 319 dias, com aumento da COV de 0,73 kg DQO/m³.d a 4,17 kg DQO/m³.d. Salienta-se que bomba de recirculação foi mantida em operação 24 horas por dia, com leito em regime expandido/fluidizado. A alimentação da ARS foi realizada por macro gotejamento, com entrada e saída contínua do sistema.

Para o aumento da COV, definiu-se que certas condições mínimas de desempenho deveriam ser atingidas, conforme apresentado na TABELA 18.

TABELA 18 - CONDIÇÕES MÍNIMAS DE DESEMPENHO PARA O AUMENTO DA COV DURANTE OPERAÇÃO CONTÍNUA DO RanLFb COM ARS

Parâmetro	Intervalo de amostragem	Condição mínima
Redução de matéria orgânica	a cada 7 dias, ou quando a COV foi aumentada, ou quando uma situação de estresse foi aplicada	redução de 80% de DQO
Produção de biogás	diária	Produção
AT/AVT	a cada 7 dias, ou quando a COV foi aumentada, ou quando uma situação de estresse for aplicada	valor mínimo de 2,5
AI/AP	a cada 7 dias, ou quando a COV foi aumentada, ou quando uma situação de estresse for aplicada	valor máximo de 0,3
Intensidade de fluidização	diária	20% de fluidização

FONTE: o autor (2022)

No QUADRO 4 são apresentadas as condições de operação dos RanLFb em escala de bancada. Primeiramente, entre os dias 1 e 56, a COV foi aumentada em função do aumento da concentração de DQO afluente de 1000 mg/L até 1375 mg/L. A partir do dia 57 dia até o dia 74°, a vazão de alimentação foi aumentada de 1,15 L/d para 1,85 L/d, o que resultou na redução do TDH do reator de 28,7 h para 17,8h, e consequente aumento da COV de 1,30 kg DQO/m³.d para 1,85 kg DQO/m³.d. A redução do TDH visou ao favorecimento da formação de biofilme ao invés de biomassa suspensa (CRESSON et al., 2006).

QUADRO 4 - CONDIÇÕES DE OPERAÇÃO CONTÍNUA DOS RanLFb COM ARS

COV*	Tempo de operação com ARS (d)	CE _{DQO} (mg/L)	Q (mL/d)	TDH (h)	COV*	Tempo de operação (d)	CE _{DQO} (mg/L)	Q (mL/d)	TDH (h)
0,73	1-18	1000,0	1000,0	33,0	2,49	89-95	1850,0	1850,0	17,8
0,85	19-28	1175,0	1000,0	33,0	2,69	96-102	2000,0	1850,0	17,8
1,00	29-32	1375,0	1000,0	33,0	2,29	103-109	1700,0	1850,0	17,8
1,15	33-56	1375,0	1150,0	28,7	Período da aplicação das condições de estresse				
1,30	57-60	1375,0	1300,0	25,4	2,29	265-270	1700,0	1850,0	17,8
1,50	61-63	1375,0	1500,0	22,0	3,63	271-273	2700,0	1850,0	17,8
1,65	64-67	1375,0	1650,0	20,0	3,77	274-280	2800,0	1850,0	17,8
1,75	68-70	1375,0	1750,0	18,6	3,90	281-287	2900,0	1850,0	17,8
1,85	71-74	1375,0	1850,0	17,8	4,04	288-294	3000,0	1850,0	17,8
2,08	75-81	1550,0	1850,0	17,8	4,10	295-301	3050,0	1850,0	17,8
2,29	82-88	1700,0	1850,0	17,8	4,17	302-319	3100,0	1850,0	17,8

FONTE: o autor (2022)

LEGENDA: CE_{DQO} – Concentração de DQO de entrada da água residuária sintética; Q – Vazão de alimentação; TDH – Tempo de detenção hidráulica; *(kg DQO/m³.d).

No entanto, a partir do dia 75, optou-se pelo aumento da COV em função do aumento da concentração de DQO afluente, pois o TDH de operação dos reatores estava próximo ao de outros estudos sobre reatores anaeróbios de leito fluidizado (JAAFARI et al., 2014; YESHANEW et al., 2016). Assim, entre os dias 75 e 102, a DQO de alimentação dos reatores foi aumentada de 1375 mg/L para 2000 mg/L.

A partir do dia 75, em função do aumento da concentração de DQO afluente, optou-se por corrigir a concentração de bicarbonato de sódio na ARS de 1,0 g/L para 1,1 g/L.

A relação de DQO:N:P, no início do aumento da COV, foi de 350:9:40, acima do mínimo indicado para a digestão anaeróbia estável de 350:5:1 (CHERNICHARO, 2007). A proporção não foi mantida com o aumento da COV ou, em outras palavras,

as concentrações de macro e micronutrientes não foram corrigidas no período entre os dias 1 e 109, com o objetivo de se encontrar a COV limite para essa composição inicial da ARS. Além disso, a concentração em excesso para o fósforo foi resultante da utilização do KH_2PO_4 e K_2HPO_4 na ARS, que além da fonte de fósforo, apresenta a função de fonte de alcalinidade.

Entre os dias 110 e 264 foram aplicadas as condições de estresse, conforme apresentado na seção 3.9.

Após este período, a COV foi novamente aumentada de 2,29 kg DQO/m³.d até 4,17 kg DQO/m³.d. Para esta condição, o aumento da COV foi realizado mantendo-se a razão DQO:N em 350:9. À medida que era observada tendência de aumento da concentração de AVT nos reatores a alimentação com ARS era suplementado com NaHCO_3 . Salienta-se que o objetivo dessa etapa de aumento de COV foi determinar a COV limite de operação dos RanLFB, porém sem limitação nutricional ou de alcalinidade, como realizado entre os dias 1 e 109.

3.9 CONDIÇÕES DE ESTRESSE APLICADAS AO SISTEMA BIOLÓGICO

Visando avaliar o impacto ao desempenho dos reatores de leito fluidizado em escala de bancada foi decidido aplicar uma série de condições de estresse durante a operação contínua com ARS. No RanLFB1, denominado a partir desse momento de reator teste, foram aplicadas as perturbações, enquanto no RanLFB2, denominado aqui reator controle, as condições de operação não foram alteradas, com exceção de ajustes decorrentes de resultados observados, informados ao longo do texto.

Na TABELA 19 são apresentados os parâmetros de controle utilizados na operação do reator controle. Além disso, após a aplicação de cada condição de estresse, o reator teste operou com as condições apresentadas na TABELA 19, denominado período de recuperação.

TABELA 19 - PARÂMETROS DE CONTROLE UTILIZADOS DURANTE APLICAÇÃO DAS CONDIÇÕES DE ESTRESSE

COV (kg DQO/m ³ .d)	Velocidade (m/h)	IF (%)	Temperatura (°C)	Nutrientes
2,3	~23	20-25	34 ± 2	Suplementado com nutrientes e alcalinidade

FONTE: o autor (2022)

As características das condições de estresse aplicadas são apresentadas a seguir, e algumas condições de operação são apresentadas no QUADRO 5.

a- Temperatura: para avaliar a performance do sistema biológico, o reator teste foi retirado da caixa térmica e operado em temperatura ambiente. O reator controle foi mantido na caixa térmica, com temperatura média mantida em $34 \pm 2^\circ\text{C}$.

Período de teste: do 110° ao 137° dia, totalizando 28 dias de operação.

Período de recuperação: do 138° ao 144° dia, totalizando 7 dias.

b- Aumento da intensidade de fluidização (IF): para avaliar a resposta do sistema biológico em relação à intensidade de fluidização, os testes foram realizados em duas fases. Na primeira fase, a IF do reator teste foi aumentada para 35%, aproximadamente, enquanto a do reator controle foi mantida em 24%, aproximadamente. Na segunda fase, o reator teste teve a IF aumentada para 50%, enquanto para o reator controle a IF foi aumentada para 35%.

Período de teste: entre o 145° e 179° dia, totalizando 35 dias de operação.

1ª fase: do 145° ao 165° dia;

2ª fase: do 166° ao 179° dia.

Período de recuperação: entre o 180° e 186° dia, totalizando 7 dias.

c- Nutrientes: para avaliar a resposta do sistema biológico em relação à depleção da concentração de nutrientes, os testes foram realizados em duas fases. Na primeira fase o reator teste operou com alimentação de ARS sem adição de macro e micronutrientes, apenas com adição de bicarbonato de sódio (1,1 g/L). O reator controle foi alimentado com ARS e nutrientes. Em ambos os reatores foi realizado o controle de temperatura. Na segunda fase foram mantidas as restrições de nutrientes para o reator teste, sem o controle de temperatura para ambos os reatores

Período de teste: entre o 187° e 221° dia, totalizando 35 dias de operação.

1ª fase: do 187° ao 207° dia;

2ª fase: do 208° ao 221° dia.

Período de recuperação: entre o 222° e 231° dia, totalizando 10 dias.

d- Aumento da COV: para avaliar a resposta do sistema biológico em relação ao aumento da carga orgânica aplicada, os testes foram realizados em duas fases. Os testes foram realizados com aumento da COV de 2,29 kg DQO/m³.d para 3,63 kg DQO/m³.d por meio do aumento da concentração de DQO na ARS de 1700 mg/L para 2700 mg/L.

Na primeira fase, as concentrações de nutrientes foram corrigidas com o aumento da COV, mantendo a proporção de DQO:N:P. Nesta fase a concentração de NaHCO₃ foi aumentada de 1,1 g/L para 2,2 g/L. Durante esta fase o reator controle operou com COV de 2,29 kg DQO/m³.d, sem alteração das concentrações de nutrientes e de alcalinidade. Na segunda fase as concentrações de nitrogênio e de fósforo não foram aumentadas com o aumento da concentração de DQO, como também não foram alteradas as concentrações micronutrientes nem a de NaHCO₃, mantida em 1,1 g/L. Nesta fase o reator controle foi submetido às condições impostas ao reator teste na primeira fase, isto é, a COV foi aumentada de 2,29 kg DQO/m³.d para 3,63 kg DQO/m³.d. Entretanto, a relação DQO:N:P foi mantida e a concentração de NaHCO₃ foi aumentada de 1,1 g/L para 2,2 g/L.

Período de teste: foi realizado o aumento da COV por 5 dias consecutivos, seguidos de 2 dias com operação na COV de 2,29 kg DQO/m³.d. Na primeira fase, o aumento da COV foi realizado no reator teste do 232° até 236° dia, e do 239° até o 243° dia. Na segunda fase, o aumento da COV foi realizado nos dias 246-250, 253-257 e 260-264, para ambos os reatores. A duração total da aplicação do teste de estresse por aumento da COV foi de 33 dias. Para o reator teste, 25 dias foram com operação com COV de 3,63 kg DQO/m³.d, e 8 dias com operação sem aumento de COV. Para o reator controle, 18 dias foram de operação sem aumento de COV, e 15 dias com operação com COV de 3,63 kg DQO/m³.d. Dessa forma; de maneira geral:

Período de teste: entre o 232° e 264° dia, totalizando 33 dias de operação.

1ª fase: do 232° ao 245° dia;

2ª fase: do 246° ao 264° dia.

Período de recuperação: entre o 265° e 270° dia, totalizando de 7 dias.

QUADRO 5 - SÍNTESE DAS CONDIÇÕES DE OPERAÇÃO DOS REATORES DURANTE A APLICAÇÃO DOS TESTES DE ESTRESSE

	Estresse térmico	Estresse pelo aumento da IF	Estresse pela falta de nutrientes	Estresse pelo aumento da COV
COV aplicada (kg DQO/m ³ .d)	RanLFb1: 2,3 RanLFb2: 2,3	RanLFb1: 2,3 RanLFb2: 2,3	RanLFb1: 2,3 RanLFb2: 2,3	RanLFb1: 2,3-3,6 RanLFb2: 2,3-3,6
IF (%)	RanLFb1:~24 RanLFb2~24	RanLFb1:~35-50 RanLFb2~24-35	RanLFb1:~35 RanLFb2~35	RanLFb1:~35 RanLFb2~35
Controle de temperatura	RanLFb1: não (temperatura ambiente) RanLFb2:sim	RanLFb1: sim RanLFb2: sim	Entre os dias 187-207: sim Entre os dias 208-221: não	RanLFb1: sim RanLFb2: sim
Adição de nutrientes	RanLFb1: sim RanLFb2: sim	RanLFb1: sim RanLFb2: sim	RanLFb1: não RanLFb2: sim	RanLFb1: sim RanLFb2: sim
Período dos testes (d)	100-137	145-179	187-221	232-264

FONTE: o autor (2022)

3.10 PARÂMETROS DE AVALIAÇÃO

3.10.1 Determinação da velocidade mínima de fluidização

As velocidades mínimas de fluidização teórica foram calculadas pela Equações 2, 3 e 4, anteriormente apresentadas na seção 2.1.1, e rerepresentadas a seguir.

$$f(u)=(C_1u+C_2u^2) \quad (2)$$

Em que

$$C_1=150 \cdot \frac{(1-\varepsilon_0)^2}{\varepsilon_0^3} \frac{\mu}{(\varnothing_s d_p)^2} \quad (3)$$

$$C_2=1,75 \cdot \frac{(1-\varepsilon_0)}{\varepsilon_0^3} \frac{\rho_f}{\varnothing_s d_p} \quad (4)$$

Em que: ρ_f é a massa específica do fluido (M/L³); μ é a viscosidade do fluido (ML⁻¹T¹); \varnothing_s é a esfericidade do material suporte; ε_0 é a porosidade inicial do leito; d_p é o diâmetro médio do material suporte e u é velocidade (LT⁻¹).

A velocidade mínima de fluidização experimental foi determinada quando observado o início da agitação do material suporte. Os valores dos parâmetros utilizados para a o cálculo da velocidade teórica são apresentados na TABELA 20.

TABELA 20 - VALORES DOS PARÂMETROS DE ENTRADA PARA O CÁLCULO DA VELOCIDADE MÍNIMA DE FLUIDIZAÇÃO TEÓRICA

Parâmetros	Dados do leito	
Dp (μm)	357	505
Porosidade	0,5	0,49
Densidade (kg/m^3)	2690	
Esfericidade	0,7	
	Dados substrato	
Densidade (kg/m^3)	1000	
Viscosidade (Pa.s)	0,000798	

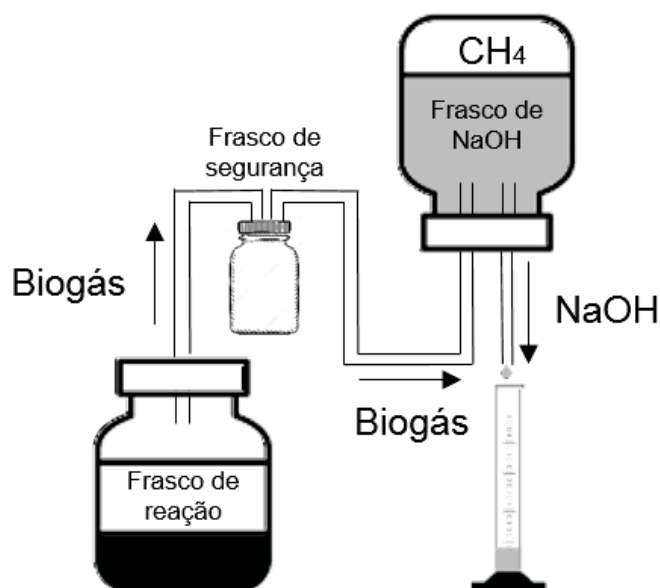
FONTE: o autor (2022)

3.10.2 Atividade Metanogênica Específica – AME

A determinação da Atividade Metanogênica específica é realizada pelo método volumétrico, de acordo com a FIGURA 12.

Neste método, o volume de metano produzido é medido por meio do deslocamento de uma solução de hidróxido de sódio (NaOH) contida em um frasco invertido, que está, por vez, conectado a um frasco de reação comportando a biomassa a ser avaliada. Os frascos tiveram seus bocais vedados com rolhas de borracha e a conexão entre eles é realizada por mangueira de látex. A entrada e a saída dos fluidos entre os recipientes são realizadas por meio de cateteres.

FIGURA 12 - REPRESENTAÇÃO ESQUEMÁTICA DA CONFIGURAÇÃO PARA O TESTE DA AME VOLUMÉTRICA



FONTE: adaptado de Aquino e colaboradores (2007)

Como o teste da AME avalia a produção máxima possível de metano, para que as condições anaeróbias ideais sejam mantidas no início do teste, ao frasco de reação devem ser adicionadas soluções de macro e micronutrientes, assim como deve ser mantida a temperatura do sistema experimental entre 30 a 35°C.

As principais diretrizes para o teste AME são apresentadas em Aquino e colaboradores (2007). A concentração de sólidos voláteis totais inoculada ao teste será de 2,5 g/L, e a concentração de substrato de aproximadamente 3,8g DQO/L, que são as mesmas utilizadas por Rocha (2011) e Moraes (2016). A glicose foi utilizada como fonte de carbono para os testes.

Para a determinação do resultado da AME, mede-se o volume acumulado de CH₄, que é equivalente ao volume deslocado de NaOH ao longo do tempo. Monta-se um gráfico pela correlação entre o volume de NaOH deslocado e tempo de ensaio. Na curva resultante da alocação dos pontos é traçada a tangente em função do ponto que produz a maior inclinação inicial da seção reta. Esta reta equivale à produção máxima de CH₄.

Para calcular o resultado da AME, expressa em g DQO/gSVT.d, deve-se converter a produção de CH₄ para carga de DQO removida. Para isso, utiliza-se a Equação (13).

$$DQO_{CH_4} = f(T) \times Q_{CH_4} \quad (13)$$

em que: Q_{CH₄} é a produção diária de CH₄ (m³/d), DQO_{CH₄} é a carga de DQO removida e convertida em CH₄ (kg DQO/d) e f(T) é o fator de correção para a temperatura de operação do reator (kg DQO/m³), calculado pela Equação (14) (CHERNICHARO, 2007).

$$f(T) = \frac{P \times K_{DQO}}{R \times (273 + T)} \quad (14)$$

em que: P é a pressão atmosférica (~1 atm para a cidade de Curitiba); K_{DQO} é o correspondente a um mol de CH₄ (64 g DQO/mol); R é a constante dos gases (0,082206 atm.L/mol.K) e T é a temperatura do frasco de reação (°C), de 35°C.

Por fim, divide-se o valor da carga de DQO removida (DQO_{CH₄}) pela quantidade inicial de biomassa no frasco de inoculação. O valor final do teste AME é apresentado em g DQO/g SVT d.

A composição da solução de macro e micronutrientes é apresentada nas TABELAS 21 e 22. A concentração da solução alcalina, de NaOH, será de 20g/L.

TABELA 21 - SOLUÇÃO DE MACRONUTRIENTES

Macronutrientes	Concentração (mg/L)	Razão
NaHCO ₃	1000	Fonte de alcalinidade
KH ₂ PO ₄	650	Macronutriente e fonte de alcalinidade
K ₂ HPO ₄	150	Macronutriente e fonte de alcalinidade
H ₂ PO ₄	500	Macronutriente
NH ₄ Cl	100	Macronutriente
MgCl ₂	100	Macronutriente
CaCl ₂ .H ₂ O	50	Agente redutor
Extrato de levedura	50	Fonte de vitaminas

FONTE: o autor (2022)

TABELA 22 - SOLUÇÃO DE MICRONUTRIENTES

Micronutriente	Concentração (mg/L)
FeCl ₃ .6H ₂ O	2,00
ZnCl ₂	0,05
CuCl ₂ .2H ₂ O	0,03
MnCl ₂ .4H ₂ O	0,50
(NH ₄) ₆ Mo ₇ O ₂₄ .4H ₂ O	0,05
AlCl ₃ .6H ₂ O	0,05
CoCl ₂ .6H ₂ O	2,00
NiCl ₂ .6H ₂ O	0,05
H ₃ BO ₄	0,01

FONTE: o autor (2022)

3.10.3 Microscopia eletrônica de varredura

Foram realizadas as microscopias eletrônicas de varredura para a amostragem do: 36° dia, no período de partida do RanLFb com ARS; do 137° dia, no período da aplicação da condição de estresse pelo não controle de temperatura; e do 165° dia, no período de aplicação da condição de estresse pela falta de nutrientes.

As análises de MEV do material celular dos reatores foram realizadas no Centro de Microscopia Eletrônica (CME) da UFPR. Os seguintes passos foram realizados para a preparação da amostra:

- a amostra foi filtrada à vácuo em membranas de nitrato de celulose de aproximadamente 0,5x0,5 cm.

- após filtração, a membrana foi transferida para placas de petri, e lavada com uma solução de tampão de fosfato 0,1 M.
- após a lavagem, foi descartado a solução de tampão de fosfato. Em seguida, as amostras foram cobertas com a solução de Karnovsky (paraformaldeído a 4% e grutaraldeído a 2,5% em tampão de fosfato 0,2 M), por um período de 4 horas em capela.
- após a lavagem da solução de Karnovsky, adicionou-se gotas da solução de tetróxido de ósmio dentro da capela, até cobrir completamente a amostra, por um período de 2 horas. Após as duas horas, foi realizado a lavagem com a solução de tampão de fosfato.
- em seguida, foi realizada a desidratação das amostras, com soluções de álcool de 30%, 50%, 70%, durante um período de 10 minutos. A amostra pode ser armazenada em geladeira com a solução de 70%. No dia da realização da MEV, foi realizado a desidratação com soluções de álcool 90% e puro.
- Após desidratação, as amostras passaram por equipamento de ponto crítico, e na sequência, coladas sobre suportes utilizando fitas de carbono e metalizadas com ouro. Após essa etapa, as amostras estavam prontas para visualização no microscópio eletrônico.

3.11 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Primeiramente, foram realizadas a estatística descritiva dos dados, por análise da média e desvio padrão das amostras.

O teste não paramétrico U de Mann-Whitney, para o nível de confiança de 95%, foi utilizado com objetivo de verificar a existência de diferença estatisticamente significativa entre os reatores, tanto para os RBB, quanto para os RanLFb, para cada parâmetro monitorado. Na interpretação dos resultados, o valor de p maior que 0,05 indica que não existiu diferença estatisticamente significativa entre o conjunto de dados analisado, enquanto o valor de p abaixo de 0,05 sugere a existência da diferença significativa. Valores de p próximos de 0,05 podem sugerir uma análise inconclusiva.

O *software* Originlab 9 foi utilizado para a realização dos cálculos estatísticos.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 CARACTERIZAÇÃO DO LIXIVIADO DE ATERRO SANITÁRIO

Durante a pesquisa, foram realizadas duas coletas de lixiviado de aterro sanitário, com os principais parâmetros analisados apresentados na TABELA 23.

Em função da forma limitada de estocagem do lixiviado, realizada a temperatura ambiente, foi observado que a concentração de DQO reduziu ao longo tempo. Dessa forma, a cada 2 semanas, era realizada uma nova análise para esse parâmetro, e corrigido o seu valor para a alimentação dos reatores.

TABELA 23 - PARÂMETROS DO LIXIVIADO COLETADO

Parâmetro	Coleta 1 (abril 2019)	Coleta 2 (março 2020)
T (°C)	23	24
pH	8,9	8,7
DBO (mg/L)	2000	1400
DQO (mg/L)	6495	6130
DBO/DQO	0,31	0,23
N _{amon} (mg/L)	4058	4050
Fósforo total(mg/L)	10,2	16,8
Alcalinidade total (mg/L)	13250	10835
Acidez volátil total (mg/L)	970	1654

FONTE: o autor (2022)

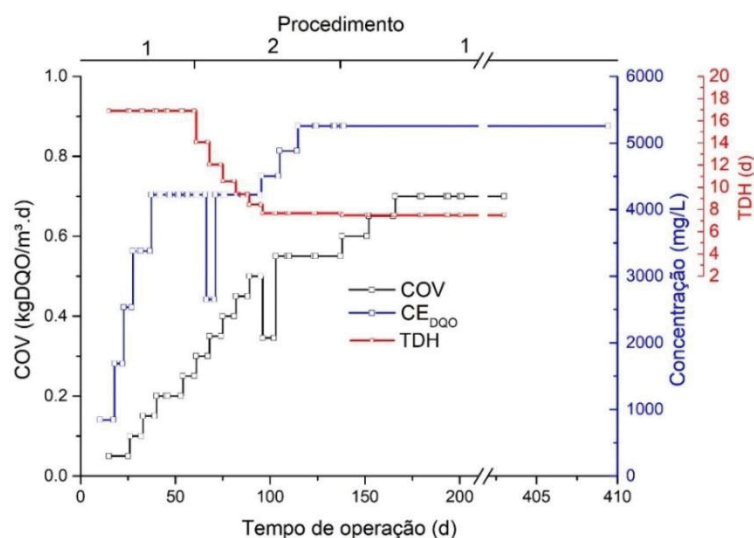
4.2 REATORES BIOLÓGICOS DE BANCADA

Os reatores biológicos de bancada operaram com monitoramento por um período total de 403 dias. O preenchimento do volume útil dos reatores de 3,3 L, aproximadamente, aconteceu após 15 dias de operação.

No período entre o primeiro dia de operação até 102° dia, o lixiviado proveniente da primeira coleta foi alimentado aos dois reatores, enquanto do 103° dia até o final da operação dos reatores foi alimentado lixiviado da segunda coleta. No 46° dia, foi iniciada a alimentação do lixiviado com suplementação de glicose. Entre os dias 96 e 102 foi aplicada uma situação de estresse aos reatores, a princípio por falta de lixiviado bruto. O lixiviado alimentado era composto por lixiviado já digerido pelo sistema, que foi estocado para esta operação. Este lixiviado foi suplementado com glicose, e a COV resultante aplicada aos reatores de 0,34 kg DQO/m³ d.

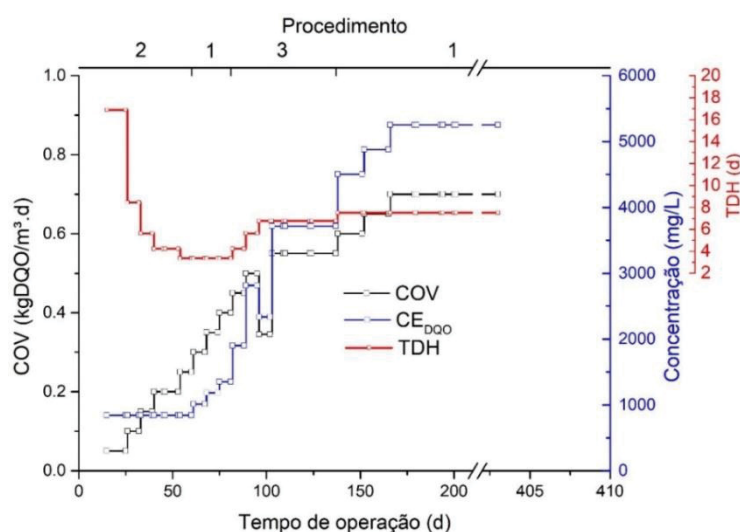
Nas FIGURAS 13 e 14 são apresentadas as condições de operação para o RBB1 e RBB2, respectivamente, durante os 403 dias de operação. As características dos procedimentos de aumento da COV foram apresentadas na seção 3.4. Na sequência são apresentados os resultados do desempenho dos RBB em relação ao tamponamento do sistema, eficiência na redução da concentração da DQO e para o conjunto de sólidos. Além disso, da seção 4.2.1 a 4.2.6 são apresentadas as discussões referentes a esses resultados.

FIGURA 13 - CONDIÇÃO OPERACIONAL DO RBB1



LEGENDA: COV: carga orgânica volumétrica; CE_{DQO}: concentração de entrada de DQO; TDH – tempo de detenção hidráulica

FIGURA 14 - CONDIÇÃO OPERACIONAL DO RBB2



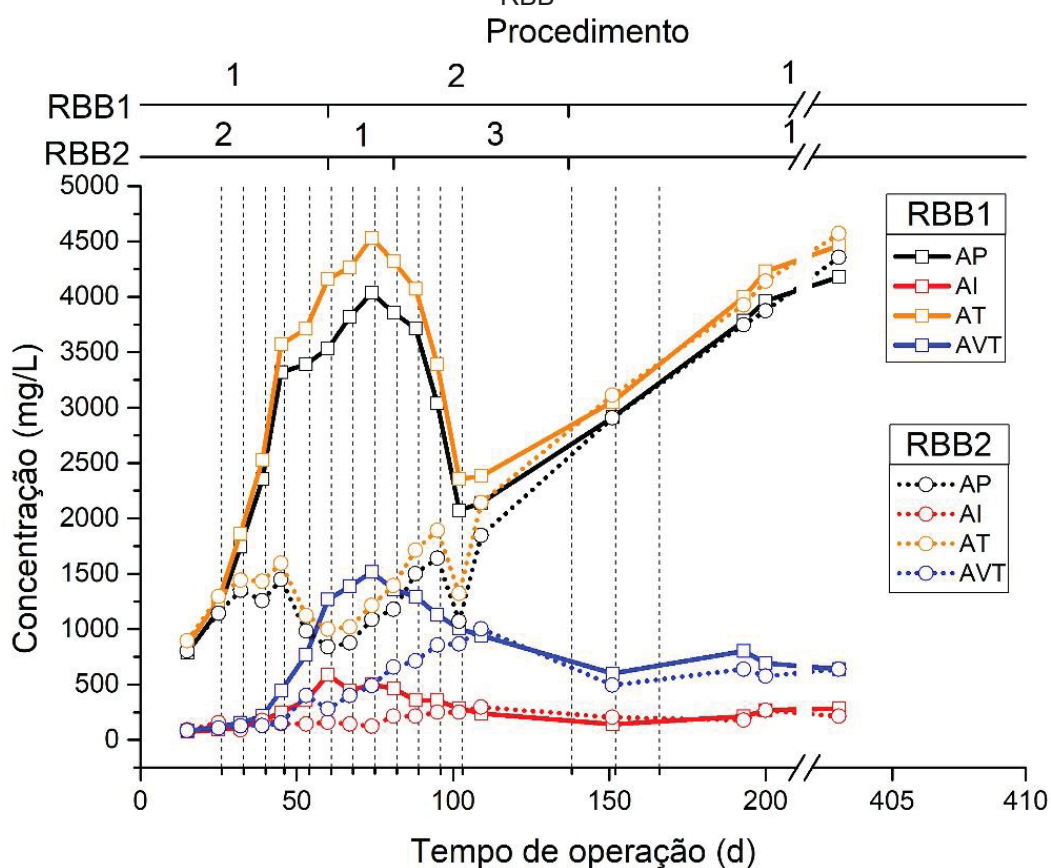
LEGENDA: COV: carga orgânica volumétrica; CE_{DQO}: concentração de entrada de DQO; TDH – tempo de detenção hidráulica

Tamponamento e estabilidade dos sistemas biológicos

Nas FIGURAS 15 e 16 são apresentadas as variações das concentrações de alcalinidade total e de acidez volátil total, além das relações AT/AVT e AI/AP de estabilidade, respectivamente, para o RBB1 e o RBB2. As linhas tracejadas verticais indicam a mudança da COV aplicada, enquanto o eixo horizontal superior indica o procedimento aplicado para o aumento da COV, conforme FIGURA 13 e 14.

Durante toda o período de operação e com exceção na condição de estresse, o RBB1 apresentou valores na faixa limite determinado pelas relações de estabilidade, com o valor máximo de 2,5 para a relação de AT/AVT (ZICKEFOOSE e HAYES, 1976; BORJA e BANKS, 1995), e com valor mínimo de 0,3 para a relação AI/AP (RIPLEY et al., 1986). Durante o procedimento 2, os valores foram mais próximos dos limites de estabilidade, com valores de AT/AVT e AI/AP de $2,9 \pm 0,32$ e $0,12 \pm 0,01$, respectivamente, se comparados com o procedimento 1, que teve média de valores para as relações AT/AVT e AI/AP de $7,6 \pm 3,1$ e $0,08 \pm 0,03$, respectivamente.

FIGURA 15 - VARIAÇÃO DA ALCALINIDADE TOTAL, DA ACIDEZ VOLÁTIL TOTAL E DO pH NOS RBB

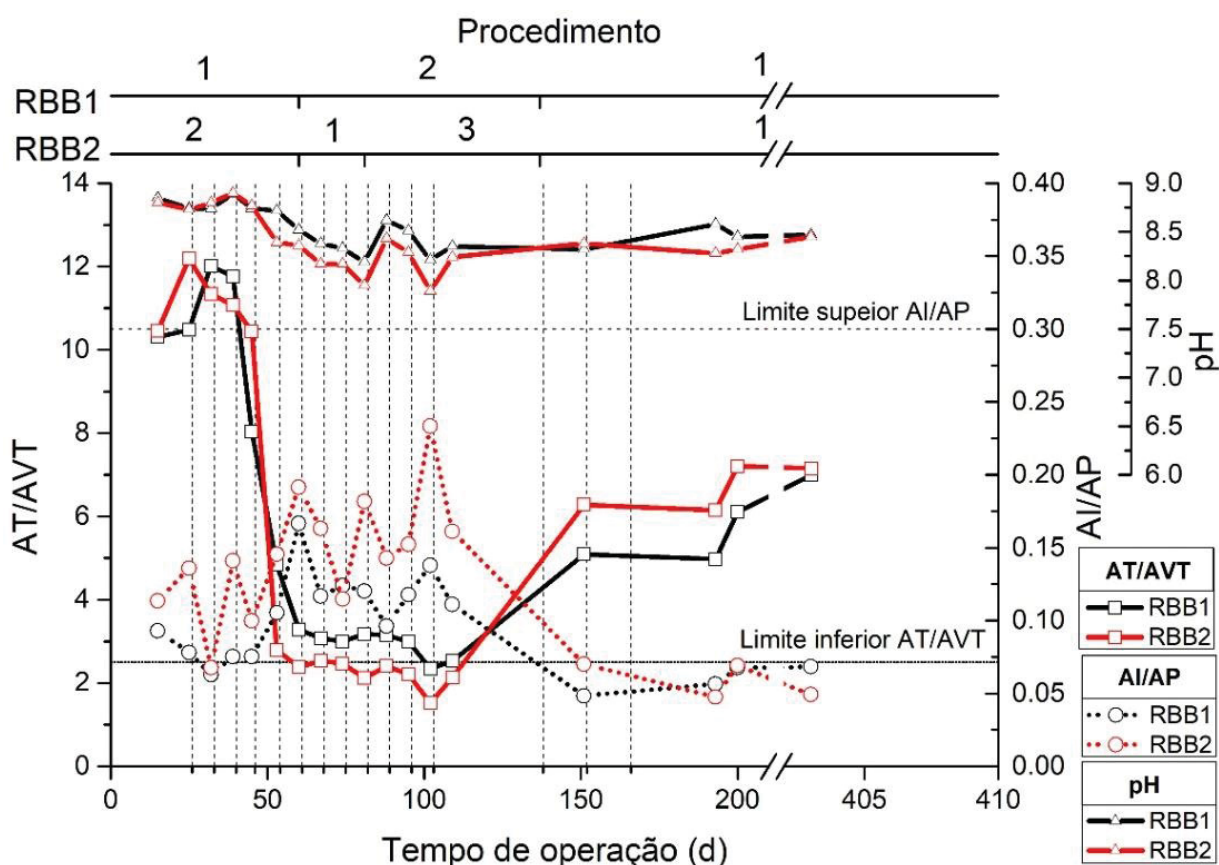


LEGENDA: AP- concentração de alcalinidade parcial; AI – concentração de alcalinidade parcial; AT – concentração de alcalinidade total; AVT – concentração de acidez volátil total

NOTA: as linhas pontilhadas verticais indicam a mudança de COV

Para o RBB2, a média dos valores de AT/AVT e AI/AP, durante toda a operação, foram de $5,7 \pm 3,9$ e $0,13 \pm 0,05$, respectivamente. Durante a aplicação do procedimento 2, a média dos valores para AT/AVT e AI/AP foram de $8,7 \pm 4,2$ e $0,13 \pm 0,04$, respectivamente. Com a mudança para o procedimento 1, os valores médios observados foram de $2,37 \pm 0,22$ e $0,15 \pm 0,03$, para as relações AT/AVT e AI/AP, respectivamente. Com a aplicação do procedimento 3, os valores observados para essas relações foram de $2,01 \pm 0,38$ e $0,17 \pm 0,04$. Por fim, com aplicação do procedimento 1 novamente, no período do 138° ao 403° dia, foram observados os valores de $6,7 \pm 0,56$ e $0,06 \pm 0,01$, para as relações AT/AVT e AI/AP, respectivamente.

FIGURA 16 - ESTABILIDADE DOS SISTEMAS BIOLÓGICOS DO RBB1 E DO RBB2



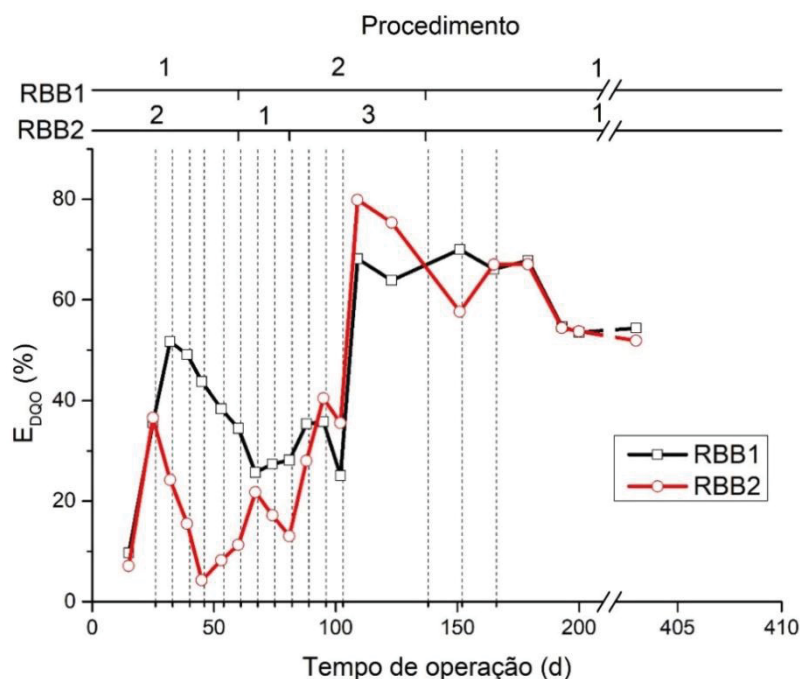
FONTE: o autor (2022)

NOTA: as linhas pontilhadas verticais indicam a mudança de COV

Eficiência na redução da concentração da DQO

Os resultados para a eficiência na redução da DQO, com o aumento da COV, são apresentados na FIGURA 17. Para o RBB1, o valor médio de E_{DQO} observado foi de $44,7 \pm 17,1\%$, enquanto para o RBB2, de $36,7 \pm 24,2\%$.

FIGURA 17 - EFICIÊNCIA DE REDUÇÃO DA DQO PARA O RBB1 E RBB2



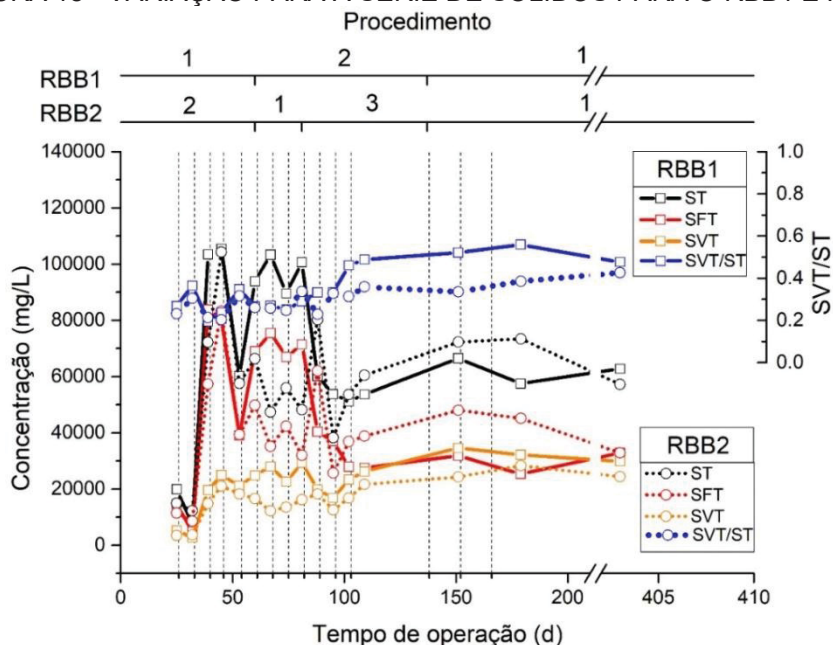
FONTE: o autor (2022)

NOTA: as linhas pontilhadas verticais indicam a mudança de COV

Conjunto de sólidos e teste da atividade metanogênica específica

Os resultados para a série de sólidos (ST, SFT e SVT) são apresentados na FIGURA 18.

FIGURA 18 - VARIAÇÃO PARA A SÉRIE DE SÓLIDOS PARA O RBB1 E RBB2



LEGENDA: ST – concentração de sólidos totais; SFT- concentração de sólidos fixos totais; SVT – concentração de sólidos voláteis totais

NOTA: as linhas pontilhadas verticais indicam a mudança de COV

A análise para a determinação da Atividade Metanogênica Específica foi realizada para o lodo inicialmente inoculado e para a COV de 0,4 kg DQO/m³.d. Para o sistema em operação nesta carga orgânica parte do lodo foi transferido para os reatores de leito fluidizado de bancada. Os resultados são apresentados na TABELA 24.

TABELA 24 - RESULTADOS DO TESTE AME PARA OS REATORES BIOLÓGICOS DE BANCADA

Reator	Dia	COV (Kg DQO/m ³ .d)	AME (g DQO/g SVT d)
RBB1	0 (lodo inoculado)	-	0,19±0,07
	81	0,4	0,60±0,09
RBB2	0 (lodo inoculado)	-	0,19±0,07
	81	0,4	0,37±0,18

FONTE: o autor (2022)

Valores médios e análise estatística

No QUADRO 6 são apresentados os valores médios observados e valores de p da análise estatística do teste U de Mann-Whitney.

QUADRO 6 - VALORES DAS VARIÁVEIS MONITORADAS E VALORES DE p PARA OS RBB

Parâmetro	RBB1				RBB2				valor p
	média	d-padrão	min	máx	média	d-padrão	min	máx	
E _{DQO} (%)	44,7	17,1	9,7	70,0	36,7	24,2	4,3	79,9	0,22
CS _{DQO} (mg/L)	1967,3	816,0	460,0	3137,7	1259,7	651,5	473,0	2528,2	0,006
AVT (mg/L)	801,1	469,2	83,28	1514,3	478,9	288,2	85,6	1003,5	0,03
AT/AVT	5,78	3,3	2,34	12,0	5,71	3,9	1,52	12,2	0,44
Al/AP	0,09	0,03	0,05	0,17	0,12	0,05	0,04	0,23	0,06
pH	8,53	0,21	8,19	8,89	8,40	0,29	7,89	8,90	0,15
SVT (g/L)	22,56	8,69	2,73	34,6	16,62	6,81	3,45	28,4	0,01
SVT/ST	0,35	0,11	0,19	0,56	0,30	0,06	0,20	0,43	0,16

LEGENDA: E_{DQO} – eficiência na redução de DQO; CS_{DQO} – concentração de saída de DQO do reator; AVT, AT, Al; AP – concentração de acidez volátil total, alcalinidade total, alcalinidade intermediária, alcalinidade parcial, respectivamente; SVT, ST- concentração de sólidos voláteis totais e totais
 NOTA: o valor-p é calculado pelo teste U de Mann-Whitney entre o conjunto de dados dos reatores, para cada parâmetro avaliado, para o nível de confiança de 95%.

Na sequência, é apresentada uma análise geral dos resultados dos reatores biológicos de bancada.

4.2.1 Operação dos reatores biológicos de bancada

Para o RBB1, no período inicial de 60 dias e com aplicação do procedimento 1, foi observado que, após um salto inicial na E_{DQO} , de 9,7% para 51,7%, para o valor da COV aumentando de 0,05 kg DQO/m³.d para 0,1 kg DQO/m³.d, ocorreu redução nos valores até o final do período, de 51,7% para 34,5%, com COV final aplicada de 0,25 kg DQO/m³.d. Com a suplementação de glicose no 48º dia, foi observada redução da E_{DQO} de 43,7% para 38,3%, com a COV mantida em 0,2 kg DQO/m³.d, assim como a produção de gás, observado no momento da alimentação do reator, e odor característico de digestão anaeróbia.

Com a mudança para o procedimento 2 no 60º dia, foi observado que, após nova redução nos valores de E_{DQO} para a COV de 0,3 kg DQO/m³.d, com valor de 25,7%, houve um aumento contínuo da eficiência com aumento da COV. Entre o 67º e 137º dia, os valores observados para a E_{DQO} foram de 25,7% e 68,1%, para as COVs aplicadas de 0,3 kg DQO/m³.d e 0,55 kg DQO/m³.d, respectivamente. Os resultados sugerem que as condições de operação do RBB1, primeiramente com aumento da CE_{DQO} , de 844 mg/L para 4222,2 mg/L e posterior redução do TDH 16,9 d para 7,5 d (FIGURA 13), podem ser ideais no processo de aclimatação de lodo anaeróbio. Durante toda a operação, os valores das relações AI/AP e AT/AVT estiveram dentro dos limites de estabilidade.

Em relação ao RBB2, o reator operou no período entre o 60º e 137º dia em condições de instabilidade (AT/AVT médio de $2,2 \pm 0,3$), que pode ser função do menor tempo de detenção hidráulica, o qual, a partir do 60º dia e para a COV de 0,25 kg DQO/m³.d, estava em 3,4 dias. A aplicação do procedimento 3 para aumento da COV, com o aumento conjunto do TDH e da concentração da DQO no período dos dias 82 e 137, de 3,4 d para 3,8 d e de 1351,0 mg/L para 3715,5 mg/L, respectivamente, não foi suficiente para o RBB2 operar em condições estáveis para a relação AT/AVT, com valor médio de AT/AVT de $2,07 \pm 0,4$.

A estabilidade para essa relação só foi observada com o TDH de 7,5 dias (FIGURA 16) o que sugere que este seja o limite mínimo do TDH para operação estável deste reator, considerando-se a relação AT/AVT. Com o aumento do TDH, pode-se sugerir que houve mais tempo para o consumo dos ácidos voláteis totais produzidos na etapa acidogênica, pelos microrganismos metanogênicos, conforme observado na FIGURA 15, com a redução do valor da concentração de AVT. Além

disso, pode-se sugerir que, para esta condição de operação, a adoção de uma solução hidráulica (mudança de TDH) substituiu a necessidade da adição de solução tamponante.

O RBB2 apresentou tendência de aumento da E_{DQO} com o aumento da COV (FIGURA 17), após a suplementação de glicose, até a operação com TDH de 3,4 dias. A tendência de aumento da E_{DQO} foi observada novamente quando o TDH foi aumentado para 4,2 dias, e com eficiência máxima observada para quando o TDH atingiu 6,8 dias, com E_{DQO} de 79,9%. Estas observações sugerem que o TDH de 3,4 dias foi insuficiente para obtenção de performance de aclimatação adequada da microbiota, isso porque os valores associados à estabilidade tenderam aos seus limites e, conseqüentemente, a eficiência na redução da concentração da DQO foi insatisfatória. Pereira e colaboradores (2009), ao tratarem efluentes de suinocultura em reatores UASB, com variação da COV entre 5 e 50 kg DQO/m³.d, também observaram altos valores para a relação AI/AP, com valores variando entre 0,55 e 0,85. Porém, após análise morfológica realizada por microscopia eletrônica de varredura (MEV), os autores sugerem que esses altos valores de AI/AP não influenciaram negativamente no processo microbiológico do reator.

4.2.2 Comparação entre os reatores biológicos de bancada

Após análise dos valores das relações AT/AVT e AI/AP, pode-se sugerir que o RBB1 operou em melhores condições de estabilidade do que o RBB2. Para o RBB1, os valores médios para AT/AVT e AI/AP foram de $5,8 \pm 3,4$ e $0,10 \pm 0,03$, enquanto para o RBB2, de $5,7 \pm 3,9$ e $0,13 \pm 0,05$. Em relação às eficiências de redução da DQO, os valores observados foram, em média, maiores para o RBB1, com o valor médio de eficiência de 44,7%, enquanto para o RBB2 foi observado o valor médio de 36,7%. Valores similares para a E_{DQO} foram observados por Latocheski (2020), em cuja pesquisa foi observada eficiência máxima de redução da DQO de 49% para a COV de 0,4 kg DQO/m³.d, com o mesmo lixiviado utilizado nesta pesquisa, e suplementado com a mesma proporção de glicose, o que sugere a recalcitrância da água residuária utilizada.

Para avaliar a significância estatística dos resultados obtidos, foi realizado o teste U de Mann-Whitney, para o nível de confiança de 95%, cujo valores obtidos são apresentados no QUADRO 6. Após a análise dos valores de p, pode-se sugerir que

existe diferença estatisticamente significativa entre os reatores para os parâmetros das concentrações de: DQO de saída, AVT e SVT ($p < 0,05$). Por outro lado, não existe diferença significativa para os parâmetros de E_{DQO} , AT/AVT, AI/AP pH. e SVT/ST ($p > 0,05$).

Pode-se sugerir que a diferença significativa observada dos valores brutos de AVT e SVT é resultante dos diferentes procedimentos aplicados para o aumento da COV, porém foram balanceados pela concentração de alcalinidade total e sólidos totais, respectivamente. Como consequência, pode-se supor que, estatisticamente, não houve diferença entre os procedimentos adotados para a elevação da COV para operação dos reatores RBB1 e RBB2. Porém, cabe salientar que, apesar da relação AT/AVT apresentar a mesma tendência para os dois reatores, para o RBB2 os valores estiveram, durante o período entre o 60 ° e 109° dia, abaixo do valor mínimo de 2,5.

4.2.3 Suplementação com glicose

A operação dos reatores, até 46° dia, foi realizada somente com lixiviado. Neste período, com aumento da COV de 0,05 kg DQO/m³.d para 0,2 kg DQO/m³.d, foi observado pequeno aumento na AVT (FIGURA 15) e mínima produção de biogás, observado na alimentação dos reatores, o que pode sugerir que, até este momento, o lixiviado estava sendo somente diluído no interior dos reatores, não ocorrendo a metabolização da matéria orgânica na forma de DQO pelos microrganismos. Além disso, o lixiviado coletado apresentou baixo valor para a relação DBO/DQO, de 0,31 e, em função da forma de estocagem utilizada, pode ter ocorrido a redução da concentração da DQO biodegradável disponível para a manutenção do sistema.

No 46° dia, após a suplementação de glicose ao RBB1, foi possível observar a redução da inclinação, em relação ao eixo do tempo de operação, da curva de concentração de AT (FIGURA 15). No mesmo período, foi observada acentuada elevação da AVT, que pode indicar a aclimatação microbiana. Para o RBB2, a mesma tendência foi observada para o AVT, porém em menor intensidade. Entretanto, para este reator, foi observada redução dos valores de AT com a suplementação do carboidrato. Com base em resultados de outros autores (PEREZ et al. 2007; RINCÓN et al., 2008), estes resultados podem indicar que, tanto o aumento da concentração de ácidos voláteis, quanto a redução da concentração da alcalinidade total, são consequência da produção de ácidos voláteis de cadeia curta resultantes da digestão

anaeróbia da matéria orgânica, e do consumo da alcalinidade pelos microrganismos no reator, respectivamente.

Comparando os dois reatores, após a adição de glicose, o RBB1 apresentou valores para AVT entre 1,5 e 4,5 vezes superiores ao RBB2, período em que operou com procedimento 1, enquanto RBB2 com procedimento 2. Entre o 61° e 137°, foi observado contínua redução dos valores de AVT para o RBB1, de 1386,6 mg/L para 942,6 g/L, enquanto operou com procedimento 1. No mesmo período, foi observado aumento da concentração de AVT para o RBB2, de 401,4 mg/L para 1003,5 mg/L, que operou com procedimento 1 e 3. A princípio, em razão da maior concentração de AVT no RBB1, pode-se supor que a atividade microbiana foi mais intensa, e que os microrganismos estavam mais bem adaptados ao substrato. Porém, assim como apontado anteriormente, a concentração de acidez mais elevada pode ser simplesmente um acúmulo resultante das condições de alimentação.

4.2.4 Condição de estresse aplicada e lixiviado não recalcitrante

No período da aplicação da condição de estresse, com alimentação de lixiviado digerido entre o 96° e 102° dia, com a COV aplicada de 0,34 kg DQO/m³.d, foi observada redução da E_{DQO}, para ambos os reatores. Para o RBB1, foi observada a redução de 38,8% para 25,1%, enquanto para o RBB2, de 40,4% para 35,5%. Em função da análise das relações AT/AVT e AI/AP, conforme FIGURA 16, também foi observada tendência à instabilidade dos sistemas biológicos nos dois reatores. A partir das observações, pode-se sugerir que a microbiota dos reatores não respondeu ao substrato alimentado, porém recuperou-se rapidamente, conforme observado a partir da alimentação do lixiviado recém coletado.

A partir do 103° dia, os reatores foram alimentados com lixiviado recém coletado. Para ambos os reatores, foi observado aumento significativo nas eficiências de redução de DQO. Para o RBB1, foi observado o aumento de 25,1% para 68,1%, enquanto para o RBB2, de 35,5% para 79,9%. Estes aumentos corroboram a suposição que o lixiviado anteriormente utilizado apresentava características recalcitrantes, e que grande parte da matéria orgânica disponível para aclimatação dos microrganismos foi proveniente da glicose suplementada ao lixiviado. Salienta-se ainda que, com o passar do tempo e estocagem em temperatura ambiente, o lixiviado proveniente da segunda coleta também teve redução da concentração da DQO

biodegradável, que pode ser a razão da redução dos valores da E_{DQO} a partir do 179º dia de operação.

4.2.5 Resposta do pH

Outro fator importante no sistema é a observação da variação do pH durante a operação dos reatores. Até o 45º dia de operação, o pH em ambos os reatores variou entre 8,72 e 8,89. No mesmo período, a alcalinidade total aumentou de 858 mg/L para 3568,6 mg/L e de 895 mg/L para 1595 mg/L, para o RBB1 e RBB2, respectivamente (FIGURA 16). No mesmo período, foi observado aumento da acidez volátil total de 83 mg/L para 444 mg/L, para o RBB1, e de 85 mg/L para 153 mg/L, para o RBB2. Para o RBB1, foi observado aumento da alcalinidade total superior a 4 vezes, enquanto a acidez volátil aumentou em torno de 5 vezes. Por sua vez, para o RBB2, foi observado aumento de aproximadamente 2 vezes, tanto para a AT, quanto para AVT. Saliente-se que o pH variou na mesma proporção para ambos os reatores, o que indica não ser um parâmetro adequado para o acompanhamento da estabilidade do sistema biológico, se avaliado individualmente, pois neste caso, é observada resposta tardia para as mudanças das concentrações de AT e AVT

A mesma tendência de resposta tardia do pH foi observado por Rincón e colaboradores (2008), ao tratarem o resíduo sólido de moinho de azeitona. Foi observada redução do valor da relação AT/AVT, de 10 para 5, com o aumento da COV de 1,5 kg DQO/m³.d para 9,2 kg DQO/m³.d. O pH para esta mesma variação de COV aumentou de 7,3 para 7,4. Por outro lado, com o aumento da COV para 11 kg DQO/m³.d, foi observada redução da relação para 1,7, enquanto o pH reduziu para 5,3. Observa-se que, enquanto o valor da relação AT/AVT esteve acima do valor mínimo de 2,5, ideal para a estabilidade de reatores, o pH sofreu pequena alteração, de 7,3 para 7,4. Ao ser avaliado após a redução do valor de AT/AVT para 1,7, o pH sofreu redução para 5,3, o que novamente indica a resposta tardia deste parâmetro para eventual aumento da AVT.

4.2.6 Conjunto de sólidos e teste da AME

Para ambos os reatores, foi observada variação da concentração de SVT, o que, indiretamente, pode ser associado à estimativa da biomassa presente no reator,

entretanto, sem relação com o aumento da COV ou com o procedimento utilizado. Para o RBB1, foi observada a concentração média de SVT de $22,6 \pm 8,7$ g/L, enquanto para o RBB2, de $16,6 \pm 6,8$ g/L, conforme FIGURA 18. Os valores finais, após a aclimação e para a COV de $0,7$ kg DQO/m³.d, foi de $29,9$ mg/L e $24,3$ mg/L, para o RBB1 e RBB2, respectivamente. Esses valores são inferiores aos encontrados por Silva e colaboradores (2020), na aclimação do lodo em reator UASB para tratamento de esgoto, que observaram a redução da concentração de SVT de $42,2$ g/L para $37,7$ g/L, com COV média de $0,8$ kg DQO/m³.d durante o período. Latocheski (2020), ao operar reatores estáticos na aclimação de lixiviado de aterro sanitário, observou variação do valor de SVT de 8 a 31 g/L, para reator inoculado com lodo de lagoa facultativa, e de 6 a 37 g/L, para reator inoculado com lodo de reator UASB.

Foi observado baixo valor para a relação SVT/ST, com médias de $0,35 \pm 0,19$ e $0,30 \pm 0,19$, para o RBB1 e RBB2, respectivamente. Valores médios de $0,6$ são geralmente observados para essa relação em reatores anaeróbios no tratamento de águas residuárias (CAI et al., 2013; RIZVI et al., 2015). O alto valor de concentração de sólidos totais inicial pode ser função da origem do lodo utilizado, uma lagoa facultativa de tratamento, no qual possui uma alta fração de material arenoso. Porém, valores similares para essa relação também foram encontrados por outros autores, como Silva e colaboradores (2020), que observaram a redução do valor de SVT/ST na aclimação de um reator UASB no tratamento de esgoto, de $0,41$ para $0,34$, inoculado com lodo oriundo de um reator UASB escala plena.

Em relação aos resultados do teste da AME, foi observado aumento do valor com o aumento da COV, conforme apresentado na TABELA 24. O RBB1 apresentou valor de $0,6 \pm 0,07$ g DQO/g SVT.d, superior ao do RBB2, com valor de $0,37 \pm 0,18$ g DQO/g SVT.d, o que pode indicar que o procedimento de aumento da COV até aquele momento para o RBB1, em conjunto com melhores resultados para a E_{DQO} e melhores valores para os parâmetros de avaliação da estabilidade do sistema biológico, é mais indicado para a aclimação dos reatores.

Além disso, os valores de AME observados para a COV de $0,4$ kg DQO/m³.d, para ambos os reatores, são diferentes do que os observados por outros autores. Rietow (2018) operou um reator UASB no tratamento de esgoto e lixiviado de aterro sanitário (relação de mistura de 10%), e observou um valor médio para o teste AME de $0,10 \pm 0,01$ gDQO/g.SVT.d. No entanto, Latocheski (2020), na aclimação dos microrganismos em reatores estáticos de bancada, proveniente de lagoa facultativa,

com aplicação do lixiviado de aterro sanitário como substrato, observou valor médio de 0,7 g DQO/g.SVT.d, superior ao trabalho aqui apresentado.

4.3 TESTES HIDRÁULICOS REALIZADOS NOS REATORES ANAERÓBIOS DE LEITO FLUIDIZADO

Para a realização dos testes hidráulicos dos RanLFb foram utilizadas areias com diâmetro médio geométrico de 357 μm e 505 μm . Para a areia de 505 μm , em função das velocidades aplicadas, entre 10 m/h e 50 m/h e limitadas pela potência da bomba, apenas a expansão do leito foi observada, a partir de velocidades próximas a 35 m/h. Ainda, para a velocidade de 35 m/h, a IF observada foi próxima a 20%. Com base nestes resultados, e considerando a possibilidade de avaliar uma gama maior de intensidades de fluidização (IF), os demais testes hidráulicos foram conduzidos apenas para a areia de 357 μm . Para esta granulometria, foi possível obter até 100% de IF.

Visando identificar possíveis vazamentos, anteriormente ao início dos testes hidráulicos e adição do material suporte ao RanLFb, o sistema foi operado com água durante um dia, sem entrada ou saída de líquido. Para isso foi aplicada a vazão de 1000 L/h fornecida pela bomba de recirculação. Não foram observados vazamentos durante esse período. A eliminação de bolhas do sistema ocorreu após os 15 primeiros minutos de operação.

As velocidades mínimas de fluidização, teórica (u_{mft}) e experimental (u_{mfe}), foram avaliadas para operação com areia de 357 μm e distribuidor de fluxo 1 (D1). A velocidade mínima de fluidização teórica foi de 7,7 m/h.

As velocidades mínimas de fluidização experimental foram avaliadas durante um período de 4 dias de operação dos reatores de leito fluidizado de bancada. Neste período foram observados os valores de 10,8 m/h \pm 0,5 para o RanLFb1, e de 10,6 m/h \pm 0,6 para o RanLFb2. Para o intervalo de 95% de confiança, não foi observada diferença estatisticamente significativa entre as velocidades mínimas de fluidização experimental ($p= 0,6$), o que sugere a reprodutibilidade das condições operacionais de um sistema para o outro.

Assim como observado por Morais e colaboradores (2021), foram observadas velocidades mínimas de fluidização experimental (u_{mfe}) maiores do que as teóricas. Porém, para os RanLFb, os valores de u_{mfe} são maiores que os observados por Morais

e colaboradores (2021), que para areia 505 μm , observaram velocidade de aproximadamente $8,6 \pm 0,3$ m/h na operação de um reator de leito fluidizado. Estas diferenças podem estar relacionadas à forma de distribuição do fluxo do líquido utilizada, que no caso de Morais e colaboradores (2021) foi realizado por placas perfuradas. A forma de distribuição de fluxo no RanLFb é discutida nos próximos tópicos.

4.3.1 Teste de distribuição de fluxo

Para a operação do RanLFb foram testados quatro distribuidores de fluxo, os quais diferiam pelo número e tamanho dos orifícios, conforme FIGURA 10. As características de cada distribuidor, além das velocidades aplicadas, foram apresentadas na TABELA 8, seção 3.1.1.

A distribuição de fluxo observada para o RanLFb, logo após a saída pela tubulação de alimentação, foi radial e longitudinal, tornando-se majoritariamente longitudinal à medida que se afastou do distribuidor. Também foi observado o movimento rotacional das partículas de material suporte no topo do leito.

Na TABELA 25 são apresentadas as principais características observadas com a utilização de cada distribuidor e velocidade aplicada, que variou entre 10 m/h e 45 m/h.

A distribuição de fluxo proporciona um jato axial na base do leito, perpendicular ao fluxo de recirculação do líquido, o que permite a distribuição em grande parte da seção transversal do reator. Como consequência, para cada distribuidor e velocidade aplicada, foi observada a formação de “zona morta”, entre os orifícios de distribuição e junto à parede do reator, com seus limites similares a uma onda senoidal, conforme apresentado na FIGURA 19. Nesta região não foi observada a fluidização do material suporte, mas o acúmulo do lodo recirculante, identificado pela mudança da cor da areia para um tom mais escuro, conforme FIGURAS 19D e 19E.

O volume da zona morta foi diferente para cada distribuidor e velocidade aplicada. Em baixas velocidades de operação, pode ter sido consequência do jato de distribuição de menor intensidade.

Para o D1, a tendência de formação de zona morta aproximou-se do representado na FIGURA 19C, com pequeno volume de areia sem movimentação, para todas as velocidades aplicadas, de 10 m/h até 45 m/h.

Para o D2, e para velocidades acima de 35 m/h, a formação de zona morta aproximou-se do formato apresentado na FIGURA 19C. Entretanto, para velocidades menores, entre 20 m/h e 35m/h, aproximou-se do formato apresentado na FIGURA 19B, com altura de leito sem movimentação de, aproximadamente, 1 cm a partir da base do reator.

TABELA 25 - CARACTERÍSTICAS DOS DISTRIBUIDORES UTILIZADOS PARA OS TESTES COM OS RanLFb

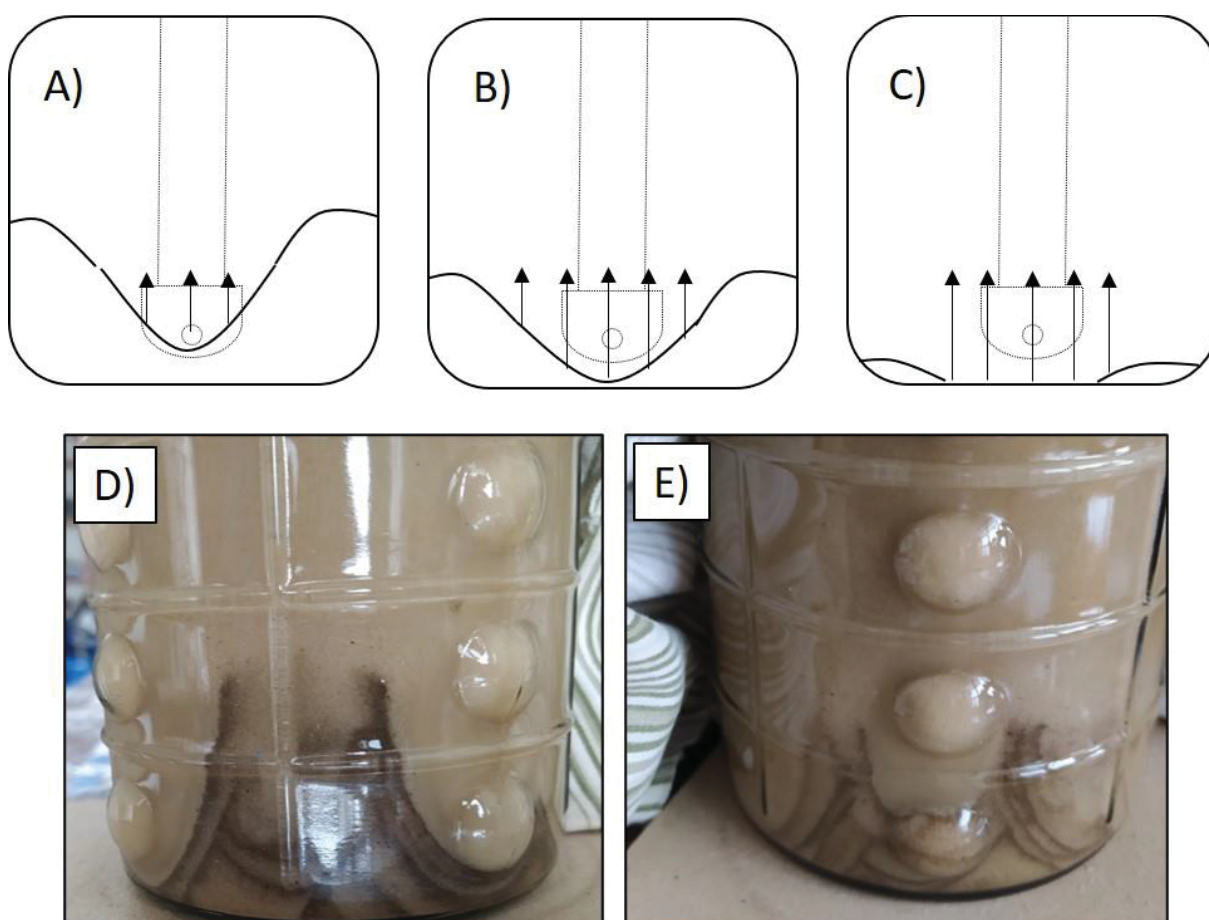
Distribuidor	Velocidade aplicada (m/h)	Observações
1 (D1)	<32	Entupimento eventual de algum orifício; fluidização homogênea no topo, com amplitude ≈ 1 cm; formação de zona morta no leito de pequena proporção; jato de distribuição por grande parte da seção transversal.
	>32	Fluidização homogênea; raros entupimentos; menor proporção de zona morta quando comparado a menores velocidades; jato de distribuição por grande parte da seção transversal.
2 (D2)	<32	Entupimento constante de algum orifício; fluidização não homogênea no topo, com amplitude >1 cm; formação de zona morta no leito (superior ao D1); jato de distribuição por grande parte da seção transversal.
	>32	Entupimento eventual de algum orifício; fluidização homogênea no topo; pequena proporção de zona morta no reator em relação à expansão do leito (superior ao D1); jato de distribuição por grande parte da seção transversal.
3 (D3)	<35	Fluidização não homogênea para todas as vazões aplicadas; formação de caminhos preferenciais; formação intensa de zona morta no reator; jato de distribuição por pequena parte da seção transversal.
4 (D4)	~ 30	Distribuidor utilizado quando os reatores operavam com velocidade abaixo de 30 m/h; Leito levemente expandindo ($<5\%$ v/v); formação intensa de zona morta no reator; jato de distribuição de pouca intensidade.
5 (D5)	20-40	Distribuidor utilizado somente após início da operação contínua do RanLFb com ARS; Fluidização homogênea para todas as velocidades aplicadas; Fluidização observada rente a parede a partir de 1,5 cm da altura da distribuição de fluxo; Raros entupimentos

FONTE: o autor (2022)

Para o D3 e velocidades acima de 35 m/h, a formação de zona morta aproximou-se do formato apresentado na FIGURA 19B, enquanto para velocidades inferiores, aproximou-se do formato apresentado na FIGURA 19A, com grande volume de areia fixa entre os orifícios do distribuidor.

Para o distribuidor 4, foi observado a formação de zona morta com características semelhantes às da FIGURA 19A, com até 7 cm de areia sem movimentação a partir da base do reator.

FIGURA 19 - FORMAÇÃO DA ZONA MORTA EM FUNÇÃO DO DISTRIBUIDOR E DA VELOCIDADE APLICADA



FONTE: o autor (2022)

LEGENDA: a) Formação de zona morte intensa; b) formação de zona morta média; c) baixa formação de zona morta; d) e e) exemplos de acúmulo de lodo

Por fim, para o distribuidor 5, foi observado a fluidização do material suporte, rente a parede e acima da distribuição de fluxo, a partir de alturas de 3,5 cm para velocidades próximas a 20 m/h, e a partir de 1,5 cm para velocidades próximas a 40 m/h. Além disso, a altura de início da fluidização, rente a parede, apresentou pouca variação para cada velocidade aplicada. Salienta-se, porém, que os testes hidráulicos

realizados para o D5 só foram realizados quando o RanLFb iniciou sua operação com água residuária sintética, uma vez que sua concepção foi realizada após a observação de entupimentos no início da operação contínua dos reatores.

Além disso, em razão da distribuição radial inicial para todos os distribuidores, foi possível observar a fluidização de parte do leito, rente à parede, na altura em que o distribuidor se encontrava instalado. Para Morais e colaboradores (2021), em que a distribuição do reator de leito fluidizado foi realizada por placas perfuradas instaladas na base do reator, a fluidização da areia rente à parede ocorreu somente a partir da altura de, aproximadamente, 8 cm acima do distribuidor.

Para os distribuidores D1 e D2 e velocidades próximas a 35 m/h, e para o D5, a fluidização do leito foi homogênea, e manteve a mesma intensidade de fluidização por toda a seção transversal do reator. Entretanto, para velocidades menores, entre 15-30 m/h, a fluidização foi não homogênea, com diferença na altura de fluidização de até 2 cm, por toda seção transversal. Por sua vez, para os distribuidores D3 e D4, a fluidização foi não homogênea para todas as velocidades aplicadas. Estas observações podem ser consequência das diferentes intensidades do jato de distribuição por toda extensão da área transversal do reator. Com isso, forma-se um caminho de fluxo preferencial que causa a diferença na altura de fluidização, que é observada, principalmente, na areia rente à parede. De acordo com Iza (1991), este fenômeno é denominado dispersão axial (vertical), comumente observado em reatores em escala de laboratório. Este fenômeno também pode ser visualmente observado pela formação de fluxos de partículas verticais, alguns ascendentes, outros descendentes, não podendo ser descrito matematicamente, mas com significativa importância, pois contribui para a homogeneização do leito.

Deve ser salientado que a obstrução dos orifícios do distribuidor foi observada durante a operação dos RanLFb. À medida que um orifício era obstruído, uma nova área de zona morta se formava, semelhante àquelas apresentadas na FIGURA 19A, contudo em maior intensidade, conforme apresentado na FIGURA 19D. Como consequência, a fluidização tornava-se não homogênea, sendo gerado acúmulo de material recirculante na zona morta. Para a desobstrução do distribuidor, por vezes, a válvula globo era fechada por alguns segundos e aberta logo em seguida. Em alguns casos, foi necessário a paralização da operação do sistema.

4.3.2 Teste de arraste

Cabe salientar que os testes de arraste foram realizados com areia em granulometria de 357 μm . Para o RanLFb 1, foi observado razoável arraste de areia nos primeiros 7 dias de operação, com massa acumulada no decantador de, aproximadamente, 50 g. Por sua vez, nesse mesmo período, o RanLFb 2 apresentou menor massa de areia arrastada com o fluxo, inferior a 5 g. A partir desta observação, a cada 7 dias foi realizada manutenção e limpeza do decantador e da bomba de recirculação. Porém, nas manutenções subseqüentes, foi observado baixo arraste do material suporte, inferior a 1 g para cada reator, o que sugere que a areia inicialmente arrastada era de granulometria menor que 357 μm .

Após as paralizações do sistema para manutenção, foi observado acúmulo considerável de sólidos no decantador. O material continha pequena quantidade de areia, porém era constituído de flocos de lodo, de consistência gelatinosa, que pode implicar que a biopartícula ainda não estava formada e o material biológico estava circulando por todo o sistema. Foi também observado formação de biofilme nas paredes do decantador, principalmente na interface entre o líquido e a região gasosa. Como o objetivo dos RanLF é o crescimento do material celular aderido ao material suporte e não suspenso, o lodo era desagregado antes de ser reintroduzido no reator, ou descartado durante a manutenção e limpeza do decantador.

Estas observações, em conjunto com os resultados do teste de temperatura, apresentado na seqüência, motivaram a troca do DE1 pelo DE2, com volume aproximadamente 2 duas vezes maior. Sua conformação (FIGURA 7), com extremidades arredondadas, favoreceram a não formação de biofilme na base do decantador. A sua altura, aproximadamente 2 vezes maior do que a do DE1, permitiu maior agitação do líquido na superfície, o que auxiliou no arraste do biofilme formado nas paredes do reator.

4.3.3 Teste de temperatura

Em função da operação intermitente dos reatores, foi observado que a temperatura do sistema aumentou em função do aquecimento da bomba submersa de recirculação. Na FIGURA 20 é apresentada a variação da temperatura em função

do tempo de operação diário, pelo período de 11 dias. Para a realização destes testes foi utilizado o decantador de 2,5 L (DE1).

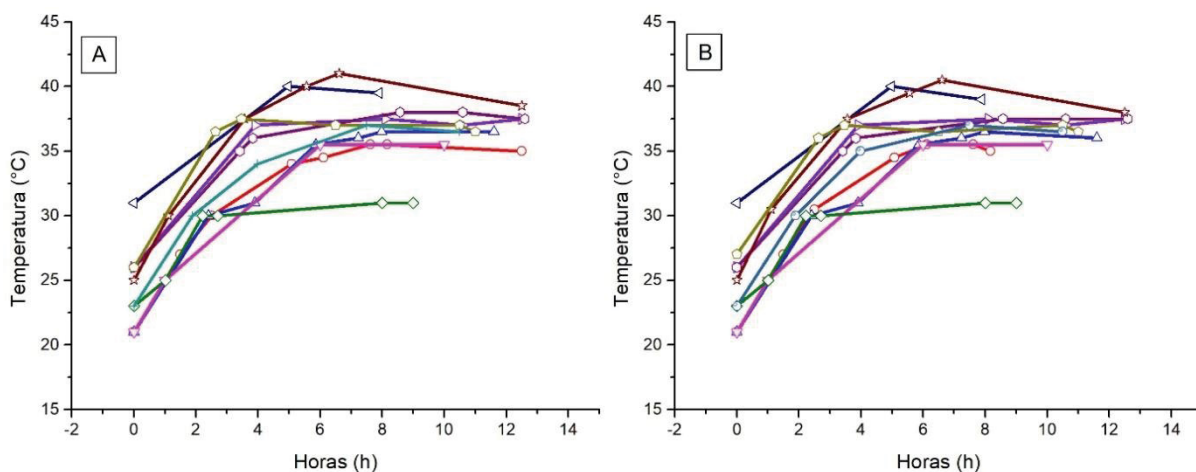
Os testes foram realizados a temperatura ambiente. Foi observado que, em média, a temperatura do sistema aumentou em 3°C a cada hora, durante as quatro primeiras horas após a partida do reator. A partir deste ponto, a temperatura continuou aumentando, entretanto, com variações de temperatura menores, de aproximadamente 0,2°C. A temperatura atingiu um valor limite constante após, aproximadamente, 10 horas de operação, e foi dependente da temperatura ambiente do momento.

A estabilização do aquecimento pode ser atribuída à equalização da temperatura da bomba submersa e do efluente recirculante. Outro fator associado à variação intensa da temperatura pode estar relacionado ao acúmulo de sólidos suspensos, nas aberturas do cabeçote, onde acontece a sucção do líquido até o conjunto impulsor da bomba. Portanto, a cada parada para manutenção do sistema de recirculação, era realizada a limpeza da bomba.

Apesar de poder causar problemas de superaquecimento, caso a temperatura ambiente esteja acima de 25°C, o sistema de bombeamento com bomba submersa possibilitou a operação do RanLFb em temperaturas próximas ao ideal para a digestão anaeróbia de, aproximadamente 35 °C, sem a necessidade de aquecimento externo. Porém, exige o controle contínuo para evitar que a temperatura ultrapasse valores limites próximos a 40°C, o que poderia interferir no consórcio microbiano, com a operação na faixa termofílica de temperatura.

Na FIGURA 21 é apresentada a variação da temperatura com o tempo de operação do sistema com o uso do DE2, de 4L, instalado para a operação contínua dos reatores. Os testes foram realizados em 3 dias diferentes de operação. O aumento de temperatura para o RanLFb1 e RanLFb2 foi, em média, 10°C, em relação a temperatura ambiente. A partir dessa observação, para a fase de operação contínua, os reatores foram transferidos para uma caixa térmica, com temperatura constante de 25°C, com consequente operação dos reatores na temperatura constante de 35±1°C.

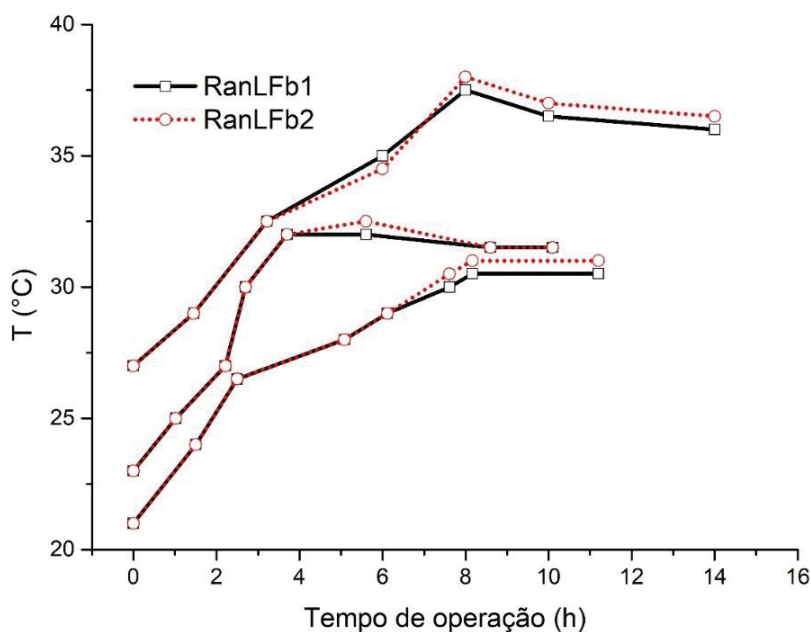
FIGURA 20 - VARIAÇÃO DA TEMPERATURA COM O TEMPO DE OPERAÇÃO DOS RanLFb



FONTE: o autor (2022)

LEGENDA: a) RanLFb1; b) RanLFb2

FIGURA 21 - VARIAÇÃO DA TEMPERAURA DO SISTEMA COM O DECANTADOR 2



FONTE: o autor (2022)

No próximo tópico será discutida a fluidização dos reatores ao longo do tempo de operação diário, enquanto na próxima seção, de partida do reator, serão discutidas a série temporal da fluidização, bem como a relação com a eficiência do reator.

4.3.4 Teste de fluidização

Foi observado que a intensidade de fluidização variou durante o tempo de operação. Após a bomba ser acionada, a fluidização foi homogênea, com altura

constante do leito. Porém, à medida em que o tempo de operação do reator foi aumentado, a altura do leito fluidizado diminuiu. Saliente-se que, após um período de operação de, aproximadamente, 6 horas, a fluidização tornou-se não homogênea, com diferença de altura do leito de até 1,3 cm. Para os quatro distribuidores avaliados, como os reatores operavam intermitentemente, o mesmo fenômeno foi observado quando a operação do reator era reiniciada.

A partir destas observações foram traçadas curvas de intensidade de fluidização em função do tempo para o período de operação entre o 27° e 48° dia, sendo que para esse período foi utilizado o distribuidor de fluxo D1 (FIGURA 19C). Durante estes testes, os reatores foram operados com três velocidades médias (u_{op}) diferentes. Para o RanLFb1, foram utilizadas as velocidades de 33,1 m/h, 39,6 m/h e 41,5 m/h, enquanto para o RanLF2, as velocidades de 30,2 m/h, 39,6 m/h e 44,5 m/h. Os perfis resultantes são apresentados na FIGURA 22.

Pode-se observar que, durante aproximadamente 5 horas de operação, ocorreu redução da intensidade de fluidização. A partir deste momento, a IF variou em torno dos últimos valores observados para cada velocidade de operação.

Para o RanLFb1, e u_{op} de 41,5 m/h, a IF inicial foi de 34,6% \pm 3,4, enquanto após o período de operação médio de 7,7 h \pm 0,7, foi de 20,9 % \pm 2,8. Para a u_{op} de 39,6 m/h, a IF inicial e final foram de 49,6 % \pm 3,5 e 26,0 % \pm 4,2, respectivamente, com tempo de operação de 8,8 h \pm 0,8. Por fim, para a u_{op} de 33,1 m/h, a IF inicial foi de 26,2 % \pm 1,6, e após o período de 9,2 h \pm 0,3, reduziu para 17,9 % \pm 0,9.

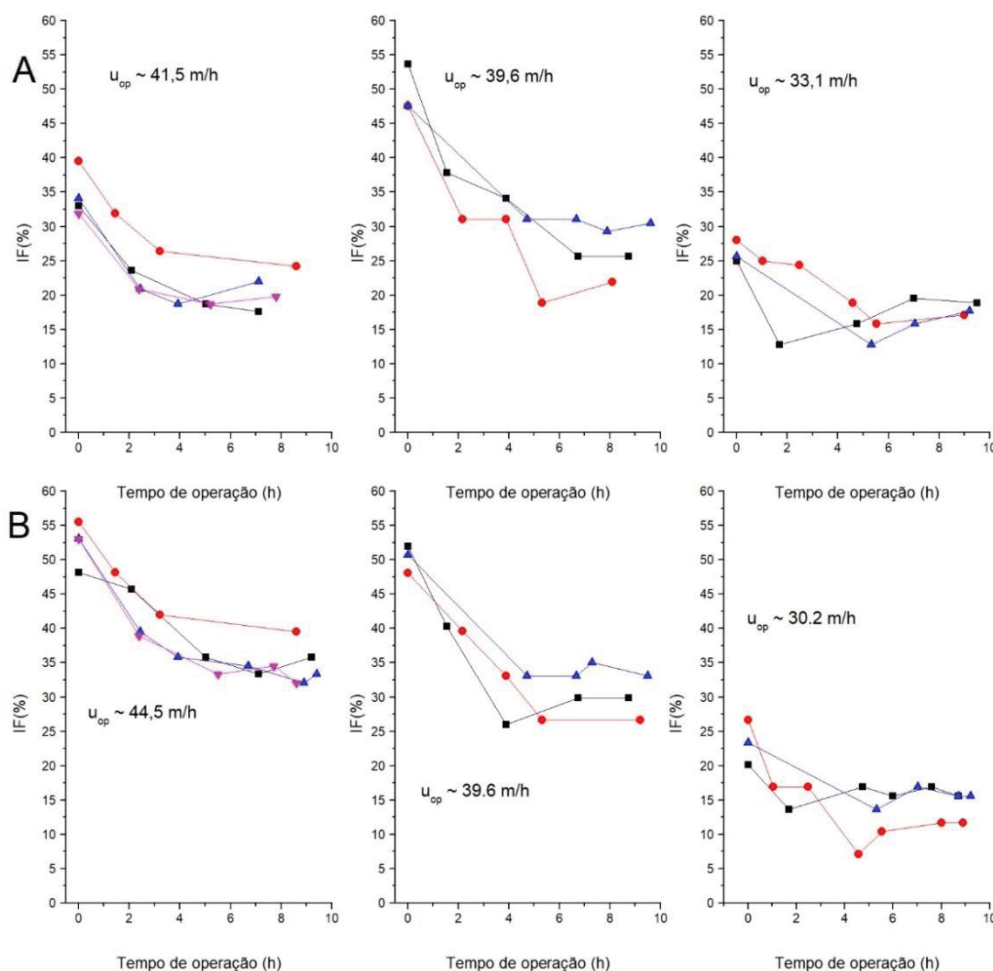
Para o RanLFb2, e u_{op} de 44,5 m/h, foi observado IF inicial de 52,5 % \pm 3,1, enquanto após 9,0 h \pm 0,4 de operação, o valor foi reduzido para 35,2 % \pm 3,3. Com a redução da u_{op} para 39,6 m/h, a IF inicial e final foram de 50,2 % \pm 2,0 e 29,9 % \pm 3,2, respectivamente, com tempo de operação de 9,2 h \pm 0,4. Finalmente, com a redução da u_{op} para 30,2 m/h, a IF inicial foi de 23,4 % \pm 3,2 enquanto após o período de 8,9 h \pm 0,3, reduziu para 14,3 % \pm 2,2.

Conseqüentemente, para o RanLFb1, as reduções da IF foram de 13,7; 23,6 e 8,3 pontos percentuais, para as u_{op} de 41,5 m/h; 39,6 m/h e 33,1 m/h, respectivamente. Por outro lado, para o RanLFb2, foram de 17,3; 20,3 e 9,1, para as u_{op} de 44,5 m/h; 39,6 m/h e 30,2 m/h, respectivamente. Dessa maneira, salienta-se que foi observada a mesma tendência de redução da IF para ambos os reatores, mesmo com as diferentes velocidades de operação.

Em função da redução da IF com o tempo de operação, decidiu-se avaliar a vazão da bomba após 6 horas de operação dos reatores, para verificar a possibilidade da mudança de velocidade de fluidização durante esse intervalo. Após este período, no entanto, foi observado que a velocidade resultante apresentou variação menor do que 1% entre as medições, o que sugere não ser o motivo da variação da IF.

Uma outra explicação para a redução da intensidade de fluidização pode estar relacionada ao acúmulo de areia, ou de outra impureza, no distribuidor de fluxo ao longo da operação, provenientes da parada da bomba de recirculação. Esse acúmulo pode ter causado obstrução dos orifícios e, conseqüentemente, afetado o jato de distribuição do líquido, o que resultou na redução da IF em função do tempo, além da formação da fluidização não homogênea, observada pela diferença de altura do leito pela seção transversal do reator.

FIGURA 22 - INTENSIDADE DE FLUIDIZAÇÃO MÉDIA EM RELAÇÃO AO TEMPO DE OPERAÇÃO DOS RanLFb



FONTE: o autor (2022)

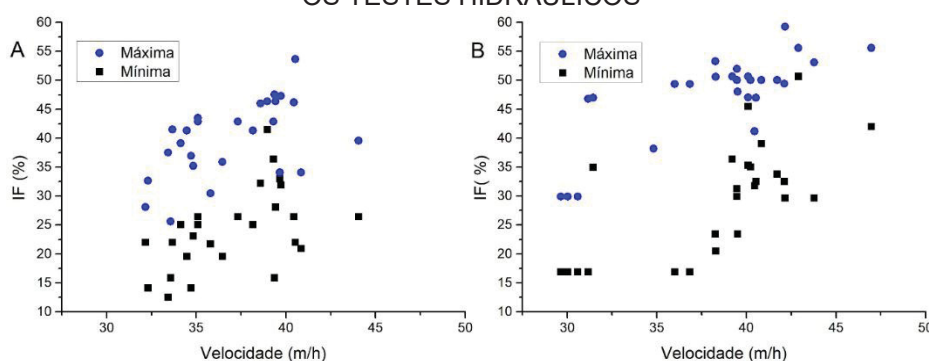
LEGENDA: A) RanLFb1 e B) RanLFb2

Além disso, a obstrução do distribuidor, para o RanLFb1, pode ser a razão da menor IF inicial, de $34,6 \% \pm 3,4$ para a u_{op} de 41,5 m/h, se comparada com a IF inicial para a u_{op} de 39,6 m/h, de $49,6 \% \pm 3,5$. Sem nenhuma obstrução, é esperado que a IF aumente com o aumento da velocidade, até o início do arraste das partículas.

No entanto, sugere-se que o principal motivo da queda da IF com o tempo de operação é o aumento da temperatura no reator, resultado do aquecimento da bomba, discutida no tópico anterior. Esse comportamento pode ser explicado com a redução da viscosidade resultante do aumento da temperatura (WANG et al., 2012), o que implicou na redução da IF. Dessa forma, cabe salientar que, a partir de paralizações para manutenção ou desligamento da bomba de recirculação, é necessário um período mínimo de 6 horas para que a operação do sistema estabilize e atinja intensidade de fluidização média constante.

Além disso, como discutido na seção 4.3.1, foi observado fluidização não homogênea durante a aplicação dos testes hidráulicos, ou seja, a altura no topo do leito fluidizado variava durante a aplicação de determinada velocidade de fluidização, com diferença de altura de até 2 cm. Assim, durante um período de 60 dias (Fase 1 da partida dos reatores), foram monitoradas as intensidades de fluidização mínimas e máximas, determinadas a partir das alturas mínimas e máximas do leito, respectivamente. Os resultados desse monitoramento são apresentados na FIGURA 23. Novamente, foi possível observar que, em função das características de distribuição, para ambos os reatores e para uma mesma velocidade de operação, a IF do leito pode ser diferente. Cabe salientar que os resultados das intensidades de fluidização mínima e máxima, para cada peça de distribuição utilizada, são também discutidos na seção 4.4.1, durante a Fase 1 da partida dos reatores.

FIGURA 23 - INTENSIDADES MÍNIMAS E MÁXIMAS DE FLUIDIZAÇÃO OBSERVADAS DURANTE OS TESTES HIDRÁULICOS



NOTA: A) RanFLb1 e B) RanFLb2. A IF mínima é relacionada a menor altura do leito fluidizado medida no dia. A IF máxima é relacionada a maior altura do leito fluidizado medida no dia

4.4 PARTIDA DOS REATORES ANAERÓBIOS DE LEITO FLUIDIZADO

É importante salientar que parte das análises aqui apresentadas já foram discutidas na seção relativa aos testes hidráulicos. Entretanto, nesta seção, serão apresentados resultados em relação aos dias de operação do RanLFb. Nos primeiros 60 dias (Fase 1), o objetivo principal foi observar o comportamento da fluidização com diferentes distribuidores e velocidades de operação, e impacto resultante das mudanças sobre o sistema, e não a obtenção de uma partida rápida do RanLF. O sistema em operação contínua teria início após esses 60 dias, entretanto, em função da pandemia da COVID19, foi necessário o seu adiamento, dando início a uma etapa de manutenção das características dos reatores, com objetivo de garantir a atividade dos microrganismos.

Assim, entre o 61° e 334° dia (Fase 2), o sistema foi transferido para a caixa térmica, com temperatura constante de $35 \pm 1^\circ\text{C}$. Os reatores operaram de maneira intermitente, pelo período de 1 hora por dia (tempo em regime fluidizado). Durante este período, do 61° ao 334° dia, a COV foi aumentada de 0,4 kg DQO/m³.d para 0,9 kg DQO/m³.d. O final desta fase corresponde à substituição do decantador de 2 L para o de 4 L, e início da operação contínua, conforme definido na seção 3.7.

4.4.1 Fase 1 de partida do RanLFb

A fase 1 foi dividida em 7 etapas, com características de operação e médias dos parâmetros monitorados de cada etapa, apresentadas na TABELA 26.

TABELA 26 - CONDIÇÕES DE OPERAÇÃO APLICADAS AO RanLFb DURANTE A FASE 1

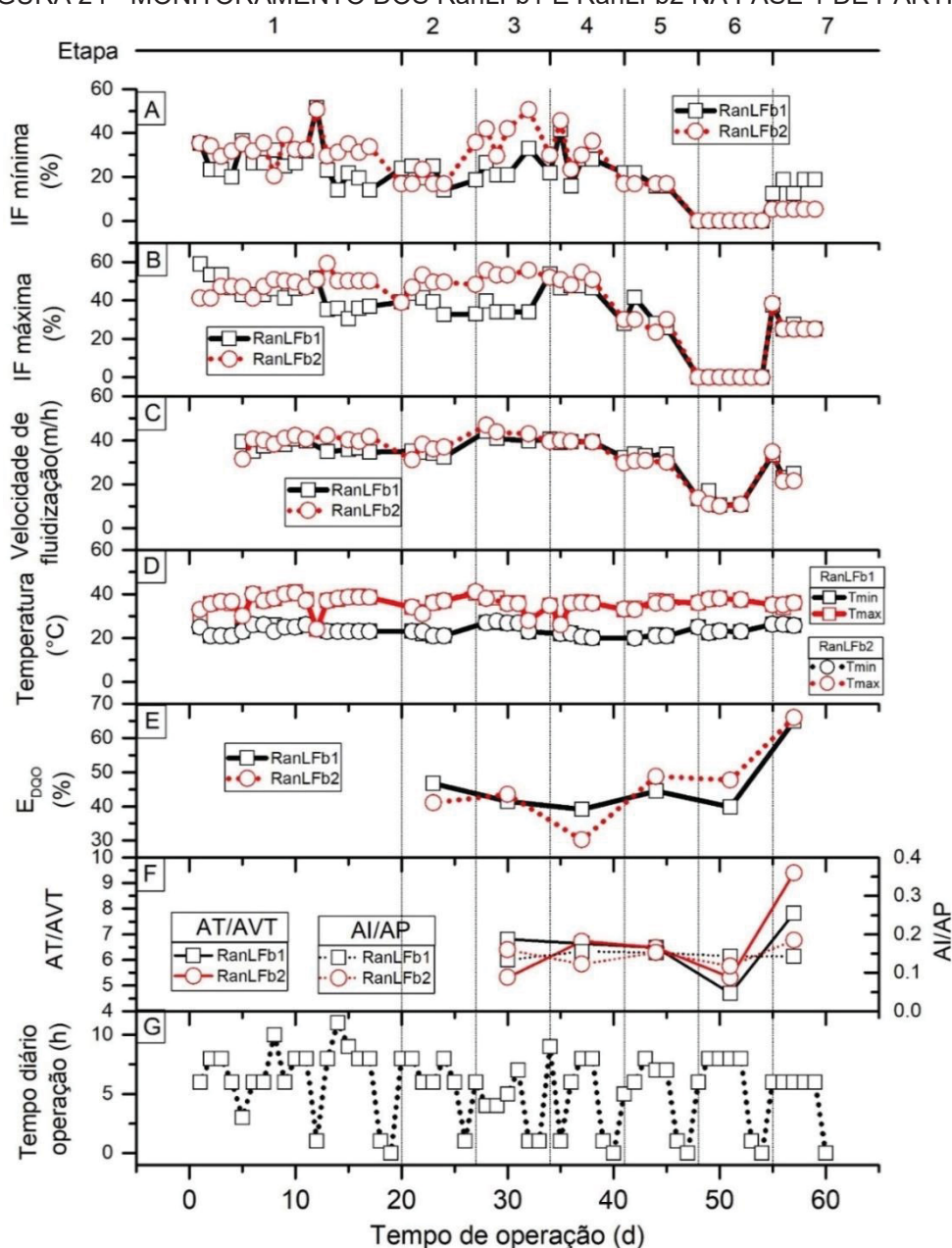
Etapa	Período (dias)	R	D	Velocidade média (m/h)	IF _{min} (%)	IF _{máx} (%)	E _{DQO} (%)	AT/AVT	Al/AP
1	1-	1	D1	37,3 ± 2,1	26,8 ± 9,9	41,1 ± 6,0	-	-	-
	19	2	D2	39,8 ± 3,0	33,7 ± 6,6	49,4 ± 3,9	-	-	-
2	20-	1	D2	34,0 ± 1,2	21,5 ± 4,7	39,1 ± 4,0	46,76	-	-
	26	2	D2	35,6 ± 3,1	18,1 ± 2,9	47,5 ± 5,3	41,10	-	-
3	27-	1	D1	41,5 ± 2,3	23,9 ± 5,8	34,9 ± 2,6	41,48	6,18	0,13
	33	2		44,5 ± 2,1	40,0 ± 7,8	53,1 ± 3,0	43,68	5,30	0,16
4	34-	1	D1	39,6 ± 0,7	27,0 ± 9,5	48,3 ± 3,0	39,09	6,64	0,16
	40	2		39,6 ± 0,4	33,0 ± 8,4	51,2 ± 2,4	30,21	6,73	0,12
5	41-	1	D1 e D4	33,1 ± 0,7	18,9 ± 3,5	30,8 ± 7,2	44,55	6,48	0,15
	47	2		30,2 ± 0,5	16,9 ± 0,0	28,2 ± 3,2	48,78	6,48	0,15
6	48-	1	D1	10,8 ± 0,5	0	0	39,86	4,70	0,14
	54	2		10,6 ± 0,6	0	0	47,75	5,31	0,12
7	55-	1	D1	23,9 ± 1,3	15,7 ± 4,4	26,3 ± 1,8	64,86	7,83	0,14
	60	2		21,4 ± 0,1	5,7 ± 0,0	25,0 ± 0,0	66,00	9,39	0,19

LEGENDA: E_{DQO} – eficiência na redução de DQO; AVT, AT, Al, AP: concentração de acidez volátil total, alcalinidade total; alcalinidade intermediária e alcalinidade parcial, respectivamente.

NOTA: os resultados referem-se às médias das observações. A IF_{min} está associada às menores alturas medidas do leito fluidizado não homogêneo durante o período de testes de cada etapa, enquanto a IF_{máx} está associada às maiores alturas. R é referente ao reator utilizado e D a peça de distribuição

Na FIGURA 24 são apresentadas as evoluções temporais da fluidização, da velocidade de operação, da temperatura e do tempo diário de operação em regime fluidizado do sistema, durante os primeiros 60 dias de operação dos reatores. Também são apresentados os resultados para a eficiência de redução da DQO e das relações que avaliam a estabilidade, apresentados novamente com mais detalhes nas FIGURAS 27 e 28. A partir do 60º dia, os reatores operaram durante 1h por dia, com IF média de 20%.

FIGURA 24 - MONITORAMENTO DOS RanLFb1 E RanLFb2 NA FASE 1 DE PARTIDA



LEGENDA: A e B) Intensidade de fluidização mínima e máxima, resultante da diferença da altura no topo do leito; C) velocidade de operação do fluido; D) temperatura mínima e máxima de operação dos reatores; E) Eficiência de redução da DQO; F) Relações de estabilidade; G) Tempo de operação diário. NOTA: Os pontilhados indicam a mudança de etapa de operação

Etapa 1

Entre o 1° e 19° dia, o RanLFb1 operou com o distribuidor 1 (D1), com 8 orifícios de 4 mm, enquanto o RanLFb2 operou com o distribuidor 2 (D2), com 8 orifícios de 3 mm. Cabe salientar que a vazão aplicada pelas bombas foi a mesma para ambos os reatores, com velocidade média resultante de 37,3 m/h \pm 2,1 para o RanLFb1, e de 39,8 m/h \pm 3,0, para o RanLFb2. Para o RanLFb1, as médias da IF mínima e máxima observadas foram de 26,8 % \pm 9,9 e 41,1 % \pm 6,0, respectivamente, enquanto para o RanLFb2, de 33,7 % \pm 6,6 e 49,4 % \pm 3,9, respectivamente. A fluidização no RanLFb2 apresentou comportamento mais homogêneo, com altura constante do leito fluidizado em toda a seção transversal. A partir desta observação, e na tentativa de reproduzir as características de fluidização do RanLFb2, optou-se por substituir o distribuidor do RanLFb1, isto é, utilizar o distribuidor com 8 furos de 3 mm (D2) durante a Etapa 2.

Na TABELA 27 são apresentados os 12 primeiros dias de operação dos RanLFb durante este período, que teve o objetivo de avaliar as características do efluente. A primeira alimentação dos reatores foi realizada no sexto dia após a inoculação.

TABELA 27 - COMPORTAMENTO DOS REATORES DURANTE OS 12 PRIMEIROS DIAS DA FASE 1 DE PARTIDA

Reator	Tempo operação (d)	T (°C)	Vazão (m ³ /h)	u _{OP} (m/h)	IF (%)	CE _{DQO} (mg/L)	CS _{DQO} (mg/L)	E _{DQO} (%)
RanLFb 1	1-5	21-36,5	0,340	39,3	50,9	687,5	610,0	11,3
	6-12	25-41	0,331	38,2	45,4	687,5	472,0	31,3
RanLFb 2	1-5	21-36,5	0,272	31,5	44,7	687,5	789,0	0
	6-12	25-41	0,350	40,4	48,0	687,5	479,0	30,3

FONTE: o autor (2022)

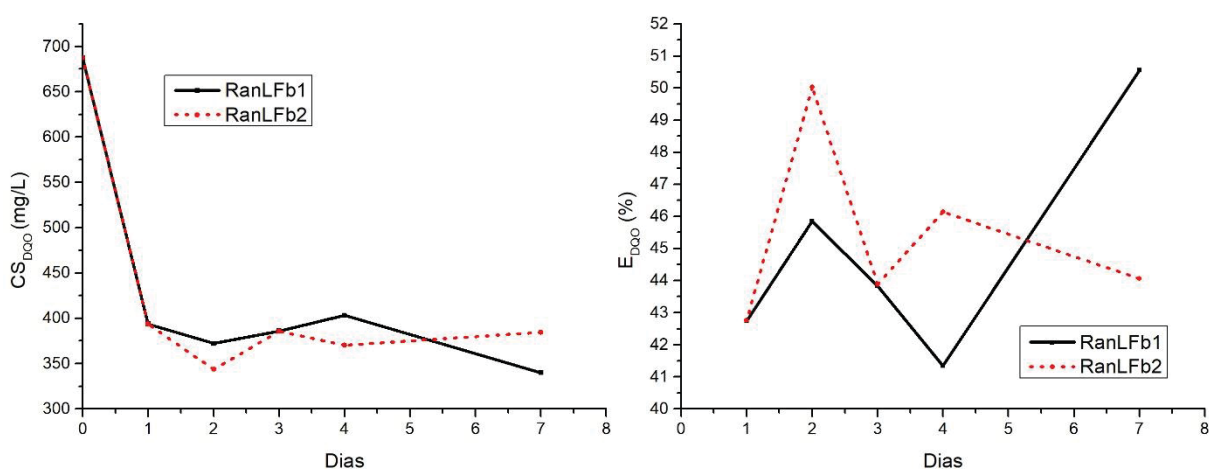
LEGENDA: u_{op} – velocidade de operação; IF – intensidade de fluidização; CE_{DQO} – concentração de entrada da DQO; CS_{DQO} – concentração de saída da DQO; E_{DQO} – eficiência de redução da DQO.

Durante o período de 12 dias foi possível observar que a concentração da DQO total não foi um parâmetro adequado para avaliar a redução da concentração da matéria orgânica, pois ocorreu a recirculação do lodo, o que levou ao aumento da DQO do efluente tratado. A recirculação de lodo resultou, por exemplo, no valor da E_{DQO} de 0% para o RanLFb2 após 5 dias de operação. Dessa maneira, a partir deste ponto, todas os efluentes dos sistemas contínuos foram filtrados em membranas de fibra de vidro (GF3), com abertura de poro de 0,6 μ m. Além disso, após o período de

12 dias da partida, foram alimentados 200 mL de lodo com a água residuária a ser tratada, para suprir o arraste de material celular observado durante os testes hidráulicos de arraste. Para o RanLFb1, foi alimentado lodo proveniente do RBB1, e para o RanLFb2, do RBB2.

A partir do 13º dia de operação, durante 7 dias, foi realizado um ensaio para avaliar a redução da concentração da DQO, para subsidiar a decisão sobre a frequência para a alimentação em batelada, conforme apresentado na FIGURA 25.

FIGURA 25 - ENSAIO DE REDUÇÃO DE DQO REALIZADO NOS RanLFb



FONTE: o autor (2022)

LEGENDA: CS_{DQO} – concentração de saída da DQO do reator; E_{DQO} - eficiência de redução da DQO

No primeiro dia do ensaio, a E_{DQO} foi de aproximadamente 42,5% em ambos os reatores. No segundo dia, foi obtida a eficiência foi de 46% para o RanLFb1 e 50% para o RanLFb2. A partir deste ponto, a concentração da DQO aumentou, em função das reações anaeróbias que produzem ácidos graxos voláteis, como observado por Latocheski (2020) nos bioensaios realizados com lodo e lixiviado de mesma origem. Como o aumento da eficiência de redução da DQO ocorreu após dois dias de ensaio, foi decidido alimentar os reatores a cada 2 dias, durante toda o período de partida (entre o 20º e 334º dia).

Etapa 2

Entre o 20º e 26º dia, foi observada redução da velocidade média de fluidização para $34,0 \text{ m/h} \pm 1,2$ no RanLFb1, conforme FIGURA 28. Não obstante, as médias de IF mínima e máxima diminuíram para $21,5 \% \pm 4,7$ e $39,1 \% \pm 4,0$, respectivamente, em função do constante entupimento do sistema. O entupimento foi

causado por resíduos contidos no lixiviado alimentado ao sistema. O mesmo foi observado para o RanLFb2, no qual foi mantido o mesmo distribuidor. Neste reator, a velocidade média diminuiu de $39,8 \text{ m/h} \pm 3,0$ para $35,6 \text{ m/h} \pm 3,1$, enquanto as médias de IF mínima e máxima diminuíram de $33,7 \% \pm 6,6$ e $49,3 \% \pm 3,9$ para $18,1 \% \pm 2,9$ e $47,5 \% \pm 5,3$, respectivamente. Em consequência do observado, optou-se por trocar ambos os distribuidores nos dois reatores para o D1, com 8 furos de 4 mm. A partir deste momento optou-se por operar a bomba com maior vazão aplicada, de $99,8 \pm 5,5 \text{ L/h}$ para o RanLFb1, e de $107 \pm 5,2 \text{ L/h}$, para o RanLFb2.

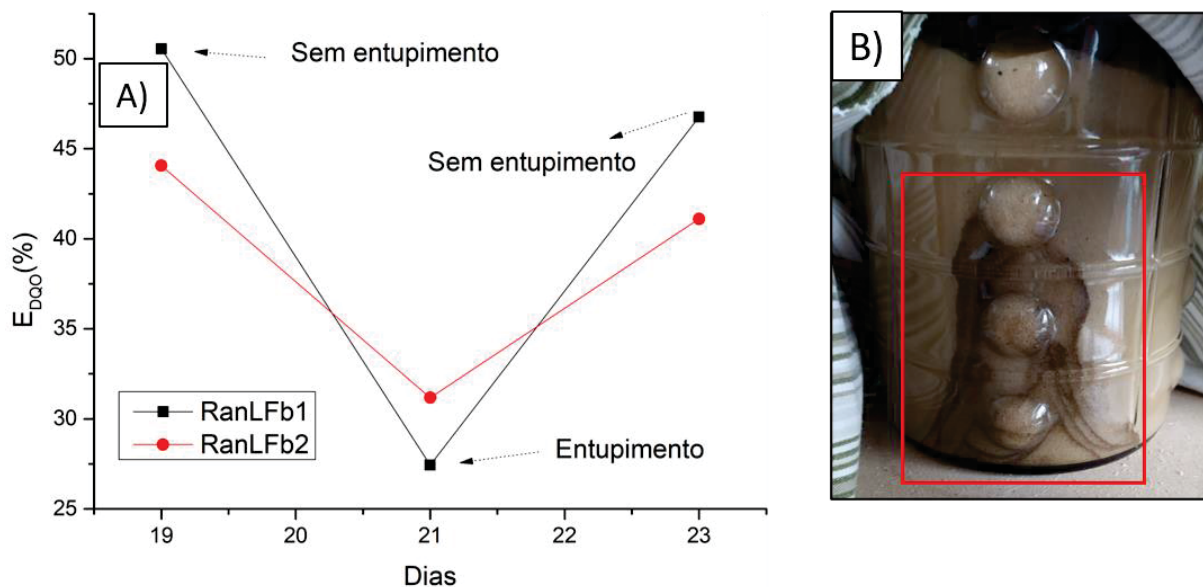
Conforme mencionado anteriormente, foi observado que, por diversas vezes, ocorreu entupimento dos distribuidores de fluxo utilizados. Na FIGURA 26A é apresentada a comparação entre as eficiências de redução da DQO, para ambos os reatores, no período em que RanLFb1 apresentou entupimento. Para este reator, no 20º dia de operação, foi observada a formação de zona morta e fluidização não homogênea, indicando o entupimento do distribuidor.

No 21º dia foi determinada a E_{DQO} , para avaliar a consequência do entupimento sobre a redução da DQO. Foi observado a redução da DQO de 50,5% para 27,4%, para o RanLFb1, e de 44,0% para 31,1%, para o RanLFb2. No mesmo dia, foi realizada a manutenção do sistema operacional, confirmando a obstrução de dois orifícios de distribuição do fluxo por material gelatinoso, o que sugere a formação de biofilme no interior do distribuidor. No 23º dia a E_{DQO} foi avaliada novamente. Foi observado que, nesse período de dois dias, o RanLFb1 operou sem obstrução do distribuidor e apresentou maior eficiência de remoção da DQO do que o RanLFb2, com valores de 46,8% e 41,1%, respectivamente. Consequentemente, nesse período do dia 19 a 23, o RanLFb1 apresentou melhores eficiências de redução de DQO que o RanLFb2, quando operou sem obstrução do seu distribuidor. Quando operou com o distribuidor obstruído, apresentou E_{DQO} de 27,4%, inferior ao RanLFb2, com E_{DQO} de 31,1%. Essas observações podem indicar que a melhor distribuição do fluxo no leito, com menor formação de caminhos preferenciais, proporcionou uma melhor eficiência na redução da concentração da DQO.

No período avaliado, conforme FIGURA 26, também foi observada a formação de uma camada mais escura de areia na seção em que foi identificado entupimento, indicando o acúmulo de lodo que recirculava pelo sistema, conforme FIGURA 26B. Estes resultados motivaram a substituição do D2 pelo D1, com 8 furos de 4 mm,

conforme TABELA 26. A partir desta alteração, os entupimentos foram observados em menor frequência.

FIGURA 26 - EFICIÊNCIA DE REDUÇÃO DA CONCENTRAÇÃO DE DQO EM FUNÇÃO DO ENTUPIMENTO DO DISTRIBUIDOR DE FLUXO



FONTE: o autor (2022)

LEGENDA: a E_{DQO} com e sem entupimento b) detalhe do entupimento observado

Outra observação importante foi a formação de flocos de lodo, logo acima da parte superior do leito fluidizado, para ambos os reatores. Esta condição foi observada quando os D1 e D2 foram utilizados. A espessura estimada dos flocos era de 1 mm a 2 mm, e se mantinham na superfície do leito fluidizado por, aproximadamente, 2 dias após a alimentação do reator. Esta observação corrobora aquela apresentada por Gorris et al. (1988), que também observaram o acúmulo de flocos de lodo no RanLF. Entretanto, no estudo destes autores, o lodo era alimentado continuamente, e a formação dos grânulos foi contínua por 82 dias, tendo sido continuamente removidos. Por sua vez, durante a realização destas atividades, na pesquisa aqui apresentada, a remoção ou, talvez, desagregação dos flocos, ocorreu naturalmente, simplesmente em função da velocidade aplicada e do tempo de operação, com acúmulo do material no decantador.

Etapa 3

No período entre o 27° e 33° dia, para o RanLFb1 foi observada velocidade média de 41,5 m/h \pm 2,3, com médias de IF mínima e máxima de 23,9 % \pm 5,8 e 34,9

% \pm 2,6, respectivamente. Por sua vez, para o RanLFb2, foi observada velocidade média de 44,5 m/h \pm 2,1, com médias de IF mínima e máxima de 40,0 % \pm 7,8 e 53,1 % \pm 3,0, respectivamente. A partir desta etapa, ambos os reatores operaram em condições similares, conforme TABELA 26.

Para ambos os reatores, nesta etapa, foi observada menor frequência dos entupimentos. Além disso, a fluidização teve comportamento homogêneo, com altura do leito fluidizado constante, em toda seção transversal, durante a operação.

Em relação à E_{DQO} , foram observados os valores de 41,48% para o RanLFb1 e de 43,46% para o RanLFb2. Se comparados com a fase anterior (com sistema não entupido), para o RanLFb1 foi observada redução de 5,3 pontos percentuais para a E_{DQO} , enquanto para o RanLFb2 foi observado aumento de 2,4 pontos percentuais.

Nesta etapa foi iniciada a avaliação das condições de estabilidade dos reatores, mediante valores das relações AT/AVT e AI/AP. O RanLFb1 apresentou melhores condições de estabilidade, com valores de AT/AVT e AI/AP de 6,8 e 0,13, respectivamente, enquanto o RanLFb2 apresentou valores de 5,3 e 0,16 para essas mesmas relações.

Etapa 4

No período entre o 34° e 40° dia, a vazão aplicada pela bomba de recirculação foi reduzida igualmente para ambos os reatores. Como consequência desta alteração, para o RanLFb1, foi observada a velocidade média de 39,6 m/h \pm 0,7, com médias de IF mínima e máxima de 27,0 \pm 9,5% e 48,3 \pm 3,0%, respectivamente. Apesar da velocidade média ser menor do que a observada entre o 27° e 33° dia, de 41,5 m/h \pm 2,3, em função da menor frequência de entupimentos, as intensidades de fluidização, tanto mínima quanto máxima, foram de maior proporção. Para o RanLFb2, a velocidade média foi de 39,6 m/h \pm 0,4, e as IF, mínima e máxima, foram de 33,0 % \pm 8,4 e 51,2 % \pm 2,4, respectivamente.

Além disso, nas Etapa 3 e 4, foi observada menor frequência de entupimentos em associação à redução dos flocos de lodo localizados acima do leito fluidizado. Pode-se deduzir que a desagregação dos flocos de lodo contribuiu para o não entupimento dos distribuidores de fluxo.

Ambos os reatores tiveram valores próximos para as relações de estabilidade, com valores próximos a 6,7 para a relação AT/AVT, e próximos de 0,14 para a relação AI/AP. Enquanto o RanLFb1 apresentou E_{DQO} próxima da etapa anterior, com redução

de 2,4 pontos percentuais, o RanLFb2 apresentou uma redução de 13,5 pontos percentuais.

Etapa 5

A partir do 41° dia, o valor da COV foi aumentado de 0,36 kg DQO/m³.d para 0,40 kg DQO/m³.d, com o aumento da concentração da solução de lixiviado de 1 g/L para 1,4 g/L. No período entre o 41° e 47° dia, as velocidades médias de fluidização observadas foram de 33,1 m/h ± 0,7 para o RanLFb1 e 30,2 m/h ± 0,5 RanLFb2. Para o RanLFb1, as médias de IF mínima e máxima observadas foram de 18,9 % ± 3,5 e 30,8 % ± 7,2, respectivamente, enquanto para o RanLFb2, de 16,9 % ± 0,0 e 28,2 % ± 3,2, respectivamente.

Nesta etapa, os valores para as relações de estabilidade foram próximos aos da etapa anterior, e entre os reatores, conforme TABELA 26. Em relação à E_{DQO}, o valor observado para o RanLFb1 foi de 44,5%, com aumento de 5,5 pontos percentuais em relação à etapa anterior, e de 48,8% para o RanLFb2, com aumento de 18,5 pontos percentuais em relação à etapa anterior. Estes valores sugerem que, como o RanLFb2 sofreu brusca diminuição nos valores de E_{DQO} na etapa anterior, e brusca elevação na Etapa 5, pode-se supor que o RanLFb2 foi submetido a alguma condição de estresse na Etapa 4, tendo se recuperado na etapa 5.

No 41° dia foi realizada manutenção em ambos os reatores, tendo sido substituído o D1 (8 orifícios de 4 mm de diâmetro) pelo D4 (16 orifícios, sendo 8 com diâmetro de 4 mm, e os demais com diâmetro de 3 mm), conforme FIGURA 10, apresentada em Materiais e Métodos. Entretanto, foi observado que a distribuição do fluxo foi insatisfatória, pois a expansão do leito foi quase nula, com IF de aproximadamente 5%. A partir desta observação, no 42° dia, optou-se pela substituição do D4 pelo D1 em ambos os reatores. A razão provável da distribuição de fluxo inadequada foi a baixa velocidade de operação localizada. Isto pode ser justificado pela característica conformacional do distribuidor 4, o qual é composto pelo dobro de furos do distribuidor 1, o que pode estar relacionado com a menor intensidade do fluxo fornecido pelo jato de distribuição.

Etapa 6

No período entre o 48° e 54° dia, os reatores foram operados com IF mínima, ou seja, com a aplicação da velocidade mínima de fluidização experimental. Nesta

etapa, a maior parte do leito comportou-se como um filtro de areia, com biopartículas estáticas na região de contato com as paredes. Em termos de comportamento hidráulico dos reatores, foi observada menor agitação do fluido no decantador, porém sem alteração em relação ao acúmulo de sólidos ou formação de biofilme. A velocidade média aplicada para o RanLFb1 foi de 10,8 m/h \pm 0,5, enquanto para o RanLFb2 de 10,6 m/h \pm 0,6.

Entretanto, em relação às condições de estabilidade, o valor da relação AT/AVT reduziu de 6,5 para 4,7, para RanLFb1, e de 6,5 para 5,3, para RanLFb2. Além disso, foi observada a redução dos valores de E_{DQO} em relação a etapa 5, de 4,7 pontos percentuais para o RanLFb1 e de 1,0 ponto percentual para o RanLFb2.

Etapa 7

Esta etapa teve o objetivo de avaliar as condições em que o reator operaria na Fase 2. Dessa forma, aplicou-se uma velocidade para a obtenção de uma IF próxima de 20%. Para o RanLFb1 a velocidade foi de 23,9 m/h \pm 1,3, enquanto para o RanLFb2 foi de 21,4 \pm 0,1m/h.

Nesta etapa, foi iniciada a alimentação de lixiviado recém coletado, o que impactou a E_{DQO} e as relações de estabilidade. Para o RanLFb1, foi observada E_{DQO} de 64,9%, e para o RanLFb2, de 66,0%, com aumento de 25,0 e 18,2 pontos percentuais, respectivamente, em relação a etapa anterior. Por sua vez, foi observado aumento para a relação AT/AVT, de 4,70 para 7,83 para o RanLFb1, e de 5,31 para 9,39 para o RanLFb2. Para a relação AI/AP, o valor para o RanLFb1 permaneceu igual à etapa anterior (0,14), enquanto para o RanLFb2 o valor aumentou de 0,12 para 0,19.

Entre todas as diferentes condições aplicadas, a fluidização mais homogênea foi observada na Etapa 3, com menor formação de caminhos preferenciais e menor volume de zona morta, com velocidades médias entre 35 m/h e 40 m/h. Nesta etapa foi observada a maior média de E_{DQO} para os dois reatores. Porém, a opção de redução da velocidade, para valores abaixo de 30 m/h nas etapas posteriores, foi associada à manutenção do sistema biológico, pois a maioria dos estudos apresenta resultados para a operação com velocidades inferiores a 35 m/h (HEIJNEN et al., 1989; FERNÁNDEZ et al., 2008; ANDALIB et al., 2014), condição relativa ao arraste de biofilme com o efluente do reator. À medida que o biofilme se tornar mais estável, espera-se novamente operar o reator com intensidades de fluidização mais elevadas.

As eficiências de redução da matéria orgânica, para a COV média de 0,4 kg DQO/m³.d, foram observadas entre 40% e 50%, para ambos os reatores, entre o 23° e 51° dia de operação, antes da alimentação com lixiviado recém coletado. Como discutido na seção 4.2, em função da forma de estocagem do lixiviado, ocorreu a redução da fração biodegradável da DQO. Se for considerada somente a DQO da glicose utilizada, que correspondeu a 50% da DQO total alimentada aos reatores, esta condição leva a E_{DQO} a estar próxima do maior valor possível. Para o RanLFb1, a média da E_{DQO} foi de 42,3 % ± 3,2, enquanto para o RanLFb2 foi de 42,2 % ± 7,4, o que indica boa reprodutibilidade entre os sistemas de leito fluidizado em escala de bancada.

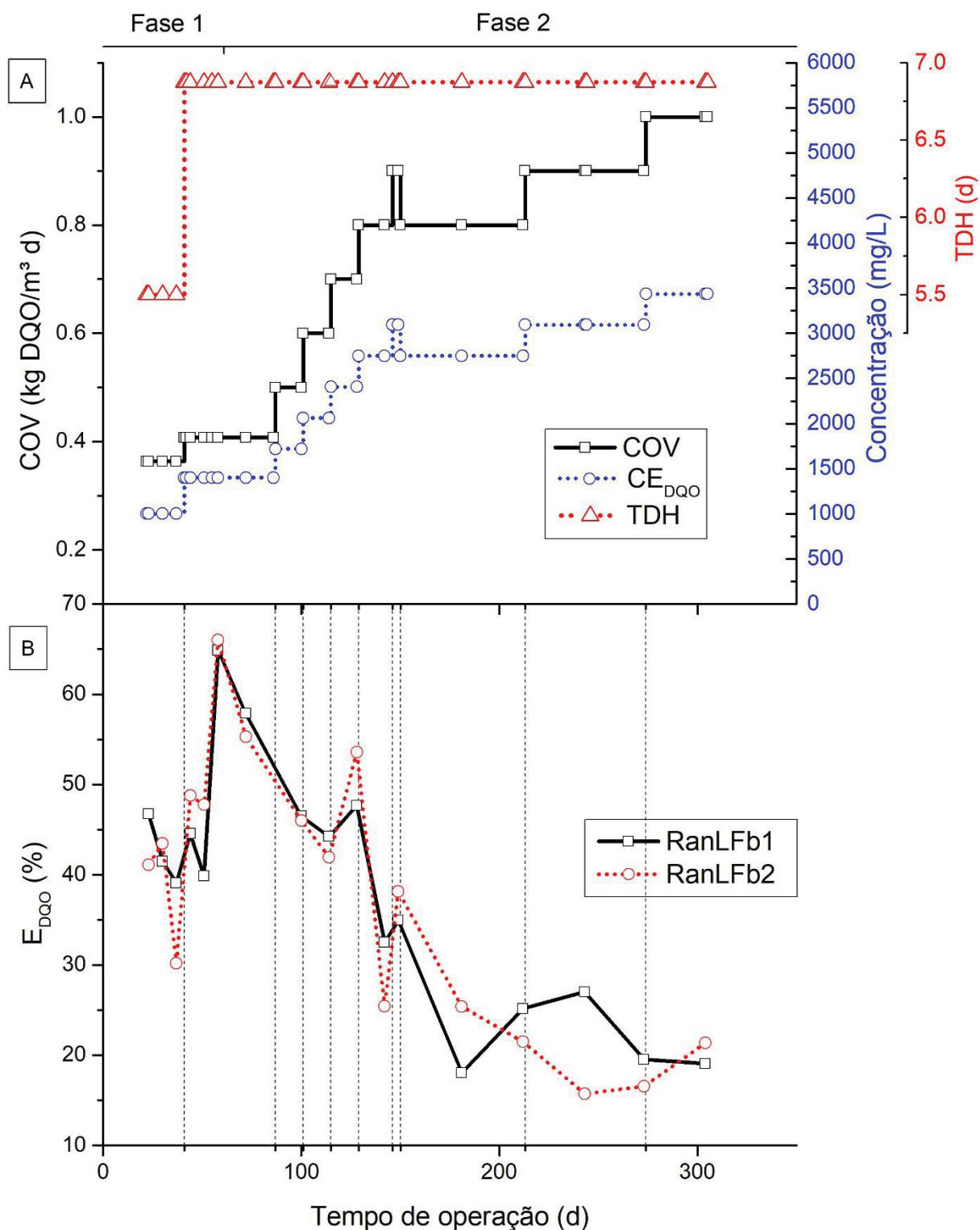
Os valores de redução da DQO são superiores àqueles observados para os reatores biológicos de bancada para a mesma COV, de 0,4 kg DQO/m³.d. Nesta condição, foram observadas E_{DQO} de 28% para o RBB1, e de 13% para o RBB2. Porém, o tempo de operação dos RBB até a COV de 0,4 kg DQO/m³.d, foi de 81 dias. A maior eficiência dos RanLFb pode ser atribuída à recirculação do efluente, o que aumenta a mistura no reator, e ao mecanismo de crescimento aderido dos microrganismos.

4.4.2 Fase 2 de partida do RanLFb

Na FIGURA 27, são apresentadas as condições de operação dos RanLFb e as eficiências de redução da DQO para a partida do RanLFb. Na FIGURA 28 são apresentados os valores das relações de estabilidade AT/AVT e AI/AP, e na FIGURA 29 as concentrações de alcalinidade total e acidez volátil total.

Durante a Fase 2, os valores de E_{DQO}, com o tempo de operação, apresentaram tendência de redução. Para o RanLFb1, a E_{DQO} reduziu de 64,9%, com COV final da Fase 1 (0,40 kg DQO/m³.d), para 19,0%, com a COV de 1 kg DQO/m³.d. Para o RanLFb2, a E_{DQO} reduziu de 66% para 21%, para o mesmo aumento de COV do RanLFb1.

FIGURA 27 - PARÂMETROS DE OPERAÇÃO DE PARTIDA E EFICIÊNCIA DE REDUÇÃO DA DQO PARA OS RanLFb

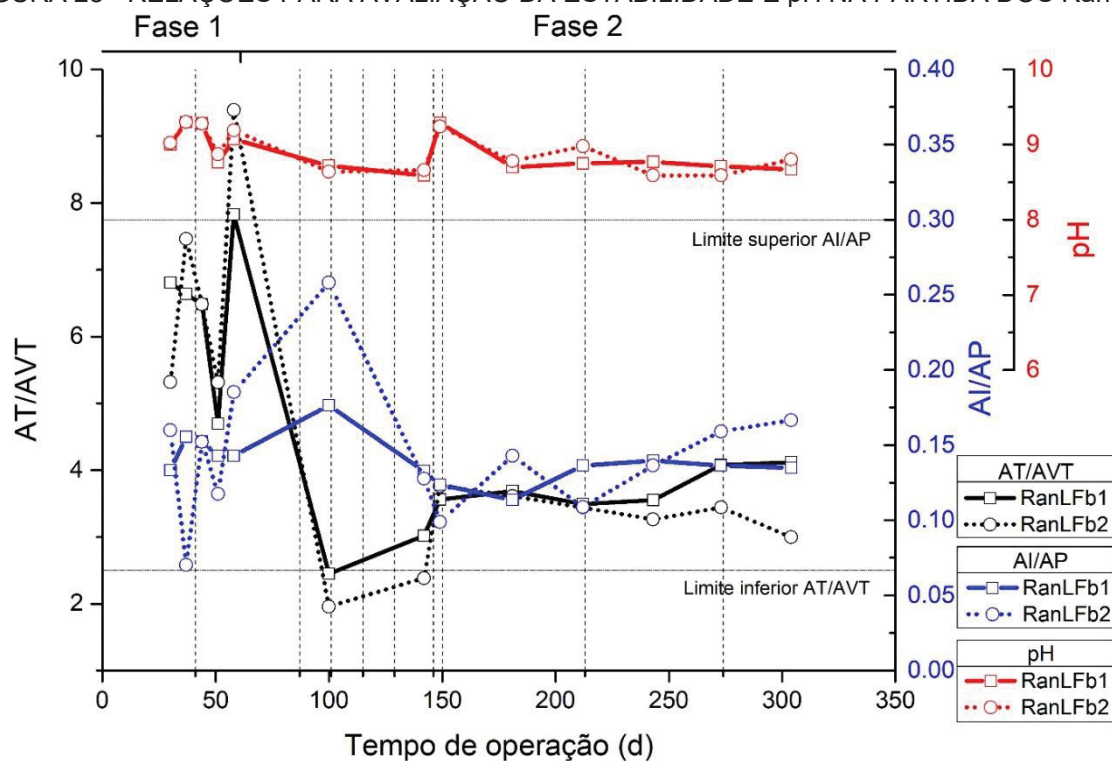


FONTE: o autor (2022)

LEGENDA: COV – carga orgânica volumétrica; CE_{DQO} – concentração de entrada de DQO; TDH – tempo de detenção hidráulica

NOTA: Os pontilhados indicam a mudança de COV

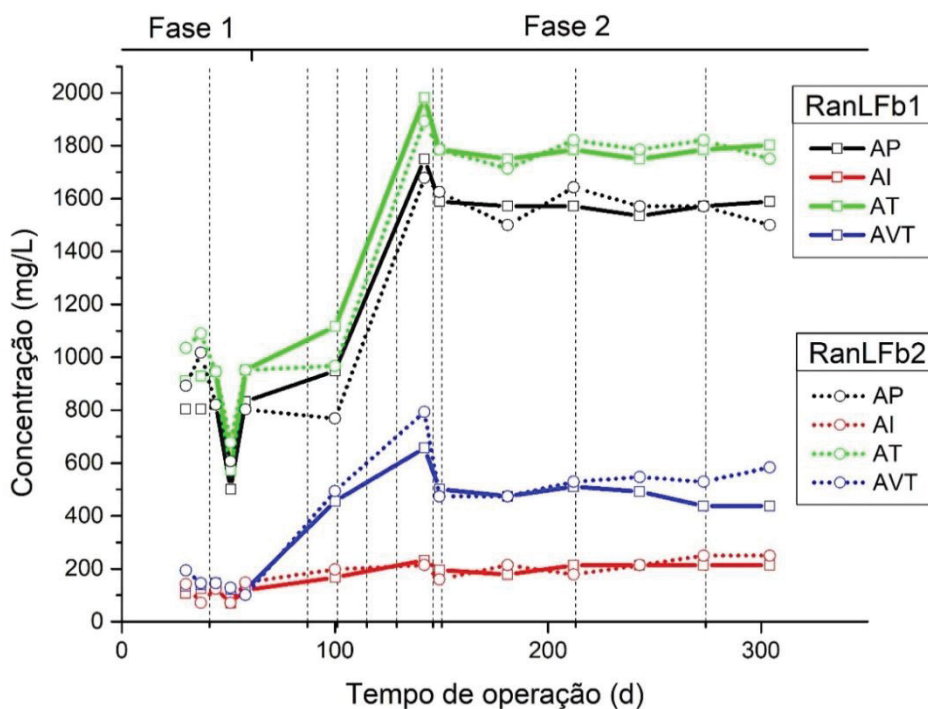
FIGURA 28 - RELAÇÕES PARA AVALIAÇÃO DA ESTABILIDADE E pH NA PARTIDA DOS RanLFb



FONTE: o autor (2022)

NOTA: Os pontilhados verticais indicam mudança da COV e os pontilhados horizontais indicam os limites das relações de estabilidade

FIGURA 29 - CONDIÇÕES DE ESTABILIDADE DO SISTEMA BIOLÓGICO DURANTE PARTIDA DOS RanLFb



LEGENDA: AP- concentração de alcalinidade parcial; AI – concentração de alcalinidade parcial; AT – concentração de alcalinidade total; AVT – concentração de acidez volátil total

NOTA: as linhas pontilhadas verticais indicam a mudança de COV

Apesar do aumento da COV nesta fase, sugere-se que a principal razão da redução da E_{DQO} seja o tempo de circulação do fluido pelos reatores, que operaram diariamente por 1 hora. Diferentemente dos RBB, em que as reações ocorrem em um único recipiente, o sistema de operação do RanLFb possui 2 compartimentos, o reator e o decantador. Quando o sistema não está em operação, boa parte do líquido encontra-se no decantador, o que impossibilita a redução da DQO pelos microrganismos, que se encontram no reator agregados à matriz sólida. Além disso, salienta-se o fato da última alimentação na Fase 1 ter sido realizada com lixiviado recém coletado, o qual, com o passar do tempo, teve a biodegradabilidade reduzida, o que sugere a redução dos valores da E_{DQO} nos reatores.

Quanto aos valores das relações de estabilidade, mantiveram-se na faixa de segurança ($AT/AVT > 2,5$ e $AI/AP < 0,3$) durante a maior parte da operação da Fase 2. Porém, na análise subsequente à mudança de fases, foi observada forte redução nos valores AT/AVT , de 7,8 para 2,4 para o RanLFb1, e de 9,4 para 1,9 para o RanLFb2, valores abaixo do limite mínimo de estabilidade para esta relação. Para a relação AI/AP , foi observado o aumento dos valores de 0,14 para 0,18 para o RanLFb1, e de 0,18 para 0,26 para o RanLFb2, o que indica tendência de instabilidade dos sistemas biológicos. A partir deste ponto, mesmo com o aumento da COV, os valores para as relações de estabilidade voltaram para a faixa de segurança, conforme FIGURA 28. A partir disso, sugere-se que, mesmo com a condição de estresse aplicada, com tempo de circulação do líquido pelos reatores por um período de uma hora, a microbiota do sistema foi capaz de se adaptar às novas condições de operação.

A avaliação estatística dos resultados para todo o período de operação (Fases 1e 2) foi realizada mediante aplicação do teste U de Mann-Whitney, utilizado para avaliar a existência de diferenças estatisticamente significativas para os RanLFb, para o nível de confiança de 95%. No QUADRO 7 são apresentados os valores resultantes desta análise, assim como os valores médios observados para os parâmetros avaliados durante a partida do RanLFb.

A partir dos resultados, pode-se afirmar que não existe diferença estatisticamente significativa entre os resultados obtidos para os dois reatores, para todas as variáveis avaliadas. Em outras palavras, para as variáveis analisadas, o aumento da COV em cada reator causou respostas similares e, assim, sugere-se que os reatores apresentaram boa reprodutibilidade com o aumento da COV.

QUADRO 7 - VALORES MÉDIOS DAS VARIÁVEIS MONITORADAS E VALOR ESTATÍSTICO p PARA A PARTIDA DOS RanLFb

Parâmetro	RanLFb1				RanLFb2				valor p
	média	d-padrão	min	máx	média	d-padrão	min	máx	
E _{DQO} (%)	37,39	14,1	18,04	64,86	36,90	15,7	15,72	66,0	1
CS _{DQO} (mg/L)	1489,8	782,8	491,9	2782,7	1503,9	814,2	475,9	2703,8	0,97
AVT (mg/L)	374,8	187,8	121,6	656,8	412,2	224,5	101,3	793,6	0,32
AT/AVT	4,46	1,64	2,44	7,89	4,46	2,25	1,95	9,39	0,48
Al/AP	0,14	0,02	0,11	0,18	0,14	0,05	0,07	0,26	0,79
pH	8,88	0,27	8,59	9,30	8,91	0,28	8,59	9,30	0,91

LEGENDA: E_{DQO} – eficiência na redução de DQO; CS_{DQO} – concentração de saída de DQO do reator; AVT, AT, Al; AP – concentração de acidez volátil total, alcalinidade total, alcalinidade intermediária, alcalinidade parcial, respectivamente;

NOTA: o valor-p é calculado pelo teste U de Mann-Whitney entre o conjunto de dados dos reatores, para cada parâmetro avaliado, para o nível de confiança de 95%.

4.5 OPERAÇÃO CONTÍNUA COM LIXIVIADO DE ATERRO SANITÁRIO SUPLEMENTADO

Na TABELA 28 são apresentadas as condições de operação contínua dos reatores e a síntese dos resultados, separados pelas COV aplicadas, de alguns parâmetros avaliados. Na FIGURA 30 é apresentada a variação temporal dos parâmetros. Cabe salientar que até o 49° dia, o substrato alimentado era lixiviado suplementado com glicose e, a partir do 50° dia, a alimentação foi realizada com água residuária sintética, conforme apresentado na TABELA 11, seção 3.3 de Material e Métodos.

TABELA 28 - SÍNTESE DAS CONDIÇÕES DE OPERAÇÃO CONTÍNUA DO RanLFb COM LIXIVIADO E PARÂMETROS AVALIADOS

COV (kgDQO/m ³ d)	Período (d)	Reator	Velocidade média (m/h)	IF média (%)	E _{DQO} (%)	AT/AVT	Al/AP
1	1-23	1	20,0±1,14	18,4±0,90	25,2±0,0	8,37±0,0	0,10±0,0
		2	22,0±3,08	19,7±3,25	21,4±0,0	9,15±0,0	0,13±0,0
2	24-42	1	20,4±0,56	22,1±1,99	31,0±3,9	2,49±0,47	0,18±0,01
		2	28,0±0,69	26,1±1,04	31,1±3,2	2,85±0,29	0,13±0,01
2,5	43-49	1	20,8±0,74	22,8±1,34	21,6±0,0	1,51±0,0	0,20±0,0
		2	28,2±0,72	25,5±0,58	24,8±0,0	1,50±0,0	0,19±0,0
0,75	50-67	1	24,74±2,44	18,55±4,83	45,5±27,3	2,00±1,48	0,18±0,15
		2	27,50±0,37	28,69±0,45	49,1±21,7	2,15±1,55	0,18±0,10

LEGENDA: IF – intensidade de fluidização; E_{DQO} – eficiência na redução de DQO; AVT, AT Al, AP: concentração de acidez volátil total; alcalinidade total, alcalinidade intermediária e alcalinidade parcial, respectivamente

NOTA: a partir do 50° dia de operação contínua foi iniciada a alimentação dos reatores com água residuária sintética (ARS)

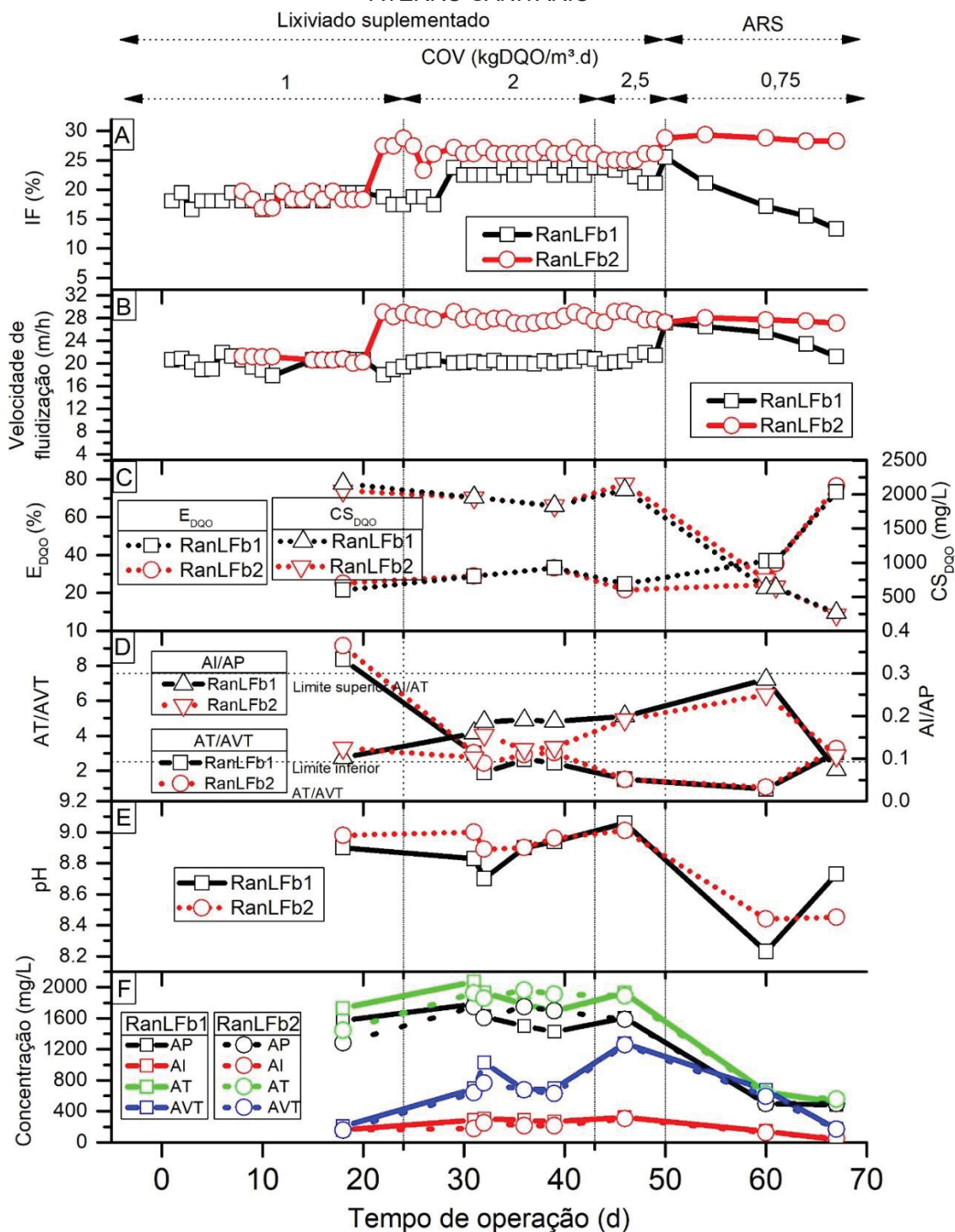
Primeiramente, em comparação aos valores finais da etapa de partida do RanLFb (FIGURA 27), foi possível observar o aumento dos valores da E_{DQO} para o RanLFb1, de 19,1% para 25,2%, enquanto para o RanLFb2 a eficiência de remoção da matéria orgânica manteve-se com valor similar àquele obtido na etapa de partida do reator, a variação tendo sido de apenas 2 décimos (de 21,3% para 21,5%). Entretanto, em relação à estabilidade dos sistemas biológicos, foi observado o aumento do valor de AT/AVT, de 4,2 para 8,4, para o RanLFb1, e de 3,0 para 9,1, para o RanLFb2. Neste período, não foi observada grande variação da alcalinidade total, mas sim redução da concentração de acidez volátil total, o que pode indicar acúmulo de ácidos na Fase 2 de partida dos reatores. A redução do valor de AVT, para o RanLFb1 foi de 437,9 mg/L para 206,8 mg/L, enquanto para o RanLFb2 foi de 583,8 mg/L para 152,1 mg/L. Para Al/AP, foi observada a redução do valor da relação de 0,13 para 0,10, para o RanLFb1, e de 0,17 para 0,13, para o RanLFb2. Estes resultados sugerem que a mudança de operação de sistema intermitente (Fase 2 de partida) para operação contínua foi favorável, para a mesma COV aplicada de 1 kg DQO/m³.d.

Na operação dos reatores com lixiviado, e com aumento da COV de 1 kg DQO/m³.d para 2 kg DQO/m³.d, foi observado o aumento do valor de E_{DQO} para ambos os reatores, conforme FIGURA 30C. Para o RanLFb1, o aumento foi de 25,2% para 33,2%, enquanto para o RanLFb2, de 21,4% para 33,3%. Porém, para o RanLFb1, foram observados valores abaixo do limite mínimo de 2,5 para a relação AT/AVT, e valor médio para Al/AP de $0,18 \pm 0,01$. Para o RanLFb2, os valores para a relação AT/AVT ficaram acima do limite mínimo, e com valor médio para relação Al/AP de $0,13 \pm 0,02$. Para este período, entre o 24° e 42° dia, o RanLFb operou com velocidade média de $20,4 \text{ m/h} \pm 0,6$, e IF média resultante de $22,1 \% \pm 2,0$, enquanto o RanLFb2, operou com velocidade média de $28,0 \text{ m/h} \pm 0,7$, e IF resultante de $26,1 \pm 1,0$. Dessa forma, pode-se deduzir que o melhor desempenho do RanLFb2 neste período, foi devido à operação com uma maior velocidade e intensidade de fluidização resultante.

No entanto, com o aumento da COV para 2,5 kg DQO/m³.d, ambos os reatores apresentaram valores de instabilidade para a relação AT/AVT. Para o RanLFb1, o valor foi de 1,51, enquanto para o RanLFb2, foi de 1,50. Também foi observado o aumento da relação Al/AP, de 0,19 para 0,20 para o RanLFb1, e de 0,13 para 0,19 para o RanLFb2. Em relação à E_{DQO} , foi observada redução dos valores, de 33,2% para 21,6% para o RanLFb1, e de 33,3% para 24,8% para o RanLFb2. A partir do

exposto, pode-se deduzir que a COV de 2,5 kg DQO/m³.d, e as condições de operação com TDH de 5,6 dias e CE_{DQO}, de 2750 mg/L, estejam próximas do limite máximo para operação contínua sem o colapso do sistema.

FIGURA 30 - MONITORAMENTO DA OPERAÇÃO CONTÍNUA DO RanLFb COM LIXIVIADO DE ATERRO SANITÁRIO



LEGENDA: A) Intensidade de fluidização média; B) Velocidade de operação; C) Eficiência de redução da DQO e concentração de DQO de saída; D) Relações de estabilidade; E) pH; F) alcalinidade total e acidez volátil. Os pontilhados verticais indicam a mudança da COV

Para todo o período de operação contínua dos reatores com lixiviado foi realizado o teste U de Mann-Whitney, para avaliar a existência de diferenças estatisticamente significativas em relação aos resultados obtidos para os RanLFb, para o nível de confiança de 95%. No QUADRO 8 são apresentados os valores obtidos para a análise estatística, além dos valores médios dos parâmetros avaliados durante o período do tratamento de lixiviado.

QUADRO 8 - VALORES MÉDIOS DAS VARIÁVEIS MONITORADAS E VALOR ESTATÍSTICO p PARA A OPERAÇÃO CONTÍNUA DO RanLFb COM LIXIVIADO DE ATERRO SANITÁRIO

Parâmetro	RanLFb1				RanLFb2				valor p
	média	d-padrão	min	máx	média	d-padrão	min	máx	
E _{DQO} (%)	27,19	5,0	21,57	33,22	27,10	5,1	21,46	33,31	0,88
CS _{DQO} (mg/L)	2002,0	137,3	1836,5	2156,9	2004,6	140,6	1834,1	2159,8	0,88
AVT (mg/L)	762,7	364,1	206,8	1277,2	687,7	351,8	158,1	1258,9	0,42
AT/AVT	3,31	2,54	1,51	8,37	3,67	2,74	1,50	9,14	0,57
Al/AP	0,17	0,04	0,10	0,20	0,14	0,03	0,10	0,19	0,17
pH	8,89	0,12	8,70	9,06	8,96	0,05	8,89	9,01	0,30
u (m/h)	20,23	0,87	17,83	21,94	26,09	3,34	20,06	29,18	4,04x10 ⁻¹³
IF (%)	20,4	2,43	16,67	24,44	23,72	3,79	16,9	28,77	2,29x10 ⁻⁶

LEGENDA: E_{DQO} – eficiência na redução de DQO; CS_{DQO} – concentração de saída de DQO do reator; AVT, AT, Al; AP – concentração de acidez volátil total, alcalinidade total, alcalinidade intermediária, alcalinidade parcial, respectivamente; u- velocidade de fluidização; IF – intensidade de fluidização

A partir dos resultados, pode-se deduzir que não existe diferença estatisticamente significativa entre os reatores, para todas as variáveis avaliadas, assim como observado para os testes referentes à partida dos reatores. Dessa forma, pode-se novamente sugerir a boa reprodutibilidade dos procedimentos adotados para a operação dos reatores. As exceções foram para a velocidade de fluidização e, conseqüentemente, para a IF. A diferença estatisticamente significativa para esses parâmetros foi função da necessidade da correção contínua da velocidade de fluidização, por meio do controle contínuo da válvula de recirculação do líquido. Esta característica de redução de velocidade é discutida na seção 4.6.1.

Salienta-se que os baixos valores de redução de DQO estão associados ao lixiviado utilizado, que como já discutido para os RBB e para a partida do RanLFb, apresentou baixa biodegradabilidade em função do tempo e forma de armazenamento. Com o cálculo da E_{DQO} realizado em função da concentração de DQO proveniente da glicose, ambos os reatores apresentaram valores médios de E_{DQO} acima de 80% durante a operação com lixiviado de aterro sanitário.

Além disso, durante a operação dos reatores do 1° ao 49° dia, foi observado a formação de biogás e identificado o odor característico da digestão anaeróbia. Da mesma forma, foi observado o aumento da concentração de AVT nos reatores. Para o RanLFb1, no aumento da COV de 1 kg DQO/m³.d para 2 kg DQO/m³.d, foi observado o aumento de AVT de 206,8 mg/L para 693,3 mg/L, e para o RanLFb2, de 158,1 mg/L para 629,4 mg/L, porém com os valores das relações AT/AVT e AI/AP dentro dos limites de operação estável, conforme FIGURA 30. Esses resultados sugerem a atividade microbiana dos reatores.

Dessa forma, sugere-se que a microbiota do RanLFb apresentou estabilidade no tratamento de lixiviado de aterro sanitário, avaliado pelas relações AT/AVT e AI/AP, e bom desempenho na redução de E_{DQO} , se considerado apenas a concentração biodegradável oriunda da glicose. Se considerado a concentração de DQO total da alimentação dos reatores, pode-se sugerir que os RanLFb não apresentaram desempenho satisfatório no tratamento de lixiviado de aterro sanitário suplementado, com valores médios de $27,2 \pm 5,0\%$ e $27,1 \pm 5,1\%$, para o RanLFb1 e RanLFb2, respectivamente. A COV máxima de operação para os reatores, antes da perda de estabilidade, foi de 2 kg DQO/m³.d.

Em comparação com outros estudos, os resultados observados para a E_{DQO} são inferiores. Gulsen e Turan (2004b), ao tratarem lixiviado de aterro sanitário em RanLF, observaram o aumento da E_{DQO} de 80% para 90% com o aumento da COV de 2,5 kg DQO/m³.d para 35 kg DQO/m³.d. Porém, os autores salientam que o lixiviado era coletado no aterro sanitário semanalmente, o que resultou em um lixiviado não recalcitrante para operação. Salienta-se também a alta concentração de DQO do lixiviado utilizado pelos autores, na faixa de 10-50 g/L.

Tazkiaturrizki e colaboradores (2019), observaram valores de E_{DQO} na faixa de 45%-82%, para os TDH aplicados no RanLF de 12h-48h. Os autores enfatizam no uso de glicose para estimular o crescimento dos microrganismos, responsável por 33% da concentração de DQO da alimentação dos reatores. O lixiviado utilizado apresentava relação DBO/DQO de 0,4, com biodegradabilidade superior ao lixiviado utilizado nos RanLFb.

No que se refere a operação dos RanLFb com lixiviado de aterro sanitário, foi observado a partir do 17° dia, para o RanLFb1, e do 14° dia para o RanLFb2, a tendência de redução de velocidade e da IF com o tempo de operação. Porém,

diariamente, era realizado o controle da IF por meio da regulação da válvula de controle da vazão, o que resultou em IF constante para os reatores.

Além disso, foram observadas raras condições de entupimentos dos distribuidores de fluxo, com formação de caminhos preferenciais. Geralmente, nesses casos, foi realizada a abertura da válvula de recirculação, e com o aumento da velocidade, foi observado a fluidização do material suporte anteriormente estático na região em que era localizada a obstrução do furo da peça de distribuição.

Com isso, pode-se deduzir que a razão dos diversos entupimentos observados na partida do reator deveu-se à operação intermitente, com formação de biofilme e/ou acúmulo de material nos distribuidores, resultante do período em que a bomba encontrava-se desligada.

Por diversas vezes foram observados fragmentos de biomassa no efluente dos reatores, o que pode indicar início do processo de formação de biofilme e seu desprendimento do material suporte. No decantador, não foi observado arraste da areia na operação contínua dos reatores.

Salienta-se que, após as observações da baixa biodegradabilidade, tanto para o RBB e RanLFb, o próximo objetivo da pesquisa era a coleta de lixiviado no aterro sanitário de Curitiba mensalmente, porém pelas restrições impostas pela pandemia da COVID-19, esse planejamento precisou ser alterado.

Dessa forma, a partir deste ponto, foi iniciada a alimentação dos reatores com ARS, primeiramente para avaliação do tratamento de um efluente com diferentes características do lixiviado, mas também como forma de bioestimulação, na tentativa de melhorar a capacidade de adaptação dos microrganismos. Além disso, a aplicação da ARS permite o controle de sua composição, o que possibilita uma melhor avaliação do desempenho dos RanLFb sob diferentes condições de operação, uma vez que o substrato apresenta baixa variabilidade de concentração. A COV aplicada foi reduzida para 0,75 kg DQO/m³.d (com CE_{DQO} de 1000 mg/L e TDH do reator de 1,38 dias), e as velocidades de operação corrigidas. Os resultados da operação com ARS são apresentados na próxima seção.

4.6 OPERAÇÃO CONTÍNUA COM ÁGUA RESIDUÁRIA SINTÉTICA

Primeiramente, serão apresentados e discutidos os resultados obtidos na transição da alimentação com lixiviado para ARS, seguido do período de aumento de

COV nos reatores. Da seção 4.6.4 até a seção 4.6.7, serão discutidos os resultados referentes às condições de estresse aplicadas aos reatores. Na seção 4.6.8, será discutida a operação dos reatores até atingir a COV limite.

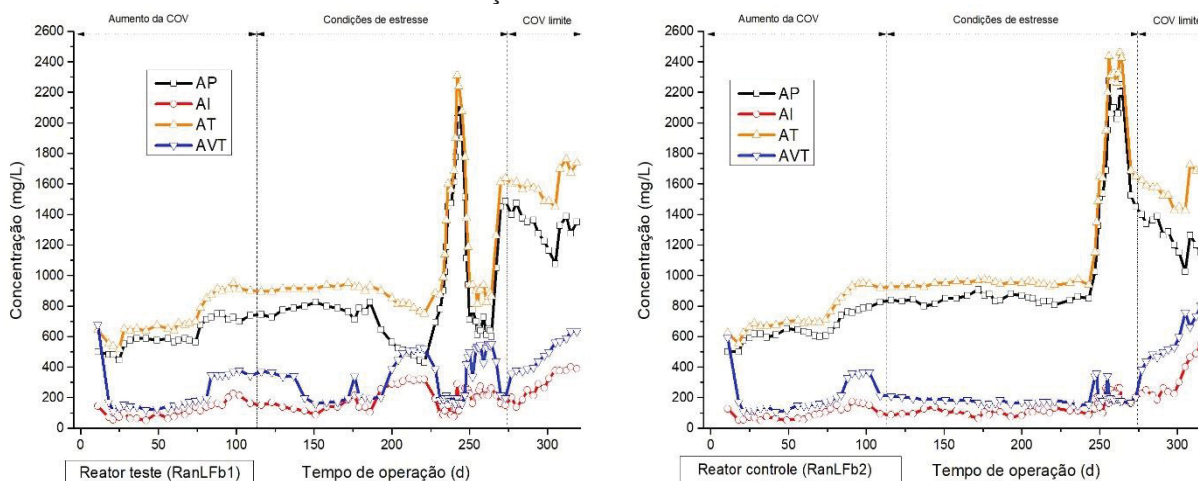
Na FIGURA 31 são apresentadas as concentrações de AVT e AT para os reatores., durante todo o período de operação com ARS, de 317 dias. Na FIGURA 32 são apresentados graficamente os valores dos parâmetros de performance do RanLFb1 e RanLFb2, durante todo o período de operação com ARS, e apresentados resumidamente no QUADRO 9. A discussão destes resultados é apresentada ao longo das seções 4.6.1 a 4.6.8.

QUADRO 9 - RESULTADOS DAS VARIÁVEIS MONITORADAS DURANTE OPERAÇÃO CONTÍNUA DOS RanLFb COM ARS

Parâmetro	RanLFb1				RanLFb2			
	média	d-padrão	min	máx	média	d-padrão	min	máx
E_{DQO} (%)	80,5	14,6	24,4	96,6	87,1	11,1	37,0	96,1
CS_{DQO} (mg/L)	394,2	327,1	62,0	1353,8	260,0	259,0	56,4	1161,0
AVT (mg/L)	332,8	157,1	109,5	675,1	266,6	174,4	106,4	802,8
AT/AVT	4,05	2,6	0,95	13,3	5,47	2,8	1,05	13,7
AI/AP	0,24	0,15	0,04	0,73	0,15	0,08	0,06	0,5
pH	7,61	0,6	6,15	8,91	7,82	0,6	6,86	9,06
u (m/h)	27,4	4,5	18,8	40,8	26,2	2,5	21,7	30,1
IF (%)	30,1	9,2	9,4	50	30,2	7,1	19,6	39,7
T (°C)	33,5	4,06	13,5	35	33,7	1,7	20,5	34

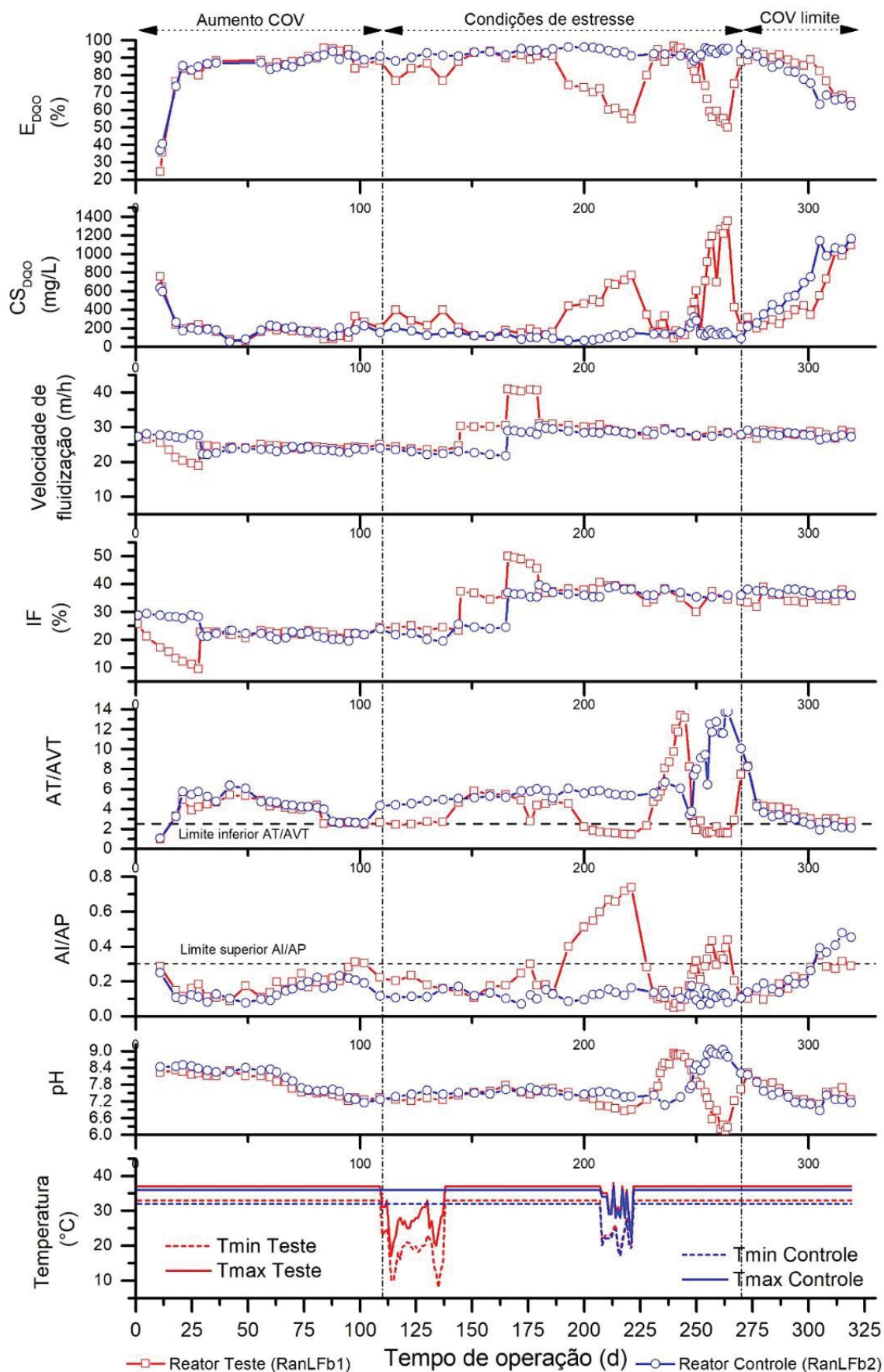
LEGENDA: E_{DQO} – eficiência na redução de DQO; CS_{DQO} – concentração de saída de DQO do reator; AVT, AT, AI, AP – concentração de acidez volátil total, alcalinidade total, alcalinidade intermediária, alcalinidade parcial, respectivamente; u- velocidade de fluidização; IF – intensidade de fluidização

FIGURA 31 - ALCALINIDADE TOTAL (AT) E ACIDEZ VOLÁTIL TOTAL (AVT) DURANTE A OPERAÇÃO CONTÍNUA COM ARS



LEGENDA: AVT, AT, AI, AP: concentração de acidez volátil total, alcalinidade total; alcalinidade intermediária e alcalinidade parcial, respectivamente.

FIGURA 32 - PERFORMANCE DOS RanLFb NA OPERAÇÃO CONTÍNUA COM ARS

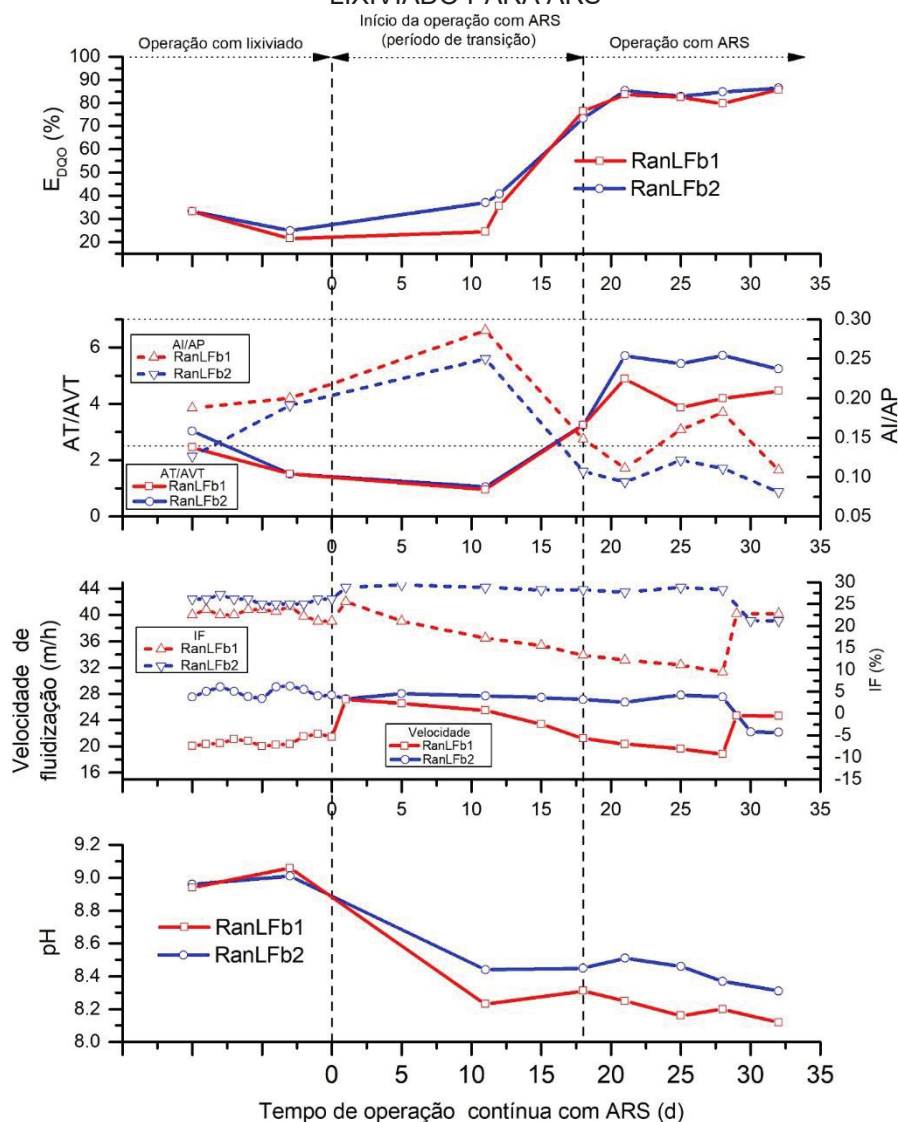


FONTE: o autor (2022)

4.6.1 Transição da operação dos RanLFb de lixiviado de aterro sanitário suplementando para água residuária sintética

Após a substituição do lixiviado de aterro sanitário pela água residuária sintética alimentados aos reatores, foram necessários aproximadamente 18 dias para observar a normalização dos parâmetros avaliados do sistema biológico e operacional dos reatores, conforme FIGURA 33. Desde então, até o 109º dia, a eficiência de remoção da DQO (E_{DQO}) manteve-se acima de 70%, bem como os valores das relações AI/AP e AT/AVT mantiveram-se nos limites de operação estável, isto é, inferior a 0,3 e superior a 2,5, respectivamente.

FIGURA 33 - DESEMPENHO DOS RanLFb NO PERÍODO DE TRANSIÇÃO DA OPERAÇÃO COM LIXIVIADO PARA ARS

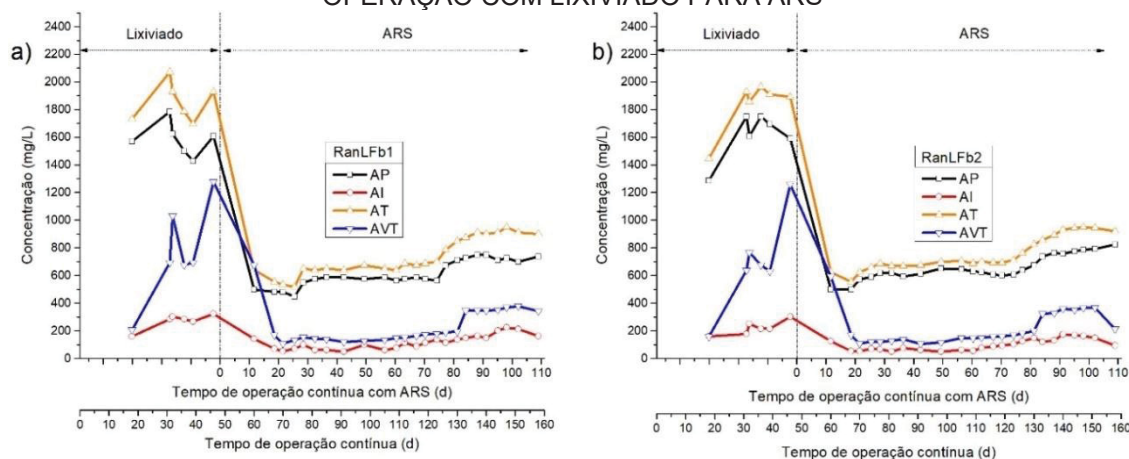


FONTE: o autor (2022)

A substituição do substrato foi realizada gradativamente, isto é, sem a substituição total dos volumes dos reatores. Por isso, pode-se sugerir que a E_{DQO} observada no 11º dia de operação em ambos os reatores, de $24,4 \pm 1,4\%$, para o RanLFb1 e de $37,0 \pm 0,2\%$, para o RanLFb2, tenha sido resultado do processo de diluição da DQO acumulada da etapa anterior de operação com lixiviado, em associação ao TDH do sistema (reator e decantador) igual a 5,6 dias, e não relacionado à atividade metabólica dos microrganismos. Assim, pode-se inferir que, neste caso, a E_{DQO} não seja um parâmetro adequado para avaliar o desempenho dos reatores na etapa de transição de substituição do substrato de alimentação dos reatores.

Além disso, também foi observado no 11º dia a redução dos valores da relação AT/AVT e aumento dos valores de AI/AP, para ambos os reatores, o que sugere instabilidade. Para o RanLFb1, foram observados os valores de 0,95 e 0,28, para as relações AT/AVT e AI/AP, respectivamente, e os valores de concentrações de AT e AVT de 642,6 mg/L e 675,1 mg/L, respectivamente. Para o RanLFb2, foram observados os valores de 1,05 e 0,25 para as relações AT/AVT e AI/AP, respectivamente, e de 624,8 mg/L e 593,0 mg/L, para AT e AVT. Salienta-se que o lixiviado de aterro sanitário apresenta concentração de alcalinidade total mais elevada do que a ARS. Na última análise com lixiviado, realizada 4 dias anterior ao início da operação com ARS, as concentrações de AT e AVT para o RanLFb1 foram 1.928 mg/L e 1.277 mg/L, respectivamente, enquanto para o RanLFb2 foram 1892,3 mg/L e 1258,9 mg/L, respectivamente, conforme apresentado na FIGURA 34.

FIGURA 34 - CONCENTRAÇÃO DE AT E AVT PARA OS REATORES PARA A TRANSIÇÃO DE OPERAÇÃO COM LIXIVIADO PARA ARS



LEGENDA: a) RanLFb1; b) RanLFb2. AVT, AT, AI, AP: concentração de acidez volátil total, alcalinidade total; alcalinidade intermediária e alcalinidade parcial, respectivamente.

Portanto, é possível cogitar que houve brusca redução na concentração de AT em ambos os reatores, ou do poder de tamponamento do sistema, mas sem tempo suficiente para que um equilíbrio com a concentração de AVT, avaliado pelas relações AT/AVT e Al/AP, fosse alcançado. Com base nesses resultados, foi decidido que, por mais 7 dias, as condições de alimentação seriam mantidas sem a correção de alcalinidade.

Assim, no 18° dia, considerado final da etapa de transição, foram observadas as concentrações de saída de DQO de $236,2 \pm 23,2$ mg/L e $265,5 \pm 8,4$ mg/L, para o RanLFb1 e RanLFb2, respectivamente. As E_{DQO} resultantes foram de $76,4 \pm 2,3$ % e $73,4 \pm 0,8$ % para o RanLFb1 e RanLFb2, respectivamente, o que representa aumento na eficiência de 51,9 e 36,4 pontos percentuais, para o RanLFb1 e para o RanLFb2, respectivamente.

Para as relações de estabilidade, em ambos os reatores, foi observada redução dos valores de Al/AP e aumento do valor de AT/AVT na análise do 18° dia, com os valores nos limites de operação estável para essas relações, conforme FIGURA 33. Para o RanLFb1, os valores observados de Al/AP e AT/AVT foram de 0,15 e 3,2, respectivamente, enquanto para o RanLFb2, foram observados os valores de 0,11 e 3,2.

Em relação à velocidade de operação dos reatores, foi observado redução ao longo da operação com lixiviado, apresentado na seção 4.5, sem a alteração na abertura da válvula de controle de vazão, o que implicou na redução da IF. No entanto, até o momento do início da operação com ARS, o controle da velocidade era realizado periodicamente, em que era aberta a válvula caso observado redução da IF

Com base nestas observações, foi decidido, entre o 1° e 29° dia de operação contínua com ARS, não realizar o controle da velocidade de fluidização para o RanLFb1, enquanto para o RanLFb2 o controle era realizado periodicamente. Antes de iniciar o teste, as velocidades de operação dos reatores foram alteradas para aproximadamente 27 m/h, para o caso da redução se aproximar da velocidade mínima de fluidização ($\sim 10,6$ m/h). Nesse período, a COV foi aumentada de $0,73$ kg DQO/m³.d para $0,85$ kg DQO/m³.d. Na FIGURA 33 é apresentado em detalhes os perfis de velocidade de operação e a intensidade de fluidização resultante.

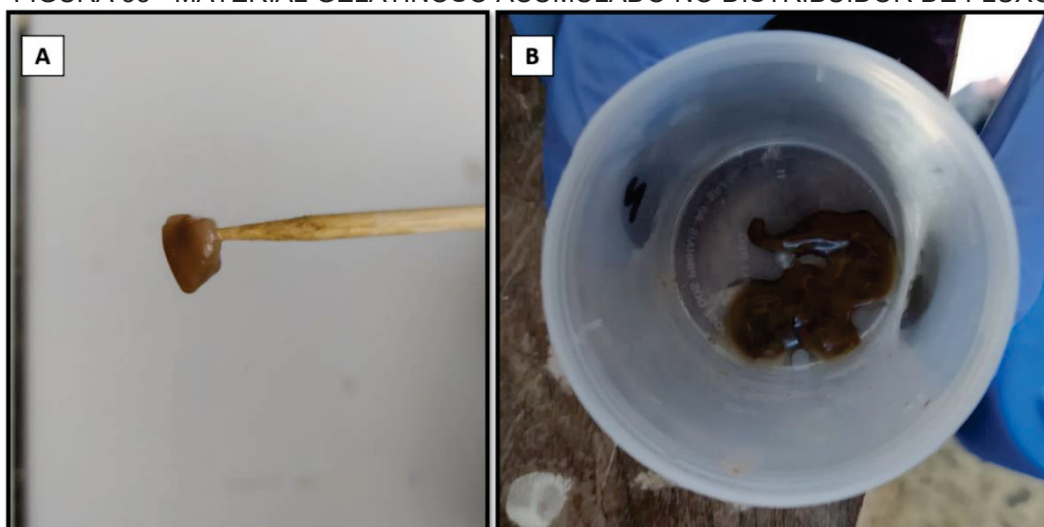
Foi possível observar, entre o 1° e 29° dia, a redução da velocidade de fluidização no RanLFb1 de $27,1 \pm 0,22$ m/h para $18,8 \pm 0,13$ m/h, enquanto IF foi reduzida de 25,5% para 9,4%. Também foi observada significância estatística para

estes parâmetros de controle entre os reatores. Para a velocidade de fluidização, foi calculado $p=6,2 \times 10^{-4} < 0,05$, enquanto para a IF o resultado foi $p=1,6 \times 10^{-4} < 0,05$. Estes resultados sugerem a necessidade de controle contínuo da vazão, pois com a redução contínua da velocidade de operação, o leito pode deixar de fluidizar, podendo somente expandir ($IF < 20\%$) ou, simplesmente, operar como leito fixo.

Para determinar o motivo da redução da velocidade de fluidização, no 29º dia de operação com ARS foi realizada a manutenção do RanLFb1. Isso proporcionou a observação de severo entupimento nos orifícios da peça de distribuição de fluxo no interior do reator. A obstrução era constituída de material gelatinoso escuro, conforme apresentado na FIGURA 35. Esta condição também foi observada por Holst e colaboradores (1997), que observaram falha do sistema de fluidização em reatores de leito fluidizado em escala plena, em função de entupimento dos orifícios de distribuição, considerados pelos autores como “muito pequenos”.

Como resultado da observação e com o objetivo de fornecer maior abertura para o fluxo do fluido e redução de acúmulo de material gelatinoso, optou-se pela construção de uma nova peça de distribuição (D5), conforme apresentado anteriormente (FIGURA 10, seção 3.1.1). Diferentemente das demais peças avaliadas nos testes hidráulicos da seção 4.3, a distribuição de fluxo proporcionada pelo D5 é realizada por meio de 2 cortes transversais ao eixo de alimentação do reator, com 4 mm de largura.

FIGURA 35 - MATERIAL GELATINOSO ACUMULADO NO DISTRIBUIDOR DE FLUXO

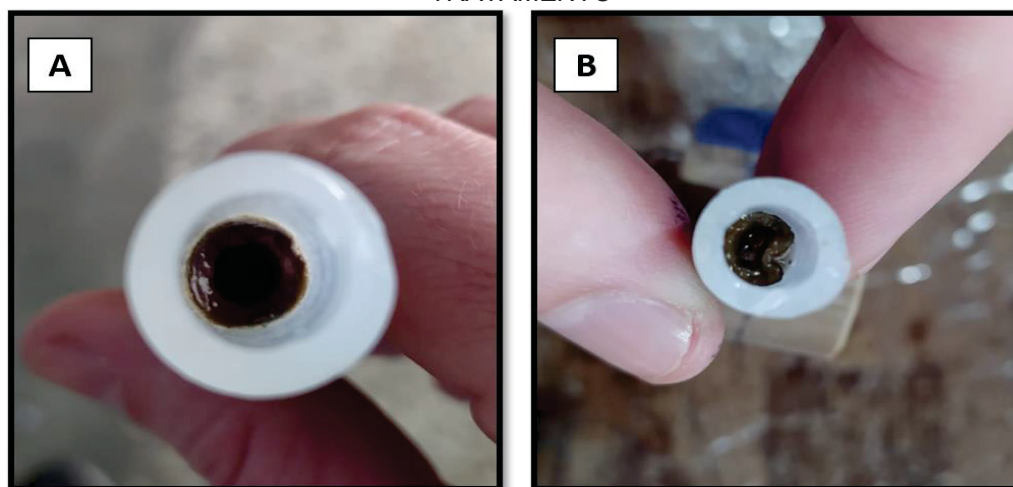


FONTE: o autor (2022)

LEGENDA: A) Material retirado dos orifícios do distribuidor; B) material acumulado no interior do distribuidor

Além disso, foi observada a formação de uma camada gelatinosa no interior das mangueiras de conexão do sistema, conforme apresentado na FIGURA 36. Da mesma forma, foi observado a formação de regiões gelatinosas aderidas a bomba de recirculação, apresentado na FIGURA 37. Porém, saliente-se que o eixo de rotação da bomba, além do motor interno, estava intacto e sem a presença do material gelatinoso.

FIGURA 36 - FORMAÇÃO DE BIOFILME NO INTERIOR DAS MANGUEIRAS DO SISTEMA DE TRATAMENTO



FONTE: o autor (2022)

LEGENDA: A) mangueira de recirculação do reator para o decantador; B) mangueira de conexão do decantador ao sifão de saída do efluente

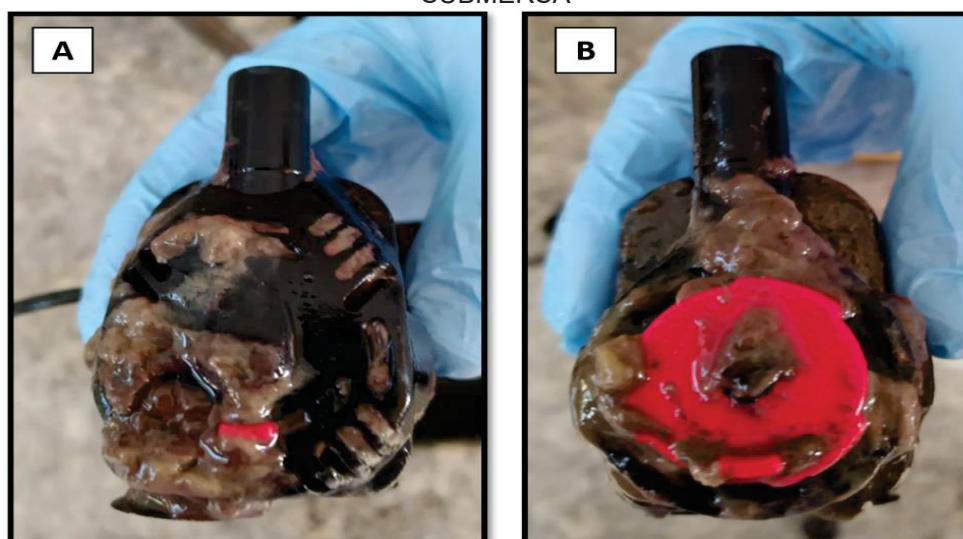
Segundo Steyer e colaboradores (1997), após uma série de testes utilizando efluente de destilaria em reator de leito fluidizado e, principalmente, em função de entupimentos na tubulação devido à formação de estruvita, foi observada a necessidade contínua da abertura da válvula de controle de vazão, além de contínua manutenção do sistema de tratamento. Por sua vez, Steyer e colaboradores (2001), em estudo desenvolvido em sistemas anaeróbios em escala plena, observaram a ocorrência aleatória de entupimentos e sugeriram que seja realizada a manutenção contínua do sistema.

Por outro lado, Miqueleto e colaboradores (2010) sugerem que a produção do material gelatinoso é resultado da presença de oxigênio no sistema, mesmo em pequenas quantidades, e está associada a produção de EPS por microrganismos facultativos. Pode-se inferir que as paradas de manutenção, em que o decantador foi aberto, favoreceu a entrada do oxigênio no sistema. Da mesma forma, os pontos de

conexão entre reator/decantador e mangueiras de silicone podem ser locais de entrada de pequenas quantidades de oxigênio.

Os resultados da pesquisa para o desenvolvimento desta tese permitem sugerir que a camada gelatinosa é resultado da formação de biofilme decorrente da circulação do material biológico por todo o sistema do reator anaeróbio de leito fluidizado. Conseqüentemente, foi decidido que, periodicamente, a cada 30 dias, aproximadamente, fosse realizada a manutenção dos equipamentos e dispositivos e a limpeza das conexões entre o reator e decantador.

FIGURA 37 - MATERIAL GELATINOSO ACUMULADO NA BOMBA DE RECIRCULAÇÃO SUBMERSA



FONTE: o autor (2022)

LEGENDA: A) exterior da bomba de recirculação; B) interior da bomba de recirculação, após retirada do cabeçote

No 30° dia de operação, foi realizada a manutenção do RanLFb2. As mesmas observações de entupimento foram observadas neste reator. Entretanto, as conseqüências relacionadas às obstruções podem ter sido mascaradas pelo controle da válvula de recirculação. Da mesma forma como realizado para o RanLFb1, optou-se por trocar a peça de distribuição para o D5. Assim, mesmo com o controle da válvula de vazão de recirculação, salienta-se a necessidade de manutenção contínua dos sistemas para eliminação do material acumulado. A partir desse momento, com objetivo de manter a IF em pelo menos 20%, foi iniciado o controle da vazão de recirculação.

Após a instalação do D5, salienta-se que as velocidades de fluidização necessárias para diferentes IF foram menores do que as anteriormente observadas

para os demais dispositivos de distribuição de fluxo. Além disso, em função da formação do biofilme e da necessidade de manutenção contínua e controle da válvula de recirculação, a avaliação da relação entre velocidade de fluidização e IF ao longo do período de operação dos reatores foi prejudicada.

Em relação ao desempenho do sistema em relação aos demais parâmetros avaliados, não foi observada diferença estatisticamente significativa entre eles durante o período de não-controle da vazão de recirculação do RanLFb1. Exceção feita ao pH, conforme QUADRO 10 e FIGURA 33 (a diferença observada para velocidade de fluidização e IF foram discutidas anteriormente). Porém, cabe salientar que a diferença estatística não significativa dos parâmetros avaliados entre os reatores pode ser resultado da baixa COV aplicada aos sistemas biológicos e que o aumento pode resultar na redução da performance dos reatores em caso de negligência em relação ao controle de velocidade de fluidização.

QUADRO 10 - VALORES DAS VARIÁVEIS MONITORADAS E VALORES DE p SEM CONTROLE DA VELOCIDADE DE OPERAÇÃO

Parâmetro	RanLFb1				RanLFb2				p
	Média	d-padrão	min	máx	média	d-padrão	min	máx	
E_{DQO} (%)	63,7	26,4	24,44	83,6	67,3	22,5	36,97	85,37	0,49
CS_{DQO} (mg/L)	378,81	251,75	192,59	755,62	340,35	213,22	171,88	630,32	0,49
AVT (mg/L)	248,7	239,4	109,5	675,1	222,9	208,2	109,5	593,0	0,62
AT/AVT	3,43	1,51	0,95	4,89	4,23	2,05	1,05	5,72	0,43
AI/AP	0,18	0,06	0,11	0,28	0,14	0,06	0,09	0,25	0,17
pH	8,23	0,05	8,16	8,31	8,45	0,05	8,37	8,51	0,008
u (m/h)	22,81	3,26	18,81	27,14	27,44	0,41	26,73	28,02	$6,2 \times 10^{-4}$
IF (%)	15,7	5,43	9,44	25,56	28,5	0,5	27,72	29,35	$1,6 \times 10^{-4}$
T (°C)	35	-	33	37	34	-	32	36	-
ΔT (°C)	4	-	-	-	4	-	-	-	-

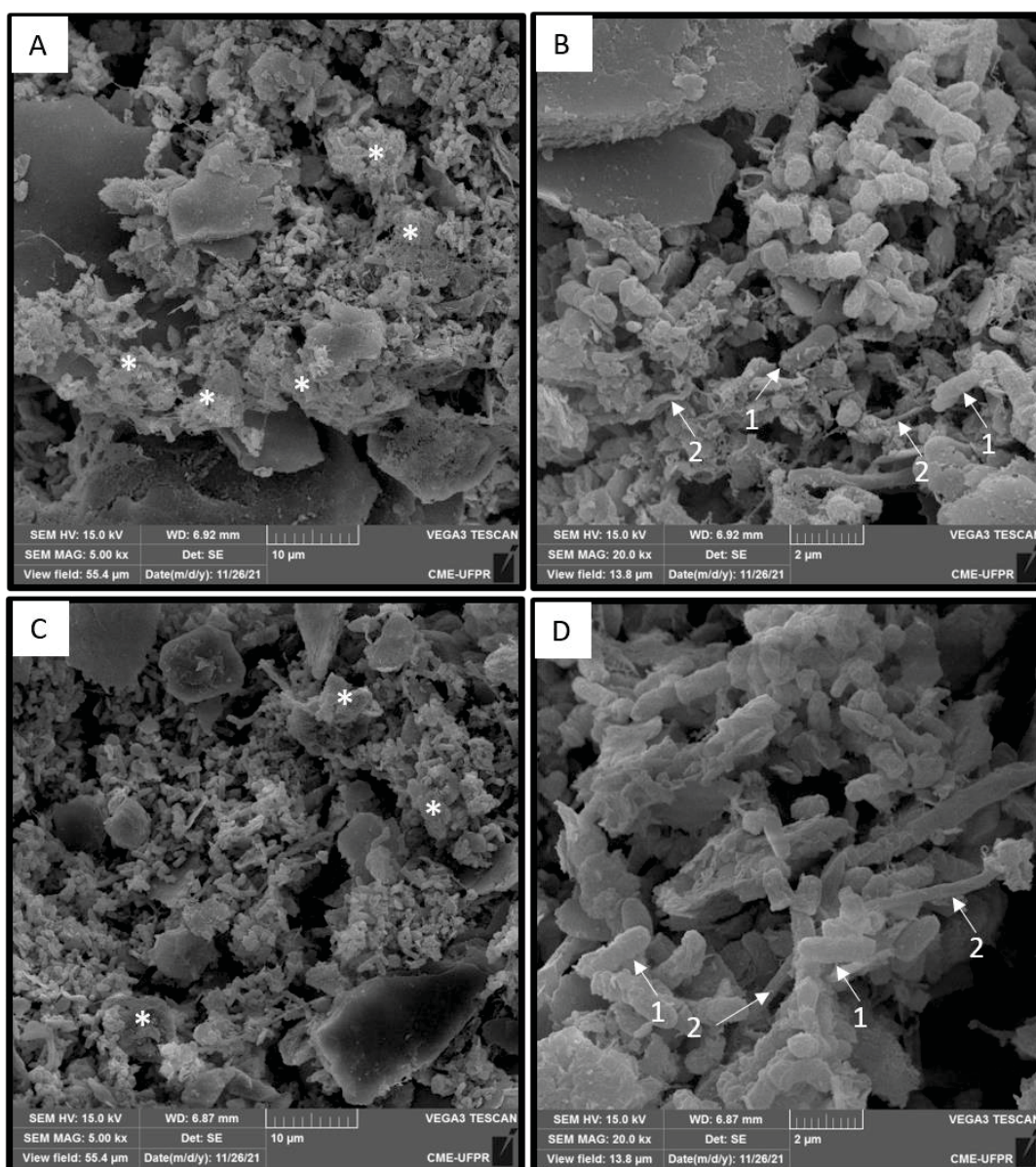
LEGENDA: E_{DQO} – eficiência na redução de DQO; CS_{DQO} – concentração de saída de DQO do reator; AVT, AT, AI; AP – concentração de acidez volátil total, alcalinidade total, alcalinidade intermediária, alcalinidade parcial, respectivamente; u- velocidade de fluidização; IF – intensidade de fluidização

Além disso, no 36° dia de operação, foram retiradas amostras de biopartículas dos reatores para a análise de microscopia eletrônica de varredura (MEV), para observar eventuais alterações das características das populações microbianas com as aplicações das condições de estresse. As micrografias eletrônicas resultantes da análise do 36° dia são apresentadas na FIGURA 38.

Pode-se sugerir a predominância, em ambas as micrografias dos reatores, de microrganismos baciliformes similares às arqueas metanogênicas do gênero

Methanobrevibacter. Em ambos os reatores também foram observadas morfologias similares às do gênero *Methanothrix*. Na FIGURA 39 são apresentadas micrografias eletrônicas de referência dos microrganismos supostamente identificados nos reatores. Cabe salientar que a confirmação da identificação taxonômica dos microrganismos será possível mediante submissão das amostras à análise de FISH. (hibridização fluorescente *in situ*).

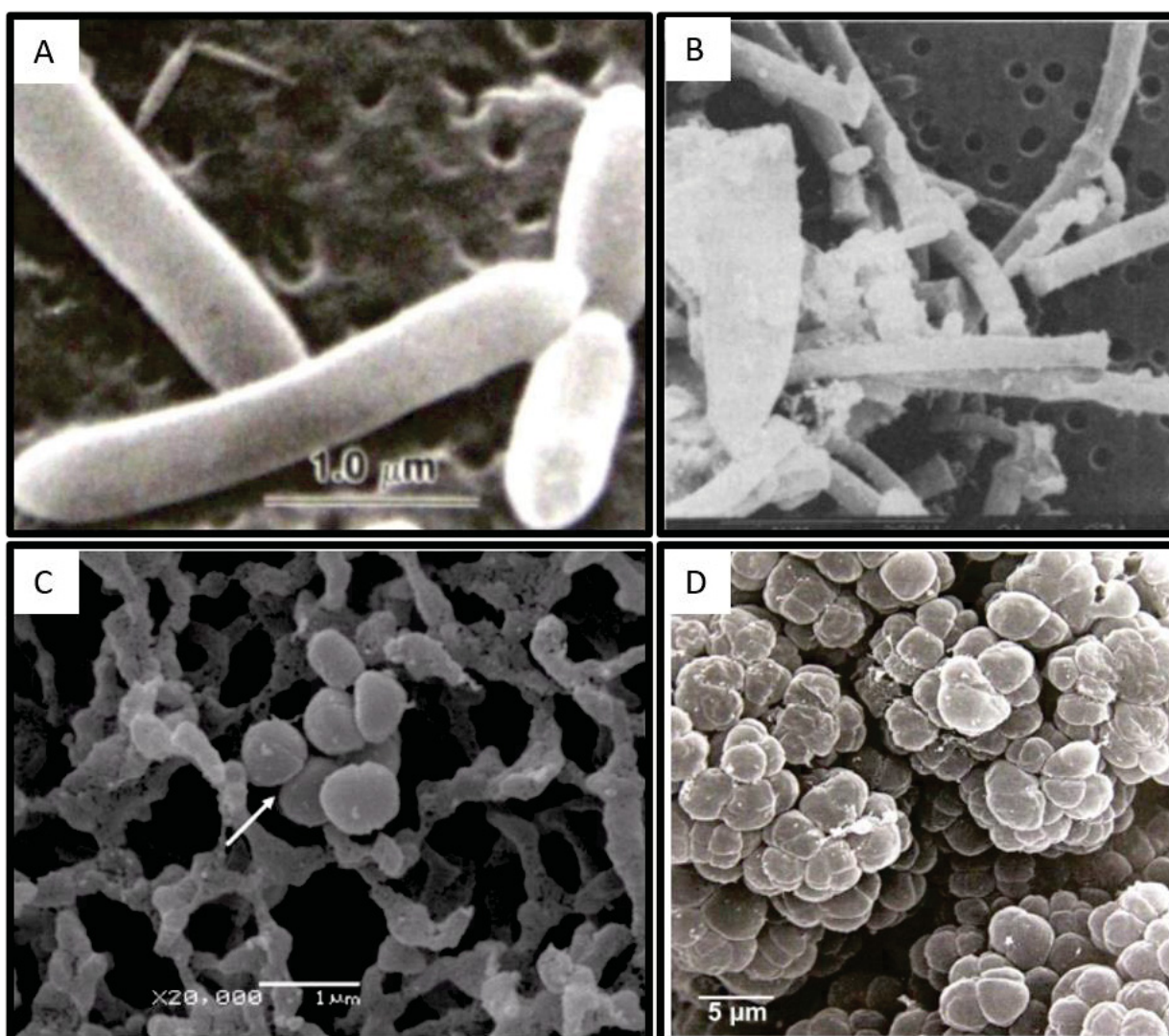
FIGURA 38 - MICROGRAFIAS ELETRÔNICAS DE AMOSTRAS COLETADAS NO 36° DIA DE OPERAÇÃO



LEGENDA: A) aumento de 5000x para o RanLFb1; B) aumento de 20000x para o RanLFb1; C) aumento de 5000x para o RanLFb2; D) aumento de 20000x para o RaLFb2. Os números indicam: (1) morfologia similar à do gênero *Methanobrevibacter*; (2) morfologia similar à do gênero *Methanothrix*; * regiões com possível acúmulo de EPS

Da observação das células visualizadas nas micrografias eletrônicas, sugere-se que vários desses microrganismos estão revestidos por material polimérico extracelular (EPS). Além disso, é possível observar regiões constituídas por aglomerados de microrganismos supostamente recobertos por EPS, cujo acúmulo resulta em matriz rugosa, de acordo com An e colaboradores (2009), similar à observada nas micrografias. A produção de EPS está relacionada à estrutura e estabilidade do granulo anaeróbio (LIU et al., 2004), assim como é agente responsável pela adesão e coesão do biofilme (CRESSON et al., 2007).

FIGURA 39 - MICROGRAFIAS ELETRÔNICAS DE REFERÊNCIA



LEGENDA: A) *Methanobrevibacter* sp., modificado de Garrity e Holt (2001); B) *Methanotherix* sp., Zinder et al., (1984); C) *Methanosphaera* sp., Rocha (2011); D) *Methanosarcina* sp., Garrity e Holt (2001).

4.6.2 Período de restrição ao substrato

Em função da impossibilidade de acesso aos laboratórios decorrente as ações de controle da Covid-19, durante o período entre o 37° e 49° dia não foi realizado o controle e a alimentação dos reatores, com exceção do 43° dia. Esta condição imprevista favoreceu a realização do teste de restrição ao substrato.

Neste período, em função da descontinuidade da alimentação contínua dos reatores, a E_{DQO} foi avaliada em relação à concentração de DQO efluente da análise realizada no dia 36° dia. Na TABELA 29 é apresentada a variação da eficiência de remoção da DQO neste período.

TABELA 29 - CONDIÇÃO DE RESTRIÇÃO AO SUBSTRATO

Reator	Dia	E_{DQO} (%)	CS_{DQO} (mg/L)
RanLFb1	42	54 (3,0)	74,3 (4,8)
	49	16,6 (6,4)	62,0 (4,8)
RanLFb2	42	68,6 (1,6)	56,5 (2,9)
	49	-45,0(10,2)	81,9 (5,8)

FONTE: o autor (2022)

NOTA: Valores entre parênteses indiciam o desvio padrão

No 49° dia de operação, o RanLFb2 apresentou E_{DQO} negativa, ou seja, a concentração de DQO no interior do reator foi maior do que na análise realizada no 42° dia. Essa ocorrência também foi observada por Reyes-Alvarado e colaboradores (2017), que estudaram os efeitos da restrição de matéria orgânica em RanLF invertido, e observaram que valores negativos de E_{DQO} não são incomuns em biorreatores. Os autores atribuíram o valor negativo da E_{DQO} à lavagem de células microbianas com o efluente do reator, o que pode causar o aumento da concentração de matéria orgânica do efluente.

Apesar da redução significativa na E_{DQO} , enfatiza-se que a concentração da DQO efluente manteve-se na faixa de 50-100 mg/L, menor que os valores anteriormente determinados com alimentação ininterrupta. Sugere-se, também, que os valores observados estejam próximos do mínimo possível de CS_{DQO} para este sistema de reatores de leito fluidizado, uma vez que o TDH dos reatores para esses períodos, do 37° ao 42° dia e do 44° ao 49° dia, foi de 7,1 dias.(6 vezes maior que o valor de TDH anterior ao período de restrição ao substrato). Esses resultados estão

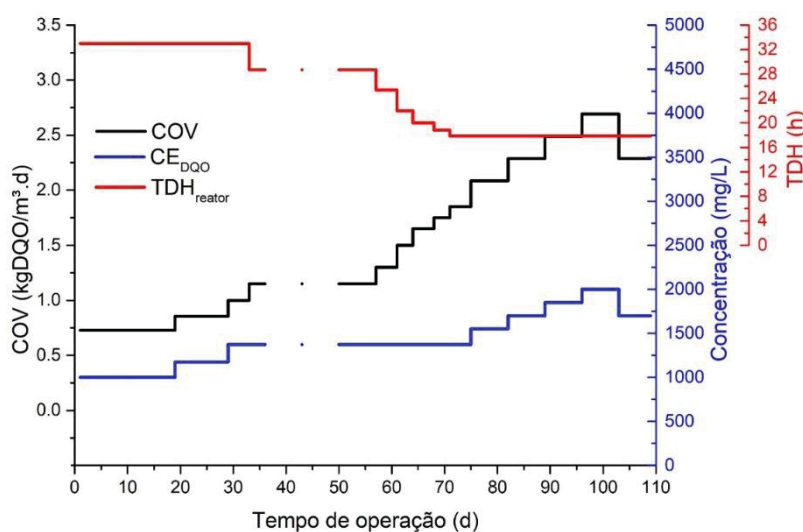
de acordo com outros estudos que utilizaram ARS e observaram CS_{DQO} mínima entre 50-100 mg/L (HAROUN e IDRIS, 2009; BRAGA et al., 2015).

É importante salientar que neste período os reatores apresentaram estabilidade tanto para os valores das relações AT/AVT e AI/AP, quanto para as condições hidráulicas de operação, isto é, sem mudanças bruscas na velocidade de fluidização e IF. Após este período de restrição ao substrato, não foi observada a necessidade de parada do sistema para sua manutenção.

4.6.3 Desempenho dos reatores em função do aumento da COV

Na FIGURA 40 são apresentadas as condições de operação dos reatores com água residuária sintética como substrato em função do aumento da COV, para o período entre o 1° e 110° dia. Os detalhes de operação foram apresentados na seção 3.8 do capítulo Material e Métodos.

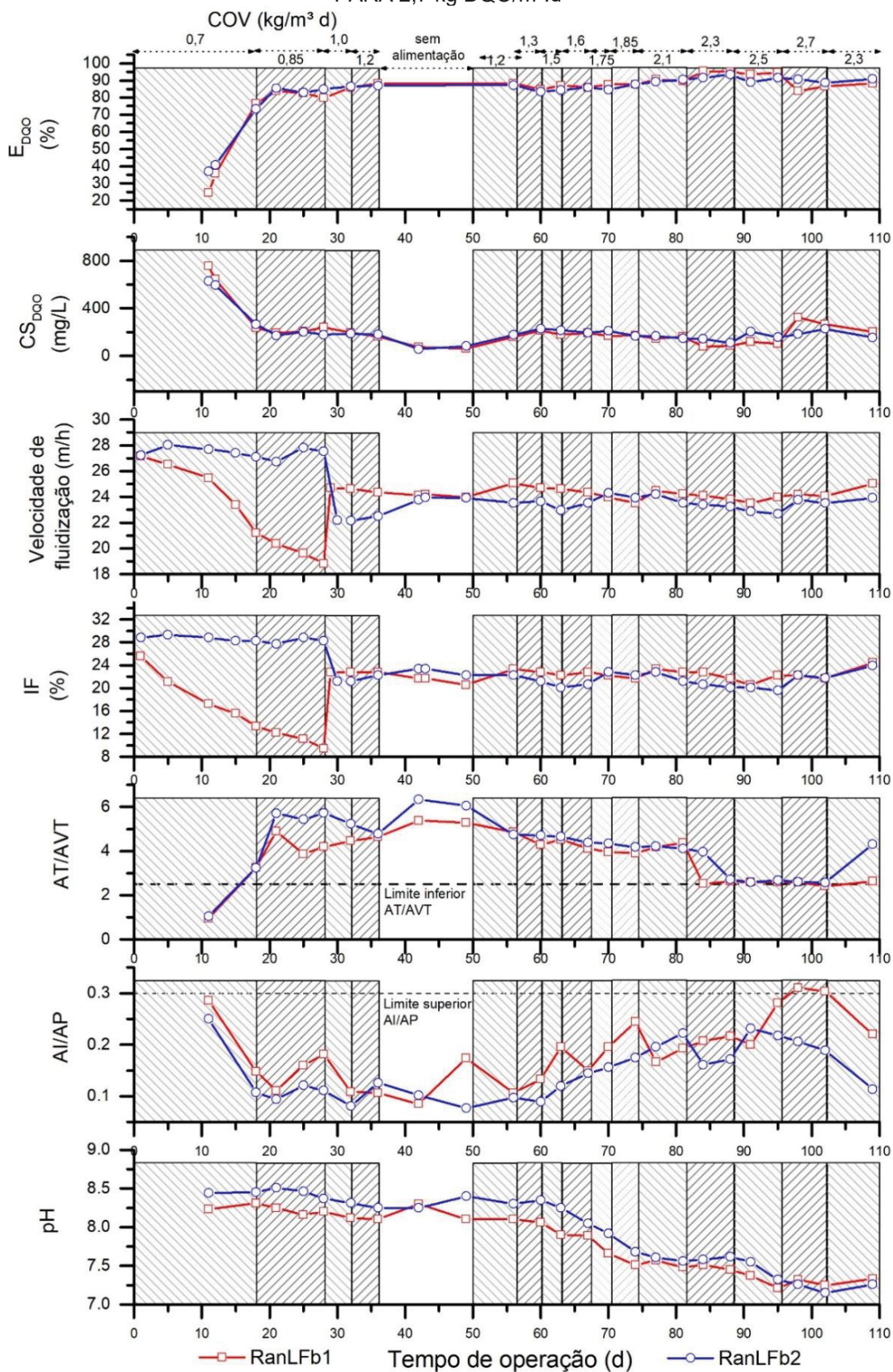
FIGURA 40 - CONDIÇÕES OPERACIONAIS DOS REATORES EM FUNÇÃO DO AUMENTO DA COV



LEGENDA: COV – carga orgânica volumétrica; CE_{DQO} – concentração de entrada de DQO; TDH – tempo de detenção hidráulica

No QUADRO 11 é apresentada a média dos resultados dos parâmetros avaliados no período total de aumento da COV, de 102 dias, enquanto nos QUADROS 12 e 13 são apresentados os resultados para o período de aumento da COV por redução de TDH, realizada do 57° até o 74° dia, e aumento da concentração de DQO, do 75° até o 102° dia, respectivamente. Na FIGURA 41 é apresentado graficamente o desempenho dos reatores no período de aumento da COV.

FIGURA 41 - PERFORMANCE DOS RanLfb COM O AUMENTO DA COV DE 0,7 kg DQO/m³.d PARA 2,7 kg DQO/m³.d



FONTE: o autor (2022)

QUADRO 11 - PARÂMETROS DE MONITORAMENTO PARA O AUMENTO DA COV 0,7 kg DQO/m³.d PARA 2,7 kg DQO/m³.d

Parâmetro	RanLFb1				RanLFb2				valor p
	média	d-padrão	min	máx	média	d-padrão	min	máx	
E _{DQO} (%)	89,38	4,1	83,73	95,44	88,53	3,17	83,37	93,58	0,71
CS _{DQO} (mg/L)	169,57	70,88	77,49	325,25	181,19	35,51	109,22	228,68	0,42
AVT (mg/L)	257,0	97,2	149,0	378,6	242,6	94,4	146,0	367,2	0,73
AT/AVT	3,44	0,86	2,41	4,52	3,67	0,87	2,57	4,71	0,27
Al/AP	0,22	0,05	0,13	0,31	0,18	0,04	0,09	0,23	0,12
pH	7,55	0,26	7,21	8,06	7,68	0,36	7,15	8,35	0,25
u (m/h)	24,12	0,37	23,51	24,7	23,51	0,49	22,68	24,32	0,001
IF (%)	22,22	0,71	20,55	23,33	21,2	1,1	19,56	22,82	0,06

LEGENDA: E_{DQO} – eficiência na redução de DQO; CS_{DQO} – concentração de saída de DQO do reator; AVT, AT, Al; AP – concentração de acidez volátil total, alcalinidade total, alcalinidade intermediária, alcalinidade parcial, respectivamente; u- velocidade de fluidização; IF – intensidade de fluidização

QUADRO 12 - PARÂMETROS DE MONITORAMENTO PARA O AUMENTO DA COV DE 1,15 kg DQO/m³.d PARA 1,85 kg DQO/m³.d EM FUNÇÃO DA REDUÇÃO DO TDH

Parâmetro	RanLFb1				RanLFb2				valor p
	média	d-padrão	Min	máx	média	d-padrão	min	máx	
E _{DQO} (%)	86,5	1,29	84,60	87,64	85,19	1,68	83,37	87,75	0,31
CS _{DQO} (mg/L)	184,96	17,74	169,97	211,62	203,61	23,08	168,38	228,67	0,31
AVT (mg/L)	163,6	13,1	149,0	179,4	156,9	9,3	146,0	170,3	0,42
AT/AVT	4,16	0,25	3,90	4,52	4,45	0,22	4,18	4,71	0,09
Al/AP	0,18	0,04	0,13	0,24	0,14	0,03	0,09	0,18	0,13
pH	7,8	0,22	7,51	8,06	8,05	0,27	7,68	8,35	0,15
u (m/h)	24,23	0,49	23,51	24,7	23,67	0,51	22,95	24,32	0,10
IF (%)	22,33	0,46	21,67	22,77	21,41	1,12	20,11	22,82	0,40

LEGENDA: E_{DQO} – eficiência na redução de DQO; CS_{DQO} – concentração de saída de DQO do reator; AVT, AT, Al; AP – concentração de acidez volátil total, alcalinidade total, alcalinidade intermediária, alcalinidade parcial, respectivamente; u- velocidade de fluidização; IF – intensidade de fluidização

QUADRO 13 - PARÂMETROS DE MONITORAMENTO PARA O AUMENTO DA COV DE 1,85 kg DQO/m³.d PARA 2,7 kg DQO/m³.d EM FUNÇÃO DO AUMENTO DA CONCENTRAÇÃO DE DQO

Parâmetro	RanLFb1				RanLFb2				valor p
	média	d-padrão	Min	máx	Média	d-padrão	min	máx	
E _{DQO} (%)	91,16	4,31	83,73	95,44	90,61	1,65	88,65	93,58	0,49
CS _{DQO} (mg/L)	159,95	90,32	77,48	325,35	167,18	37,38	109,21	227,04	0,38
AVT (mg/L)	315,3	77,3	188,5	378,6	296,2	81,8	180,9	367,2	0,82
AT/AVT	2,98	0,79	2,41	4,37	3,18	0,76	2,57	4,21	0,38
Al/AP	0,23	0,05	0,17	0,31	0,20	0,02	0,16	0,23	0,33
pH	7,39	0,13	7,21	7,57	7,46	0,18	7,15	7,62	0,29
u (m/h)	24,05	0,29	23,52	24,48	23,40	0,48	22,69	24,21	0,006
IF (%)	22,15	0,86	20,56	23,33	21,06	1,15	19,56	22,83	0,12

LEGENDA: E_{DQO} – eficiência na redução de DQO; CS_{DQO} – concentração de saída de DQO do reator; AVT, AT, Al; AP – concentração de acidez volátil total, alcalinidade total, alcalinidade intermediária, alcalinidade parcial, respectivamente; u- velocidade de fluidização; IF – intensidade de fluidização

Entre todos os parâmetros avaliados, apenas a velocidade de fluidização apresentou diferença estaticamente significativa entre os reatores ($p < 0,05$), embora não tenha sido observada na IF resultante. Isso se deve ao fato de que, embora a correção da velocidade tenha sido necessária em função das observações discutidas na seção 4.6.1, a diferença de valores dos valores observados entre os reatores não resultou em uma diferença significativa da IF. Em vista disso, pode-se sugerir que os reatores operaram de forma equivalente no período de aumento de COV, com replicabilidade dos resultados. Dessa forma, sugere-se que os reatores podem ser ideais para aplicação das condições de estresse, com um reator operando nas condições de distúrbio, e o outro mantendo as condições operacionais de controle.

No período de aumento da COV por redução de TDH, de 28,7 h para 17,8h entre o 57° e 74° dia, foram observados valores médios de E_{DQO} de $86,5 \pm 1,3\%$ e $85,2 \pm 1,7\%$, para o RanLFb1 e RanLFb2, respectivamente. O valor médio de E_{DQO} , anteriormente à redução do TDH, de 28,7h, foi de $87,5 \pm 1,4\%$ para o RanLFb1, e de $86,8 \pm 0,34\%$ para o RanLFb2. O teste estatístico U de Mann-Whitney, para o nível de confiança de 95%, foi realizado entre os valores médios de E_{DQO} anteriores e posteriores à redução do TDH. Para ambos os reatores, não foi observada diferença estatisticamente significativa, com valor-p de 0,39 para o RanLFb1, e de 0,25 para o RanLFb2. Portanto, pode-se sugerir que a redução do TDH, de 28,7h para 17,8h, não impactou sobre a E_{DQO} dos reatores.

No que se refere à estabilidade, ambos os reatores apresentaram valores das relações AT/AVT e AI/AP nos limites para operação estável de reatores anaeróbios, conforme apresentado no QUADRO 12. Os resultados aqui obtidos estão de acordo com os de Arnaiz e colaboradores (2007) e Sowmeyan e Swaminathan (2008a), que não observaram diferença significativa da E_{DQO} em função da redução do TDH em reatores anaeróbios de leite fluidizado. Arnaiz e colaboradores (2007), pesquisando efluente da indústria do vinho, para a concentração afluente da DQO (CE_{DQO}) variando de 20.000 mg/L a 30.000 mg/L, observaram que a E_{DQO} variou entre 83% e 92%, quando o TDH foi reduzido de 29,2h para 11,7h. Por sua vez, Sowmeyan e Swaminathan (2008a), utilizando água residuária sintética com CE_{DQO} de 12 g/L, observaram E_{DQO} média de 84% com redução de TDH de 2 dias para 4,6 horas.

No período de aumento da COV por aumento da concentração de DQO, entre o 75° e 102° dia, foi observada a tendência de aumento da E_{DQO} até a COV de 2,3 kg DQO/m³.d, para ambos os reatores, conforme apresentado na FIGURA 41. Para o

RanLFb1 foi observado aumento de E_{DQO} de $87,5 \pm 0,28\%$ para $95,2 \pm 0,3\%$, para as COV de $1,85 \text{ kg DQO/m}^3 \cdot \text{d}$ e $2,3 \text{ kg DQO/m}^3 \cdot \text{d}$, respectivamente. Enquanto para o RanLFb2 foi observado o aumento de E_{DQO} de $87,8 \pm 0,39\%$ para $92,6 \pm 1,4\%$, para as mesmas COV aplicadas.

Em relação à estabilidade do sistema biológico entre o 75° e 102° dia, pode-se observar que, em ambos os reatores, os valores das relações AT/AVT e AI/AP mostraram tendência de redução e aumento, respectivamente, conforme apresentado na FIGURA 41. O pH apresentou, nesse mesmo período, tendência de redução para ambos os reatores, de 7,51 para 7,25, para o RanLFb1, e de 7,68 para 7,15, para o RanLFb2. Essas tendências observadas indicam a proximidade das condições limites de operação estável previamente delimitadas, segundo TABELA 18.

Com o aumento da COV até o valor de $2,7 \text{ kg DQO/m}^3 \cdot \text{d}$, foi observada a redução de E_{DQO} de $94,6 \pm 0,5\%$ para $85,1 \pm 2,0\%$, no RanLFb1, e de $91,6 \pm 0,3\%$ para $90,9 \pm 0,1\%$ no RanLFb2. Em relação à estabilidade dos reatores, o RanLFb1 apresentou valores para AT/AVT e para AI/AP de 2,4 e 0,31, respectivamente, o que sugere a instabilidade do reator para esta COV aplicada. Por outro lado, para o RanLFb2, os valores se aproximaram dos valores limites para essas relações, porém sempre na faixa de operação estável. A partir dos resultados observados, mantendo-se as concentrações de nutrientes e de fonte de alcalinidade, sugere-se que o valor de COV de $2,7 \text{ kg DQO/m}^3 \cdot \text{d}$ esteja próximo do limite possível para a digestão anaeróbia estável para a configuração proposta para os reatores estudados.

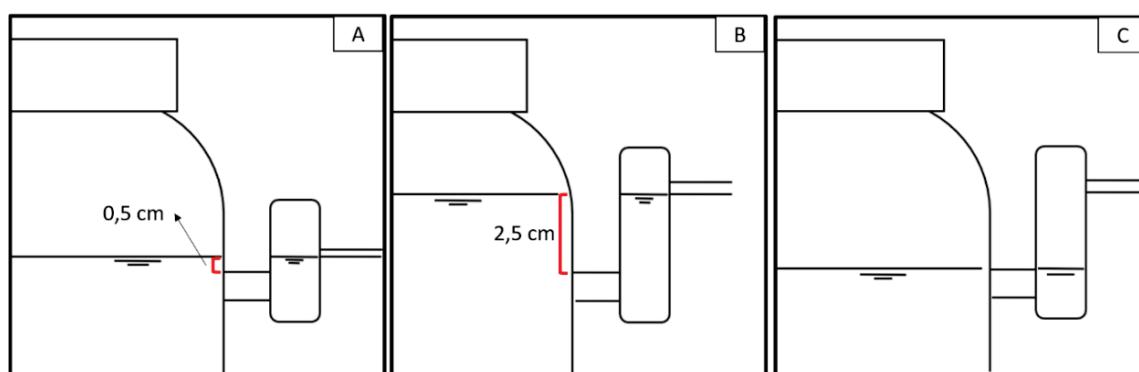
Assim, para o início da aplicação das condições de estresse e na tentativa de evitar que os testes de estresse fossem iniciados com a operação dos reatores próximos do limite de estabilidade, a COV aplicada aos reatores foi reduzida para $2,3 \text{ kg DQO/m}^3 \cdot \text{d}$. Nesta condição, os reatores apresentaram melhores E_{DQO} , com valores, de $95,2 \pm 0,3\%$, para o RanLFb1, e de $92,6 \pm 1,4\%$, para o RanLFb2.

O aumento da E_{DQO} observado, pelo aumento da concentração da DQO de 1.375 mg/L para 2.000 mg/L , está de acordo com o observado por Montalvo e colaboradores (2010) e Siqueira e colaboradores (2013), ambos com operação de RanLF aplicados ao tratamento de efluente de destilaria. Montalvo e colaboradores (2010) observaram o aumento da E_{DQO} de 60% para 85%, com o aumento da CE_{DQO} de 1.000 mg/L para 12.000 mg/L , e TDH fixo de 24h. Siqueira e colaboradores (2013), por sua vez, observaram aumento da E_{DQO} de 60% para 72%, com aumento da CE_{DQO} $2,2 \text{ g/L}$ para $4,9 \text{ g/L}$.

Em relação às condições hidráulicas dos reatores, foram observadas algumas características pertinentes para a sua operação durante este período, do 1º ao 109º dia de operação com ARS. Primeiramente, foi observada a formação de gotículas no orifício de saída do biogás gerado no sistema, inicialmente com diâmetro de 3 mm, o que impediu o fluxo de gás por este caminho. Esta observação motivou uma modificação no sistema de saída, com o aumento do diâmetro do orifício para 6 mm, sem, entretanto, alterar a condição anterior, pois a formação de gotículas foi novamente observada. Salienta-se que não havia a possibilidade de aumento maior do orifício, visto que a tampa superior do decantador não possuía espaço adequado para instalações de maiores dimensões.

Além disso, foi observado que o biogás gerado era removido do sistema juntamente com o efluente líquido. Assim, visando dificultar a saída do gás por este caminho, foi construído um novo sifão para a liberação do efluente do sistema, com maior diferença de altura entre a entrada e a saída, conforme FIGURA 42. Entretanto, em função da pressurização do sistema, foi observado que, assim como no sifão com menor dimensão, o gás ainda era liberado do sistema juntamente com o efluente líquido. Isto foi determinado pela observação entre a diferença de altura no sifão e no interior do decantador, conforme FIGURA 42C. Estas condições impossibilitaram a medição do biogás gerado em função da quantidade de DQO removida.

FIGURA 42 - DIFERENÇA DE ALTURA DA COLUNA LÍQUIDA NA SAÍDA DO DECANTADOR



LEGENDA: A) sifão inicialmente instalado; B) sifão com maior diferença de altura entre entrada e saída do líquido; C) exemplo da pressão causada na coluna líquida pelo biogás gerado

Em relação à manutenção das condições operacionais dos sistemas de reatores, foi observado o fluxo pela mangueira de respiro do reator que, em condições normais de operação, encontrava-se parcialmente preenchida com líquido, porém sem fluxo, em função da coluna de água resultante da vazão aplicada pela bomba.

Foi possível observar a relação entre o início do fluxo de ARS pelo respiro e a formação do biofilme nas mangueiras de recirculação. Este comportamento foi então utilizado como indicativo para a limpeza ou troca das mangueiras de recirculação.

Em resumo, no período de aumento de COV, pode-se sugerir que a microbiota dos reatores conseguiu adaptar-se a ARS, com desempenho satisfatório, conforme determinado na TABELA 18, após 18 dias de operação. A partir dos resultados apresentados na FIGURA 41 e QUADRO 11, pode-se observar que a E_{DQO} manteve-se acima de 80% e CS_{DQO} abaixo de 250 mg/L, para ambos os reatores, até o início dos testes de estresse, que iniciaram no 110° dia de operação com ARS. Para as relações de estabilidade, foram observados valores das relações AT/AVT e AI/AP nos limites de operação estável, até o aumento para a COV de 2,7 kg DQO/m³.d. Entretanto, a partir deste valor de COV foram observados valores de instabilidade das relações para o RanLFb1, e próximos do limite para o RanLFb2.

4.6.4 Condição de estresse em função da temperatura

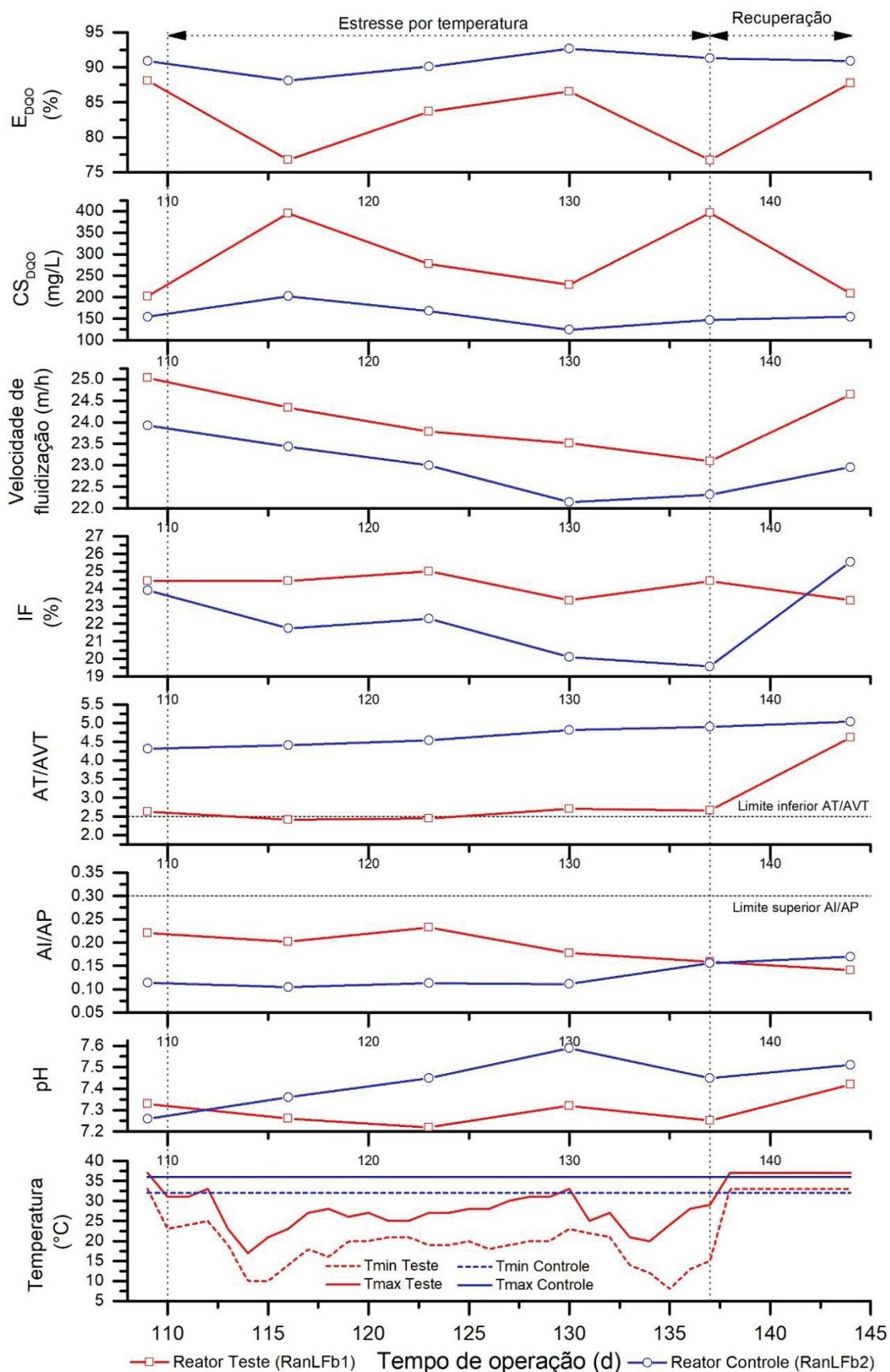
A partir do 110° dia, o RanLFb1 operou sem controle de temperatura. Este período teve duração de 28 dias. Neste período, o reator controle operou com temperatura constante de $34 \pm 2^\circ\text{C}$. Na FIGURA 43 são apresentados graficamente os valores dos parâmetros de performance do RanLFb1 e RanLFb2, apresentados resumidamente no QUADRO 14.

QUADRO 14 - VALORES DAS VARIÁVEIS MONITORADAS PARA AVALIAÇÃO DA CONDIÇÃO DE ESTRESSE TÉRMICO

Parâmetro	Reator Teste (RanLFb1)				Reator Controle (RanLFb2)				valor p
	média	d-padrão	min	máx	média	d-padrão	Min	máx	
E_{DQO} (%)	80,92	4,97	76,73	86,54	90,54	1,94	88,08	92,67	0,028
CS_{DQO} (mg/L)	324,27	84,44	228,78	395,61	160,78	33,08	124,74	202,62	0,028
AVT (mg/L)	353,5	16,0	337,5	369,5	199,2	9,5	188,5	209,8	0,028
AT/AVT	2,56	0,14	2,42	2,7	4,67	0,23	4,41	4,91	0,028
AI/AP	0,19	0,03	0,16	0,23	0,12	0,02	0,1	0,16	0,028
pH	7,26	0,04	7,22	7,32	7,46	0,095	7,36	7,59	0,028
u (m/h)	23,68	0,52	23,09	24,34	22,72	0,6	22,14	23,44	0,057
IF (%)	24,3	0,7	23,33	24,44	20,92	1,29	19,56	22,28	0,028
T ($^\circ\text{C}$)	22,32	3,89	8	33	34	-	32	36	$2,2 \times 10^{-16}$
ΔT ($^\circ\text{C}$)	8,64	3,24	3	16	4	-	-	-	-

LEGENDA: E_{DQO} – eficiência na redução de DQO; CS_{DQO} – concentração de saída de DQO do reator; AVT, AT, AI, AP – concentração de acidez volátil total, alcalinidade total, alcalinidade intermediária, alcalinidade parcial, respectivamente; u- velocidade de fluidização; IF – intensidade de fluidização

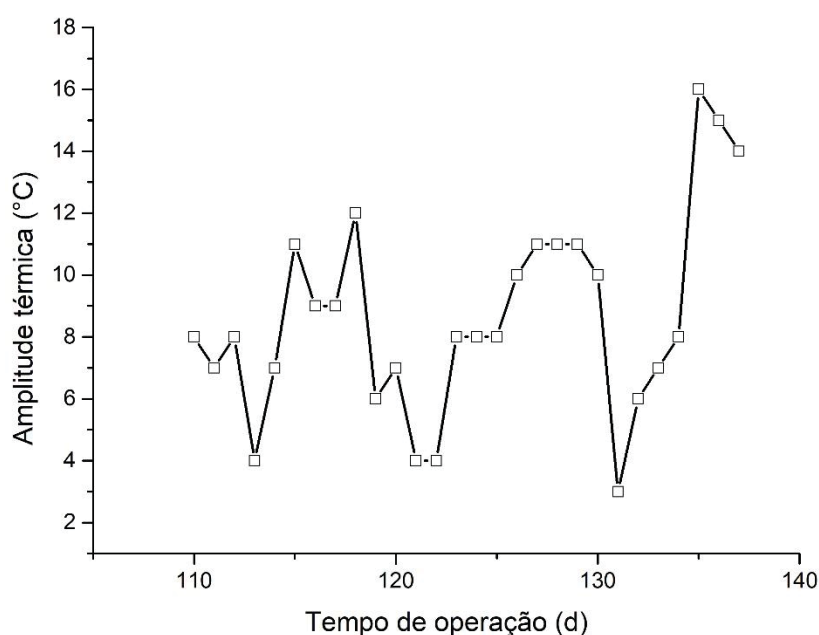
FIGURA 43 - PERFORMANCE DOS REATORES QUANDO APLICADA A CONDIÇÃO DE ESTRESSE PELA VARIAÇÃO DE TEMPERATURA NO RanLFb1



FONTE: o autor (2022)

Foram registradas as temperaturas médias mínima e máxima de $18,0 \pm 4,5^{\circ}\text{C}$ e $26,6 \pm 4,0^{\circ}\text{C}$, respectivamente, conforme apresentado na TABELA 30. A amplitude térmica diária, durante o teste de perturbação pela temperatura é apresentada na FIGURA 44 e na TABELA 30. A média observada foi de $8,6 \pm 3,2^{\circ}\text{C}$, sendo que o maior valor registrado foi 16°C , no 135° dia, e o menor no 137° dia, com valor de 3°C .

FIGURA 44 - AMPLITUDE TÉRMICA REGISTRADA NO RanLFb1 NO PERÍODO DE ESTRESSE TÉRMICO



FONTE: o autor (2022)

TABELA 30 - TEMPERATURAS REGISTRADAS NO REATOR NO PERÍODO DE APLICAÇÃO DA CONDIÇÃO DE ESTRESSE TÉRMICO

Período (d)	110-116	117-123	124-130	131-137	110-137
Temperatura mínima registrada (°C)	10	16	19	8	8
Temperatura máxima registrada (°C)	33	28	33	29	33
Temperatura mínima média (°C)	17,9 (6,5)	19,3 (1,8)	19,9 (1,6)	15,0 (5,0)	18 (4,5)
Temperatura máxima média (°C)	25,6 (6,1)	26,4 (1,1)	29,7 (2,1)	24,9 (3,4)	26,6 (4,0)
Amplitude mínima registrada (°C)	4	4	8	3	3
Amplitude máxima registrada (°C)	11	12	11	16	16
Amplitude térmica média (°C)	7,7 (2,1)	7,1 (2,5)	9,9 (1,3)	9,9 (5,1)	8,6 (3,2)

FONTE: o autor (2022)

NOTA: os valores entre parênteses indicam o desvio padrão

Durante a aplicação da condição de estresse térmico, a média de eficiência da redução da DQO foi de $80,9 \pm 5,0\%$ para o RanLFb1, enquanto para o reator controle foi de $90,5 \pm 1,9\%$. Esta diferença foi mais acentuada no período em que as

menores médias de temperatura foram registradas. No período entre o 110° e o 116° dia, foram registradas temperaturas médias mínimas e máximas de $17,9 \pm 6,5^{\circ}\text{C}$ e $25,6 \pm 6,1^{\circ}\text{C}$, respectivamente. Neste período, mais especificamente no 116° dia, foi observada eficiência de remoção da DQO de $76,7 \pm 0,3\%$. No 137° dia, foi observada eficiência de remoção da DQO de $76,7 \pm 1,06\%$, com temperaturas médias mínima e máxima, no decorrer do 131° até o 137° dia, de $15,0 \pm 5,0^{\circ}\text{C}$ e $24,9 \pm 3,4^{\circ}\text{C}$, respectivamente. Salienta-se que, neste período, foram registradas a menor e a maior amplitude térmica, de 3°C e 16°C , respectivamente, o que sugere que os reatores sofreram o maior impacto em função da temperatura. Os resultados estão de acordo com outros estudos, em que variações de $1^{\circ}\text{C}/\text{dia}$ podem afetar a atividade microbiana na metabolização de ácidos orgânicos complexos, o que resulta na redução da E_{DQO} (WEILAND, 2010; KOVALOVSKZI et al., 2020).

Enfatiza-se que, entre o 117° e o 130° dia, a temperatura mínima registrada no reator teste foi de 16°C , com média das temperaturas mínima e máxima registradas de $19,6 \pm 1,6^{\circ}\text{C}$ e $28,1 \pm 2,4^{\circ}\text{C}$, respectivamente, com E_{DQO} de $85,1 \pm 2,0\%$, 8,4 pontos percentuais superior que as E_{DQO} observadas no período com menores temperaturas (período do 100° até o 116° dia e do 131° até o 137° dia). Em comparação com o reator controle, que apresentou média de E_{DQO} de $91,4 \pm 1,8\%$, o valor médio observado neste período foi aproximadamente 6 pontos percentuais menor. Dessa forma, pode-se sugerir que, para médias de temperaturas mínimas acima de 20°C , o sistema de tratamento do RanLFB não sofreu impacto considerável se comparado quando operado com temperaturas mínimas menores, abaixo de 15°C , e grandes amplitudes térmicas, próximas de 16°C .

No que se refere à estabilidade dos reatores, os valores médios observados no RanLFB1 para as relações AT/AVT e AI/AP foram de $2,56 \pm 0,14$ e $0,19 \pm 0,03$, respectivamente. Para o reator controle, foram de $4,67 \pm 0,23$ e $0,12 \pm 0,02$, respectivamente. Apesar da diferença entre os valores observados entre os reatores, o reator teste não apresentou grande variação para essas relações durante esse período, o que sugere sua estabilidade, visto que os valores encontram-se nos limites para a operação estável ($\text{AT/AVT} > 2,5$ e $\text{AI/AP} < 0,3$).

Estes resultados estão de acordo com os observados por Boening e Larsen (1982) e Gao e colaboradores (2014). Boening e Larsen (1982) avaliaram o impacto das temperaturas no tratamento de ARS em RanLF. Foram observadas E_{DQO} de 95%, 70% e 30%, para as temperaturas de 35°C , 25°C e 15°C , respectivamente. Foi

observado pelos autores a redução mais acentuada da E_{DQO} quando a temperatura de operação esteve abaixo de 20°C. Gao e colaboradores (2014) também avaliaram o efeito da temperatura (35°C, 25°C e 15°C) em RanLF no tratamento de esgoto doméstico. Os autores sugerem que não houve redução significativa na E_{DQO} quando a temperatura foi reduzida de 35°C para 25°C, com valores de $74,0 \pm 3,7\%$ para $67,1 \pm 2,9\%$, respectivamente. Porém, quando a temperatura foi reduzida para 15°C, foi observada redução significativa da E_{DQO} , com valor de $51,1 \pm 2,6\%$. Além disso, os autores salientam o acúmulo da concentração de AVT com a redução da temperatura, de 32,8 mg/L para 72,0 mg/L, para as temperaturas de 35°C e 15°C, respectivamente.

Na FIGURA 45 são apresentadas as micrografias eletrônicas das amostras coletadas no 137º dia, durante o período de estresse de temperatura no RanLFb1, com manutenção de controle de temperatura no RanLFb2.

Para ambas as micrografias eletrônicas, pode-se sugerir que a forma predominante das células é a baciliforme. Também é possível observar a presença de alguns organismos cocóides e morfologias similares às dos gêneros *Methanothrix* e *Methanosarcina*.

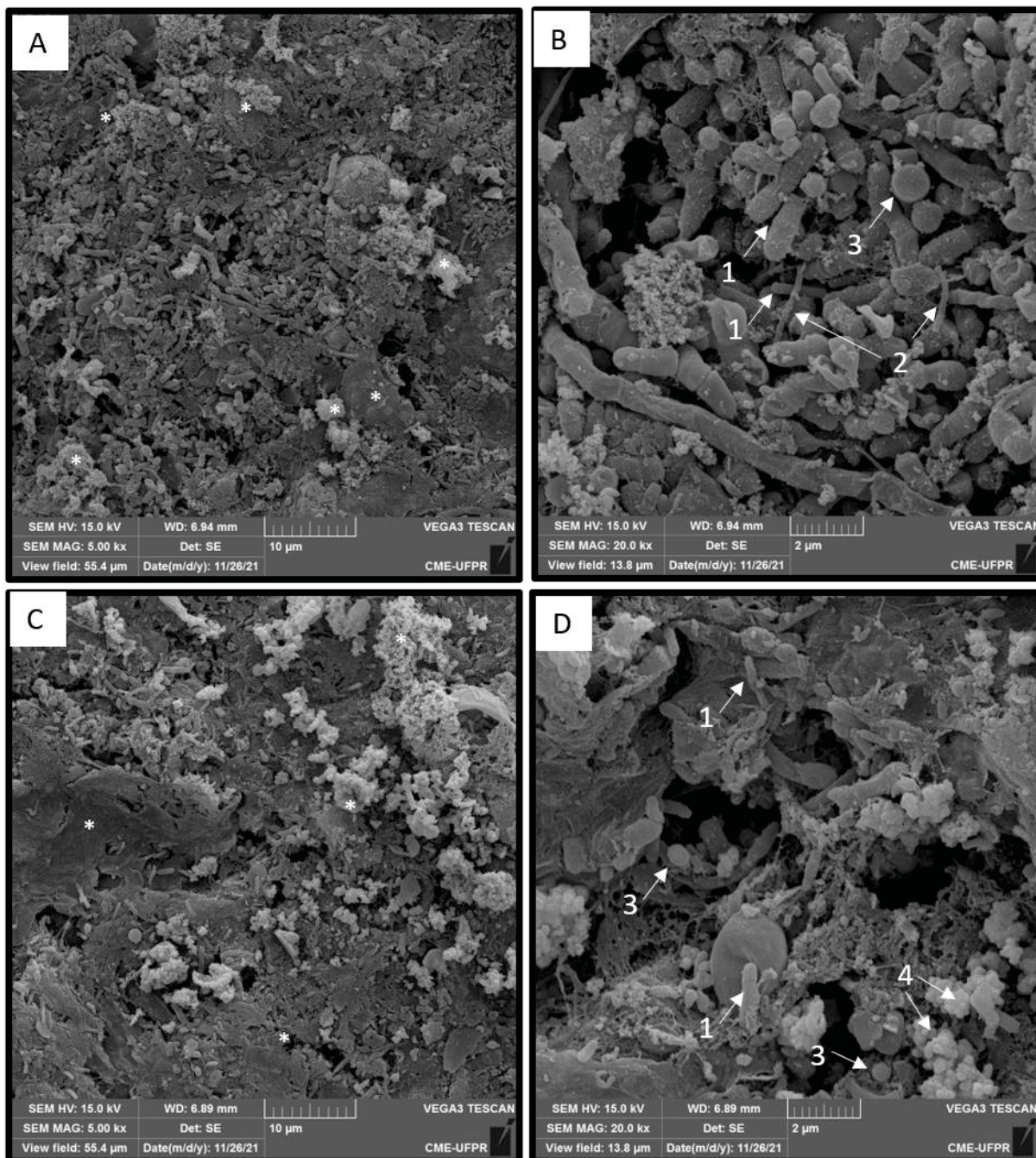
Em comparação com a micrografias realizadas para o 36º dia (FIGURA 38) a visualização de ambas as micrografias para esta etapa de estresse de temperatura (FIGURA 45) sugere a maior produção de EPS, principalmente para o reator controle (FIGURA 45C). A produção de EPS pode estar associada à formação de biofilme mais uniforme e resistente, conforme sugerido por Rocha, Braga e Braga (2017).

Em relação à eficiência de redução de matéria orgânica, o RanLFb1 e RanLFb2 apresentaram, no 137º dia, valores de $76,7 \pm 1,1\%$ e $91,3 \pm 0,1\%$, respectivamente. Sugere-se que, em um primeiro momento, a maior produção de EPS está associada à adaptação dos microrganismos à água residuária, o que, conseqüentemente, pode ter contribuído para a maior eficiência do RanLFb2

Cabe salientar que, a partir do 82º dia, foi observada a possível formação de biofilme nas paredes dos reatores, acima da região de fluidização com aumento da quantidade observada com o tempo de operação. Na FIGURA 46 são apresentadas fotografias das paredes externas dos reatores no 137º dia de operação. Carbajo e colaboradores (2010) sugerem que a produção de EPS pode provocar o aumento da viscosidade do leito e adesão de células microbianas às paredes de reatores utilizados para o tratamento de águas residuárias em RanLF. É importante ressaltar que o

biofilme aderido às paredes foi removido antes da aplicação de cada condição de estresse.

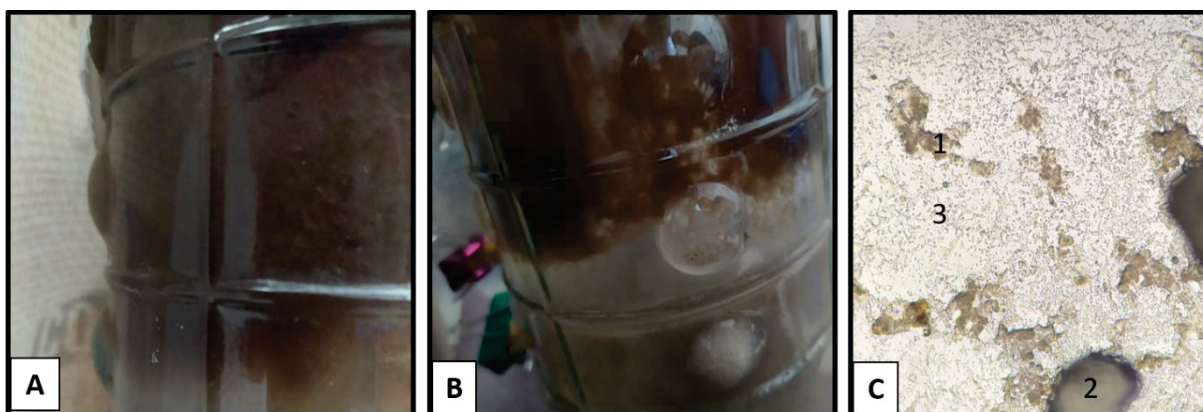
FIGURA 45 - MICROGRAFIAS ELETRÔNICAS DO PERÍODO DE ESTRESSE TÉRMICO



FONTE: o autor (2022)

LEGENDA: A) aumento de 5000x para o RanLFb1; B) aumento de 20000x para o RanLFb1; C) aumento de 5000x para o RanLFb2; D) aumento de 20000x para o RaLFb2. Os números indicam: (1) morfologia similar à do gênero *Methanobrevibacter*; (2) morfologia similar à do gênero *Methanotrix*; (3) morfologia similar à do gênero *Methanosphaera*.; (4) morfologia similar à do gênero *Methanosarcina* * regiões com possível acúmulo de EPS

FIGURA 46 - CRESCIMENTO DO BIOFILME NAS PAREDES DOS REATORES



FONTE: o autor (2022)

LEGENDA: A) RanLFb1; B) RanLFb2; C) micrografia óptica de uma amostra de biofilme da parede do reator RanLFb1 coletada 137° dia (aumento 200x). 1) floco biológico; 2) grão de areia 3) matriz com supostas células microbianas

Em relação aos parâmetros hidráulicos, não foi realizado o controle de velocidade de fluidização no RanLFb1 durante a aplicação da condição de estresse térmico. Foi possível observar que, mesmo com a redução da velocidade de fluidização, a IF manteve-se constante, chegando até mesmo a aumentar. Por exemplo, no 130° dia, os valores da velocidade de fluidização e da IF foram de 23,5 m/h e 23,3%, respectivamente, para a temperaturas mínima e máxima registradas de 23°C e 33°C. No 137° dia foram observados os valores para a velocidade de fluidização e para a IF de 23,1 m/h e 24,4%, respectivamente, com temperatura mínima e máxima de 15°C e 29°C, respectivamente. Este comportamento pode ser explicado com o aumento da viscosidade resultante das menores temperaturas (WANG et al., 2012), o que implicou em valores de IF maiores associados a menores velocidades de fluidização. Portanto, salienta-se a necessidade de controle contínuo da velocidade de fluidização e da IF em sistemas de leito fluidizado sem controle de temperatura, visto a interferência da variação da temperatura sobre a intensidade de fluidização do leito.

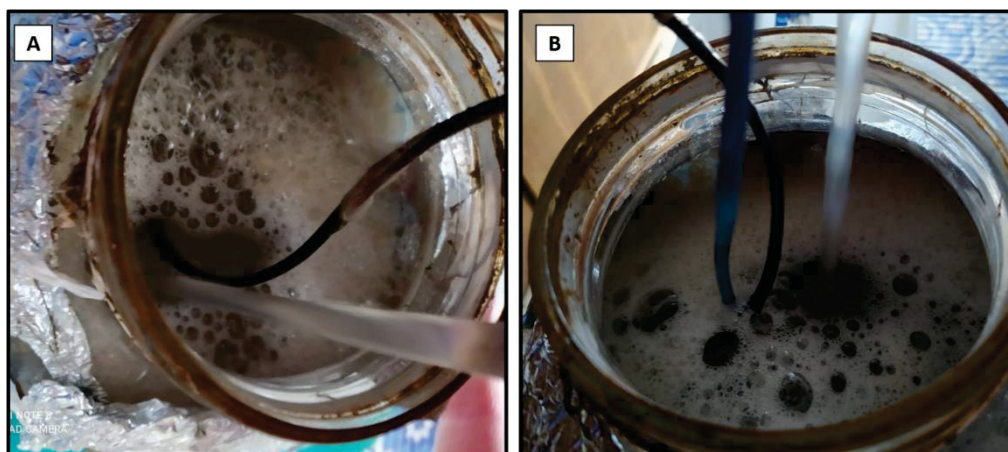
Dos valores apresentados no QUADRO 14, pode-se afirmar que existe diferença estatisticamente significativa entre os reatores para cada parâmetro avaliado ($p < 0,05$), com exceção da velocidade de fluidização, que apresentou valor inconclusivo ($p \sim 0,05$). Assim, pode-se sugerir que a temperatura afeta significativamente o desempenho do reator no tratamento da ARS.

Em relação à operação do RanLFb1 foi observado acúmulo de pequena quantidade de sólidos no topo do decantador, além da formação de espuma, conforme

apresentado na FIGURA 47, principalmente no período em que foram registradas as menores médias de temperatura. Sanz e Fdz-polanco (1990) também observaram o acúmulo de sólidos no topo do leito do RanLF, no tratamento de esgoto sanitário, quando operado a 20 °C, com aumento considerável quando operado a 10°C. Os autores sugeriram que os sólidos podem ser biomassa não aderida ou sólidos suspensos, com valores de concentração de ST e SVT observados de 30 g/L e 15 g/L, respectivamente, para a amostra coletada a 10°C.

No 137° dia realizou-se a análise de sólidos do material arrastado para o decantador do RanLFb1, cujas concentrações de ST e de SVT foram $16,5 \pm 3,2$ g/L e $8,2 \pm 1,9$ g/L, respectivamente. Portanto, sugere-se que a quantidade de sólidos acumulada no topo de decantador pode ser resultado de células arrastadas, vivas ou mortas do reator pela condição de estresse aplicada. Se as flutuações de temperatura causarem a morte celular, as proteínas e polissacarídeos armazenados no corpo celular e acumulados em polímeros extracelulares são liberados, o que causa o aumento da viscosidade do meio e promove a produção de espuma (YANG et al., 2021).

FIGURA 47 - SUPERFÍCIE DO DECANTADOR DO SISTEMA RanLFb1



FONTE: o autor (2022)

LEGENDA: A) 116° dia; B) 137° dia

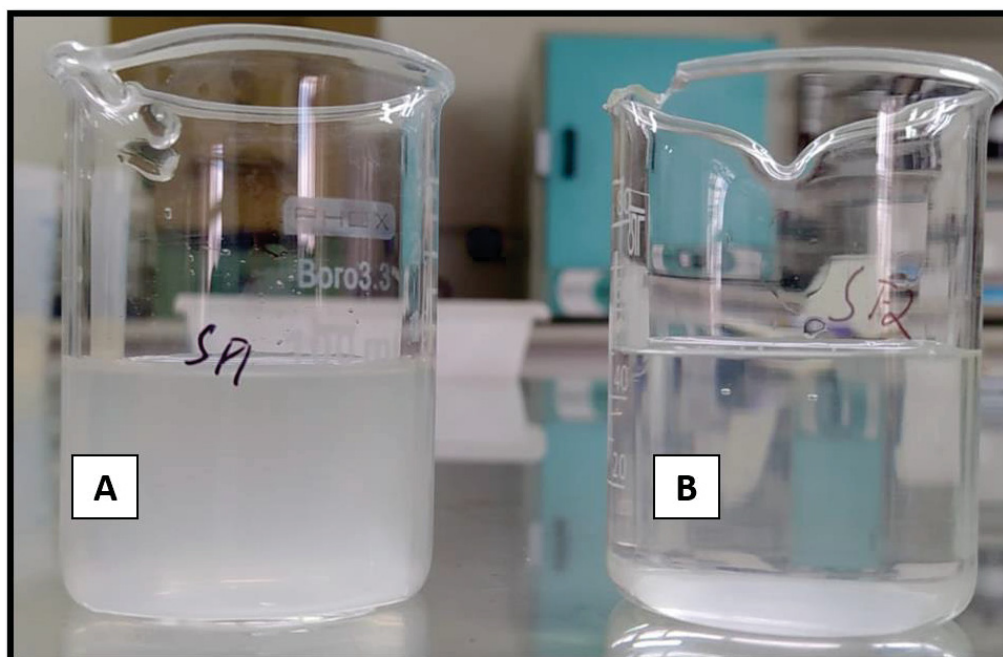
Em relação à espuma, cuja coloração variou de branco a marrom, foi necessária sua remoção, em função do acúmulo no *head-space*. A altura do acúmulo de espuma chegou a ultrapassar 3 cm da superfície líquida do decantador. Yang e colaboradores (2021) sugerem que a cor marrom da espuma está relacionada à dificuldade do biogás de se desprender da fase líquida.

Embora alguns pesquisadores tenham comparado a diferença no potencial de formação de espuma entre digestores termofílicos e mesofílicos, a formação de espuma induzida pela temperatura geralmente é causada por flutuações de temperatura decorrentes da alimentação, mistura desigual ou falha mecânica (MOELLER e GÖRSCH, 2015; YANG et al., 2021). A amplitude térmica, mesmo de 1°C/dia, pode afetar a atividade dos microrganismos hidrolíticos e fermentadores, que não conseguem assim metabolizar proteínas, lipídios e aminoácidos, o que resulta no acúmulo de substâncias tensoativas e hidrofóbicas, e aumentando assim a tendência de formação de espuma (YANG et al., 2021). Dessa forma, pode-se sugerir que a amplitude térmica observada durante a operação sem controle de temperatura afetou a atividade microbiana na metabolização da glicose, resultando na formação da espuma.

Além disso, a queda de temperatura resulta na redução da atividade dos organismos metanogênicos, que acompanha o acúmulo de ácidos graxos voláteis, que pode ser responsável pela formação da espuma (GANIDI et al., 2009). A média de concentração de AVT durante o período do estresse pela temperatura foi de $353,5 \pm 16,1$ mg/L, acima da faixa de concentração observada por outros autores em digestores anaeróbios, com valores de 50 a 300 mg/L (GANIDI et al., 2009). Assim, sugere-se que o aumento da concentração de AVT contribuiu para o acúmulo de espuma gerada. Salienta-se, também, que a produção de espuma esteve presente nas demais fases de tratamento, porém não tão intensa quanto na aplicação do estresse térmico.

Outra observação importante foi a aparência do efluente dos reatores, cuja turbidez foi maior para menores temperaturas, conforme apresentado na FIGURA 48 e corroborada por resultados apresentados por Ozgun e colaboradores (2015). Estes autores observaram aumento da turbidez no efluente de um reator UASB, quando a temperatura de operação foi reduzida de 25°C para 15 °C. Também foi sugerido que o aumento de turbidez era devido ao arraste de material suspenso e coloidal do reator. Portanto, pode-se sugerir que o aumento da turbidez do efluente está associado ao arraste do material celular do reator. No entanto, salienta-se que a aparência translúcida observada no efluente do reator teste é similar à cor da ARS quando, na fase de preparo do substrato, era adicionado $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Para dissolução total deste sal era necessária agitação magnética. Assim, pode-se sugerir que o aumento da turbidez foi provocado pela agitação insuficiente no decantador.

FIGURA 48 - APARÊNCIA DO EFLUENTE DOS REATORES NA ANÁLISE DO 137º DIA



FONTE: o autor (2022)

LEGENDA: A) RanLFb1; B) RanLFb2

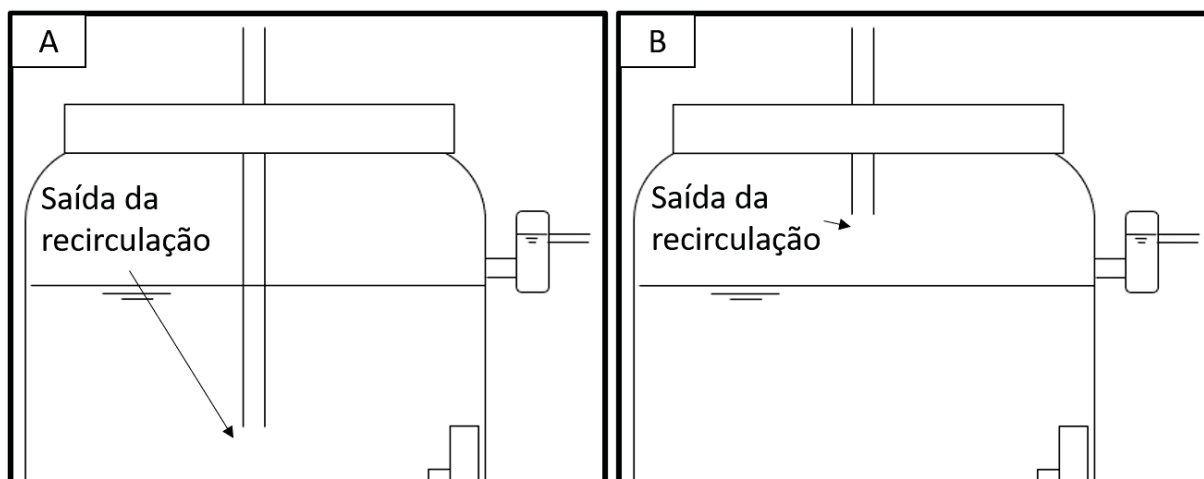
No 135º dia de operação com ARS, após as observações relacionadas à produção de espuma e da aparência do efluente, o mecanismo de entrada da recirculação do líquido no decantador foi modificado. Na concepção original do sistema, a saída da mangueira de recirculação encontrava-se a, aproximadamente, 5 cm de profundidade da superfície líquida do decantador, conforme FIGURA 49. Para a nova concepção esta mangueira foi retirada do interior do decantador, e o líquido recirculante foi então distribuído pela superfície líquida. Como consequência, nos 2 dias subsequentes foi observada menor quantidade de espuma e aparência líquida similar àquela do reator controle. Também foi observada a redução da coloração em tom marrom. Pode-se sugerir que a modificação auxiliou na agitação no decantador, o que favoreceu a liberação do biogás da fase líquida e a lavagem do acúmulo de espuma. No 135º dia, o mesmo arranjo foi realizado para o RanLFb2.

Em função da observação de vazamento entre a tampa e o corpo do reator, conectados por rosca, sugere-se que, para melhorar a vedação em sistemas de tratamento sujeitos a grandes amplitudes térmicas, a conexão entre a tampa e o corpo do reator, ou entre constituintes do sistema, seja realizado por flanges.

Entre o 138º e 144º dia, a operação de ambos os reatores foram equiparadas, de acordo com as especificações da TABELA 19. No fim deste período de

recuperação para o RanLFb1, foi observado aumento do valor da E_{DQO} de $76,7 \pm 1,06\%$ para $87,7 \pm 0,4\%$, e valores para as relações de estabilidade distantes de seus limites, o que indica maior capacidade de tamponamento do sistema. Dessa forma, com a performance do RanLFb1 estável, foi iniciada a perturbação pela IF, apresentado na sequência.

FIGURA 49 - MECANISMOS DE RECIRCULAÇÃO DO LÍQUIDO PARA O DECANTADOR



FONTE: o autor (2022)

LEGENDA: A) Líquido recirculado para o interior da fase líquida do decantador; B) Líquido recirculado para o *head-space* do decantador

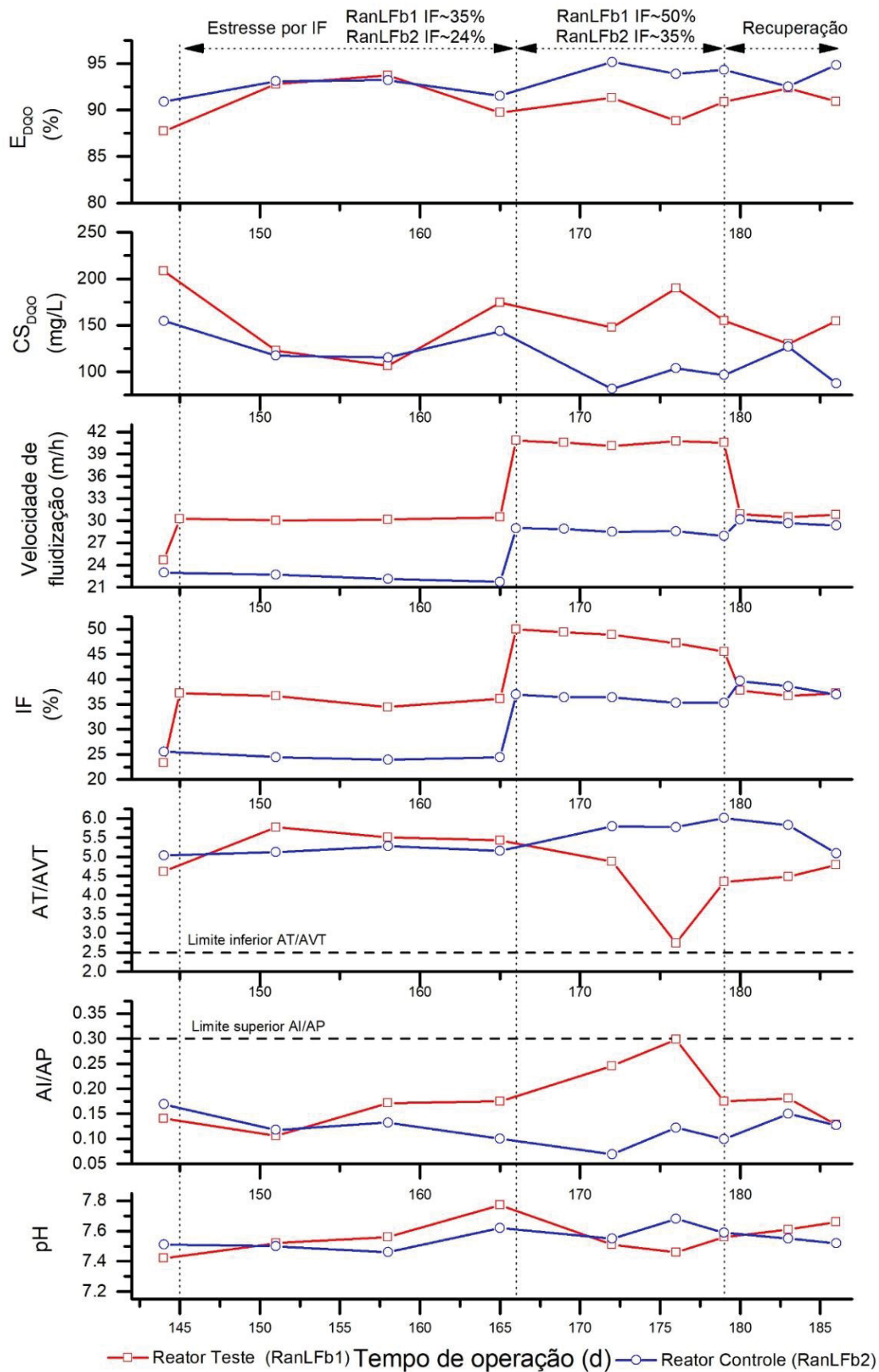
4.6.5 Condição de estresse pelo aumento da intensidade de fluidização

No período entre o 145° e o 179° dia foi aplicada a condição de estresse pelo aumento da IF, e a performance dos reatores teste e controle são apresentadas na FIGURA 50 e no QUADRO 15.

Cabe salientar que, no período entre o 145 ° e 165 ° dia, a IF no RanLFb1 foi aumentada para 35%, enquanto no RanLFb2 foi mantida em 24%. Por outro lado, no período entre o 166° e 179° dia, a IF no RanLFb1 foi aumentava para 50%, enquanto a IF no RanLFb2 foi aumentava para 35%.

Entre os parâmetros avaliados, somente o pH e a relação AT/AVT não apresentaram diferenças estatisticamente significativas entre os reatores ($p > 0,05$), conforme apresentado no QUADRO 15. Assim como no teste de estresse por temperatura, pode-se sugerir que o aumento da velocidade de fluidização e, conseqüentemente, da IF, afetou o desempenho do reator anaeróbio de leito fluidizado para o tratamento de água residuária sintética.

FIGURA 50 - PERFORMANCE DOS REATORES ASSOCIADA À CONDIÇÃO DE ESTRESSE PELO AUMENTO DA INTENSIDADE DE FLUIDIZAÇÃO



FONTE: o autor (2022)

QUADRO 15 - VARIÁVEIS MONITORADAS PARA AVALIAÇÃO DA CONDIÇÃO DE ESTRESSE PELO AUMENTO DA IF ENTRE O 145° E 179° DIA

Parâmetro	Reator Teste (RanLFb1)				Reator Controle (RanLFb2)				valor p
	média	d-padrão	min	máx	média	d-padrão	min	máx	
E _{DQO} (%)	91,21	1,8	88,82	93,74	93,55	1,24	93,56	95,2	0,026
CS _{DQO} (mg/L)	149,35	31,21	106,37	189,98	109,7	21,16	81,66	143,68	0,026
AVT (mg/L)	207,3	66,8	158,1	337,5	175,1	10,6	161,2	185,5	0,37
AT/AVT	4,78	1,12	2,74	5,78	5,52	0,38	5,12	6,01	0,179
AI/AP	0,19	0,07	0,11	0,29	0,11	0,02	0,07	0,13	0,013
pH	7,56	0,11	7,46	7,77	7,57	0,08	7,46	7,68	0,84
u (m/h)	35,97	5,45	30,04	40,83	26,17	3,34	27,71	28,96	8,2x10 ⁻⁵
IF (%)	42,84	6,55	34,44	45,56	31,66	6,14	23,91	36,96	0,007
T (°C)	35	-	33	37	34	-	32	36	-
ΔT (°C)	4	-	-	-	4	-	-	-	-

LEGENDA: E_{DQO} – eficiência na redução de DQO; CS_{DQO} – concentração de saída de DQO do reator; AVT, AT, AI; AP – concentração de acidez volátil total, alcalinidade total, alcalinidade intermediária, alcalinidade parcial, respectivamente; u- velocidade de fluidização; IF – intensidade de fluidização

Na primeira fase do teste de estresse pela IF, entre o 145° e 165° dia, não foi observada diferença estatisticamente significativa entre os reatores ($p > 0,05$) para os parâmetros avaliados, conforme apresentado no QUADRO 16. Entretanto, foi possível observar aumento médio da E_{DQO} quando o reator teste foi submetido a aumento da IF maior, de $87,8 \pm 0,4\%$ para uma média de $92,0 \pm 2,1\%$, para as IF de 24% e 35%, respectivamente.

Para o reator teste, durante o mesmo período, os valores das relações AT/AVT e AI/AP apresentaram pouca variação, com média de $5,57 \pm 0,18$ e $0,15 \pm 0,03$, respectivamente. Os resultados estão de acordo com aqueles observados por Fernández e colaboradores (2008), que aplicaram IF de 20% e 40% em RanLF utilizado para o tratamento de efluente de destilaria. Os autores observaram pequeno aumento da E_{DQO} com o aumento da IF, porém sem diferença estatisticamente significativa.

O aumento observado da E_{DQO}, com o aumento da velocidade e IF, está associado ao aumento da circulação do líquido e na taxa de mistura, o que reduz o tempo da reação (BELLO et al., 2017). No entanto, a aplicação de altas velocidades pode ocasionar a lavagem do material celular do reator (JAAFARI et al., 2014). Porém, no que se refere ao arraste de partículas com IF 35%, não foi observado diferença no efluente do reator teste, nem acúmulo de sólidos no decantador, se comparado com aplicação da IF de 20%

A partir do exposto foi decidido aumentar a IF do reator teste para 50%, com objetivo de encontrar o valor ótimo ou limite de intensidade de fluidização para a configuração do reator de leito fluidizado. Da mesma maneira, foi decidido aumentar a IF do reator controle para 35%, em virtude dos melhores resultados de E_{DQO} observados para o reator teste com esta intensidade de fluidização. Salienta-se que, diferente da condição de estresse pelo não controle da temperatura, a aplicação da condição de estresse pelo aumento da IF, para 35%, resultou em um efeito positivo no desempenho dos reatores.

QUADRO 16 - VARIÁVEIS MONITORADAS PARA AVALIAÇÃO DA CONDIÇÃO DE ESTRESSE PELO AUMENTO DA IF ENTRE O 145° E 165° DIA

Parâmetro	Reator Teste (RanLFb1)				Reator Controle (RanLFb2)				valor p
	média	d-padrão	min	máx	média	d-padrão	min	máx	
E_{DQO} (%)	92,08	2,1	89,73	93,74	92,62	0,93	91,55	93,22	1
CS_{DQO} (mg/L)	134,56	35,56	106,37	174,51	125,43	15,83	115,29	143,67	1
AVT (mg/L)	166,2	7,0	158,1	170,3	184,5	1,8	182,5	185,5	0,1
AT/AVT	5,57	0,18	5,43	5,77	5,18	0,08	5,12	5,27	0,1
Al/AP	0,15	0,03	0,11	0,17	0,12	0,02	0,10	0,13	0,4
pH	7,61	0,13	7,52	7,77	7,53	0,08	7,46	7,62	0,4
u (m/h)	30,23	0,18	30,04	30,45	22,17	0,49	21,71	22,68	0,057
IF (%)	36,11	1,2	34,44	37,22	24,28	0,32	23,91	24,46	0,057
T (°C)	35	-	33	37	34	-	32	36	-
ΔT (°C)	4	-	-	-	4	-	-	-	-

LEGENDA: E_{DQO} – eficiência na redução de DQO; CS_{DQO} – concentração de saída de DQO do reator; AVT, AT, Al; AP – concentração de acidez volátil total, alcalinidade total, alcalinidade intermediária, alcalinidade parcial, respectivamente; u- velocidade de fluidização; IF – intensidade de fluidização

A condição de estresse pelo aumento da intensidade de fluidização de 35% para 50% foi aplicada entre o 166° e o 179° dia. Os valores dos parâmetros analisados são apresentados no QUADRO 17. Para as condições operacionais aplicadas não foi observada diferença estatisticamente significativa entre os reatores para os parâmetros analisados ($p > 0,05$). Da mesma maneira, não foi observada diferença estatisticamente significativa, para os parâmetros E_{DQO} , AT/AVT e Al/AP, quando comparados os valores do reator teste para a IF de 35% e 50%. No entanto, a média de E_{DQO} para a IF de 50%, de $90,35 \pm 1,4\%$, foi menor do que para a de 35%, com valor de $92,08 \pm 2,1\%$, o que pode sugerir a tendência na redução do desempenho do reator com o aumento da IF a partir de 35%. A mesma tendência foi observada para os valores da relação AT/AVT, que reduziu de $5,57 \pm 0,18$ para $3,99 \pm 1,1$, e da relação Al/AP, que aumentou de $0,15 \pm 0,03$ para $0,24 \pm 0,06$, o que sugere redução da

estabilidade em função do estresse aplicado. A partir do exposto, pode-se sugerir que o aumento da IF, de 35% para 50%, não foi favorável para o sistema biológico do reator teste.

No que se refere ao arraste de material celular, não foi observado diferença no efluente do reator teste com aplicação da IF de 50%, em relação ao período do 145° e 165° dia com IF aplicada de 35%. Porém, foi observado um aumento de sólidos pela superfície do decantador, e acúmulo desse material no sifão de saída do decantador. Dessa forma, sugere-se que houve o arraste de material celular com o aumento da IF de 35% para 50%, que pode ser a razão da redução da E_{DQO} e interferência no tamponamento do sistema. Além disso, enfatiza-se que a qualidade do efluente, em relação aos sólidos suspensos, não foi afetada o que sugere a importância do decantador e do sifão no sistema de tratamento.

Para o reator controle, o aumento da IF para 35% resultou em aumento de aproximadamente 2 pontos percentuais em relação os valores médios observados até o momento, do 1° até o 165° dia de operação com ARS, para este reator. Este resultado sugere que o aumento da IF afetou positivamente a performance do sistema biológico associado ao tratamento da ARS. Os resultados estão de acordo com aqueles observados para o reator teste entre o 145° e 165° dia, que também operava com IF de 35%. Da mesma forma, os valores das relações AT/AVT e AI/AP para o reator controle (QUADRO 17) mostraram tendência de afastamento dos valores limite mínimos e máximos, de 2,5 e 0,3, respectivamente.

Os resultados obtidos estão de acordo com aqueles observados por Jaafari e colaboradores (2014), que operaram um RanLF para o tratamento de ARS com diferentes velocidades de fluidização. Os autores observaram as melhores E_{DQO} para a IF de 32%, em comparação com as IF de 15% e de 51%, para a COV aplicada de 9,4 kg DQO/m³.d. Os autores sugerem que para a IF de 15% ocorreu a aglomeração do material suporte pela proximidade com a velocidade mínima de fluidização, enquanto que para a IF de 51%, foi observado o arraste de parte do biofilme em função do aumento da força de cisalhamento.

Em vista do exposto, pode-se sugerir que a operação do RanLF com intensidade de fluidização de 35% é ideal para o tratamento de ARS, em função da melhor mistura resultante que com IF de 20%, e do menor arraste do material celular do reator resultante da IF de 50%, visto a redução da eficiência e da estabilidade.

QUADRO 17 - VARIÁVEIS MONITORADAS PARA AVALIAÇÃO DA CONDIÇÃO DE ESTRESSE PELO AUMENTO DA IF ENTRE O 166° E 179° DIA

Parâmetro	Reator Teste (RanLFb1)				Reator Controle (RanLFb2)				valor p
	média	d-padrão	min	máx	média	d-padrão	min	máx	
E _{DQO} (%)	90,35	1,34	88,82	91,32	94,47	0,66	93,90	95,20	0,1
CS _{DQO} (mg/L)	164,14	22,69	147,51	189,98	93,96	11,24	81,66	103,71	0,1
AVT (mg/L)	248,3	77,8	194,6	337,5	165,7	4,0	161,2	168,8	0,1
AT/AVT	3,99	1,11	2,74	4,88	5,86	0,13	5,78	6,01	0,1
Al/AP	0,24	0,06	0,18	0,29	0,09	0,02	0,07	0,12	0,1
pH	7,51	0,05	7,46	7,56	7,61	0,06	7,55	7,68	0,2
u (m/h)	40,56	0,27	40,12	40,83	28,58	0,41	27,94	28,96	0,008
IF (%)	48,22	1,81	45,56	50	36,01	0,73	35,33	36,96	0,008
T (°C)	35	-	33	37	34	-	32	36	
ΔT (°C)	4	-	-	-	4	-	-	-	

LEGENDA: E_{DQO} – eficiência na redução de DQO; CS_{DQO} – concentração de saída de DQO do reator; AVT, AT, Al; AP – concentração de acidez volátil total, alcalinidade total, alcalinidade intermediária, alcalinidade parcial, respectivamente; u- velocidade de fluidização; IF – intensidade de fluidização

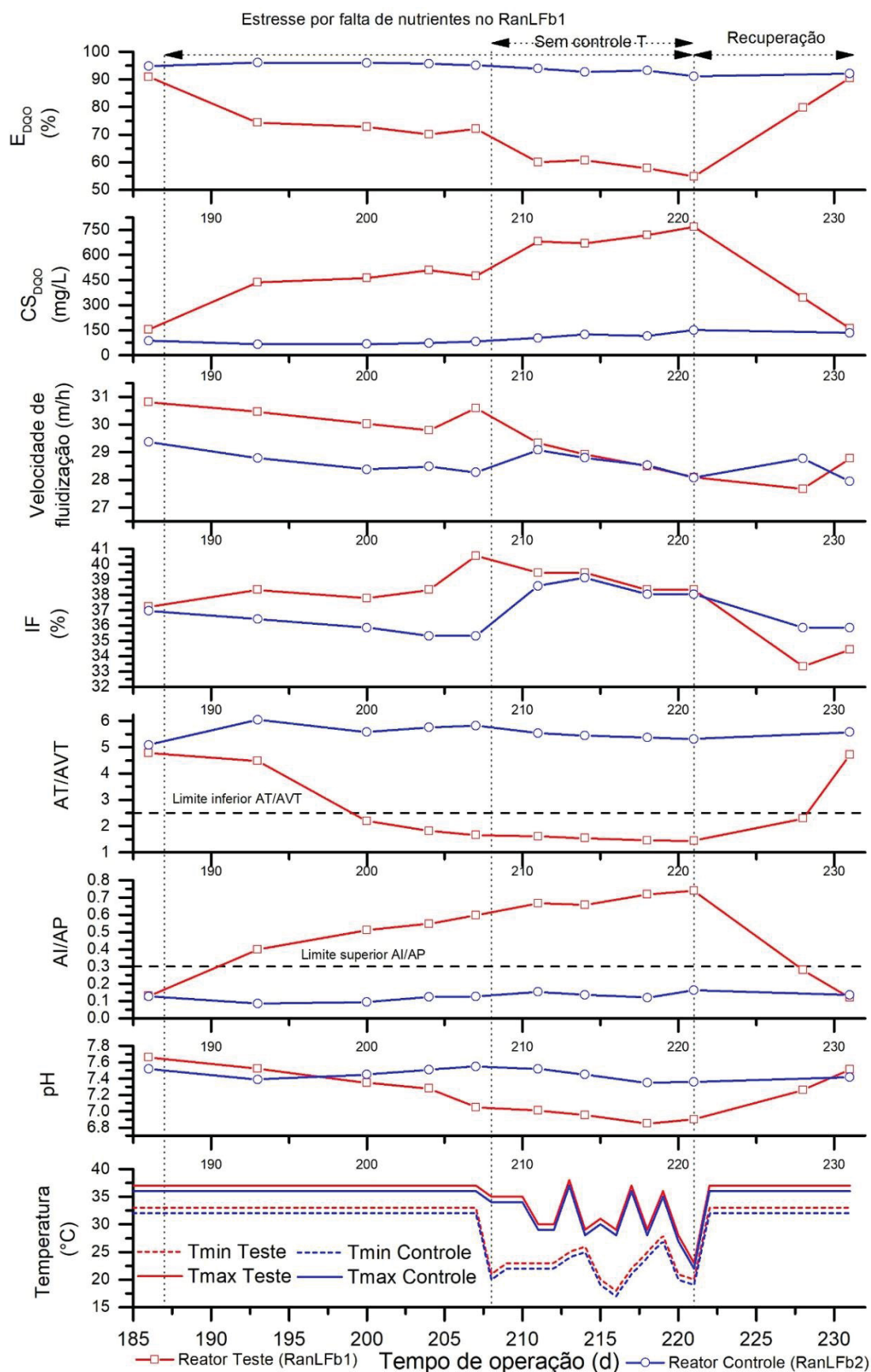
Em função da melhor eficiência média de redução da concentração da DQO, foi decidido operar ambos os reatores, com IF de ~35%. Além disso, entre o 180° e 186° dia, na fase de recuperação do sistema, foram observados os valores médios de E_{DQO} de 91,6±1,0% e de 93,7±1,6%, para o RanLFb1 e RanLFb2, respectivamente. Estes resultados permitiram aplicar a próxima condição de estresse, discutido na sequência.

4.6.6 Condição de estresse pela não suplementação de nutrientes

No 187° dia foi iniciada a aplicação da condição de estresse pela não suplementação de nutrientes. Esta fase teve duração total de 35 dias, com término no 221° dia. Os resultados médios dos parâmetros avaliados são apresentados no QUADRO 18 na FIGURA 51.

Vários estudos abordaram a necessidade do equilíbrio nutricional para operação anaeróbia estável em reatores (MCCARTY; 1964; LETTINGA, 1995; SPEECE, 1983). Entretanto, o principal objetivo desta etapa da pesquisa foi observar o tempo de operação de reatores anaeróbios de leito fluidizado sem a suplementação de nutrientes, antes da acidificação e tendência para falha completa do sistema. Na FIGURA 52 são apresentadas as concentrações de AVT e AT para os reatores teste e controle.

FIGURA 51 - PERFORMANCE DOS REATORES EM FUNÇÃO DA CONDIÇÃO DE ESTRESSE RESULTANTE DA FALTA DE NUTRIENTES



FONTE: o autor (2022)

QUADRO 18 - VARIÁVEIS MONITORADAS PARA AVALIAÇÃO DA PERTURBAÇÃO PELA NÃO SUPLEMENTAÇÃO DE NUTRIENTES

Parâmetro	Reator Teste (RanLFb1)				Reator Controle (RanLFb2)				valor p
	média	d-padrão	min	máx	média	d-padrão	min	máx	
E _{DQO} (%)	65,33	7,77	54,83	74,31	94,24	1,81	91,14	96,1	1,55x10 ⁻⁴
CS _{DQO} (mg/L)	589,32	132,07	436,67	767,94	97,93	30,8	66,35	150,67	1,55x10 ⁻⁴
AVT (mg/L)	448,7	110,3	200,7	524,5	169,1	5,84	158,1	176,3	1,55x10 ⁻⁴
AT/AVT	2,02	1,02	1,44	4,48	5,61	0,25	5,32	6,05	1,55x10 ⁻⁴
Al/AP	0,6	0,11	0,4	0,72	0,12	0,02	0,08	0,16	1,55x10 ⁻⁴
pH	7,11	0,24	6,85	7,52	7,45	0,07	7,35	7,55	0,0066
u (m/h)	29,46	0,91	28,08	30,58	28,55	0,32	28,08	29,09	0,04
IF (%)	38,82	0,91	37,78	40,56	37,09	1,53	35,33	39,13	0,03
T (°C)	31,9	4,26	18	35	30,9	4,26	17	34	-
ΔT (°C)	6,0	3,55	3	15	6	3,55	3	15	-

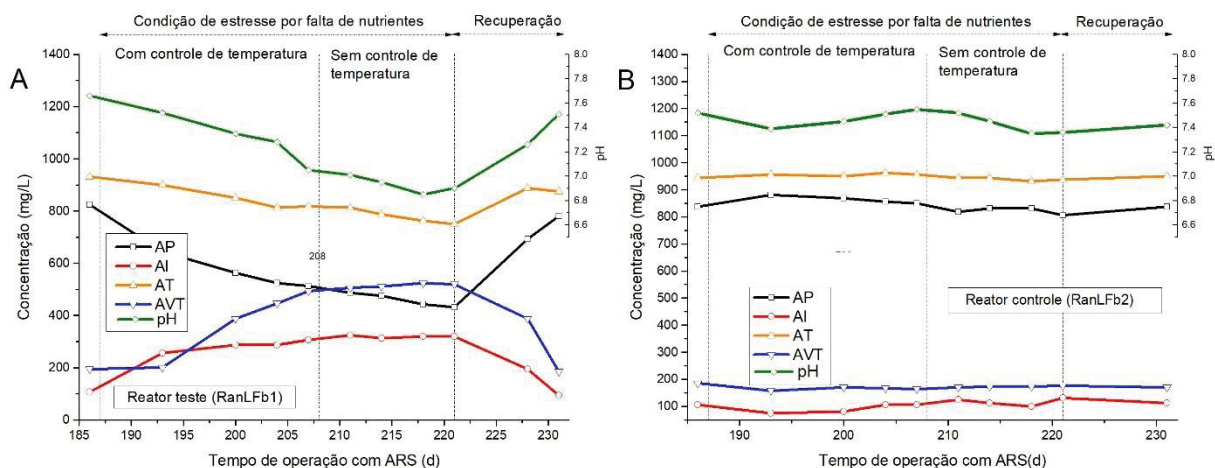
LEGENDA: E_{DQO} – eficiência na redução de DQO; CS_{DQO} – concentração de saída de DQO do reator; AVT, AT, Al; AP – concentração de acidez volátil total, alcalinidade total, alcalinidade intermediária, alcalinidade parcial, respectivamente; u- velocidade de fluidização; IF – intensidade de fluidização

Na primeira fase da aplicação do estresse, entre o 187° e o 207° dia, o reator teste foi alimentado com ARS, operou com a COV de 2,2 kg DQO/m³.d, tendo sido suspensa a adição de macro e micronutrientes e mantida a concentração de bicarbonato de sódio. Neste período, o reator controle operou com a mesma COV, mas sem a restrição de nutrientes. Com base nestas condições foi possível observar que, após 7 dias de operação, o reator teste apresentou redução da E_{DQO} de 86,0 ± 0,2% para 74,3±0,4%, com média de 71,7±1,4% até o fim desta fase, no 207° dia, conforme apresentado na FIGURA 51 e no QUADRO 19. No mesmo período, o reator controle apresentou média de E_{DQO} de 95,8±0,4%. Por sua vez, o reator controle apresentou valores de, aproximadamente, 24 pontos percentuais acima dos valores do reator teste.

Em relação à estabilidade, durante a primeira fase do estresse, do 187° até o 207° dia, o reator controle apresentou valores de AT/AVT e Al/AP de 5,8±0,2 e 0,11±0,02, respectivamente. No mesmo período, o reator teste apresentou valores de 2,5±1,3 e 0,51±0,08, respectivamente. Pode-se deduzir que houve forte tendência à instabilidade do reator teste, com redução dos valores de AT/AVT e diminuição dos valores de Al/AP, conforme apresentado na FIGURA 51. Neste período, os valores finais das relações AT/AVT e Al/AP foram de 1,66 e 0,59, respectivamente. Além disso, pode-se observar o aumento da concentração de AVT no reator teste, de 200,7 mg/L para 492,7 mg/L e redução da concentração de AT de 931,2 mg/L para 818,8

mg/L, conforme FIGURA 52. Não obstante, pode-se observar que a redução do pH no reator teste segue a tendência de aumento de AVT.

FIGURA 52 - ALCALINIDADE TOTAL (AT) E ACIDEZ VOLÁTIL TOTAL (AVT) DURANTE APLICAÇÃO DA CONDIÇÃO DE ESTRESSE PELA NÃO SUPLEMENTAÇÃO DE NUTRIENTES



FONTE: o autor (2022)

LEGENDA: A) reator teste (RanLFb1); B) reator controle (RanLFb2). AVT, AT, AI, AP: concentração de acidez volátil total, alcalinidade total; alcalinidade intermediária e alcalinidade parcial, respectivamente.

Cabe salientar que durante esse período, do 187° até o 207° dia, o reator teste apresentou baixa variação na altura do decantador, em função da pressão gerada pelo biogás. Além disso, não foi constatado o odor característico da digestão anaeróbia quando aberto a tampa do decantador para manutenção.

Em vista dos resultados, pode-se sugerir a redução da atividade metabólica das arqueas metanogênicas, em função do aumento da concentração de AVT, que resultou na perda da capacidade de tamponamento do sistema e redução nos valores de E_{DQO} . Além disso, enfatiza-se que a redução da concentração de AT pode estar associada com a falta dos nutrientes KH_2PO_4 e K_2HPO_4 , que são fonte de alcalinidade.

Para esta primeira fase da aplicação da condição de estresse, todos os valores dos parâmetros avaliados para os reatores, com exceção do pH ($p=0,2$), apresentaram diferença estatisticamente significativa ($p<0,05$, QUADRO 19) e, portanto, sugere-se que a falta de nutrientes na ARS, mesmo que por um breve período, tenha afetado negativamente o desempenho do RanLFb. Neste período, o valor do pH diminuiu de 7,5 para 7,1 no reator teste, enquanto o reator controle apresentou média de $7,5 \pm 0,07$. e, apesar da instabilidade observada em função dos valores das relações AT/AVT e AI/AP, o pH manteve-se na faixa ótima para a digestão anaeróbia, de 6,8 – 7,2 (MCCARTY; 1964). Salienta-se assim que, apesar da

praticidade de medição e rapidez da resposta, o pH apresentou resposta tardia para variações nas condições de operação no reator teste. Para o reator controle, o valor médio de pH foi de $7,5 \pm 0,07$.

QUADRO 19 - VARIÁVEIS MONITORADAS PARA AVALIAÇÃO DA CONDIÇÃO DE ESTRESSE PELA NÃO SUPLEMENTAÇÃO DE NUTRIENTES ENTRE O 187° E 207° DIA

Parâmetro	Reator Teste (RanLFb1)				Reator Controle (RanLFb2)				valor p
	média	d-padrão	min	máx	Média	d-padrão	min	máx	
E _{DQO} (%)	72,33	1,74	70,11	74,31	95,75	0,43	95,15	96,01	0,03
CS _{DQO} (mg/L)	470,27	29,6	436,66	508,06	72,28	7,30	66,35	82,45	0,03
AVT (mg/L)	382,0	128,3	200,7	492,6	165,0	5,2	158,1	170,3	0,03
AT/AVT	2,54	1,32	1,66	4,48	5,80	0,19	5,58	6,04	0,03
Al/AP	0,51	0,08	0,4	0,6	0,11	0,02	0,08	0,12	0,03
pH	7,3	0,19	7,05	7,52	7,47	0,07	7,39	7,55	0,2
u (m/h)	30,21	0,37	29,79	30,58	28,48	0,22	28,26	28,79	0,03
IF (%)	38,75	1,23	29,79	30,58	35,73	0,52	35,32	36,41	0,03
T (°C)	35	-	33	37	34	-	32	36	-
ΔT (°C)	4	-	-	-	4	-	-	-	-

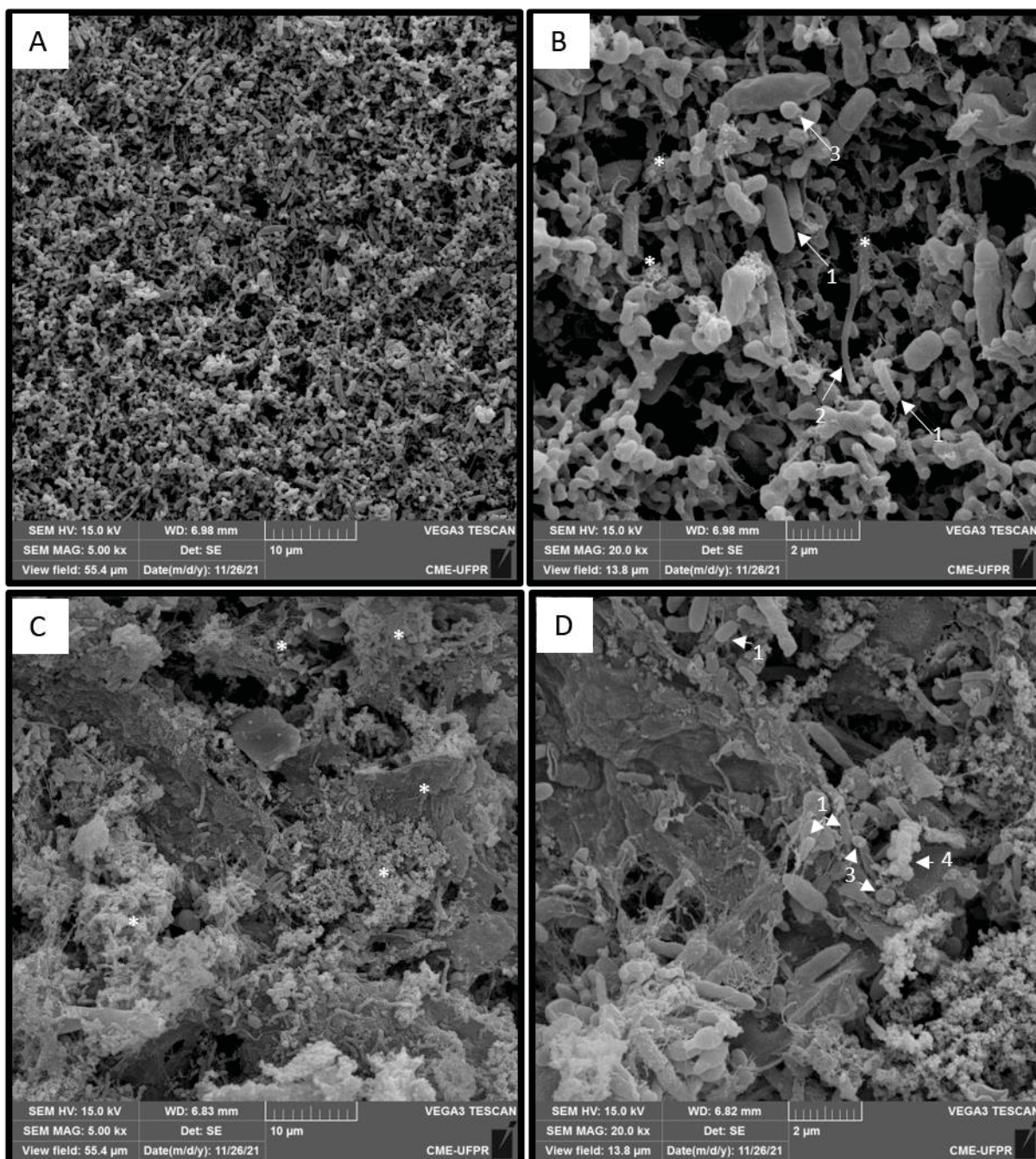
LEGENDA: E_{DQO} – eficiência na redução de DQO; CS_{DQO} – concentração de saída de DQO do reator; AVT, AT, Al; AP – concentração de acidez volátil total, alcalinidade total, alcalinidade intermediária, alcalinidade parcial, respectivamente; u- velocidade de fluidização; IF – intensidade de fluidização

Na FIGURA 53 são apresentadas as micrografias eletrônicas realizadas no período da aplicação da condição de estresse pela não suplementação de nutrientes ao RanLFb1 (coleta das amostras no 207° dia).

Para a micrografia do reator controle (RanLFb2), embora haja vários microrganismos, a visualização das células isoladas foi dificultada em comparação à micrografia do reator teste (RanLFb1). Isso pode ser devido à produção de EPS pelos microrganismos do RanLFb2, que está associada à visualização de uma matriz rugosa, conforme sugerido por An e colaboradores (2009).

Como a proporção adequada entre a concentração de carbono e de nutrientes não foi mantida para o RanLFb1, pode ter ocorrido a menor produção de EPS se comparado com o RanLFb2, como sugerido pela visualização das micrografias apresentadas na FIGURA 53. Como os nutrientes suplementados ao RanLFb2 são necessários para a atividade metabólica microbiana, a adição dessas substâncias pode ter induzido a produção e secreção do EPS. A maior quantidade de EPS, por vez, pode estar associada à agregação da biomassa microbiana presente no RanLFb2 (ROCHA, BRAGA e BRAGA, 2017).

FIGURA 53 - MICROGRAFIAS REALIZADAS DURANTE O PERÍODO DE ESTRESSE PELA NÃO SUPLEMENTAÇÃO DE NUTRIENTES



FONTE: o autor (2022)

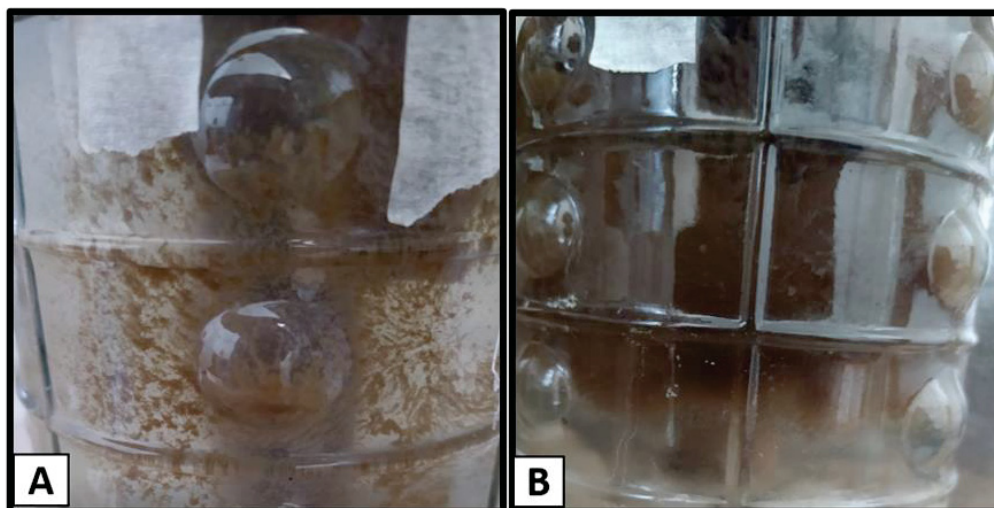
LEGENDA: A) aumento de 5000x para o RanLFb1; B) aumento de 20000x para o RanLFb1; C) aumento de 5000x para o RanLFb2; D) aumento de 20000x para o RaLFb2. Os números indicam: (1) morfologia similar à do gênero *Methanobrevibacter*; (2) morfologia similar à do gênero *Methanothrix*; (3) morfologia similar à do gênero *Methanosphaera*; (4) morfologia similar à do gênero *Methanosarcina*. * regiões com possível acúmulo de EPS

Nas micrografias dos reatores para essa condição (FIGURA 53), pode-se observar microrganismos na forma de cocos e de bacilos, além de morfologia similar à do gênero *Methanosarcina*.

Além disso, o EPS produzido pode formar um “escudo” protetor para as células contra a influência de condições ambientais adversas, pois atua como barreira de difusão para retardar ou impedir o acesso do substrato ao interior do biofilme (WINGENDER et al., 1999). Como consequência, sugere-se que a ausência da EPS pode contribuir para redução de performance nos reatores, em que a E_{DQO} para o RanLFb1, sem suplementação de nutrientes, foi de $72,1 \pm 0,12\%$ para o 207º dia de acompanhamento dos reatores, significativamente menor do que a observada no RanLFb2, com valor de $95,2 \pm 0,4\%$.

Na FIGURA 54, em referência ao 207º dia de acompanhamento dos reatores, as paredes e o biofilme aderido são apresentados. Pode-se observar que o suposto biofilme aderido nas paredes do RanLFb1 é menos coeso do que aquele observado no RanLFb2, o que novamente sugere a menor produção de EPS no reator teste pois o EPS está associado à coesão das colônias microbianas (ROCHA, BRAGA e BRAGA, 2017).

FIGURA 54 - PAREDES DOS REATORES E SUPOSTO BIOFILME DURANTE APLICAÇÃO DA CONDIÇÃO DE ESTRESSE POR NÃO SUPLEMENTAÇÃO DE NUTRIENTES



FONTE: o autor (2022)
LEGENDA: A) RanLFb1; B) RanLFb2

Na segunda fase da aplicação do estresse, entre o 208º e 221º dia, a restrição de nutrientes foi mantida para o reator teste e associada às variações de temperatura, pois, neste caso, não houve controle para ambos os reatores. Os resultados são apresentados no QUADRO 20.

Cabe salientar que a temperatura não foi controlada neste período em função das elevadas temperaturas ambientais diárias, que associado ao aquecimento

resultante da bomba submersa, poderiam alcançar temperaturas acima de 40°C durante várias horas de operação, como discutido na seção 4.3. Assim, foi possível observar o impacto da temperatura no reator controle e no reator teste (o qual foi mantido a não suplementação de nutrientes). Na TABELA 31 são apresentadas as temperaturas médias observadas no reator teste durante este período, enquanto na FIGURA 51 são apresentadas as temperaturas mínimas e máximas diárias dos reatores.

QUADRO 20 - VARIÁVEIS MONITORADAS PARA AVALIAÇÃO DA CONDIÇÃO DE ESTRESSE PELA NÃO SUPLEMENTAÇÃO DE NUTRIENTES ENTRE O 208° E 221° DIA

Parâmetro	Reator Teste (RanLFb1)				Reator Controle (RanLFb2)				valor p
	média	d-padrão	min	máx	média	d-padrão	min	máx	
E _{DQO} (%)	58,33	2,64	54,83	60,7	92,73	1,18	91,14	93,90	0,03
CS _{DQO} (mg/L)	708,37	44,5	668,02	767,94	123,58	20,10	103,63	150,67	0,03
AVT (mg/L)	515,4	8,3	506,3	524,5	173,3	2,5	170,3	176,4	0,03
AT/AVT	1,51	0,08	1,44	1,6	5,42	0,09	5,31	5,54	0,03
Al/AP	0,69	0,04	0,66	0,74	0,14	0,02	0,12	0,16	0,03
pH	6,93	0,07	6,85	7,01	7,42	0,08	7,35	7,52	0,03
u (m/h)	28,71	0,54	28,08	29,33	28,62	0,43	28,07	29,08	0,88
IF (%)	38,89	0,64	38,33	39,44	38,45	0,52	38,04	39,13	0,34
T (°C)	27,25	2,92	21,5	32	26,25	2,92	20,5	31	-
ΔT (°C)	9,07	4,05	18	38	9,07	4,05	17	37	-

LEGENDA: E_{DQO} – eficiência na redução de DQO; CS_{DQO} – concentração de saída de DQO do reator; AVT, AT, Al; AP – concentração de acidez volátil total, alcalinidade total, alcalinidade intermediária, alcalinidade parcial, respectivamente; u- velocidade de fluidização; IF – intensidade de fluidização

Para o reator controle, foi observada a média de E_{DQO} de 92,7±1,1% (QUADRO 20), com redução de 3 pontos percentuais, aproximadamente, em relação à operação com o controle da temperatura, conforme apresentado no QUADRO 19. Os valores médios observados para as relações de estabilidade, AT/AVT e Al/AP, foram de 5,42 ± 0,1 e 0,14 ± 0,01, distantes dos limites de 2,5 e 0,3, respectivamente, o que sugere estabilidade. do reator. A análise estatística U de Mann-Whitney, foi realizada para o nível de confiança de 95%, para os valores antes e após aplicação do estresse térmico. Foi observada diferença significativa para E_{DQO} (p=0,03) e para AT/AVT (p=0,03), mas não para a relação Al/AP (p=0,11) e pH (p=0,4). Portanto, pode-se inferir que houve impacto da variação da temperatura sobre a E_{DQO} do reator controle, porém com impacto inconclusivo sobre as relações que avaliam a o tamponamento e estabilidade.

TABELA 31 - TEMPERATURAS REGISTRADAS NO REATOR TESTE DURANTE APLICAÇÃO DA CONDIÇÃO DE ESTRESSE PELA NÃO SUPLEMENTAÇÃO DE NUTRIENTES

Período (d)	208-211	212-214	215-218	219-221	208-221
Temperatura mínima registrada (°C)	21	23	18	20	23
Temperatura máxima registrada (°C)	35	38	37	36	38
Temperatura mínima média(°C)	21 (1,0)	24,7 (1,5)	21,2 (3,0)	23 (4,4)	22,7 (2,7)
Temperatura máxima média (°C)	33,8 (2,5)	32,3 (4,9)	31,5 (3,8)	29 (6,6)	31,8 (4,3)
Amplitude mínima registrada (°C)	7	3	4	3	3
Amplitude máxima registrada (°C)	14	13	15	8	15
Amplitude térmica média (°C)	11,2 (3,0)	7,7 (5,0)	10,2 (4,6)	6 (2,6)	9,0 (4,0)

NOTA: observações realizadas entre o 208° e 221° dia; os valores observados no reator controle são aproximadamente 1 °C inferiores ao do reator teste, em função do diferente aquecimento da bomba. Os valores entre parênteses representam o desvio padrão.

No mesmo período do estresse pela temperatura, o reator teste apresentou valores que indicam redução ainda mais acentuada de seu desempenho. Para a E_{DQO} , o reator controle apresentou valor médio de $58,3 \pm 2,7\%$, com redução contínua durante o período, de $72,1 \pm 0,12\%$ para $54,8 \pm 1,13\%$. A mesma tendência foi observada em relação à estabilidade dos reatores. Os valores de AT/AVT diminuíram de 1,60 para 1,44, enquanto os de AI/AP aumentaram de 0,67 para 0,73, o que indica severa instabilidade e acidificação do meio no reator. Assim como realizado no reator controle, foi realizado a análise estatística U de Mann-Whitney, para o nível de confiança de 95%, para os valores antes e depois da aplicação do não controle de temperatura. Todos os parâmetros (E_{DQO} , AT/AVT, AI/AP, pH e concentração de AVT) apresentaram diferença estatisticamente significativa ($p < 0,05$), o que sugere que o não controle de temperatura, para o reator teste, intensificou a sua queda de desempenho.

No período de recuperação, após 7 dias de operação do reator teste com nutrientes e controle da temperatura, foi observada a E_{DQO} de $79,7 \pm 0,3\%$, enquanto as relações AT/AVT e AI/AP apresentaram valores de 2,3 e 0,28. Como os valores das relações de estabilidade estavam próximos do limite de operação estável, optou-se por alimentar o reator teste no 229° dia com solução mais concentrada de bicarbonato de sódio (1,4 g/L). Consequentemente, no 231° dia, foram observados valores para as relações AT/AVT e AI/AP nos limites de estabilidade, e a E_{DQO} de $90,5 \pm 0,12\%$.

Os resultados estão de acordo com diversos estudos que avaliaram o impacto da depleção de nutrientes no tratamento de águas residuárias em RanLF (BUFFIÈRE et al., 2000; CRESSON et al., 2006; SOWMEYAN e SWAMINATHAN, 2008a;

YESHANEW et al., 2016). Buffière e colaboradores (2000) observaram o acúmulo de AVT no reator, com concentração acima de 2000 mg/L, na partida do RanLF no tratamento de efluente de destilaria sem suplementação de COV aplicada de 2 kg DQO/m³.d. Além disso, os autores observaram a redução da E_{DQO}, de 78% para 65%, no período de operação sem nutrientes. No estudo aqui apresentado, enfatiza-se que foi observado no reator teste o aumento da concentração de AVT, de 194,6 mg/L para 520 mg/L, durante o período sem suplementação de nutrientes, e redução de E_{DQO} de 90,9±0,3% para 54,8±1,1%.

Sowmeyan e Swaminathan (2008a), na operação de um RanLF com ARS, sugeriram que a ausência de micronutrientes, assim como a concentração insuficiente de nitrogênio na alimentação dos reatores, foram os responsáveis pelo aumento da concentração de AVT de 250 mg/L para 650 mg/L, e E_{DQO} média de 55%; Já Yeshanew e colaboradores. (2016), também na operação de um RanLF com ARS, observaram que a ausência de um único nutriente, o ferro, foi responsável pela redução de E_{DQO} de 90% para 75% e aumento da concentração de AVT para 5.997 mg/L.

Após 35 dias de operação sem a suplementação de nutrientes, os microrganismos anaeróbios continuaram a apresentar atividade metabólica, com reduzido desempenho, porém sem provocar a acidificação completa do reator teste. Salienta-se que o aumento da concentração de AVT para o reator teste, de 200,7 mg/L para 520 mg/L, não foi suficiente para ocasionar inibição do sistema biológico. Além disso, enfatiza-se que foram necessários 10 dias para a recuperação completa do reator antes da aplicação da próxima condição de estresse, avaliada pelos valores observados de E_{DQO} de 90,5±0,1%, e de AVT/AT e AI/AP, de 4,7 e 0,12, respectivamente, o que indica estabilidade do reator.

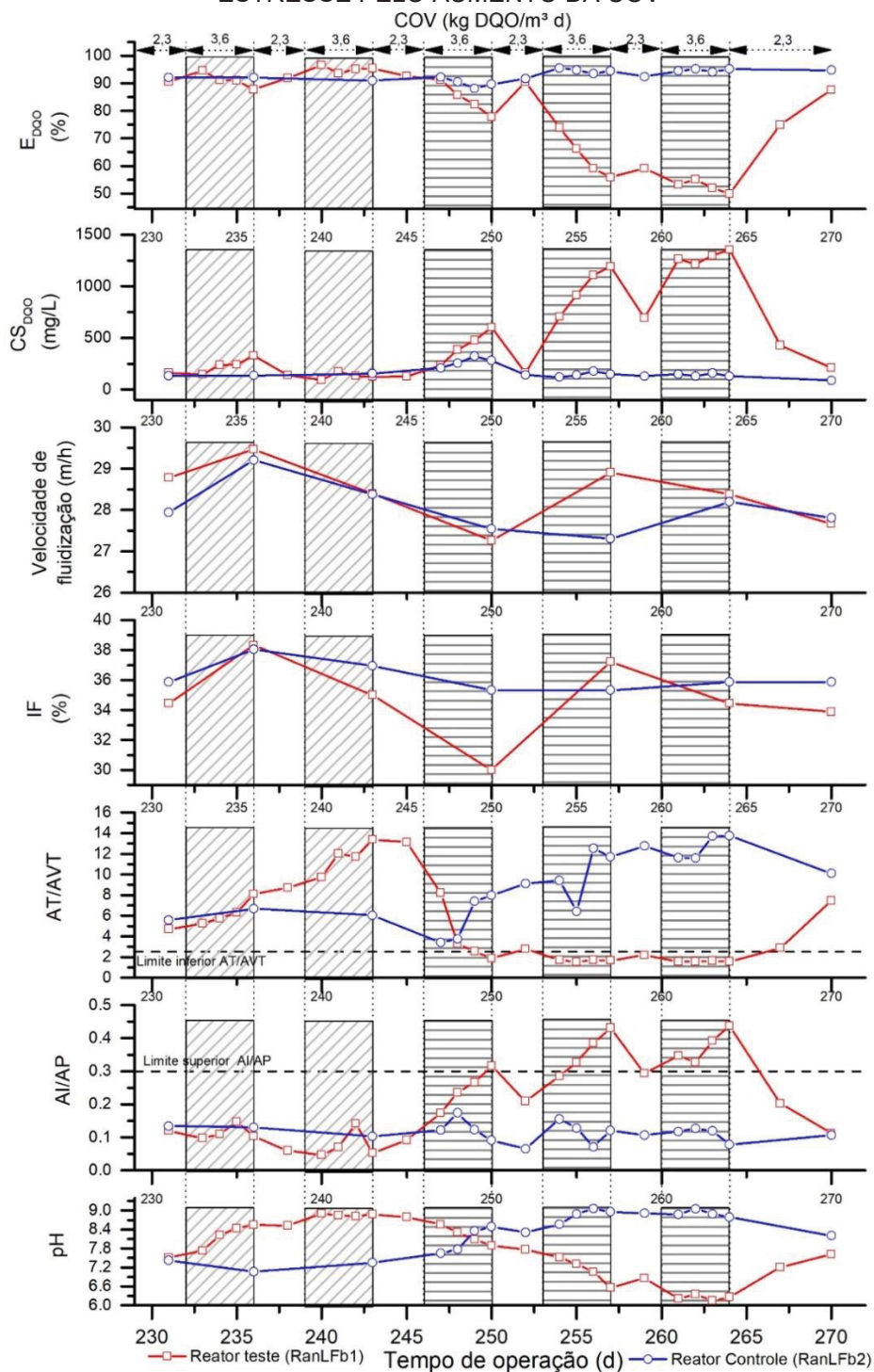
Na sequência, é apresentado os resultados referentes a aplicação da condição de estresse pelo aumento da COV.

4.6.7 Condição de estresse pelo aumento da carga orgânica volumétrica

Entre o 232° e o 264° dia foi realizada a aplicação da condição de estresse pelo aumento abrupto da COV, de 2,3 kg DQO/m³.d para 3,6 kg DQO/m³.d, com os detalhes de operação apresentado na seção 3.9. A performance dos reatores é

apresentada na FIGURA 55 e as médias dos valores dos parâmetros analisados no QUADRO 21.

FIGURA 55 - PERFORMANCE DOS REATORES EM FUNÇÃO DA APLICAÇÃO DA CONDIÇÃO DE ESTRESSE PELO AUMENTO DA COV



FONTE: o autor (2022)

NOTA: as áreas hachuradas com linhas em diagonal representam a Fase 1 (mantida proporção de nutrientes com aumento da COV), enquanto as hachuradas com linhas horizontais representam a Fase 2 (não mantida proporção de nutrientes com aumento da COV)

Em relação ao período total de teste de estresse pelo aumento da COV, foi observada diferença estaticamente significativa entre os reatores ($p < 0,05$), para todos os parâmetros avaliados, com exceção da velocidade de fluidização, a qual foi controlada manualmente.

QUADRO 21 - VARIÁVEIS MONITORADAS PARA AVALIAÇÃO DA CONDIÇÃO DE ESTRESSE PELO AUMENTO DA COV

Parâmetro	Reator Teste (RanLFb1)				Reator Controle (RanLFb2)				valor p
	Média	d-padrão	min	máx	média	d-padrão	min	máx	
E_{DQO} (%)	78,40	17,05	49,86	96,57	92,80	2,22	88,09	95,56	0,005
CS_{DQO} (mg/L)	555,73	456,82	92,74	1353,82	173,7	60,82	119,93	321,53	0,008
AVT (mg/L)	353,9	165,0	158,1	552,0	216,3	67,0	146,0	360,3	0,02
AT/AVT	5,33	4,21	1,52	13,4	9,24	3,41	3,41	13,8	0,003
AI/AP	0,23	0,13	0,05	0,44	0,11	0,02	0,06	0,17	0,03
pH	7,77	0,96	6,15	8,91	8,43	0,64	7,07	9,06	0,01
u (m/h)	28,48	0,82	27,25	29,47	28,12	0,76	27,3	29,2	0,44
IF (%)	35,0	3,2	30,0	38,3	36,3	1,17	35,3	38,04	0,5

LEGENDA: E_{DQO} – eficiência na redução de DQO; CS_{DQO} – concentração de saída de DQO do reator; AVT, AT, AI; AP – concentração de acidez volátil total, alcalinidade total, alcalinidade intermediária, alcalinidade parcial, respectivamente; u- velocidade de fluidização; IF – intensidade de fluidização

Primeiramente, na Fase 1, entre o 232° e o 245° dia, foi realizado o aumento da COV de 2,29 para 3,63 kg DQO/m³.d. por meio do aumento da concentração de DQO de 1700 mg/L para 2700 mg/L. Salienta-se que no reator teste, durante a Fase 1, foi mantida a proporção DQO:N:P mediante aumento da concentração da DQO, e dobrada a concentração de bicarbonato de sódio, de 1,1 mg/L para 2,2 mg/L. Os valores para os parâmetros avaliados nesta etapa são apresentados no QUADRO 22.

QUADRO 22 - VARIÁVEIS MONITORADAS PARA AVALIAÇÃO DO TESTE DE ESTRESSE POR AUMENTO DA COV ENTRE O 232° E 245° DIA

Parâmetro	Reator Teste (RanLFb1)				Reator Controle (RanLFb2)				valor p
	Média	d-padrão	min	máx	média	d-padrão	min	máx	
E_{DQO} (%)	92,99	2,63	87,77	96,56	91,51	0,79	90,94	92,07	0,36
CS_{DQO} (mg/L)	173,82	73,55	92,74	330,26	144,39	13,51	134,84	156,94	1
AVT (mg/L)	183,4	19,3	158,1	215,9	150,5	6,5	146,0	155,1	0,03
AT/AVT	9,41	3,05	5,24	13,38	6,36	0,45	6,04	6,68	0,36
AI/AP	0,09	0,04	0,05	0,15	0,12	0,02	0,10	0,13	0,48
pH	8,57	0,37	7,73	8,91	7,21	0,20	7,07	7,35	0,03
u (m/h)	28,93	0,76	28,39	29,47	28,79	0,58	28,38	29,21	0,67
IF (%)	36,4	2,35	35,0	38,3	37,5	0,76	36,96	38,04	1

LEGENDA: E_{DQO} – eficiência na redução de DQO; CS_{DQO} – concentração de saída de DQO do reator; AVT, AT, AI; AP – concentração de acidez volátil total, alcalinidade total, alcalinidade intermediária, alcalinidade parcial, respectivamente; u- velocidade de fluidização; IF – intensidade de fluidização

Mesmo com aumento da COV no reator teste foi observado aumento da E_{DQO} de $90,6 \pm 0,4\%$, registrada no início do estresse, para um valor médio de $93,1 \pm 2,9\%$. Para o reator controle, a média de E_{DQO} foi de $91,5 \pm 0,8\%$, inferior ao observado no reator teste. Porém, nesse mesmo período, foi observado o aumento da CS_{DQO} de $161,1 \pm 2,1$ mg/L para um valor médio de $184,3 \pm 79,5$ mg/L, o que sugere que, mesmo com uma quantidade maior removida de matéria orgânica da ARS no reator teste, o efluente de saída do reator apresentou uma qualidade inferior se comparado ao reator controle, que apresentou média de CS_{DQO} de $144,4 \pm 13,5$ mg/L.

Em relação à estabilidade, o reator teste apresentou tendência de aumento dos valores da relação AT/AVT e redução dos valores da relação AI/AP, conforme apresentado na FIGURA 55. O valor médio observado para a relação AT/AVT foi de $9,41 \pm 3,05$, enquanto para a relação AI/AP foi de $0,09 \pm 0,04$. Por sua vez, os valores observados no reator controle foram de $6,36 \pm 0,45$ e $0,12 \pm 0,02$, para as relações AT/AVT e AI/AP, respectivamente. A alteração dos valores das relações que avaliam a estabilidade do reator teste pode ser explicado em função do aumento da concentração da alcalinidade total, resultante do aumento da concentração de $NaHCO_3$ especificado na Fase 1 da aplicação do estresse, que resultou em um melhor tamponamento do sistema. Foi observado um aumento de AT de 875 mg/L, na análise anterior a aplicação do estresse, para um valor de 2337,5 mg/L, na análise realizada no 243° dia. A partir dessas observações, pode-se sugerir que bicarbonato de sódio adicionado à ARS, e a concentração de AT resultante, foi um fator limitante no processo de aumento da COV discutido na seção 4.6.3., pois suprimiu a capacidade de tamponamento do sistema biológico, e fator fundamental para o sistema biológico ser capaz de resistir ao aumento da COV, realizado entre o 232° e o 245° dia de operação com ARS.

Cabe salientar o aumento do pH observado no reator teste, com valor de $7,38 \pm 0,18$ na medição anterior ao estresse, para uma média de $8,9 \pm 0,04$ no período do 232° até o 245° dia.

No período entre o 232° e 245° dia, a aplicação da condição de estresse pelo aumento da COV resultou em um efeito positivo sobre a capacidade do sistema biológico de reduzir matéria orgânica, assim como melhor capacidade de tamponamento do sistema. Esta melhora está associada com as melhores condições nutricionais aplicadas ao sistema, que não foram limitadas pelo aumento da concentração de DQO da ARS. Porém, salienta-se que a melhora do desempenho

dos reatores, por meio da suplementação nutricional, acarreta em um maior custo para o tratamento.

Os resultados estão de acordo com aqueles apresentados por Fernández e colaboradores (2008), que aplicaram a condição de estresse pelo aumento da COV de 2,5 kg DQO/m³.d para 4,5 kg DQO/m³.d, com a correção das concentrações de nutrientes. Os autores sugerem um pequeno aumento da E_{DQO} com o aumento da COV (valores apresentados apenas graficamente), mas que não é significativo estatisticamente. Não foi observado variação no pH, com valores na faixa de 6,9-7,5, com o aumento da COV, com o motivo atribuído para o fato dos altos valores de alcalinidade no reator, acima de 3500 mg/L.

Por outro lado, na Fase 2, ocorrida no período entre o 246° e o 264° dia, as concentrações de nutrientes da relação DQO:N:P não foram corrigidas em função do aumento da concentração da DQO no reator teste. Neste período também não foi aumentada a concentração de bicarbonato de sódio, tendo sido mantida em 1,1 g/L. Para o reator controle, as condições de operação foram iguais ao do reator teste do período entre o 232° e 245° dia. No QUADRO 23 são apresentados os valores médios dos parâmetros monitorados em ambos os reatores. Foi observada diferença estatisticamente significativa entre os reatores, para cada parâmetro avaliado (p<0,05), o que novamente sugere o impacto da falta de nutrientes sobre a performance dos reatores, porém de forma desfavorável para o sistema biológico.

QUADRO 23 - VARIÁVEIS MONITORADAS PARA AVALIAÇÃO DO TESTE DE ESTRESSE POR AUMENTO DA COV ENTRE O 246° E 264° DIA

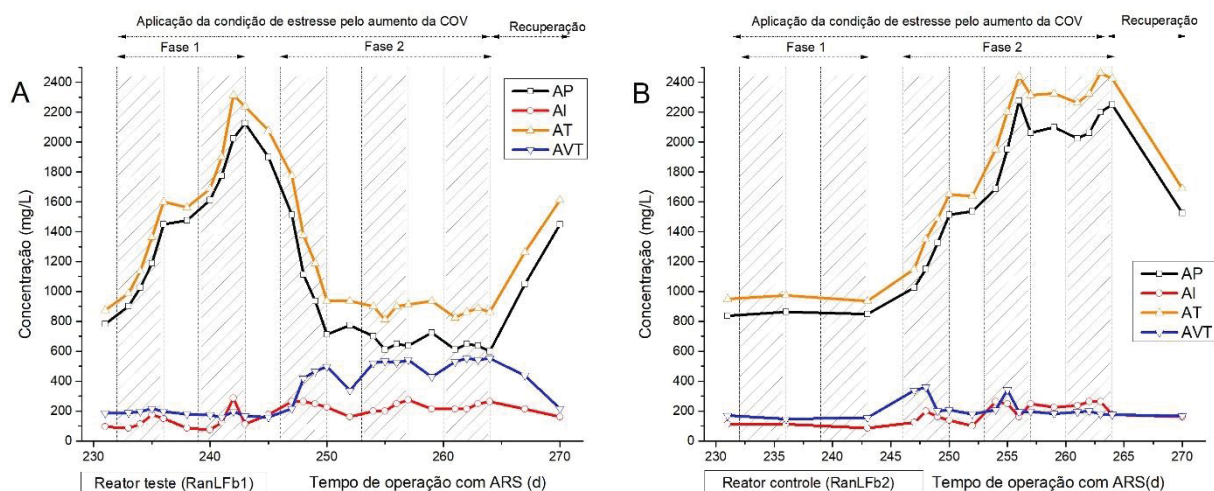
Parâmetro	Reator Teste (RanLFb1)				Reator Controle (RanLFb2)				valor p
	média	d-padrão	Min	máx	média	d-padrão	min	máx	
E _{DQO} (%)	67,98	15,14	49,86	91,35	92,99	2,31	88,09	95,56	9,5x10 ⁻⁷
CS _{DQO} (mg/L)	828,52	416,10	161,57	1353,82	177,91	64,05	119,93	321,53	3,3x10 ⁻⁶
AVT (mg/L)	475,8	97,5	215,9	551,9	225,7	66,5	176,4	360,3	1,1x10 ⁻⁶
AT/AVT	2,42	1,75	1,52	8,22	9,66	3,45	3,41	13,75	9,5x10 ⁻⁷
Al/AP	0,31	0,08	0,17	0,44	0,11	0,03	0,06	0,17	9,9x10 ⁻⁸
pH	7,21	0,83	6,15	8,56	8,61	0,45	7,65	9,06	2,1x10 ⁻⁵
u (m/h)	28,18	0,84	27,26	28,9	27,68	0,46	27,30	28,20	0,7
IF (%)	33,9	3,6	30,0	37,2	35,51	0,31	35,33	35,87	0,6

LEGENDA: E_{DQO} – eficiência na redução de DQO; CS_{DQO} – concentração de saída de DQO do reator; AVT, AT, Al; AP – concentração de acidez volátil total, alcalinidade total, alcalinidade intermediária, alcalinidade parcial, respectivamente; u- velocidade de fluidização; IF – intensidade de fluidização

Os valores da E_{DQO} observados para o reator teste tiveram tendência contínua de redução, de $91,3 \pm 0,4\%$ para $49,9 \pm 1,7\%$. No mesmo período, o reator controle apresentou tendência de aumento de E_{DQO} , de $92,2 \pm 2,4\%$ para $95,2 \pm 0,12\%$, com um valor médio de $93,1 \pm 2,5\%$.

Em relação à estabilidade, o reator controle apresentou tendência de aumento dos valores de AT/AVT, conforme apresentado na FIGURA 55, e média de $9,66 \pm 3,45$, similar ao comportamento observado no reator teste entre o 232º e 245º dia, enquanto para a relação AI/AP, foi observada a média de $0,11 \pm 0,03$. Por outro lado, para o reator teste, os valores observados para estas relações sugerem instabilidade do reator, conforme apresentado na FIGURA 55 e QUADRO 23, com o valor final observado de 1,56 para a relação AT/AVT, e de 0,44 para a relação AI/AP. Novamente, salienta-se a importância do aumento de concentração de AT, em função do aumento da concentração de bicarbonato de sódio, o que resultou em melhores condições de tamponamento para o sistema biológico. Na FIGURA 56 são apresentadas as concentrações de AT e AVT para o período total da aplicação desta condição de estresse.

FIGURA 56 - CONCENTRAÇÕES DE ALCALINIDADE TOTAL (AT) E ACIDEZ VOLÁTIL TOTAL (AVT) DURANTE APLICAÇÃO DA CONDIÇÃO DE ESTRESSE PELO AUMENTO DA COV



LEGENDA: AVT, AT, AI, AP: concentração de acidez volátil total, alcalinidade total; alcalinidade intermediária e alcalinidade parcial, respectivamente.

Os resultados estão de acordo com os observados por Arnaiz e colaboradores (2007), com redução da performance do RanLF com aplicação da condição de estresse pelo aumento da COV. No estudo, os autores observaram redução da E_{DQO} , de 85% para 75%, para o aumento da COV de $16,4 \text{ kg DQO/m}^3 \cdot \text{d}$ para $28,1 \text{ kg}$

DQO/m³.d. No mesmo período, observaram aumento da concentração de AVT de 0,3 g/L para 2 g/L e redução da concentração de AT, de 4 g/L para 1,5 g/L, o que resultou em valores de AT/AVT de 1,5, o que sugere instabilidade dos reatores.

Por fim, pode-se inferir que é possível operar o RanLFb com aumento da COV, sem comprometimento da eficiência de redução da DQO ou instabilidade do sistema biológico, caso seja suplementada a concentração adequada de nutrientes. Caso contrário, um aumento da COV pode implicar na redução do desempenho do RanLF. Salienta-se, porém, que não foi observada falha total do sistema, mesmo após 15 dias de operação com aumento da COV sem suplementação nutricional.

Cabe salientar que não foi observado a variação da altura no decantador no reator teste, no período do 246° e 264° dia, o que sugere a baixa produção de biogás nesse período. Novamente, assim como na aplicação de estresse pela falta de nutrientes, não foi constatado o odor característico da digestão anaeróbia.

No período de recuperação, com duração de 7 dias, o reator teste apresentou tendência de aumento da eficiência da redução de DQO, com valor final de 87,6±0,2%. As relações AT/AVT e AI/AP apresentaram valores de 7,4 e 0,11, o que sugere o retorno das condições de operação anteriores ao choque.

Dessa forma, no 270° dia, foi encerrada a aplicação das condições de estresse. A partir do 271° dia, foi iniciado novamente o aumento da COV, para ambos os reatores, e discutido na próxima seção.

4.6.8 Carga orgânica volumétrica limite

Após a análise dos resultados da aplicação das condições de estresse por deficiência na suplementação de nutrientes e aumento da COV, pode-se considerar que a COV limite definida na seção 2.1.3, de 2,7 kg DQO/m³.d, foi resultado das limitações nutricionais e da capacidade de tamponamento do sistema biológico na aplicação da ARS, não sendo necessariamente a COV limite passível de tratamento dessa configuração do RanLFb.

Assim, o objetivo desta etapa da pesquisa foi atingir a COV limite por meio do aumento da concentração de DQO, até o ponto em que o valor E_{DQO} apresentasse tendência contínua de redução, e os valores das relações de AT/AVT e AI/AP a tendência para os limites para operação estável, de 2,5 e 0,3, respectivamente, mesmo com suplementação nutricional e aumento da concentração de NaHCO₃.

Visando atingir o objetivo especificado, foi decidido reiniciar o aumento da COV aplicada em ambos os reatores, com valor inicial de 3,6 kg DQO/m³.d, após observação de bom desempenho dos reatores na etapa anterior. Porém, como a concentração de bicarbonato de sódio adicionado à ARS foi elevada (2,2 g/L), e o pH tendo atingido valores de próximos de 9, decidiu-se reduzir a concentração de bicarbonato de sódio para 1,6 g/L. e aumentá-la à medida que fosse necessário para a manutenção de condições estáveis dos reatores.

A partir deste ponto, ambos os reatores operaram nas mesmas condições, com o aumento de COV sendo realizado igualmente para cada um, sendo novamente denominados RanLFb1 e RanLFb2. A variação temporal e os valores dos parâmetros de controle são apresentados no QUADRO 24 e na FIGURA 57. O teste estatístico U de Mann-Whitney foi aplicado para o conjunto de dados dos reatores. Foi observado que não existiu diferença estatisticamente significativa entre eles, para cada parâmetro avaliado, conforme apresentado no QUADRO 24.

QUADRO 24 - VARIÁVEIS MONITORADAS PARA O AUMENTO DA COV DE 2,3 ATÉ 4,2 kg/m³ d

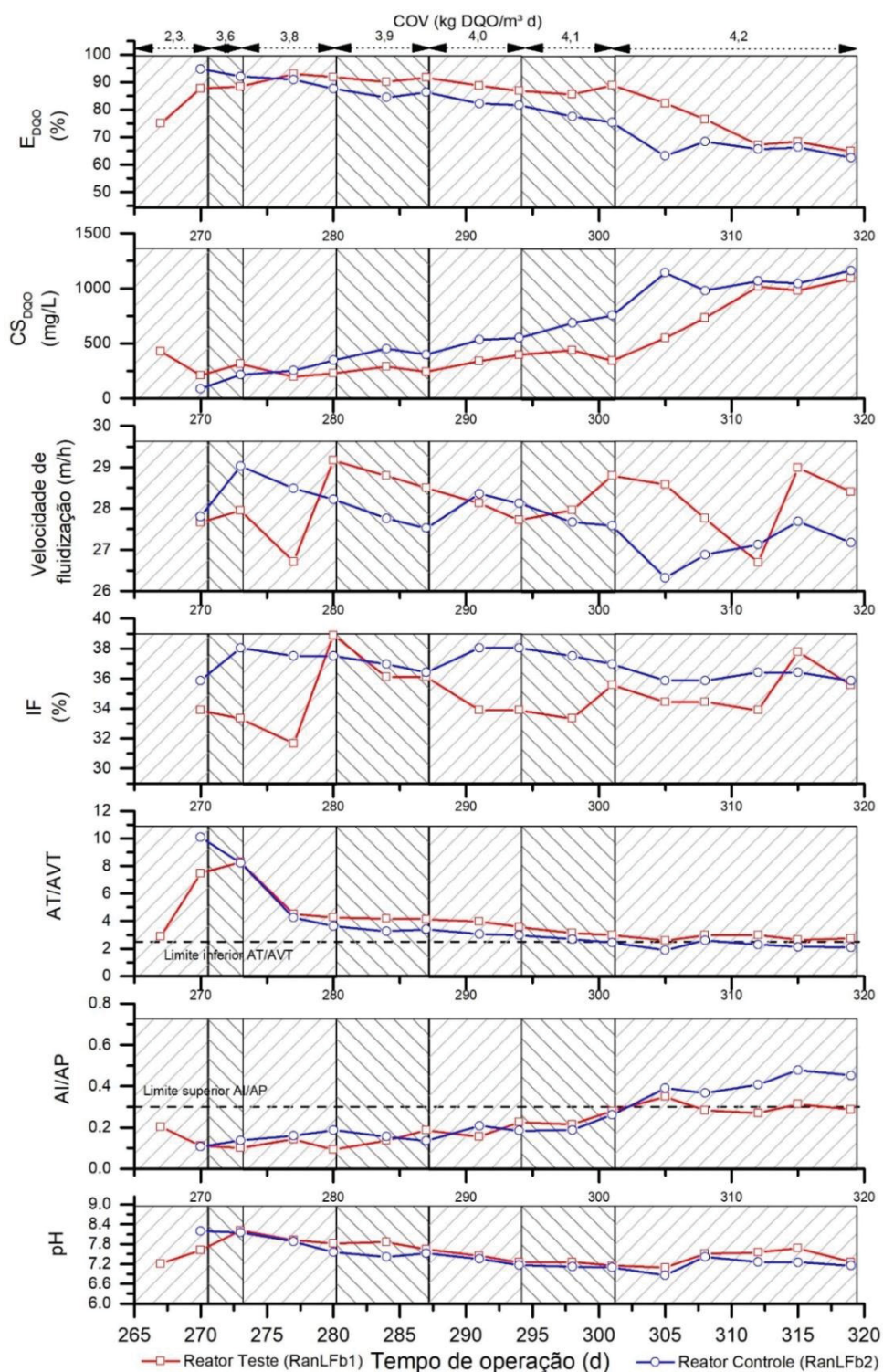
Parâmetro	RanLFb1				RanLFb2				valor p
	Média	d-padrão	min	máx	média	d-padrão	min	máx	
E _{DQO} (%)	82,88	9,46	64,78	92,97	78,57	11,01	62,55	94,77	0,23
CS _{DQO} (mg/L)	487,40	301,84	196,85	1091,66	644,98	361,61	89,09	1161,0	0,16
AVT (mg/L)	446,3	132,0	197,6	634,0	535,7	196,6	167,2	802,8	0,12
AT/AVT	3,96	1,66	2,58	8,28	3,66	2,34	1,88	10,08	0,14
Al/AP	0,21	0,08	0,09	0,35	0,25	0,13	0,11	0,48	0,48
pH	7,53	0,32	7,09	8,21	7,43	0,39	6,86	8,2	0,29
u (m/h)	28,12	0,74	26,69	29,16	27,72	0,68	26,32	29,02	0,09
IF (%)	34,85	1,84	31,67	38,89	36,88	0,84	35,87	38,04	7,6x10 ⁻⁴
T (°C)	35	-	33	37	34	-	32	36	
ΔT (°C)	4	-	-	-	4	-	-	-	

LEGENDA: E_{DQO} – eficiência na redução de DQO; CS_{DQO} – concentração de saída de DQO do reator; AVT, AT, Al; AP – concentração de acidez volátil total, alcalinidade total, alcalinidade intermediária, alcalinidade parcial, respectivamente; u- velocidade de fluidização; IF – intensidade de fluidização

A partir do 281º dia, com aplicação da COV de 3,9 kg DQO/m³.d, foi aumentada a concentração de nitrogênio, na ARS, que resultou na relação DQO:N de 350:14. A concentração de micronutrientes foi dobrada em relação aos valores fornecidos na TABELA 11, enquanto a concentração de fósforo não foi alterada. Porém, conforme apresentado na FIGURA 57, o aumento da concentração de nutrientes não causou o aumento da E_{DQO} dos reatores; da mesma forma que foi

observado que os valores das relações AT/AVT e AI/AP se mantiveram dentro dos limites da operação estável, porém apresentaram tendência para os limites de 2,5 e 0,3, respectivamente. Desta forma, a partir do 288º dia, a concentração de bicarbonato de sódio foi aumentada de 1,6 g/L para 1,7 g/L.

FIGURA 57 - PERFORMANCE DOS REATORES COM AUMENTO DA COV DE 2,3 PARA 4,2 kg DQO/m³.d



FONTE: o autor (2022)

No período do 288° a 294° dia, com aplicação da COV de 4,04 kg DQO/m³.d, foram observadas tendências de redução dos valores AT/AVT e aumento dos valores de AI/AP, para ambos os reatores. conforme FIGURA 57. Isto sugere tendência para a instabilidade anaeróbia, mesmo com a suplementação de fonte de alcalinidade. Neste período, foi observada a média de E_{DQO} de 87,8 ± 1,4% para RanLFb1, e de 81,9 ± 0,41%, para o RanLFb2.

Com o a operação dos reatores com de 4,10 kg DQO/m³.d, do 295° ao 301° dia, foi observada a redução da E_{DQO} no RanLFb2 para um valor médio de 76,4 ± 1,5%. Os valores das relações AT/AVT e AI/AP, antes do próximo aumento da COV, foram de 2,4 e 0,22, respectivamente. Os resultados permitiram deduzir que as condições aplicadas ao reator teste são limitantes para o sistema biológico e que a COV de 4,04 kg DQO/m³.d é a carga limite para operação estável do RanLFb2 com ARS.

Por sua vez, o RanLFb1 não apresentou redução da E_{DQO}, com valor médio de 87,1 ± 2,2% quando aplicado a COV de 4,10 kg DQO/m³.d, no mesmo período de operação do RanLFb2, do 295° ao 301° dia. Os valores médios de AT/AVT e AI/AP apresentaram-se dentro do limite de operação estável, com valores de 3,06 ± 0,1 e 0,25 ± 0,04, respectivamente. Portanto, estes resultados levaram à dedução que a COV de 4,10 kg DQO/m³.d foi a carga limite para o RanLFb1. Esta dedução foi corroborada pelos resultados obtidos pela aplicação da COV de 4,17 kg DQO/m³.d, que permitiram observar a instabilidade deste reator. Salienta-se que, mesmo após a sequência de condições de estresse que o RanLFb1 foi exposto, foi possível observar sua recuperação e performance similar ao reator controle, e suportando COV superior ao do RanLFb2 antes de apresentar tendência à instabilidade. Dessa forma, pode-se sugerir que a aplicação das condições de estresse contribuiu para o desenvolvimento, no RanLFb1, de uma comunidade microbiana mais resistente a adversidades, se comparada ao RanLFb2.

A partir do 302° dia, com ambos os reatores operando com COV de 4,17 kg DQO/m³.d, foi observado contínua redução da E_{DQO}, redução do valor da relação AT/AVT e aumento da relação de AI/AP, para ambos os reatores, o que sugere instabilidade dos reatores. Salienta-se a partir do 302° dia foi suplementando uma concentração maior de bicarbonato de sódio, porém sem melhora observada nas condições de tamponamento do sistema biológico.

Os resultados estão de acordo com o observado por outras pesquisas de tratamento de águas residuárias em RanLF em escala de bancada ($V \approx 5L$), com COV máximas aplicadas de até 5 kg DQO/m³.d e E_{DQO} média acima de 85%. (CELIS-GARCIA et al., 2007; SHIN et al., 2012; BRAGA et al., 2015; REYES-ALVARADO et al., 2017). Para estudos com RanLF em escala de bancada e COV aplicada acima de 5 kg DQO/m³.d, foram observadas E_{DQO} média abaixo de 80% (FERNÁNDEZ et al., 2008; XING et al., 2010; SIQUEIRA et al., 2013). Cabe salientar que para estes estudos em escala de bancada a relação H/D dos reatores apresentou valor acima de 20, enquanto no estudo aqui apresentado a relação H/D é de aproximadamente 2.

No 319° dia de operação, os reatores foram desligados e coletadas amostras de biopartículas, para as análises de MEV e EDS. Para essa última, os espectros resultantes são apresentados no ANEXO II. Foram observadas a presença de carbono e nitrogênio, e de alguns dos micronutrientes, como sódio, ferro, cálcio, enxofre, zinco e bromo, constituintes da ARS. Além disso, foram realizadas análises de MEV para o material arrastado para o decantador do RanLFb1, como observado no 137° dia de operação com ARS, com as micrografias resultantes apresentadas no ANEXO III.

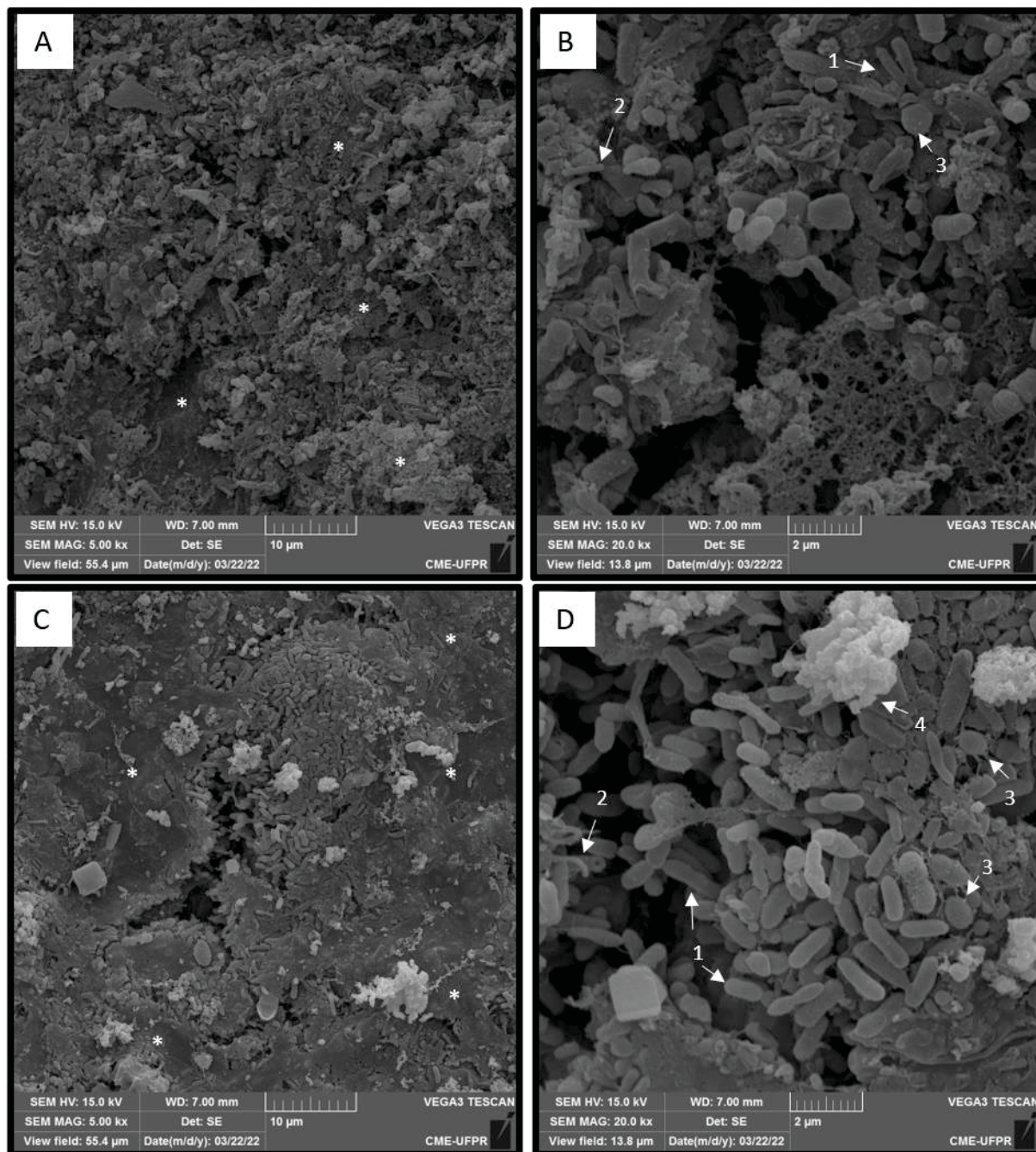
As micrografias resultantes da amostragem das biopartículas do RanLFb1 e RanLFb2 são apresentadas na FIGURA 58. Para o RanLFb2, que operou como reator controle durante o período da aplicação das condições de estresse, as morfologias observadas são similares aquelas observadas na micrografia do 207° dia (FIGURA 53), como às dos gêneros *Methanobrevibacter* e *Methanothrix*. Pode-se sugerir, assim como para a micrografia realizada no 207° dia, que os microrganismos se encontram associados a matriz de EPS.

Para o RanLFb1, as micrografias apresentadas na FIGURA 58 indicam a presença de matriz de EPS, diferente das apresentadas no período o qual a sua microbiota esteve submetida ao estresse pela não suplementação de nutrientes. Pode-se sugerir que, com a suplementação de nutrientes após o período de estresse aplicado, a microbiota do RanLFb1 voltou a apresentar produção de EPS, assim como observada no RanLFb2, porém com aparência mais rugosa.

Por fim, após 319 dias de operação contínua dos reatores com ARS, foi possível demonstrar que o RanLFb, com relação H/D \approx 2, atingiu bom desempenho na redução da matéria orgânica até a COV de 4,1 kg DQO/m³.d. Com a impossibilidade

de aumentar a COV sem a perda das condições de tamponamento do sistema, foi decidido por encerrar as atividades dos RanLFb com COV final de 4,17 kg DQO/m³.d.

FIGURA 58 - MICROGRAFIAS REALIZADAS PARA AS AMOSTRAS DO ÚLTIMO DIA DE OPERAÇÃO DOS REATORES



FONTE: o autor (2022)

LEGENDA: A) aumento de 5000x para o RanLFb1; B) aumento de 20000x para o RanLFb1; C) aumento de 5000x para o RanLFb2; D) aumento de 20000x para o RaLFb2. Os números indicam: (1) morfologia similar à do gênero *Methanobrevibacter*; (2) morfologia similar à do gênero *Methanothrix*; (3) morfologia similar à do gênero *Methanosphaera*; (4) morfologia similar à do gênero *Methanosarcina*. * regiões com possível acúmulo de EPS

5 CONCLUSÃO

Durante o período de operação intermitente para a partida dos RanLFb, de 334 dias, foram realizados testes hidráulicos para determinar as melhores características de fluidização. Neste período, com a utilização do distribuidor D1 (8 furos com 4 mm de diâmetro) e velocidades de fluidização de 30 a 40 m/h, foram observadas as melhores características de fluidização do leito, isto é, uniformidade e ausência de formação de canais preferenciais ou zona morta.

No entanto, durante a operação contínua dos RanLFb com o D1, foi identificado o desenvolvimento de material gelatinoso nos orifícios do distribuidor, o que interferiu na fluidização, tendo sido necessária a substituição pelo distribuidor D5. Em vista disso, concluiu-se que o distribuidor de fluxo 5 (D5) foi aquele que apresentou as melhores condições de fluidização, pois reduziu o número de paradas para manutenção.

Durante o período de 14 dia em que o RanLFb foi operado de forma contínua com ARS e com velocidade de fluidização de 40 m/h, foi observada redução dos valores da E_{DQO} de 94% para 89%. Neste período também foi observada a redução da capacidade de tamponamento do meio de reação. Portanto, concluiu-se que as melhores características de fluidização (homogênea e sem formação de caminhos preferenciais) não estavam, necessariamente, associadas ao melhor desempenho do reator para redução de matéria orgânica.

Durante o período de operação contínua os RanLFb foram alimentados com lixiviado de aterro sanitário, tendo sido observada atividade microbiana. Esta condição foi resultado da observação da produção de biogás e aumento da concentração de AVT de 207 mg/L para 693 mg/L. Os valores resultantes para as relações AT/AVT e AI/AP mostraram-se no intervalo característico de operação estável para reatores anaeróbios. Além disso, o baixo desempenho relativo à E_{DQO} (~30%), com COV aplicada de até 2,5 kg DQO/m³.d, foi resultado da baixa biodegradabilidade determinada para o lixiviado de aterro sanitário (DBO/DQO ~0,23).

A identificação da não-biodegradabilidade do lixiviado de aterro sanitário para o desenvolvimento desta pesquisa resultou na decisão da sua substituição por uma água residuária sintética com a qual foi possível alterar as características de composição e, conseqüentemente, a concentração de matéria orgânica.

A operação contínua dos RanLFb com água residuária sintética, durante um período total de 319 dias, permitiu observar a adaptação do sistema biológico a esta água residuária. Neste período, com o aumento da COV de 0,73 kg DQO/m³.d para 4,2 kg DQO/m³.d, a média da E_{DQO} esteve acima de 85%, com a concentração de DQO efluente média de 260 mg/L. Além disso, salienta-se que os valores das relações AT/AVT e AI/AP mantiveram-se nos limites de operação estável durante toda a operação. Entretanto, o sistema perdeu a capacidade de tamponamento durante o período de aplicação das condições de estresse ou próximo do valor limite da COV, de 4,2 kg DQO/m³.d. Cabe salientar que, sem a correção da concentração dos nutrientes e da alcalinidade, a COV limite alcançada para os RanLFb foi de 2,7 kg DQO/m³.d, com valores das relações AT/AVT e AI/AP próximos dos limites de operação estável para o sistema biológico.

Em relação à aplicação das condições de estresse, conclui-se que o sistema biológico do RanLFb suportou todas as perturbações impostas (pela temperatura, aumento da IF, não suplementação de nutrientes e aumento da COV), pois não foram observados danos na capacidade de tamponamento do sistema. Anteriormente à aplicação das condições de estresse, foi observado período máximo de 10 dias para recuperação total das condições ambientais do sistema.

Salienta-se que o reator teste (RanLFb1) apresentou média de E_{DQO} de 82,9% no período de aumento de COV posterior a aplicação dos testes de estresse, superior à média de 78,5% do reator controle (RanLFb2). Além disso, o RanLFb1 suportou a aplicação da COV limite de 4,1 kg DQO/m³.d, superior ao do RanLFb2, de 4,0 kg DQO/m³.d, antes de apresentar tendência à instabilidade do sistema biológico e redução da eficiência na redução da matéria orgânica. Dessa forma, pode-se sugerir que a aplicação das condições de estresse contribuiu para o desenvolvimento, no RanLFb1, de uma comunidade microbiana mais resistente a adversidades, se comparada ao RanLFb2.

Entre as condições de estresse aplicadas, a não suplementação de nutrientes foi aquela que resultou em maior impacto negativo ao consórcio microbiano, no que se refere ao desempenho de redução de matéria orgânica. A redução da E_{DQO} para esta condição foi de 90% para 54%, menor que para a média das E_{DQO} das outras condições aplicadas. Além disso, a condição de estresse por aumento de COV, sem suplementação de nutrientes, resultou na redução da E_{DQO} de 95% para 50%;

Cabe salientar que, para a condição de estresse associada ao período em que o reator teste esteve sujeito às condições de temperatura ambiental, com média da temperatura mínima registrada de 16,5°C e amplitude média de 9°C, a E_{DQO} observada foi de 76%. Esta eficiência apresentou significância estatística quando comparada aos resultados obtidos para o reator controle, cuja eficiência de remoção da DQO foi de 91%.

No que se refere a condição de estresse pelo aumento da IF, foi possível determinar que, para esse sistema de leito fluidizado, a IF de 35% resultou nas melhores E_{DQO} para o reator teste, com valor de 92%, se comparado com as IF de 24% (E_{DQO} de 88%) e 50% (E_{DQO} de 90%). Para o reator controle, foi observado o aumento da E_{DQO} de 92% para 94%, com o aumento da IF de 24% para 35%, respectivamente.

Finalmente, em função dos resultados obtidos, principalmente em relação à eficiência da remoção de matéria orgânica, o reator anaeróbio de leito fluidizado, com relação $H/D \approx 2$, mostrou-se como uma opção viável para o tratamento de águas residuárias com matéria orgânica biodegradável, mesmo sob aplicação de condições de estresse. Entretanto, salienta-se a necessidade de pós-tratamento para adequar a concentração de matéria orgânica efluente do reator às condições ambientais para lançamento em corpos receptores.

6 SUGESTÕES PARA ESTUDOS FUTUROS

A seguir, são apresentadas recomendações para pesquisas futuras relacionadas aos resultados obtidos neste estudo:

- operação de reatores anaeróbios de leito fluidizado para o tratamento de águas residuárias com diferentes características de composição, em escala piloto e volume reacional superior a 6 L, com valor da relação H/D na faixa de 2 a 5;
- operação do RanLF com lixiviado e sua instalação na unidade de tratamento do aterro sanitário, com objetivo de evitar a perda da biodegradabilidade do substrato;
- operação de RanLFs, com relação H/D na faixa de 2 a 5, com diferentes formas de distribuição de fluxo das do estudo aqui apresentado. Por exemplo: furos de distribuição de fluxo com maior diâmetro (5 mm); furos (corte) na intersecção entre a parede vertical e horizontal da peça de distribuição, com objetivo de menor formação de zona morta;
- operação de RanLFs inversos com sistema de recirculação similar do estudo aqui apresentado, com peça de distribuição instalada na parte superior do reator e saída da água residuária pela parte inferior;
- operação de RanLFs, com relação H/D na faixa de 2 a 5, com diferentes materiais suporte. Além disso, sugere-se formatos e tamanhos diferentes, para evitar entupimentos da peça de distribuição pelo material suporte. Formatos cilíndricos (como utilizados em aquários), com altura de 0,5 cm e diâmetro de 1,2 cm, podem ser ideais;
- aplicação de técnicas de biologia molecular à comunidade microbiana do RanLF, para quantificação e identificação dos microrganismos associadas às diferentes condições de operação. Além disso, realização de ensaios de hibridização fluorescente *in situ* (FISH) visando à comprovação dos gêneros de microrganismos presentes no sistema biológico;
- determinação da espessura do biofilme mediante utilização de técnica de microscopia eletrônica de transmissão.

REFERÊNCIAS

- ALVARADO-LASSMAN, A.; RUSTRIÁN, E.; GARCÍA-ALVARADO, M. A.; RODRÍGUEZ-JIMÉNEZ, G. C.; HOUBRON, E. Brewery wastewater treatment using anaerobic inverse fluidized bed reactors. **Bioresource Technology**, v. 99, n. 8, p. 3009–3015, 2008.
- ALVES, M. M.; PEREIRA, M. A.; NOVAIS, J. M.; POLANCO, F. F.; MOTA, M. A new device to select microcarriers for biomass immobilization: Application to an anaerobic consortium. **Water Environment Research**, v. 71, n. 2, p. 209–217, 1999.
- AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION - APHA. **Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater**. Washington, DC, USA, 21, 2005.
- AMORIM, E. L. C.; SADER, L. T.; SILVA, E. L. Effects of the Organic-Loading Rate on the Performance of an Anaerobic Fluidized-Bed Reactor Treating Synthetic Wastewater Containing Phenol. **Journal of Environmental Engineering**, v. 141, n. 10, p. 04015022, 2015.
- AN, Y.; WANG, Z.; WU, Z.; YANG, D.; ZHOU, Q. Characterization of membrane foulants in an anaerobic non-woven fabric membrane bioreactor for municipal wastewater treatment. **Chemical Engineering Journal**, v. 155, n. 3, p. 709–715, 2009.
- ANDALIB, M.; ELBESHISHY, E.; MUSTAFA, N.; et al. Performance of an anaerobic fluidized bed bioreactor (AnFBR) for digestion of primary municipal wastewater treatment biosolids and bioethanol thin stillage. **Renewable Energy**, v. 71, p. 276–285, 2014.
- ANDALIB, M.; HAFEZ, H.; ELBESHISHY, E.; NAKHLA, G.; ZHU, J. Treatment of thin stillage in a high-rate anaerobic fluidized bed bioreactor (AFBR). **Bioresource technology**, v. 121, p. 411–8, 2012.
- ANDERSON, G. K.; OZTURK, I.; SAW, C. B. Pilot-scale experiences on anaerobic fluidized-bed treatment of brewery wastes. **Water Science and Technology**, v. 22, n. 9, p. 157–166, 1990.
- ANDERSON, K.; SAILLIS, P.; UYANIK, S. Anaerobic treatment process. In: D. Mara; N. Horan (Orgs.); **Handbook of Water and Wastewater Microbiology**. p.391–426, 2003.
- AQUINO, S.; CHERNICHARO, C. A. L.; FORESTI, E.; FLORENCIO DOS SANTOS, M. DE L.; MONTEGGIA, L. O. Metodologias para determinação da atividade metanogênica específica (AME) em lodos anaeróbios. **Engenharia Sanitaria e Ambiental**, v. 12, n. 2, p. 192–201, 2007.
- ARAKI, N.; HARADA, H. Population dynamics of methanogenic biofilm consortium during a start-up period of anaerobic fluidized bed reactor. **Water Science & Technology**, v. 29, n. 10–11, p. 361–368, 1994.
- ARNAIZ, C.; BUFFIERE, P.; LEBRATO, J.; MOLETTA, R. The effect of transient changes in organic load on the performance of an anaerobic inverse turbulent bed

reactor. **Chemical Engineering and Processing: Process Intensification**, v. 46, n. 12, p. 1349–1356, 2007.

ARNAIZ, C.; BUFFIERE, P.; MOLETTA, R.; ELMALEH, S.; LEBRATO, J. Anaerobic digestion of dairy wastewater by inverse fluidization: The inverse fluidized bed and the inverse turbulent bed reactors. **Environmental Technology (United Kingdom)**, v. 24, n. 11, p. 1431–1443, 2003.

ARNAIZ, C.; GUTIERREZ, J. C.; LEBRATO, J. Support material selection for anaerobic fluidized bed reactors by phospholipid analysis. **Biochemical Engineering Journal**, v. 27, n. 3, p. 240–245, 2006.

ASLAM, M.; YANG, P.; LEE, P.; KIM, J. Novel staged anaerobic fluidized bed ceramic membrane bioreactor: Energy reduction, fouling control and microbial characterization. **Journal of Membrane Science**, v. 553, n. February, p. 200–208, 2018.

BAERE, L. A.; DEVOCHT, M.; VAN ASSCHE, P.; VERSTRAETE, W. Influence of high NaCl and NH₄Cl salt levels on methanogenic associations. **Water Research**, v. 18, n. 5, p. 543–548, 1984.

BAETTKER, E. C. **Avaliação da tratabilidade de lixiviado de aterro sanitário combinado com esgoto sanitário em reator anaeróbio tipo UASB**. 217 f. Tese (doutorado em Engenharia de Recursos Hídricos e Ambiental, Setor de Tecnologia, Universidade Federal do Paraná, Curitiba (PR), 2019.

BALAGUER, M. D.; VICENT, M. T.; PARFS, J. M. A comparison of different support materials in anaerobic fluidized bed reactors for the treatment of vinasse. **Environmental Technology (United Kingdom)**, v. 18, n. 5, p. 539–544, 1997.

BALAGUER, M. D.; VICENT, M. T.; PARIS, J. M. Utilisation of pumice stone as support for the anaerobic treatment of vinasse with a fluidized bed reactor. **Environmental Technology (United Kingdom)**, v. 12, n. 12, p. 1167–1173, 1991.

BELLO, M. M.; ABDUL RAMAN, A. A.; PURUSHOTHAMAN, M. Applications of fluidized bed reactors in wastewater treatment – A review of the major design and operational parameters. **Journal of Cleaner Production**, v. 141, p. 1492–1514, 2017.

BOENING, P. H.; LARSEN, V. F. Anaerobic fluidized bed whey treatment. **Biotechnology and Bioengineering**, v. 24, n. 11, p. 2539–2556, 1982.

BOONE, D. R.; WHITMAN, W. B.; ROUVIÈRE, P. Diversity and Taxonomy of Methanogens. **Methanogenesis**, p. 35–80, 1993.

BORJA, R.; BANKS, C. J. Response of an anaerobic fluidized bed reactor treating ice-cream wastewater to organic, hydraulic, temperature and pH shocks. **Journal of Biotechnology**, v. 39, n. 3, p. 251–259, 1995.

BORJA, R.; GONZÁLEZ, E.; RAPOSO, F.; MILLÁN, F.; MARTÍN, A. Performance evaluation of a mesophilic anaerobic fluidized-bed reactor treating wastewater derived from the production of proteins from extracted sunflower flour. **Bioresource Technology**, v. 76, n. 1, p. 45–52, 2001.

BORJA, R.; RINCÓN, B.; RAPOSO, F.; et al. Mesophilic anaerobic digestion in a

fluidised-bed reactor of wastewater from the production of protein isolates from chickpea flour. **Process Biochemistry**, v. 39, n. 12, p. 1913–1921, 2004.

BRAGA, J. K.; MOTTERAN, F.; MACEDO, T. Z.; et al. Biodegradation of linear alkylbenzene sulfonate in commercial laundry wastewater by an anaerobic fluidized bed reactor. **Journal of Environmental Science and Health - Part A Toxic/Hazardous Substances and Environmental Engineering**, v. 50, n. 9, p. 946–957, 2015.

BRAGA, J. K.; MOTTERAN, F.; SILVA, E. L.; VARESCHE, M. B. A. Evaluation of bacterial community from anaerobic fluidized bed reactor for the removal of linear alkylbenzene sulfonate from laundry wastewater by 454-pyrosequence. **Ecological Engineering**, v. 82, p. 122–133, 2015.

BRAGA, M. C. B. **Estudo da eficiência dos processos bioquímicos em um reator anaeróbio de leito fluidizado automatizado**. 76 f. Dissertação (mestrado em Bioquímica, Setor de Ciências Biológicas, Universidade Federal do Paraná, Curitiba (PR), 1989.

BRYANT, M. P. Microbial Methane Production - Theoretical Aspects. **Journal of Animal Science**, v. 48, n. 1, p. 193–201, 1979.

BRYERS, J. D. Biologically Active Surfaces: Processes Governing the Formation and Persistence of Biofilms. **Biotechnology Progress**, v. 3, n. 2, p. 57–68, 1987.

BUFFIÈRE, P.; BERGEON, J. P.; MOLETTA, R. The inverse turbulent bed: a novel bioreactor for anaerobic treatment. **Water Research**, v. 34, n. 2, p. 673–677, 2000.

BUFFIERE, P.; MOLETTA, R.; FONADE, C. Continuous Operations of a Fluidized-Bed Bioreactor for Anaerobic-Digestion - Residence Time Effect on Degradation Kinetics. **Biotechnology Letters**, v. 17, n. 8, p. 833–838, 1995.

BULL, M. A.; STERRITT, R. M.; LESTER, J. N. An Evaluation of four start-up regimes for anaerobic fluidized bed reactor. **Biotechnology Letters**, v. 5, n. 5, p. 333–338, 1983.

CAI, J.; ZHENG, P.; ZHANG, J.; et al. Simultaneous anaerobic sulfide and nitrate removal coupled with electricity generation in Microbial Fuel Cell. **Bioresource Technology**, v. 129, p. 224–228, 2013.

CARBAJO, J. B.; BOLTES, K.; LETON, P. Treatment of phenol in an anaerobic fluidized bed reactor (AFBR): Continuous and batch regime. **Biodegradation**, v. 21, n. 4, p. 603–613, 2010.

CASTILLA, P.; MERAZ, M.; MONROY, O.; NOYOLA, A. Anaerobic treatment of low concentration waste water in an inverse fluidized bed reactor. **Water Science and Technology**, v. 41, n. 4–5, p. 245–251, 2000.

CELIS-GARCIA, L. .; RAZO-FLORES, E.; MONROY, O. Performance of a Down-Flow Fluidized-Bed Reactor Under Sulfate Reduction Conditions Using Volatile Fatty Acids as Electron Donors. **Biotechnology and bioengineering**, v. 97, n. 4, p. 771–779, 2007.

CHANG, H. T.; RITTRNANN, B. E.; AMAR, D.; et al. Biofilm Detachment Mechanisms

in a Liquid-Fluidized Bed. **Biotechnology and Bioengineering**, v. 38, p. 499–506, 1991.

CHEN, S. J.; LI, C. T.; SHIEH, W. K. Performance Evaluation of the Anaerobic Fluidised Bed System: I. Substrate Utilisation and Gas Production. **Journal of chemical technology and biotechnology. Biotechnology**, v. 35 B, n. 4, p. 101–109, 1985.

CHEN, S. J.; LI, C. T.; SHIEH, W. K. Anaerobic of an fluidized industrial bed treatment wastewater. **Journal of Water Pollution Control Federation**, v. 60, n. 10, p. 1826–1832, 1988.

CHEN, Y.; CHENG, J. J.; CREAMER, K. S. Inhibition of anaerobic digestion process: A review. **Bioresource Technology**, v. 99, n. 10, p. 4044–4064, 2008.

CHERNICHARO, C. A. L. **Reatores Anaeróbios-Princípios do tratamento biológico de águas residuárias**. 2º ed. Belo Horizonte, 2007.

CONVERTI, A.; ZILLI, M.; DEL BORGHI, M.; FERRAILOLO, G. The fluidized bed reactor in the anaerobic treatment of wine wastewater. **Bioprocess Engineering**, v. 5, p. 49–55, 1990.

CRESSON, R.; CARRÈRE, H.; DELGENÈS, J. P.; BERNET, N. Biofilm formation during the start-up period of an anaerobic biofilm reactor-Impact of nutrient complementation. **Biochemical Engineering Journal**, v. 30, n. 1, p. 55–62, 2006.

CRESSON, R.; ESCUDIÉ, R.; CARRÈRE, H.; DELGENÈS, J. P.; BERNET, N. Influence of hydrodynamic conditions on the start-up of methanogenic inverse turbulent bed reactors. **Water Research**, v. 41, n. 3, p. 603–612, 2007.

CRESSON, R.; ESCUDIÉ, R.; STEYER, J. P.; DELGENÈS, J. P.; BERNET, N. Competition between planktonic and fixed microorganisms during the start-up of methanogenic biofilm reactors. **Water Research**, v. 42, n. 3, p. 792–800, 2008.

DENAC, M.; DUNN, I. J. Packed-Bed and Fluidized-Bed Biofilm Reactor Performance for Anaerobic Waste-Water Treatment. **Biotechnology and Bioengineering**, v. 32, n. 2, p. 159–173, 1988.

DIEZ BLANCO, V.; ENCINA, P. A. G.; FDZ-POLANCO, F. Effects of biofilm growth, gas and liquid velocities on the expansion of an anaerobic fluidized bed reactor (AFBR). **Water Research**, v. 29, n. 7, p. 1649–1654, 1995.

DÜPPENBECKER, B.; CORNEL, P. Anaerobic treatment of sulfate-containing municipal wastewater with a fluidized bed reactor at 20°C. **Water Science and Technology**, v. 73, n. 10, p. 2446–2452, 2016.

EHLINGER, F.; AUDIC, J. M.; FAUP, G. M. **Influence of Seeding Conditions on Initial Biofilm Development During the Startup of Anaerobic Fluidized Bed Reactors**. International Association on Water Pollution Research and Control, 1988.

ESCUADERO, D.; HEINDEL, T. J. Bed height and material density effects on fluidized bed hydrodynamics. **Chemical Engineering Science**, v. 66, n. 16, p. 3648–3655, 2011.

ESCUDIÉ, R.; CRESSON, R.; DELGENÈS, J. P.; BERNET, N. Control of start-up and operation of anaerobic biofilm reactors: An overview of 15 years of research. **Water Research**, v. 45, n. 1, p. 1–10, 2011.

FDZ-POLANCO, F.; FDZ-POLANCO, M.; GARCIA, P. A.; VILLAVARDE, S.; URUEN, M. A. New process for simultaneous removal of nitrogen and sulphur under anaerobic conditions. **Water Research**, v. 35, n. 4, p. 1111–1114, 2001.

FENG, Y.; LU, B.; JIANG, Y.; CHEN, Y.; SHEN, S. Performance evaluation of anaerobic fluidized bed reactors using brick beads and porous ceramics as support materials for treating terephthalic acid wastewater. **Desalination and Water Treatment**, v. 53, n. 7, p. 1814–1821, 2015.

FERNÁNDEZ, N.; MONTALVO, S.; BORJA, R.; et al. Performance evaluation of an anaerobic fluidized bed reactor with natural zeolite as support material when treating high-strength distillery wastewater. **Renewable Energy**, v. 33, n. 11, p. 2458–2466, 2008.

FERNÁNDEZ, N.; MONTALVO, S.; FERNÁNDEZ-POLANCO, F.; et al. Real evidence about zeolite as microorganisms immobilizer in anaerobic fluidized bed reactors. **Process Biochemistry**, v. 42, n. 4, p. 721–728, 2007.

FIESTAS, J. A.; MARTIN, A.; BORJA, R. Influence of immobilization supports on the kinetics of anaerobic purification of cheese factory wastewaters. **Biological Wastes**, v. 33, n. 2, p. 131–142, 1990.

FOX, P.; SUIDAN, M. T.; BANDY, J. T. A comparison of media types in acetate fed expanded-bed anaerobic reactors. **Water Research**, v. 24, n. 7, p. 827–835, 1990.

GANIDI, N.; TYRREL, S.; CARTMELL, E. Anaerobic digestion foaming causes - A review. **Bioresource Technology**, v. 100, n. 23, p. 5546–5554, 2009.

GAO, D. W.; HU, Q.; YAO, C.; REN, N. Q. Treatment of domestic wastewater by an integrated anaerobic fluidized-bed membrane bioreactor under moderate to low temperature conditions. **Bioresource Technology**, v. 159, p. 193–198, 2014.

GARCIA-CALDERON, D.; BUFFIERE, P.; MOLETTA, R.; ELMALEH, S. Anaerobic digestion of wine distillery wastewater in down-flow fluidized bed. **Water Research**, v. 32, n. 12, p. 3593–3600, 1998.

GARDNER, D. A.; SUIDAN, M. T.; KOBAYASHI, H. A.; GARDNER, A.; KOBAYASHI, A. Role of GAC Activity and Particle Size during the Fluidized-Bed Anaerobic Treatment of Refinery Sour Water Stripper Bottoms. **Water Environment Federation**, v. 60, n. 4, p. 505–513, 1988.

GARRITY, G. M.; HOLT, J. G. Phylum All. Euryarchaeota ph. nov. In: Springer (Org.); **BOONE, D.R.; CASTENHOLZ, R.W. Bergey's Manual of Systematic Bacteriology**. 2^o ed, New York. 2001.

GORRIS, L. G.; VAN DEURSEN, J. M. A.; VAN DER DRIFT, C.; VOGELS, G. D. Influence of wastewater composition on biofilm development in laboratory methanogenic fluidized bed reactors. **Applied Microbiology and Biotechnology**, v. 29, p. 95–102, 1988.

GUJER, W.; ZEHNDER, A. J. B. Conversion Processes in Anaerobic Digestion. **Water, Science and Technology**, v. 15, p. 127–167, 1983.

GULSEN, H.; TURAN, M. Treatment of Sanitary Landfill Leachate Using a Combined Anaerobic Fluidized Bed Reactor and Fenton's Oxidation. **Environmental Engineering Science**, v. 21, n. 5, p. 627–636, 2004.

GÜLŞEN, H.; TURAN, M. Anaerobic treatability of Sanitary Landfill leachate in a fluidized bed reactor. **Turkish Journal of Engineering and Environmental Sciences**, v. 28, n. 5, p. 297–305, 2004.

HABOUZIT, F.; HAMELIN, J.; SANTA-CATALINA, G.; STEYER, J. P.; BERNET, N. Biofilm development during the start-up period of anaerobic biofilm reactors: The biofilm Archaea community is highly dependent on the support material. **Microbial Biotechnology**, v. 7, n. 3, p. 257–264, 2014.

HARIBABU, K.; SIVASUBRAMANIAN, V. Treatment of wastewater in fluidized bed bioreactor using low density biosupport. **Energy Procedia**, v. 50, p. 214–221, 2014.

HAROUN, M.; IDRIS, A. Treatment of textile wastewater with an anaerobic fluidized bed reactor. **Desalination**, v. 237, n. 1–3, p. 357–366, 2009.

HASHIMOTO, A. G. Ammonia inhibition of methanogenesis from cattle wastes. **Agricultural Wastes**, v. 17, n. 4, p. 241–261, 1986.

HEIJNEN, J. J.; MULDER, A.; ENGER, W.; HOEKS, F. Review on the Application of Anaerobic Fluidized Bed Reactors in Waste-water Treatment. **The Chemical Engineering Journal**, v. 41, p. 37–50, 1989.

HENZE, M.; HARREMOES, P. ANAEROBIC TREATMENT OF WASTEWATER IN FIXED FILM REACTORS - A LITERATURE REVIEW. **Water Sci Technol**, v. 15, n. August, p. 1–101, 1983.

HEPPNER, B.; ZELLNER, G.; DIEKMANN, H. Start-up and operation of a propionate-degrading fluidized-bed reactor. **Applied Microbiology and Biotechnology**, v. 36, p. 810–816, 1992.

HIDALGO, M. D.; GARCÍA-ENCINA, P. A. Biofilm development and bed segregation in a methanogenic fluidized bed reactor. **Water Research**, v. 36, n. 12, p. 3083–3091, 2002.

HOLST, T. C.; TRUC, A.; PUJOL, R. Anaerobic fluidized beds: Ten years of industrial experience. **Water Science and Technology**, v. 36, n. 6–7, p. 415–422, 1997. I

HSU, Y.; SHIEH, W. K. Startup of anaerobic fluidized-bed reactors with acetic-acid as the substrate. **Biotechnology and Bioengineering**, v. 41, n. 3, p. 347–353, 1993.

HUANG, J. S.; YAN, J. L.; WU, C. S. Comparative bioparticle and hydrodynamic characteristics of conventional and tapered anaerobic fluidized-bed bioreactors. **Journal of Chemical Technology and Biotechnology**, v. 75, n. 4, p. 269–278, 2000.

HUYSMAN, P.; VAN MEENEN, P.; VAN ASSCHE, P.; VERSTRAETE, W. Factors affecting the colonization of non porous and porous packing materials in model upflow methane reactors. **Biotechnology Letters**, v. 5, n. 9, p. 643–648, 1983.

IZA, J. Fluidized Bed Reactors for Anaerobic Wastewater Treatment. , v. 24, n. 8, p. 109–132, 1991.

JAAFARI, J.; MESDAGHINIA, A.; NABIZADEH, R.; HOSEINI, M. Influence of upflow velocity on performance and biofilm characteristics of Anaerobic Fluidized Bed Reactor (AFBR) in treating high-strength wastewater. **Journal of Environmental Health Science & Engineering**, v. 12, n. 139, p. 1–10, 2014.

JENNETT, J. C.; DENNIS, N. D. Anaerobic filter treatment waste pharmaceutical. **Water Pollution Control Federation**, v. 47, n. 1, p. 104–121, 1975.

JEWELL, W.; SWITZENBAUM, M.; MORRIS, J. Municipal wastewater treatment with the anaerobic attached microbial film expanded bed process. **Journal (Water Pollution Control ...**, v. 53, n. 4, p. 482–490, 1981.

JIN, P.; BHATTACHARYA, S. K.; WILLIAMS, C. J.; ZHANG, H. Effects of sulfide addition on copper inhibition in methanogenic systems. **Water Research**, v. 32, n. 4, p. 977–988, 1998.

KHAN, W. A.; ASGHAR, U.; SHAMSHAD, I. Effect of Initial Static Bed Height and Liquid Superficial Velocity on the Minimum Fluidization Velocity (U_{mf}) and Pressure Drop for the Bed of Semolina Particles in Liquid-Solid Fluidization. **Journal of Chemical Engineering & Process Technology**, v. 07, n. 05, p. 3–7, 2016.

KIDA, K.; MORIMURA, S.; SONODA, Y.; OBE, M.; KONDO, T. Support media for microbial adhesion in an anaerobic fluidized-bed reactor. **Journal of Fermentation and Bioengineering**, v. 69, n. 6, p. 354–359, 1990.

KJELDSEN, P.; BARLAZ, M. A.; ROOKER, A. P.; et al. Present and Long-Term Composition of MSW Landfill Leachate: A Review. **Critical Reviews in Environmental Science and Technology**, v. 32, n. 4, p. 297–336, 2002.

KOVALOVSKI, A.; TREU, L.; ELLEGAARD, L.; LUO, G.; ANGELIDAKI, I. Modeling temperature response in bioenergy production: Novel solution to a common challenge of anaerobic digestion. **Applied Energy**, v. 263, n. February, p. 114646, 2020.

KUBA, T.; FURUMAI, H.; KUSUDA, T. A kinetic study on methanogenesis by attached biomass in a fluidized bed. **Water Research**, v. 24, n. 11, p. 1365–1372, 1990.

KUNII, D.; LEVENSPIEL. O. **Fluidization engineering**. 2° ed. 1991.

LABARGE, N.; YE, Y.; KIM, K.-Y.; et al. Impact of Acclimation Methods on Microbial Communities and Performance of Anaerobic Fluidized Bed Membrane Bioreactors. **Environ. Sci.: Water Res. Technol.**, v. 2, n. 2, p. 1041–1048, 2016.

LANGE, L. C.; AMARAL, M. C. . Geração e características do lixiviado. **Resíduos sólidos: Estudo da caracterização e tratabilidade de lixiviados de aterros sanitários para as condições brasileiras**. p.26–59,Rio de Janeiro. 2009.

LATOCHESKI, E. C. **Avaliação da aclimação de lodos anaeróbios a lixiviado de aterro sanitário**. 189 f. Dissertação (mestrado em Engenharia de Recursos Hídricos e Ambiental, Setor de Tecnologia, Universidade Federal do Paraná, Curitiba (PR), 2019.

LAUWERS, A. M.; HEINEN, W.; GORRIS, L. G. M.; VAN DER DRIFT, C. Early stages in biofilm development in methanogenic fluidized-bed reactors. **Applied Microbiology and Biotechnology**, v. 33, n. 3, p. 352–358, 1990.

LAWRENCE, A. W.; MCCARTY, P. L. Kinetics of Methane Fermentation in Anaerobic Treatment. **Journal (Water Pollution Control Federation)**, p. R1–R17, 1969.

LETTINGA, G. Anaerobic digestion and wastewater treatment systems. **Antonie van Leeuwenhoek**, v. 67, n. 1964, p. 3–28, 1995.

LIM, K. S.; GURURAJAN, V. S.; AGARWAL, P. K. Mixing of homogeneous solids in bubbling fluidized beds: Theoretical modelling and experimental investigation using digital image analysis. **Chemical Engineering Science**, v. 48, n. 12, p. 2251–2265, 1993.

LIU, Y. Q.; LIU, Y.; TAY, J. H. The effects of extracellular polymeric substances on the formation and stability of biogranules. **Applied Microbiology and Biotechnology**, v. 65, n. 2, p. 143–148, 2004.

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

MA, J.; FREAR, C.; WANG, Z. W.; et al. A simple methodology for rate-limiting step determination for anaerobic digestion of complex substrates and effect of microbial community ratio. **Bioresource Technology**, v. 134, p. 391–395, 2013.

MARÍN, P.; ALKALAY, D.; GUERRERO, L.; CHAMY, R.; SCHIAPPACASSE, M. C. Design and startup of an anaerobic fluidized bed reactor. **Water Science and Technology**, v. 40, n. 8, p. 63–70, 1999.

MCCARTY, P. L. Anaerobic Waste Treatment Fundamentals. **Public Works**, v. 95, n. 9, p. 107–112, 1964.

MCCARTY, P. L.; BROSSEAU, M. H. Effect of high concentrations of individual volatile acids on anaerobic treatment. Proceedings of the 18th Industrial Waste Conference. **Anais...** p.283–296, 1963.

MCINERNEY, M. J. Anaerobic Metabolism and its Regulation. **Biotechnology: A Multi-volume Comprehensive Treatise**. p.455–460, 1999.

MCINERNEY, M. J.; BRYANT, M. P. Review of methane fermentation fundamentals. **Fuel gas production from biomass**. p.19–46, 1981.

MICHAUD, S.; BERNET, N.; BUFFIÈRE, P.; DELGENÈS, J. P. Use of the methane yield to indicate the metabolic behaviour of methanogenic biofilms. **Process Biochemistry**, v. 40, n. 8, p. 2751–2755, 2005.

MICHAUD, S.; BERNET, N.; BUFFIÈRE, P.; ROUSTAN, M.; MOLETTA, R. Methane yield as a monitoring parameter for the start-up of anaerobic fixed film reactors. **Water Research**, v. 36, n. 5, p. 1385–1391, 2002.

MIQUELETO, A. P.; DOLOSIC, C. C.; POZZI, E.; FORESTI, E.; ZAIAT, M. Influence of carbon sources and C/N ratio on EPS production in anaerobic sequencing batch biofilm reactors for wastewater treatment. **Bioresource Technology**, v. 101, n. 4, p.

1324–1330, 2010.

MOELLER, L.; GÖRSCH, K. Foam formation in full-scale biogas plants processing biogenic waste. **Energy, Sustainability and Society**, v. 5, n. 1, p. 1–16, 2015.

MONTALVO, S.; GUERRERO, L.; BORJA, R.; et al. Effect of the Influent COD Concentration on the Anaerobic Digestion of Winery Wastewaters from Grape-Red and Tropical Fruit (Guava) Wine Production in Fluidized Bed Reactors with Chilean Natural Zeolite for Biomass Immobilization. **Chemical and Biochemical Engineering Quarterly**, v. 24, n. 2, p. 219–226, 2010.

MORAIS, R. G. ; BRAGA, S. M. ; BRAGA, M. C. B. Estudo para a determinação das condições hidráulicas de partida de um reator de leito fluidizado. Congresso ABES/FENASAN. **Anais...** . p.1–7, 2017. São Paulo.

MORAIS, R. G. DE. **Estudo da adaptação do inóculo ao lixiviado de aterro sanitário visando o tratamento anaeróbico em reator de leito fluidizado**. 107 f. Dissertação (mestrado em Engenharia de Recursos Hídricos e Ambiental, Setor de Tecnologia, Universidade Federal do Paraná, Curitiba (PR), 2016.

MORAIS, R. G. DE; BRAGA, S. M.; BRAGA, M. C. B. Evaluation of the start-up of hydraulic conditions of a fluidised bed system. **Environmental Technology (United Kingdom)**, v. 0, n. 0, p. 1–13, 2021.

MOTER, A.; GÖBEL, U. B. Fluorescence in situ hybridization (FISH) for direct visualization of microorganisms. **Journal of Microbiological Methods**, v. 41, n. 2, p. 85–112, 2000.

MOTTA-MARQUES, D. M. L.; CAYLESS, S. M.; LESTER, J. N. Start-up regimes for anaerobic fluidised systems treating dairy wastewater. **Biological Wastes**, v. 34, n. 3, p. 191–202, 1990.

MURPHREE, E. V.; BROWN, C. L.; FISCHER, H. G. M.; GOHR, E. J.; SWEENEY, W. J. Fluid Catalyst Process. Catalytic Cracking of Petroleum. **Industrial & Engineering Chemistry**, v. 35, n. 7, p. 768–773, 1943.

NICHOLSON, E. W.; MOISE, J. E.; HARDY, R. L. Fluidized Solids Pilot Plants. **Industrial & Engineering Chemistry**, v. 40, n. 11, p. 2033–2039, 1948.

NICOLELLA, C.; VAN LOOSDRECHT, M. C. M.; HEIJNEN, J. J. Wastewater treatment with particulate biofilm reactors. **Journal of Biotechnology**, v. 80, n. 1, p. 1–33, 2000.

OLIVEIRA, L. L.; COSTA, R. B.; OKADA, D. Y.; et al. Anaerobic degradation of linear alkylbenzene sulfonate (LAS) in fluidized bed reactor by microbial consortia in different support materials. **Bioresource technology**, v. 101, n. 14, p. 5112–22, 2010.

OZGUN, H.; TAO, Y.; ERSAHIN, M. E.; et al. Impact of temperature on feed-flow characteristics and filtration performance of an upflow anaerobic sludge blanket coupled ultrafiltration membrane treating municipal wastewater. **Water Research**, v. 83, p. 71–83, 2015.

OZTURK, I.; ANDERSON, G. K.; SAW, C. B. Anaerobic fluidized-bed treatment of brewery wastes and bioenergy recovery. **Water Sci Technol**, v. 21, p. 1681–1684, 1989.

PAPIRIO, S.; ESPOSITO, G.; PIROZZI, F. Biological inverse fluidized-bed reactors for the treatment of low pH- and sulphate-containing wastewaters under different COD/SO₂-4 conditions. **Environmental Technology (United Kingdom)**, v. 34, n. 9, p. 1141–1149, 2013.

PAVLOSTATHIS, E.; GOMEZ, G. Kinetics of anaerobic treatment. **Water Science & Technology**, v. 24, n. 8, p. 35–59, 1991.

PELL, M. **Gas fluidization Handbook of Powder technology**. v. 10 ed. 1992.

PENG, Y.; FAN, L. T. Hydrodynamic characteristics of fluidization in liquid-solid tapered beds. **Chemical Engineering Science**, v. 52, n. 14, p. 2277–2290, 1997.

PEREIRA, E. L.; CAMPOS, C. M. M.; MOTERANI, F. Efeitos do pH, acidez e alcalinidade na microbiota de um reator anaeróbio de manta de lodo (UASB) tratando efluentes de suinocultura. **Revista Ambiente e Agua**, v. 4, n. 3, p. 157–168, 2009.

PÉREZ, M.; ROMERO, L. I.; SALES, D. Anaerobic thermophilic fluidized bed treatment of industrial wastewater: Effect of F:M relationship. **Chemosphere**, v. 38, n. 14, p. 3443–3461, 1999.

PEREZ, M.; RODRIGUEZ-CANO, R.; ROMERO, L. I.; SALES, D. Performance of anaerobic thermophilic fluidized bed in the treatment of cutting-oil wastewater. **Bioresource technology**, v. 98, n. 18, p. 3456–63, 2007.

PEREZ, M.; ROMERO, L. I.; SALES, D. Organic matter degradation kinetics in an anaerobic thermophilic fluidised bed bioreactor. **Anaerobe**, v. 7, n. 1, p. 25–35, 2001.

PETROZZI, S.; DUNN, I. J.; HEINZLE, E.; KUT, O. M. Carrier influence in anaerobic biofilm fluidized beds for treating vapour condensate from the sulphite cellulose process. **The Canadian Journal of Chemical Engineering**, v. 69, n. 2, p. 527–533, 1991.

PETROZZI, S.; KUT, O. M.; DUNN, I. J. Protection of biofilms against toxic shocks by the adsorption and desorption capacity of carriers in anaerobic fluidized bed reactors. **Bioprocess Engineering**, v. 9, n. 2–3, p. 47–59, 1993.

PITT, W. .; HANCHER, C. .; SCOTT, C. .; HSU, H. . Tapered fluidized-bed bioreactor: an improved device for continuous cultivation. **ICHe national meeting**, 1978.

RANGASAMY, P.; PVR, I.; GANESAN, S. Anaerobic tapered fluidized bed reactor for starch wastewater treatment and modeling using multilayer perceptron neural network. **Journal of Environmental Sciences**, v. 19, n. 12, p. 1416–1423, 2007.

RENOU, S.; GIVAUDAN, J. G.; POULAIN, S.; DIRASSOUYAN, F.; MOULIN, P. Landfill leachate treatment: Review and opportunity. **Journal of hazardous materials**, v. 150, n. 3, p. 468–93, 2008.

REYES-ALVARADO, L. C.; OKPALANZE, N. N.; KANKANALA, D.; et al. Forecasting the effect of feast and famine conditions on biological sulphate reduction in an anaerobic inverse fluidized bed reactor using artificial neural networks. **Process Biochemistry**, v. 55, p. 146–161, 2017.

RICHARDSON, J. F.; ZAKI, W. N. Sedimentation and fluidisation: Part I. **Chemical**

Engineering Research and Design, v. 75, n. 3, p. S82–S100, 1997.

RIETOW, J. C. **Avaliação do processo de arraste de amônia como pré-tratamento de lixiviado de aterro sanitário para codisposição em reatores anaeróbios tipo UASB tratando esgoto sanitário**. 208 f. Dissertação (mestrado em Engenharia de Recursos Hídricos e Ambiental, Setor de Tecnologia, Universidade Federal do Paraná, Curitiba (PR), 2018.

RINCÓN, B.; BORJA, R.; GONZÁLEZ, J. M.; PORTILLO, M. C.; SÁIZ-JIMÉNEZ, C. Influence of organic loading rate and hydraulic retention time on the performance, stability and microbial communities of one-stage anaerobic digestion of two-phase olive mill solid residue. **Biochemical Engineering Journal**, v. 40, n. 2, p. 253–261, 2008.

RIPLEY, L. E.; BOYLE, W. C.; CONVERSE, J. C. Improved alkalimetric monitoring for anaerobic digestion of high-strength wastes. **Journal (Water Pollution Control Federation)**, p. 406–411, 1986.

RIZVI, H.; AHMAD, N.; ABBAS, F.; et al. Start-up of UASB reactors treating municipal wastewater and effect of temperature/sludge age and hydraulic retention time (HRT) on its performance. **Arabian Journal of Chemistry**, v. 8, n. 6, p. 780–786, 2015.

ROCHA, M. C. V. DA. **Digestão anaeróbia de lixiviado de aterro sanitário: avaliação do bioaumento da microbiota autoimobilizada**. 123 f. Dissertação (mestrado em Engenharia de Recursos Hídricos e Ambiental, Setor de Tecnologia, Universidade Federal do Paraná, Curitiba (PR), 2011.

ROCHA, M. C. V. DA; BRAGA, S. M. B.; BRAGA, M. C. B. Evaluation of the Effects of Bioaugmentation on the Efficiency of Anaerobic Treatment of Landfill Leachate. **Journal of Solid Waste Technology and Management**, v. 43, n. 2, p. 137–144, 2017.

SANZ, I.; FDZ-POLANCO, F. Low temperature treatment of municipal sewage in anaerobic fluidized bed reactors. **Water Research**, v. 24, n. 4, p. 463–469, 1990.

SARAVANANE, R.; MURTHY, D. V. S.; KRISHNAIAH, K. Anaerobic fluidized bed degradation and the development of a kinetic model for a particulate organic matter enriched wastewater sludge. **Water, Air, and Soil Pollution**, v. 127, n. 1–4, p. 15–30, 2001.

SCHINK, B. Energetics of syntrophic cooperation in methanogenic degradation. **Microbiol. Mol. Biol. Rev.**, v. 61, n. 2, p. 262–280, 1997.

SEN, S.; DEMIRER, G. N. Anaerobic treatment of real textile wastewater with a fluidized bed reactor. **Water research**, v. 37, n. 8, p. 1868–78, 2003.

SHIEH, K.; SUTTON, P. .; KOS, P. Predicting reactor biomass concentration in a fluidized bed system. **J Water Pollut Control Fed**, v. 53, n. 11, p. 1574–1584, 1981.

SHIEH, W. K.; MULCAHY, L. T. Experimental Determination of Intrinsic Kinetic Coefficients for Biological Wastewater Treatment Systems. **Water science and technology**, v. 18, p. 1–10, 1986.

SHIN, C.; BAE, J.; MCCARTY, P. L. Lower operational limits to volatile fatty acid degradation with dilute wastewaters in an anaerobic fluidized bed reactor.

Bioresource Technology, v. 109, p. 13–20, 2012.

SHIN, C.; LEE, E.; MCCARTY, P. L.; BAE, J. Effects of influent DO/COD ratio on the performance of an anaerobic fluidized bed reactor fed low-strength synthetic wastewater. **Bioresource Technology**, v. 102, n. 21, p. 9860–9865, 2011.

SILVA, A. M. M.; FRUTUOSO, F. K. A.; FAUSTINO, F. W.; et al. Aclimação de lodo proveniente de reator UASB com efluente doméstico em sistema batelada. **Revista Eletrônica de Gestão e Tecnologias Ambientais**, p. 135–146, 2020.

SIQUEIRA, L. M.; DAMIANO, E. S. G.; SILVA, E. L. Influence of organic loading rate on the anaerobic treatment of sugarcane vinasse and biogás production in fluidized bed reactor. **Journal of Environmental Science and Health - Part A Toxic/Hazardous Substances and Environmental Engineering**, v. 48, n. 13, p. 1707–1716, 2013.

SONG, Z.; WILLIAMS, C. J.; EDYVEAN, R. G. J. Tannery Wastewater Treatment Using an Upflow Anaerobic Fixed Biofilm Reactor (UAFBR). **Environmental Engineering Science**, v. 20, n. 6, p. 587–599, 2003.

SOWMEYAN, R.; SWAMINATHAN, G. Performance of inverse anaerobic fluidized bed reactor for treating high strength organic wastewater during start-up phase. **Bioresource Technology**, v. 99, n. 14, p. 6280–6284, 2008a.

SOWMEYAN, R.; SWAMINATHAN, G. Evaluation of inverse anaerobic fluidized bed reactor for treating high strength organic wastewater. **Bioresource Technology**, v. 99, n. 9, p. 3877–3880, 2008b.

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

SREEKRISHNAN, T. R.; RAMACHANDRAN, K. B.; GHOSH, P. Effect of operating variables on biofilm formation and performance of an anaerobic fluidized-bed bioreactor. **Biotechnology and Bioengineering**, v. 37, n. 6, p. 557–566, 1991.

STEYER, J. P.; GENOVESI, A.; HARMAND, J. Advanced monitoring and control of anaerobic wastewater treatment plants: Fault detection and isolation. **Water Science and Technology**, v. 43, n. 7, p. 183–190, 2001.

STEYER, J. P.; ROLLAND, D.; BOUVIER, J. C.; MOLETTA, R. Hybrid fuzzy neural network for diagnosis - Application to the anaerobic treatment of wine distillery wastewater in a fluidized bed reactor. **Water Science and Technology**, v. 36, n. 6–7, p. 209–217, 1997.

STRONACH, SANDRA M.; DIAZ-BAEZ, M. C.; RUDD, T.; LESTER, J. N. Factors affecting biomass attachment during startup and operation of anaerobic fluidized beds. **Biotechnology and Bioengineering**, v. 30, n. 5, p. 611–620, 1987.

STRONACH, S. M.; RUDD, T.; LESTER, J. N. Start-up of anaerobic bioreactors on high strength industrial wastes. **Biomass**, v. 13, n. 3, p. 173–197, 1987.

SWITZENBAUM, M. S.; JEWELL, W. J. Anaerobic attached-film expanded-bed reactor treatment. **Journal (Water Pollution Control Federation)**, v. 52, n. 7, p. 1953–1965, 1980.

SWITZENBAUM, M. S.; SCHEUER, K. C.; KALLMEYER, K. E. Influence of materials and precoating on initial anaerobic biofilm development. **Biotechnology Letters**, v. 7, n. 8, p. 585–588, 1985.

SYAHRUL, S.; DINCER, I.; HAMDULLAHPUR, F. Thermodynamic modeling of fluidized bed drying of moist particles. **International Journal of Thermal Sciences**, v. 42, n. 7, p. 691–701, 2003.

TAZKIATURRIZKI, T.; RAHAYU, R.; PURWANINGRUM, P. Analysis of hydraulic retention time variation on the leachate treatment by using anaerobic fluidized bed reactor. **Journal of Physics: Conference Series**, v. 1402, n. 3, p. 0–6, 2019.

TOLDRÁ, F.; FLORS, A.; LEQUERICA, J. L.; VALLÉS, S. Fluidized bed anaerobic biodegradation of food industry wastewaters. **Biological Wastes**, v. 21, n. 1, p. 55–61, 1987.

TURAN, M.; GULSEN, H.; ÇELIK, M. S. Treatment of Landfill Leachate by a Combined Anaerobic Fluidized Bed and Zeolite Column System. **Journal of Environmental Engineering**, v. 131, n. 5, p. 815–819, 2005.

VANLIER, J. B.; REBAC, S.; LETTINGA, G. High-rate anaerobic wastewater treatment under psychrophilic and thermophilic conditions. **Water Science and Technology**, v. 35, n. 10, p. 199–206, 1997.

WANG, J.; LIU, X. Treatment of the real boiler cleaning wastewater in an anaerobic fluidized bed microbial fuel cell: Organic matter degradation, bioelectrochemistry, and kinetics. **Canadian Journal of Chemical Engineering**, v. 97, n. 12, p. 2994–3001, 2019.

WANG, S.; GUO, S.; GAO, J.; et al. Simulation of flow behavior of liquid and particles in a liquid-solid fluidized bed. **Powder Technology**, v. 224, p. 365–373, 2012.

WEBER, M. I. **Avaliação da eficiência de um reator anaeróbio de leito fluidizado para o tratamento de resíduos líquidos da indústria de refrigerantes**. 166 f. Dissertação (mestrado em Engenharia de Recursos Hídricos e Ambiental, Setor de Tecnologia, Universidade Federal do Paraná, Curitiba (PR), 2006.

WEILAND, P. Biogas production: Current state and perspectives. **Applied Microbiology and Biotechnology**, v. 85, n. 4, p. 849–860, 2010.

WINGENDER J., NEU T.R., F. H. What are Bacterial Extracellular Polymeric Substances? In: Springer (Org.); **Microbial Extracellular Polymeric Substances**. p.156–163, Berlin. 1999.

WU, B.; LI, Y.; LIM, W.; et al. Single-stage versus two-stage anaerobic fluidized bed bioreactors in treating municipal wastewater: Performance, foulant characteristics, and microbial community. **Chemosphere**, v. 171, p. 158–167, 2017.

XING, W.; NGO, H. H.; GUO, W.; et al. Enhancement of the performance of anaerobic fluidized bed bioreactors (AFBBRs) by a new starch based flocculant. **Separation and Purification Technology**, v. 72, n. 2, p. 140–146, 2010.

YANG, P.; PENG, Y.; TAN, H.; et al. Foaming mechanisms and control strategies during the anaerobic digestion of organic waste: A critical review. **Science of the Total**

Environment, v. 779, n. 174, 2021.

YEE, C. J.; HSU, Y.; SHIEH, W. K. Effects of microcarrier pore characteristics on methanogenic fluidized bed performance. **Water Research**, v. 26, n. 8, p. 1119–1125, 1992.

YESHANEW, M. M.; FRUNZO, L.; LUONGO, V.; et al. Start-up of an anaerobic fluidized bed reactor treating synthetic carbohydrate rich wastewater. **Journal of Environmental Management**, v. 184, p. 456–464, 2016.

YODA, M.; KITAGAWA, M.; MIYAJI, Y. Long term competition between sulfate-reducing and methane-producing bacteria for acetate in anaerobic biofilm. **Water Research**, v. 21, n. 12, p. 1547–1556, 1987.

YOUNG, J. C.; MCCARTY, P. L. THE ANAEROBIC FILTER FOR WASTE TREATMENT. **Water Pollution Control Federation**, v. 41, n. 5, p. 160–173, 1969.

ZHANG, W.; XIE, Q.; ROUSE, J. D.; QIAO, S.; FURUKAWA, K. Treatment of high-strength corn steep liquor using cultivated polyvinyl alcohol gel beads in an anaerobic fluidized-bed reactor. **Journal of bioscience and bioengineering**, v. 107, n. 1, p. 49–53, 2009.

ZICKEFOOSE, C.; HAYES, R. Operations Manual - Anaerobic Sludge Digestion. , 1976.

ZINDER, S. H.; CARDWELL, S. C.; ANGUISH, T. Methanogenesis in a thermophilic (58°C) anaerobic digester: Methanotrix sp. as an important aceticlastic methanogen. **Applied and Environmental Microbiology**, v. 47, n. 4, p. 796–807, 1984.

ZITOMER, D. H.; TONUUK, G. U. Propylene glycol deicer biodegradation kinetics: Anaerobic complete-mix stirred tank reactors, filter and fluidized bed. **Journal of Environmental Engineering**, v. 129, n. 2, p. 123–129, 2003.

ANEXO I - MATERIAL REFERENTE AO REATOR ANAERÓBIO DE LEITO FLUIDIZADO ESCALA SEMI PILOTO

1. MATERIAL E MÉTODOS

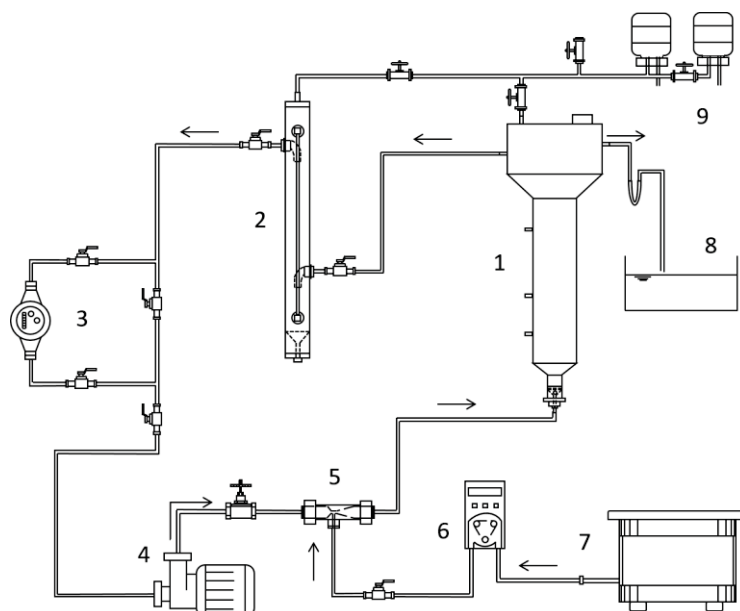
1.1 Reator anaeróbico de leito fluidizado escala semi-piloto

Na FIGURA AI-1 é apresentado o esquema do sistema anaeróbico de leito fluidizado, escala semi-piloto, operado para o desenvolvimento desta pesquisa.

O sistema é composto pelo reator de leito fluidizado, decantador secundário, sistema de medição de vazão, bomba peristáltica para alimentação e bomba centrífuga para recirculação. As ligações entre os equipamentos foram realizadas por mangueiras de silicone e plástico, de 1,5 cm (5/8") e 1,27 cm (1/2"), respectivamente.

O volume total do sistema é de, aproximadamente, 20 L. Para facilitar a montagem e a desmontagem dos equipamentos e de suas ligações, válvulas esfera foram utilizadas em diversos pontos do sistema. Por outro lado, para melhor controle da vazão aplicada ao sistema, uma válvula globo foi instalada após a bomba de recirculação.

FIGURA AI-1 - REPRESENTAÇÃO ESQUEMÁTICA DO SISTEMA ANAERÓBIO DE LEITO FLUIDIZADO ESCALA SEMI-PILOTO

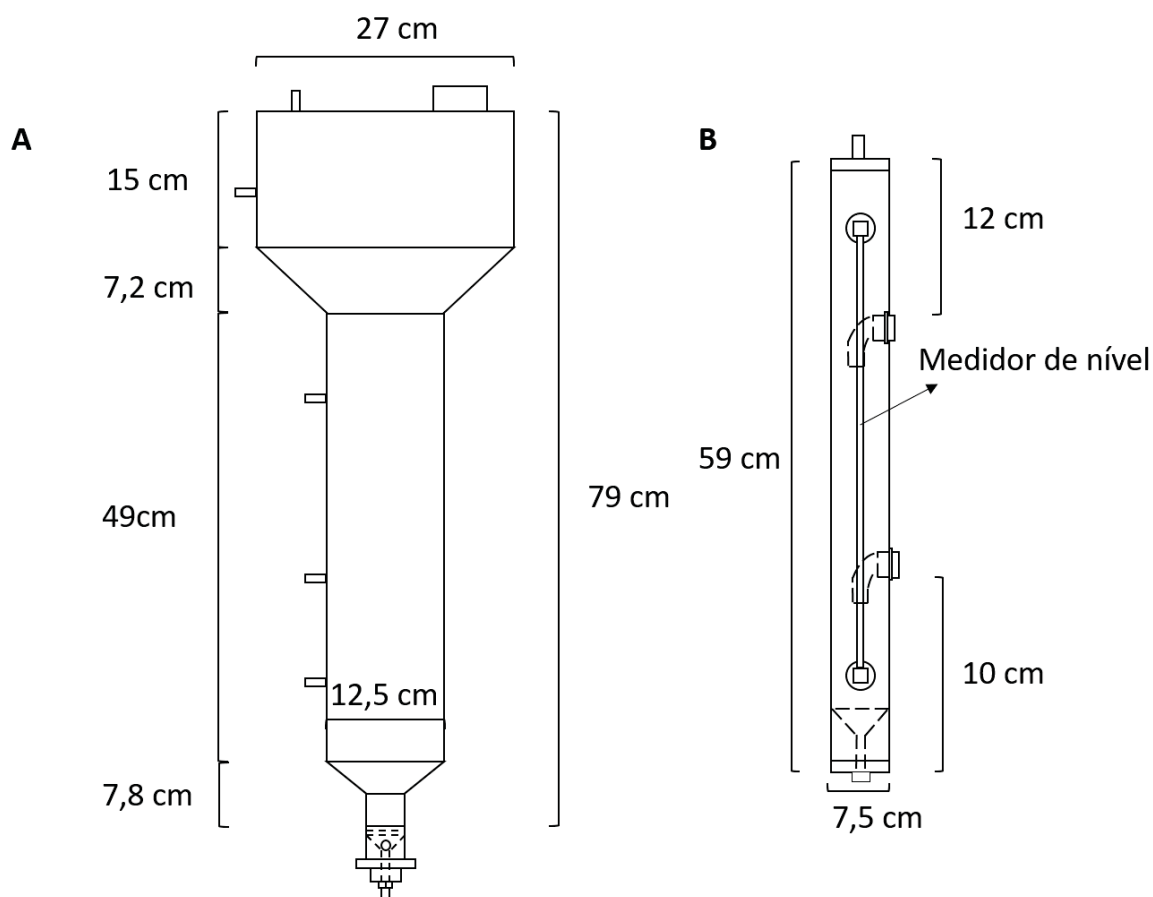


FONTE: O Autor (2019)

Legenda: 1- reator anaeróbico de leito fluidizado, 2- decantador secundário, 3- medidor de vazão 4- bomba de recirculação, 5- tubo de mistura, 6- bomba de alimentação, 7- reservatório de alimentação, 8- reservatório de saída, 9- sistema de medição de biogás. As setas indicam o sentido do escoamento

O reator de leito fluidizado operado nesta pesquisa foi o mesmo utilizado por Weber (2006) e Moraes, Braga e Braga (2017), conforme apresentado na FIGURA AI-1 e, em detalhe, na FIGURA AI-2. A partir deste ponto, o reator será também denominado RanLFsp, sendo composto por uma seção cilíndrica com 12,5 cm de diâmetro e 49 cm de altura, com volume total para fluidização de 6 L. A área da seção transversal cilíndrica é 122,72 cm². Na parte superior do cilindro é acoplado um decantador primário, com altura de 22,2 cm e diâmetro inferior e superior de 12,5 cm e 27 cm, respectivamente, o que resulta em um volume total de decantação de 10,9 L. O decantador primário é responsável por manter o material suporte e, futuramente, a biopartícula, no interior do reator anaeróbio de leito fluidizado. O RanLFsp foi inteiramente construído em acrílico.

FIGURA AI-2 - DETALHES DAS DIMENSÕES DE COMPONENTES DO SISTEMA



Legenda: A) reator anaeróbio de leito fluidizado semi-piloto; B) decantador secundário

O reator de leito fluidizado possui um volume total e útil de, aproximadamente, 16,9 L e 13,3 L, respectivamente. Possui, ainda, três saídas para retiradas de

amostras. São localizadas a 8,5 cm, 20 cm e 40 cm da base. Todos os bocais do reator são de 1 cm.

Decantador secundário

O decantador secundário foi concebido e construído em PVC para garantir que não houvesse arraste do material suporte para a bomba de recirculação (SHIEH et al., 1981; DUPPENBECKER e CORNEL, 2016), conforme FIGURA AI-2B. Possui volume total de, aproximadamente, 2,6 L, diâmetro médio de 7,5 cm e altura de 59 cm. A entrada é realizada a 10 cm da base e a saída a 12 cm do topo. Ainda, no topo, foi instalado um pequeno tubo, com 1 cm de diâmetro, que opera como respiro do decantador e que, futuramente, será utilizado para retirada do biogás que possa ser arrastado do reator. A configuração cônica (45°) na base do decantador foi projetada para facilitar a sedimentação de eventuais sólidos arrastados do reator.

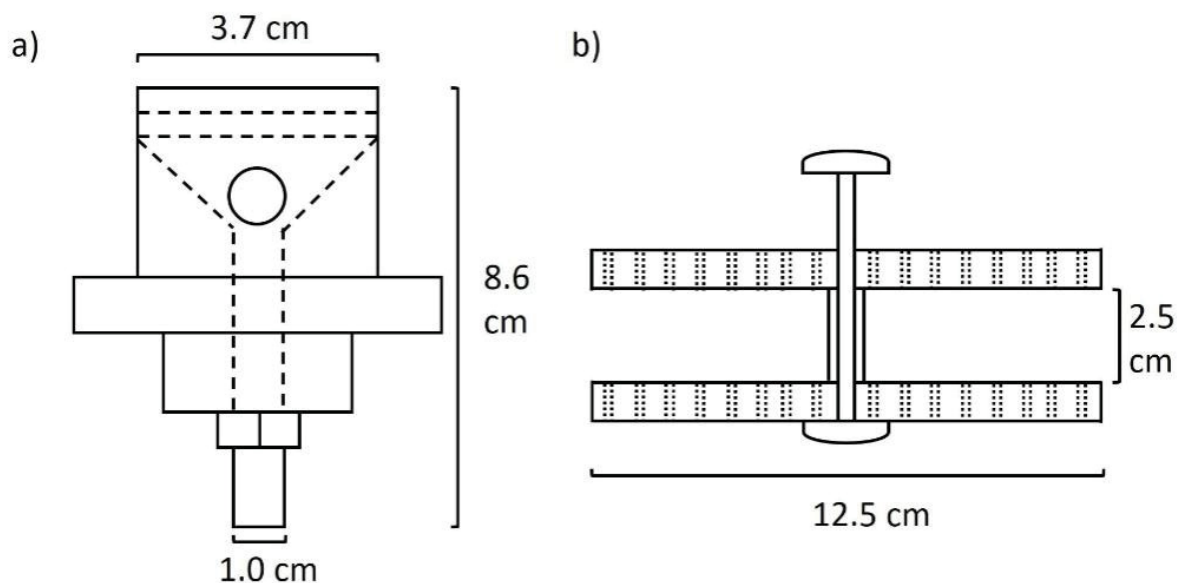
Distribuição de fluxo

Para proporcionar distribuição uniforme do fluxo, foram concebidos dois distribuidores, construídos em acrílico, previamente utilizados por Moraes (2016).

O primeiro, instalado na base do reator, consiste em um distribuidor de fluxo cônico (45°), com uma placa perfurada instalada no topo, com orifícios de 2 mm de diâmetro, e apresentando na parte inferior da FIGURA AI-2A e em detalhes na FIGURA AI-3a. Para a retenção do fluxo de retorno, em caso de desligamento do equipamento, no interior do distribuidor de fluxo foi instalada uma esfera de vidro com diâmetro de 1,2 cm.

O segundo distribuidor (DS) foi instalado na região cilíndrica do reator, e apresentado em detalhes na FIGURA AI-3b. Consiste de duas placas perfuradas, com orifícios de 2 mm de diâmetro, espaçadas entre si por 2,5 cm. A altura total é de 4,5 cm. Além disso, pedras de aluvião (PA) foram utilizadas para aumentar ainda mais a aleatoriedade do fluxo ascensional, com diâmetro de 0,5 a 3 cm.

FIGURA AI-3 - DETALHES DO DISTRIBUIDOR DE FLUXO



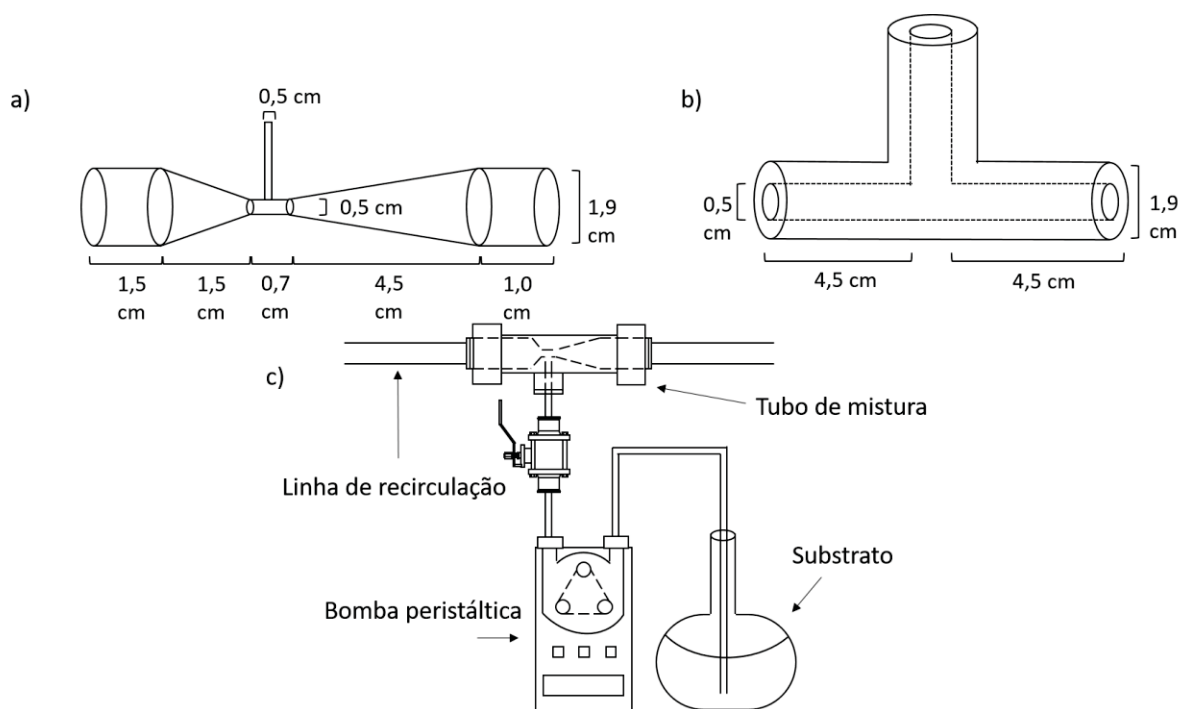
Legenda: A) primário B) secundário

Bombas de alimentação e recirculação e Tubo de mistura

Para a alimentação é utilizada uma bomba peristáltica (modelo LDP 101-3, marca TECHNOPON), enquanto para recirculação é utilizada uma bomba centrífuga (modelo CM, marca GRUNDFOS). Em função da elevada razão de recirculação RR ($Vazão_{Recirculação}/Vazão_{saída}$) planejada para esse estudo, de 500-8000, foram avaliados dois sistemas de mistura de fluxos, para testar a possibilidade de refluxo da corrente de maior vazão, ou seja, linha de recirculação, para a de menor vazão, linha de alimentação.

Primeiramente, foi avaliado um tubo Venturi para mistura, conforme apresentado na FIGURA AI-4a, que possui uma saída de líquido de 1,9 cm, e duas entradas, de 1,9 cm e 0,5 cm. Essa última serve para injeção do substrato à linha de recirculação e, a partir do princípio da *vena contracta*, cria-se um espaço de menor pressão no local de menor área transversal, que pode ser ideal para a alimentação da bomba peristáltica. Na sequência, foi avaliado um tubo T de mistura, com área transversal constante, com diâmetro interno de 0,5 cm e conforme apresentado na FIGURA A4b. Na FIGURA AI-4c é apresentado o esquema de instalação dos misturadores.

FIGURA AI-4 - REPRESENTAÇÃO ESQUEMÁTICA DOS SISTEMA DE ALIMENTAÇÃO E MISTURA

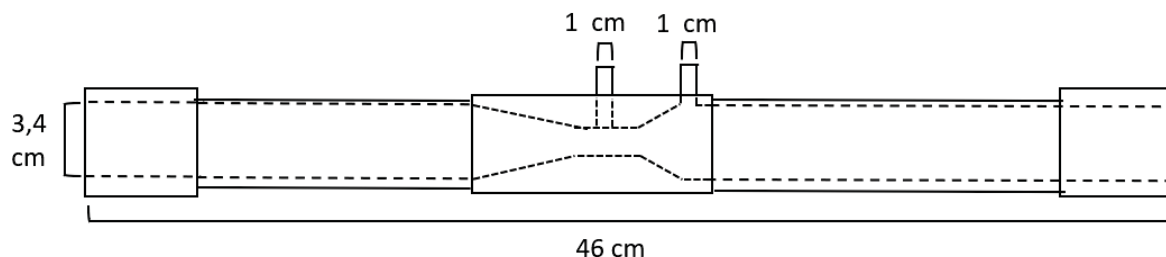


Legenda: A) tubo Venturi de mistura; B) tubo T de mistura C) mistura entre as linhas de alimentação e recirculação

Medição de vazão

Para a medição de vazão foram avaliados dois sistemas. Primeiramente, foi avaliado um tubo Venturi (FIGURA AI-5), previamente construído e calibrado por Moraes, Braga e Braga (2017).

FIGURA AI-5 - TUBO VENTURI PARA MEDIÇÃO DE VAZÃO



A vazão é medida pela diferença de altura do mercúrio em uma coluna. O cálculo da vazão, determinada após calibração, é apresentado na Equação (A1):

$$Q=0,2491 \cdot (\Delta P)^{0,5042} \quad (A1)$$

em que: Q é a vazão observada, em m³/h, e ΔP é a diferença de pressão correspondente, em mmHg.

Também foi avaliado o desempenho de um hidrômetro (marca Itrón, modelo Unimag), com capacidade máxima de 1,5 m³/h. Este equipamento foi instalado em paralelo à tubulação, para ser utilizado apenas quando fosse necessária a verificação da vazão, e para proteger o equipamento da contínua exposição ao líquido, o qual futuramente, será lixiviado que pode conter sólidos suspensos. Ambos os sistemas foram operados para uma mesma faixa de vazão, de aproximadamente 0,15 m³/h a 1 m³/h.

Material suporte

O material suporte utilizado para os testes de fluidização no RanLFsp foi areia, adquirida de diferentes origens: utilizada na construção civil (CC) e utilizada em filtros de areia de água (FA). As granulometrias avaliadas para a areia CC são as mesmas definidas para o RanLFb. A areia FA foi avaliada sem nenhum peneiramento. A faixa granulométrica utilizada foi de 500-1000 µm.

A densidade do grão de areia de CC determinada foi de 2690 kg/m³, enquanto a FA de 2670 kg/m³.

Preenchimento do sistema

Como se pretende montar um sistema anaeróbio, é importante que ele seja livre de vazamentos e entradas de oxigênio no processo. Assim, foram avaliadas duas formas de montagem e preenchimento do sistema. O primeiro, denominado a partir deste ponto como ME1, consiste na montagem de todo o sistema com suas conexões, e por fim, o enchimento com água por meio da bomba de recirculação. Nesse caso, foi simulado a partida do processo, e buscou-se avaliar se o fluido estava escoando por toda a extensão do sistema. No segundo, denominado de ME2, o sistema foi fechado com válvulas, seus componentes preenchidos com água, e por fim as mangueiras foram conectadas. Nesse caso, eventuais paradas de manutenção foram simuladas.

1.2 Testes Hidráulicos aplicados ao RanLFsp

No QUADRO AI-1 são apresentadas as principais características dos testes hidráulicos aplicados no sistema de leito fluidizado escala semi-piloto. Após o teste de vedação, e anterior a cada outro teste, esperava-se a estabilização do sistema, por

aproximadamente 30 minutos. Água foi utilizada como o líquido de alimentação/circulação durante os testes hidráulicos.

QUADRO AI-1 - CARACTERÍSTICAS DOS TESTES HIDRÁULICOS APLICADOS AO SISTEMA DE LEITO FLUIDIZADO ESCALA SEMI PILOTO

	Teste de vedação e amostragem	Teste de arraste	Teste de vazão	Teste de mistura	Teste de fluidização
Objetivo	Identificar existência de vazamento ou entrada de oxigênio	Identificar arraste de material sólido	Comparar os dois mecanismos de medição de vazão	Examinar o comportamento dos tubos de mistura	Avaliar a fluidização
Vazão bomba centrífuga (m³/h)	0,15 – 1	1	0,15- 1	0,15- 1	0,15-0,8
Origem da areia	CC/FA	CC/FA	CC/FA	CC	CC/FA
Diâmetro da areia (µm)	357	357 e 505 500-1000	357	357 e 505	357 e 505 500-1000
Quantidade de areia (V_{MS}/V_{útil})	20% e 40%	20% e 40%	20% e 40%	20% e 40%	20% e 40%
Montagem e Preenchimento	ME1/ME2	ME2	ME2	ME2	ME2
Medição de vazão	Venturi/hidrômetro	Hidrômetro	Venturi/hidrômetro	Hidrômetro	Hidrômetro
Distribuidores utilizados	DS/PA	DS/PA	DS/PA	PA	DS/PA
Tempo dos testes	~30 min por vazão aplicada	~30 min para cada granulometria	~3 min para cada vazão	~5 min para cada vazão	~10 min para cada vazão e granulometria
Método	Visual e aplicação de corante fluorescente (Yamalux, Yamatec), além de retirada de material suporte do reator	Pesagem do material suporte do decantador secundário	Medição das vazões pelos dois métodos	Observação do comportamento dos tubos de mistura com diferentes vazões (bomba peristáltica com vazão fixa de 3L/d)	Aplicação de diferentes vazões para diferentes tamanhos de grão de areia

Legenda: ME1 e ME2 métodos de montagem e preenchimento 1 e 2, respectivamente; DS é distribuidor secundário; PA pedra de aluvião; CC areia da construção civil; FA areia utilizada em filtros; V_{MS}/V_{útil} é a razão do volume de material suporte alimentado por volume útil do reator

As porosidades das areias CC utilizadas são as mesmas utilizadas para o reator em escala de bancada. Para a areia FA (filtro de areia), a porosidade foi de 0,47. Foram realizadas também as curvas granulométricas para as areias utilizadas.

Além das diferentes granulometrias, foram avaliadas diferentes quantidades de areia adicionadas ao reator. Esta quantidade foi calculada em função da razão entre o volume ocupado pelo material suporte e o volume útil do reator (V_{MS}/V_{útil}).

Foram avaliadas as relações ($V_{MS}/V_{\text{útil}}$) de 20% (YESHANEW et al., 2016) e 40% (OLIVEIRA et al., 2010). Para a condição de 20% ($V_{MS}/V_{\text{útil}}$), foi adicionado aproximadamente 2,2 kg de areia, enquanto para 40% ($V_{MS}/V_{\text{útil}}$), aproximadamente 3,9 kg. A massa não é proporcional pois uma quantidade diferente de pedras de aluvião foi utilizada para cada teste. O volume útil para fluidização considerado para esta pesquisa foi equivalente ao volume da seção cilíndrica, ou seja, 6 L. A velocidade de fluidização foi calculada a partir da área da seção cilíndrica do reator, igual a 122,72 cm². A velocidade mínima de fluidização foi calculada a partir de equação de Ergun. A viscosidade e densidade da água utilizada foram de $1,02 \cdot 10^{-3}$ Pa.s e 998,23 kg/m³, respectivamente.

1.3 Análise estatística

Primeiramente, foram realizadas a estatística descritiva dos dados, por análise da média e desvio padrão das amostras. A análise de variância, ANOVA, foi realizada para verificar se houve diferença estatística significativa entre conjunto de dados, para um nível de confiança de 95%, como apresentado e contextualizado no QUADRO AI-2. O *software* Originlab 9 foi utilizado para a realização dos cálculos.

Na interpretação dos resultados do teste ANOVA, é importante a identificação das seguintes variáveis: F_c (valor crítico) é referente ao valor tabelado que relaciona o número de graus de liberdade do fator avaliado com o valor do erro resultante. Essa variável pode ser apresentada com os subscritos que indicam o nível de confiança, o número de graus de liberdade do fator analisado e o número de graus de liberdade do erro ($F_{0,05;a,b}$). F_0 é o valor resultante da razão da soma dos quadrados do fator analisado pela soma dos quadrados do erro. Dessa forma, para as análises realizadas no QUADRO AI-2, se o valor de F_0 for maior que o F_c , e o valor de p menor que 0,05, então existe diferença estatisticamente significativa entre os fatores, e consequentemente o fator influencia na variável resposta. Se o valor de F_0 e F_c foram próximos, e o valor de p próximo de 0,05, não se pode definir se o fator influencia na variável resposta.

Na interpretação dos resultados do teste ANOVA, é importante a identificação das seguintes variáveis: F_c (valor crítico) é referente ao valor tabelado que relaciona o número de graus de liberdade do fator avaliado com o valor do erro resultante. Essa variável pode ser apresentada com os subscritos que indicam o nível de confiança, o

número de graus de liberdade do fator analisado e o número de graus de liberdade do erro ($F_{0,05;a;b}$). F_0 é o valor resultante da razão da soma dos quadrados do fator analisado pela soma dos quadrados do erro. Dessa forma, para as análises realizadas no QUADRO AI-2, se o valor de F_0 for maior que o F_C , e o valor de p menor que 0,05, então existe diferença estatisticamente significativa entre os fatores, e conseqüentemente o fator influencia na variável resposta. Se o valor de F_0 e F_C foram próximos, e o valor de p próximo de 0,05, não se pode definir se o fator influencia na variável resposta.

QUADRO AI-2 - FATORES AVALIADOS E VARIÁVEIS RESPOSTA PARA ANÁLISE ANOVA

	Fatores avaliados	Variável resposta
RanLFsp	$(V_{Ms}/V_{Útil})$ e u_{op}	IF
	Medidor de vazão e rotação da bomba	Vazão

2. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Montagem do sistema e teste de vedação

Foi observado que no método de montagem e enchimento ME1, apesar de mais prático, acumulou-se grande quantidade de bolhas no sistema, o que dificultou a sua operação de forma rápida e direta. Também foi observado que a bomba de recirculação não trabalhou na condição ideal, pois acumulava-se ar em seu interior.

Para o método ME2, apesar da montagem do sistema ser mais lenta que o ME1, foi observado uma quantidade menor de bolhas e, assim, gastava-se um tempo menor para sua retirada. O tempo médio de montagem do sistema ME2 foi de aproximadamente 40 minutos, enquanto para o ME1 foi de 30 minutos. A retirada de bolhas demorou, em média, 30 minutos para o ME2, e superior a 1 hora para o ME1.

Para a retirada de bolhas, em ambos os métodos, aumentava-se a vazão do sistema por alguns minutos, e subseqüentemente, abria-se as válvulas de respiro que se encontram no topo do reator e decantador secundário. No QUADRO AI-3 são apresentadas algumas características observadas com o aumento da vazão no sistema.

A partir dessas observações, determinou-se que o método ME2 é mais adequado e prático, em função da menor formação de bolhas de ar no sistema, e aplicado na montagem e enchimento do sistema nos demais ensaios.

QUADRO AI-3 - OBSERVAÇÕES NA RETIRADA DE BOLHAS DO SISTEMA SEMI-PILOTO DE FLUIDIZAÇÃO

Vazão (m ³ /h)	Comentários
Partida (0,15-1)	A vazão de recirculação era aumentada e reduzida, até o término do fluxo de bolhas pequenas, e estabilização do sistema. Foi observado o fluxo de bolhas durante vários minutos de operação (<30 minutos para ME2; < 1 hora para o ME1)
0,15-0,52	Não foi observado arraste de bolhas no sistema
0,62-0,70	Arraste de pequenas bolhas que ainda estavam acumuladas no sistema
>0,70	Arraste de algumas bolhas maiores (>1cm) que estavam presas no interior dos equipamentos

Os testes de vedação foram realizados a cada montagem do sistema. Foi observado, já nas primeiras vazões aplicadas, vazamento entre as válvulas de metal e as conexões de plástico. Assim, uma alternativa para contornar esse problema foi a utilização de uma quantidade maior de material de vedação nas roscas. Este vazamento não poderia acontecer se as juntas fossem soldadas em vez de rosqueadas. Para solucionar o problema das mangueiras, a bitola foi alterada de 1,27 cm (1/2") para 1,9 cm (3/4"), e as mesmas foram fixadas com braçadeiras plásticas. Deste ponto em diante, nenhum vazamento foi observado entre as conexões.

Foram observados também vazamentos no corpo de acrílico do leito do reator. Neste caso, clorofórmio foi utilizado com sucesso para parar os vazamentos durante os testes hidráulicos. No entanto, no processo de inoculação do RanLFsp para sua partida, foi observado o reaparecimento desses vazamentos pelo corpo de acrílico, porém em maior quantidade.

Nos testes de amostragem, foi retirado do reator material suporte de 357 µm, para as vazões de 0,2 e 0,5 m³/h da bomba de recirculação. Como as saídas para amostragem eram fechadas com mangueiras e grampos, a retirada do material suporte não foi devidamente controlada, o que causou um fluxo intenso do líquido e areia para fora do reator. Uma quantidade considerável de areia foi retirada por amostragem (>10 g), em poucos segundos de abertura dos grampos. Considerando que este sistema está sendo testado para operar como um reator anaeróbico de leito fluidizado na próxima fase da pesquisa, o material de suporte substituído sem biofilme aderido pode estar sujeito à estratificação do leito.

Assim, em função dessas observações, sugere-se a instalação de válvulas esfera acopladas às saídas laterais. Esta opção pode permitir uma amostragem

adequada do meio (partícula mais biofilme) e também evitar interferências na dinâmica do sistema.

Teste de arraste e vazão

Foram realizados os testes de arraste para todas as quantidades e tamanhos de grãos de areia. Para todas as vazões aplicadas, a massa de areia retirada do decantador secundário foi inferior a 1 grama. Esse valor equivale à 0,05% da areia alimentada, para a o caso do reator alimentando com 20% ($V_{MS}/V_{útil}$), e 0,02% para a situação de 40% ($V_{MS}/V_{útil}$).

Para a areia FA, observou-se um acúmulo no decantador primário quando a vazão aplicada foi superior a 0,8 m³/h, porém sem acréscimo de massa observada no decantador secundário.

Assim, mostra-se a importância do uso do decantador secundário, pois mesmo sendo uma pequena fração de areia acumulada no equipamento, essa poderia recircular continuamente pelo sistema, podendo provocar danos à bomba, ou entupimento de mangueiras ou conexões.

Os resultados das medições de vazão produzidas pelo tubo Venturi e pelo hidrômetro são apresentados na FIGURA A1-6. A linha azul indica as condições experimentais em que as medidas do hidrômetro e do Venturi seriam as mesmas. Portanto, os valores abaixo da linha azul indicam que a vazão medida pelo hidrômetro foi superior à registrada pelo Venturi e vice-versa.

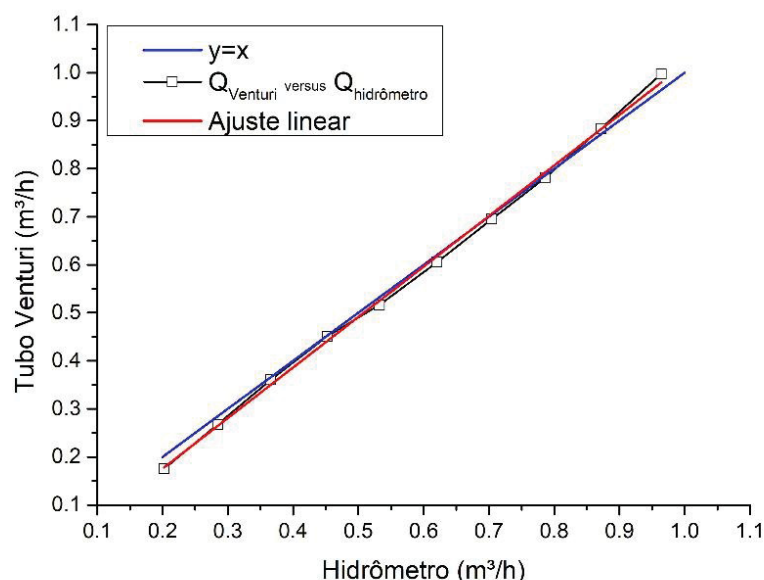
No caso do tubo Venturi, para vazões de até 0,3 m³/h, foi observado uma diferença mínima de altura na coluna de mercúrio, de 1 mm a 2 mm. Vale ressaltar que até essa vazão, todas as medidas foram precisas (D.P = 0). No entanto, como resultado das limitações de medição da coluna, as leituras não eram necessariamente exatas. Flutuações intensas foram observadas para vazões superiores a 0,7 m³/h. As imprecisões de leitura podem ter sido o resultado do intervalo de 1 mm na coluna. Assim, como resultado dessas observações, pode-se apontar que o Venturi pode ser usado com sucesso para medições de vazões na faixa de 0,3 m³/h e 0,7 m³/h.

A próxima etapa dos testes foi a verificação da vazão com o hidrômetro. Os resultados do desvio padrão permitem afirmar que este dispositivo é o mais adequado para as condições experimentais adotadas na pesquisa. Porém, visando as melhores condições de operação, sugere-se que este dispositivo de leitura da vazão seja

instalado após o decantador secundário em paralelo com a linha de recirculação do fluxo.

Ainda, com base nos resultados produzidos pelo teste ANOVA, pode-se ressaltar que, para a faixa de vazão avaliada, foram encontradas diferenças estatisticamente significativas entre os resultados obtidos para os dois instrumentos de medição apresentados com um nível de confiança de 95%. Na interação entre o dispositivo de vazão utilizado e o aumento na rotação da bomba, os valores observados foram de: 2,45 para F_0 , 2,12 para $F_{0,05; 9; 40}$ e 0,02 para p .

FIGURA AI-6 - MEDIÇÕES DE VAZÃO PELO HIDRÔMETRO E PELO TUBO VENTURI



Teste de mistura

Primeiramente, para garantir o escoamento do fluido de alimentação pelo leito fluidizado, decidiu-se que o melhor local para localizar o tubo de mistura seria entre a saída da bomba centrífuga e a entrada do reator (FIGURA AI-1).

Posteriormente, o tubo Venturi foi testado como tubo de mistura. É importante mencionar que não foi observado refluxo da linha de recirculação de fluxo para a linha de alimentação de fluxo relacionada à bomba peristáltica. Esta bomba operou a uma taxa de fluxo fixa de $1,25 \times 10^{-4}$ m³/h (0,125 L/h). Porém, quando vazões superiores a 0,29 m³ / h foram aplicadas na linha de recirculação, foi observado a sucção de um volume adicional pela linha de alimentação. Vale ressaltar que para as vazões de

recirculação de 0,29 m³/h, 0,36 m³/h e 0,43 m³/h, vazões adicionais de 0,44 L/h ± 0,04, 0,93 L/h ± 0,09 e 2,1 L/h ± 0,09, respectivamente, foram observadas. Esses valores são 13 a 16 vezes maiores que os pré-definidos para a bomba de alimentação. Portanto, para evitar erros na determinação da vazão de alimentação, é possível apontar que o Venturi não pode ser utilizado adequadamente como tubo misturador.

Na etapa seguinte, o tubo T foi avaliado como parte da unidade de mistura. Nesse ponto, é importante ressaltar que nem refluxo nem sucção de volume adicional foi observado em associação com as vazões aplicadas ao sistema. Dessa forma, o tubo em T foi considerado uma opção adequada para ser utilizada na alimentação do substrato na próxima etapa da pesquisa, na qual se destina ao tratamento de águas residuárias em condições anaeróbias. É importante mencionar também que, em uma etapa futura desta pesquisa, o Venturi poderá ser utilizado para fornecer soluções adicionais ao sistema, como fonte de carbono ou até mesmo alcalinidade. Este dispositivo não requer bombeamento quando a bomba centrífuga está trabalhando a uma vazão próxima a 0,29 m³/h. Este dispositivo também pode ser utilizado para pulverizar nitrogênio no reator a fim de garantir condições anaeróbias (STRONACH, et al. 1987) ou, por outro lado, se o sistema estiver sendo operado em condições aeróbias, a suplementação de oxigênio.

Teste de fluidização

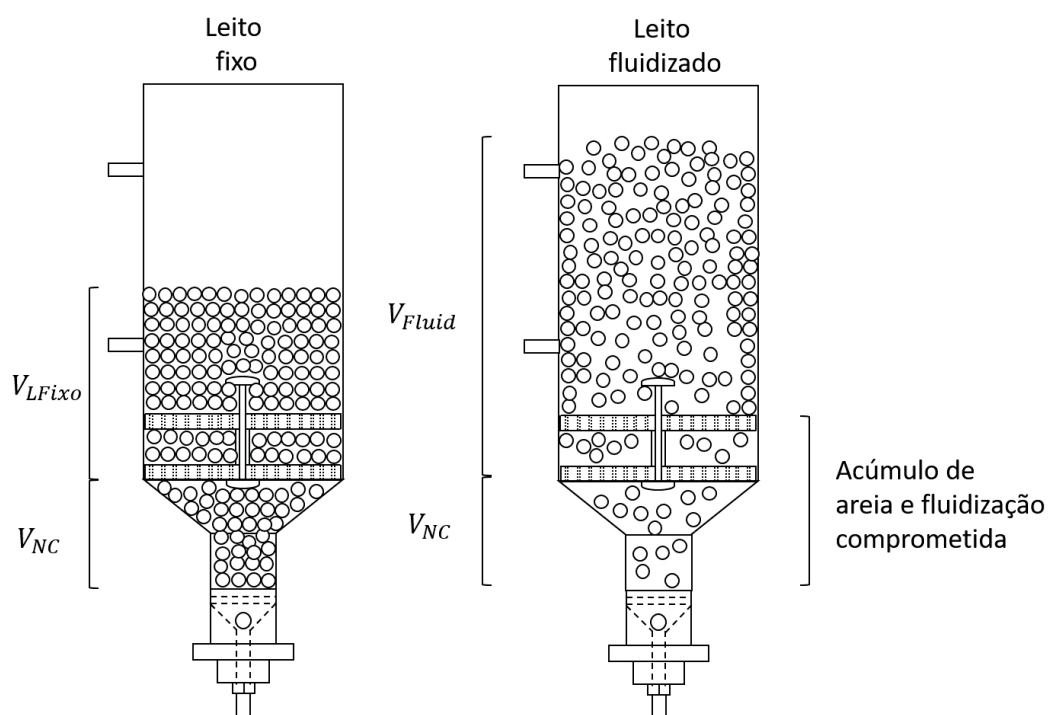
Como definido anteriormente, a altura do leito fixo e do leito fluidizado são avaliadas a partir do início da seção cilíndrica do RanLFsp. Conseqüentemente, a velocidade de fluidização (também definida como velocidade de operação) é calculada em relação a área da seção transversal da região cilíndrica. Para melhor entendimento, o texto foi dividido em subitens.

A) Primeiramente, foram realizados alguns testes de fluidização com o distribuidor secundário (FIGURA AI-3b). Apesar de melhorar a distribuição do fluxo, observou-se uma grande quantidade de areia acumulada entre as duas placas do distribuidor secundário, e na seção cônica entre o distribuidor primário e secundário, como apresentado na FIGURA AI-7. Essa quantidade de areia foi equivalente a aproximadamente a 0,3 L, o que corresponde a 5% da seção de fluidização. Como resultado, a fluidização ao longo de todo o volume do leito foi impactada. A partir

dessas observações, optou-se pela não utilização do distribuidor secundário nos testes posteriores.

B) Posteriormente, a distribuição do fluxo foi avaliada com aplicação de pedras de aluvião. A homogeneidade do escoamento foi semelhante à do distribuidor secundário, porém, com menor quantidade de areia acumulada nos interstícios entre as pedras. Assim, o próximo passo foi a avaliação da velocidade mínima de fluidização utilizando apenas pedras de aluvião sem o distribuidor secundário.

FIGURA AI-7 - ESQUEMA DA FLUIDIZAÇÃO DO RanLFsp COM DISTRIBUIDOR SECUNDÁRIO



Legenda: $V_{L\text{Fixo}}$ – volume do leito fixo; V_{Fluid} – volume do leito fluidizado; V_{NC} – volume não computado do leito fixo e fluidizado;

C) As velocidades mínimas de fluidização, teórica (u_{mft}) e experimental (u_{mfe}), são apresentadas na TABELA AI-1, para cada caso avaliado.

A diferença entre as velocidades experimentais e teóricas pode estar associada à esfericidade de 0,7 adotada ou pode estar relacionada à não uniformidade do material de suporte. Além disso, a velocidade de fluidização mínima experimental foi determinada pela visualização da agitação inicial do material suporte e não pela queda de pressão no leito, como normalmente praticado. No entanto, por se tratar de uma estimativa, os valores determinados pela Equação de Ergun são

próximos aos determinados experimentalmente e, portanto, sugerem que podem ser utilizados para o escalonamento de processos de fluidização.

TABELA AI-1 - VELOCIDADES MÍNIMAS DE FLUIDIZAÇÃO PRÁTICA E TEÓRICA PARA O RanLFsp

Diâmetro médio geométrico (μm)	357		505		1000	
Leito fixo ($V_{MS}/V_{\text{útil}}$)	20%	40%	20%	40%	20%	40%
u_{mft} (m/h)	7,7		13,8		39,5	
u_{mfe} (m/h)	8,4 \pm 0,25	8,6 \pm 0,30	9,2 \pm 0,70	10,1 \pm 0,37	28,8 \pm 1,4	32,2 \pm 1,06
Erro* (%)	9,1 \pm 3,2	11,8 \pm 3,9	33,7 \pm 5,0	26,6 \pm 2,7	27,2 \pm 3,5	18,4 \pm 2,7

Nota: Para a areia FA, o cálculo da velocidade mínima de fluidização foi realizado com diâmetro médio de 1000 μm . *Erro entre a velocidade de fluidização mínima teórica e a velocidade de fluidização mínima experimental

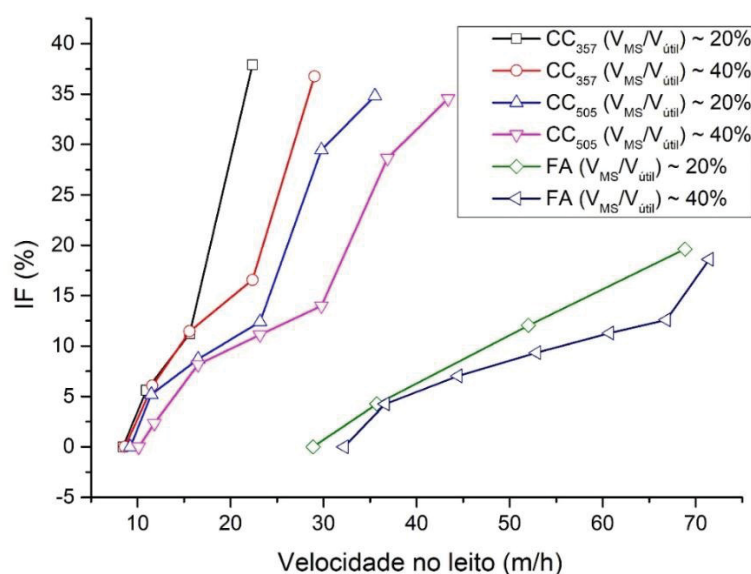
D) Os resultados mostraram que, para a areia CC, o aumento da quantidade de material suporte alimentada ao RanLFsp não resultou em aumento da velocidade mínima de fluidização experimental. Com um nível de confiança de 95%, para o CC₃₅₇, os valores resultantes para F_0 , $F_{0,05; 1; 4}$ e p foram 0,84, 7,71 e 0,41, respectivamente. Já para o CC₅₀₅ foram 4,72, 7,71 e 0,09, respectivamente. Esses resultados estão de acordo com os produzidos por outros autores (ESCUDERO e HEINDEL, 2011; KHAN et al., 2016), que não observaram diferença entre a velocidade mínima de fluidização e a proporção de material de suporte ($V_{MS}/V_{\text{útil}}$) adicionado ao reator. Os primeiros autores avaliaram 3 diferentes materiais suporte (esferas de vidro, cascas de nozes moídas e milho moído) na operação de um reator de leito fluidizado, com diâmetro de partícula variando na faixa de 500 μm e 600 μm , enquanto o último operou um reator preenchido com semolina, com partícula diâmetro de 300 μm .

Por outro lado, em relação à areia FA, a diferença entre a velocidade mínima de fluidização experimental e a quantidade de material suporte, de 20% e 40%, foi estatisticamente significativa. Os valores resultantes para F_0 , $F_{0,05; 1; 4}$ e p foram 11,7, 7,71 e 0,03, respectivamente. Essa diferença pode estar associada ao fato da areia FA não ter sido peneirada, o que poderia ter resultado em uma melhor distribuição do fluxo ao longo da altura do reator.

E) O comportamento da fluidização nos testes, para diferentes tamanhos de grão e volumes de areia utilizados, é apresentado na FIGURA AI-8. Primeiramente, para a velocidade do fluido de até 16,0 m/h \pm 0,6, foi observada expansão semelhante do leito para a areia CC com diâmetros médios geométricos de 357 μm e 505 μm ,

adicionados na proporção de 20% ($V_{MS}/V_{útil}$). As expansões resultantes foram $11,2\% \pm 0,6$ e $8,7\% \pm 0,6$, respectivamente. Observou-se que nessas condições, as partículas do material suporte em contato com a parede do reator permaneceram estáticas. No entanto, à medida que a velocidade foi aumentada, observou-se um estágio de fluidização suave (*smooth fluidization*). Em relação ao diâmetro médio geométrico de $357 \mu\text{m}$, essa condição foi observada até que a velocidade de $22,4 \text{ m/h} \pm 0,05$ fosse atingida, o que resultou em uma IF de $37,9\% \pm 1,1$. Por outro lado, em relação ao diâmetro médio geométrico de $505 \mu\text{m}$, observou-se uma fluidização suave até a velocidade de $29,8 \text{ m/h} \pm 0,05$, o que resultou em uma IF de $29,4\% \pm 1,0$. Cabe ressaltar que não foi observada instabilidade do leito entre esta faixa de velocidade do fluido, para os dois tamanhos de grão. A fluidização do leito tornou-se turbulenta para velocidades superiores a essas, o que resultou em ampla variação da porção superior do leito ($> 3 \text{ cm}$).

FIGURA AI-8 - INTENSIDADES DE FLUIDIZAÇÃO PARA O RanLFsp



Em segundo lugar, quando a quantidade de material de suporte foi aumentada para a proporção de 40% ($V_{MS}/V_{útil}$), a fluidização turbulenta também não foi observada. A expansão do leito foi observada para areia CC₃₅₇ até a velocidade de $22,4 \text{ m/h} \pm 0,05$ ser atingida, enquanto para CC₅₀₅ a expansão do leito foi observada até a velocidade de $29,8 \text{ m/h} \pm 0,05$. A expansão do leito resultante foi de $16,6\% \pm$

0,1 e $14\% \pm 0,2$, para os diâmetros médios geométricos de $357 \mu\text{m}$ e $505 \mu\text{m}$, respectivamente. Fluidização suave foi observada para ambos os tamanhos de grão. Porém, para esta condição experimental (40% do material de suporte), as velocidades aplicadas foram superiores às do experimento anterior (20% do material de suporte), tendo sido de $29,0 \text{ m/h} \pm 0,01$ e $36,8 \text{ m/h} \pm 0,14$, que resultou em valores de IF de $36,7\% \pm 0,3$ e $28,6\% \pm 0,5$ para os tamanhos de grão de $357 \mu\text{m}$ e $505 \mu\text{m}$, respectivamente. Após atingir a fluidização, para ambos os diâmetros médios geométricos, observou-se que até 8 cm de altura as partículas em contato com a parede do reator permaneceram estáticas. Assim, pode-se presumir que a distribuição do fluxo por toda área da seção transversal do reator deva ocorrer a partir dessa altura, afetando assim as características de fluidização em alturas inferiores do leito. Este resultado também pode estar relacionado ao valor da razão entre a altura e o diâmetro interno do reator ($H/D = 4$). Esse valor é pequeno se comparado com resultados de outros estudos sobre fluidização aplicada ao tratamento de efluentes, em geral, superior a 20 (HEIJNEN et al. 1989). Portanto, pode-se apontar que melhores características de fluidização foram observadas para a relação $V_{MS}/V_{\text{útil}}$ de 40%.

Na próxima etapa dos testes de fluidização, o reator foi preenchido com areia FA com granulometria variando entre $500 \mu\text{m}$ e $1000 \mu\text{m}$, adicionados na proporção de 20% ($V_{MS}/V_{\text{útil}}$). Foi observado que o leito teve pouca expansão, mesmo após a aplicação da velocidade de $68,8 \text{ m/h} \pm 0,14$. Nessa velocidade, que correspondeu a uma vazão de $0,48 \text{ m}^3/\text{h}$, o leito expandiu $19,6\% \pm 0,14$. Em seguida, foi avaliado o comportamento do leito para a condição de $V_{MS}/V_{\text{útil}}$ de 40%. Para a velocidade de $71,5 \text{ m/h} \pm 0,18$, que resultou em uma IE de $18,6\% \pm 0,7$, foi observada fluidização turbulenta do leito. No entanto, de acordo com Jewel et al. (1981) e Denac e Dunn (1988), o leito é considerado fluidizado quando uma expansão de pelo menos 20% é atingida. Assim, os resultados produzidos por este estudo não corroboram as afirmações apresentadas por esses autores.

De acordo com outros autores (KUNII e LEVENSPIEL, 1991), um leito composto de partículas de elevada granulometria tem tendência a fluidizar pouco, sendo sujeito a solavancos, jorros e *slugging*. Esses autores sugeriram que a adição de uma pequena quantidade de pequenas partículas pode melhorar a fluidização, uma vez que atuariam como lubrificantes. Assim, neste estudo, como a areia FA não apresentou nenhuma quantidade de partículas menores a faixa de granulometria utilizada, esse poderia ser o motivo do impedimento da fluidização do leito.

F) De acordo com os resultados produzidos pelo teste ANOVA (TABELA AI-2), por um lado, pode-se destacar que dentro de um nível de confiança de 95%, existe uma diferença estatisticamente significativa entre a fluidização dos materiais suporte (CC e FA) adicionados nas proporções de 20% e 40%. Isso é destacado pelos resultados de F_0 superiores aos de $F_{\text{crítico}}$. Por outro lado, quando a velocidade aplicada ao sistema é analisada em relação à quantidade de material suporte adicionado ao reator, pode-se apontar que a velocidade representa um efeito mais significativo na fluidização do que a quantidade de material suporte. Isso é baseado no valor de F_0 para a velocidade aplicada ser maior do que F_0 para a quantidade de material suporte adicionado ao reator. Esses resultados são corroborados pelos de Alvarado-Lassman et al. (2008). Esses autores utilizaram diferentes materiais suporte nas proporções de 10%, 15%, 20%, 25%, 30%, 35% e 40% ($V_{MS}/V_{\text{útil}}$) com diâmetros variando de 100 μm a 1200 μm . Foi observada diferença estatisticamente significativa da fluidização em relação às proporções do material de suporte.

TABELA AI-2 - ANÁLISE ESTATÍSTICA (ANOVA) DOS TESTES DE FLUIDIZAÇÃO

Areia	Quantidade de areia			Velocidade do fluido			Interação entre u_{mfe} e $V_{MS}/V_{\text{útil}}$		
	F_0	F crítico	p	F_0	F crítico	p	F_0	F crítico	p
CC ₃₅₇	645.7	4.49	~0	3327.1	3.24	~0	703.8	3.24	~0
CC ₅₀₅	556.9	4.26	~0	2713.9	2.62	~0	165.8	2.62	~0
SF _{sand}	245	4.49	~0	2085	3.24	~0	114.4	3.24	~0

G) Neste ponto, os resultados aqui apresentados são comparados com os produzidos por outros autores. Marin e colaboradores (1999) operaram um reator de leito fluidizado com 0,09 m de diâmetro e uma razão H/D de 10. Eles utilizaram grãos de areia com tamanho entre 300 μm e 400 μm . Com uma velocidade aplicada de 45 m/h, os autores observaram uma IF de 20%. Os resultados produzidos por este estudo mostraram que, quando tamanhos de grãos de areia de 357 μm foram adicionados ao reator, houve a necessidade de aplicar velocidades menores para produzir um valor de IF superior a 20% (FIGURA AI-8). Gulsen e Turan (2004) operaram um reator anaeróbico de leito fluidizado com uma razão de altura para diâmetro interno de 16,5 para 1, preenchido com grãos de areia de tamanhos de 500 μm , adicionados na proporção de 42% ($V_{MS}/V_{\text{útil}}$). Esses autores observaram uma IF de 33% produzida por uma velocidade aplicada de 51 m/h. Assim, comparando os resultados produzidos

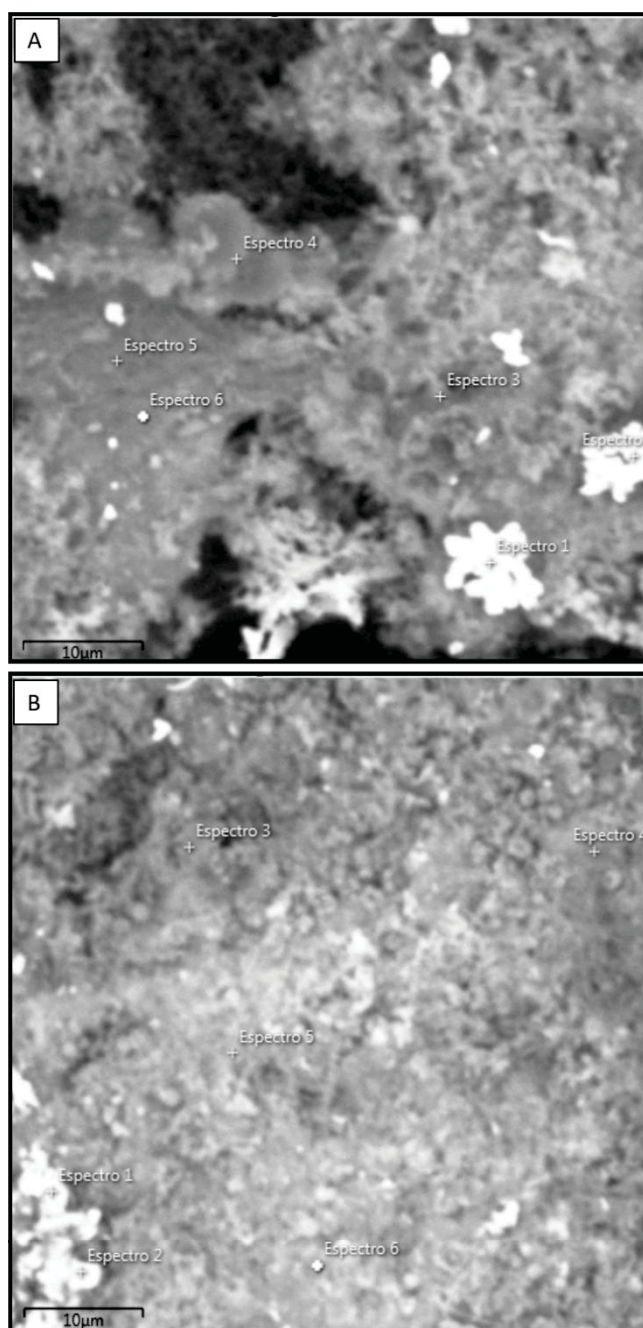
por Gulsen e Turan (2004), pode-se destacar que os produzidos por esta pesquisa para o tamanho do grão de areia de 505 μm são bastante semelhantes, ou seja, os valores para a velocidade aplicada ao sistema, a IF, e o $V_{\text{MS}}/V_{\text{útil}}$ foram, 43,4 m/h \pm 0,2, 34,5% \pm 0,3 e 40%, respectivamente. Assim, neste caso, conforme apresentado anteriormente, houve a necessidade de aplicar velocidades menores para produzir intensidades de fluidização mais elevadas.

Em resumo, a relação $V_{\text{MS}}/V_{\text{útil}}$ de 40% e ambos os tamanhos de grão, de 357 μm e 505 μm , foram aqueles para os quais foram observadas as condições ótimas de fluidização. A menor quantidade de material de suporte adicionado foi associada a um fluxo não completamente distribuído pela área da seção transversal do reator. Vale ressaltar que a expansão do leito foi observada para a areia FA não peneirada, mas sem característica de fluidização.

ANEXO II - ANÁLISE DE ESPECTROSCOPIA POR ENERGIA DISPERSIVA

No 319º dia de operação, foram coletadas amostras dos RanLFb referentes ao último dia de operação dos reatores. Na FIGURA AII-1 são apresentados os locais das micrografias em que foram realizadas as análises de espectroscopia por energia dispersiva (EDS).

FIGURA AII-1 – MICROSCOPIA POR ENERGIA DISPERSIVA



Legenda: A) RanLFb1; B) RanLFb2. Os espectros indicam os locais em que foram realizadas as análises de EDS

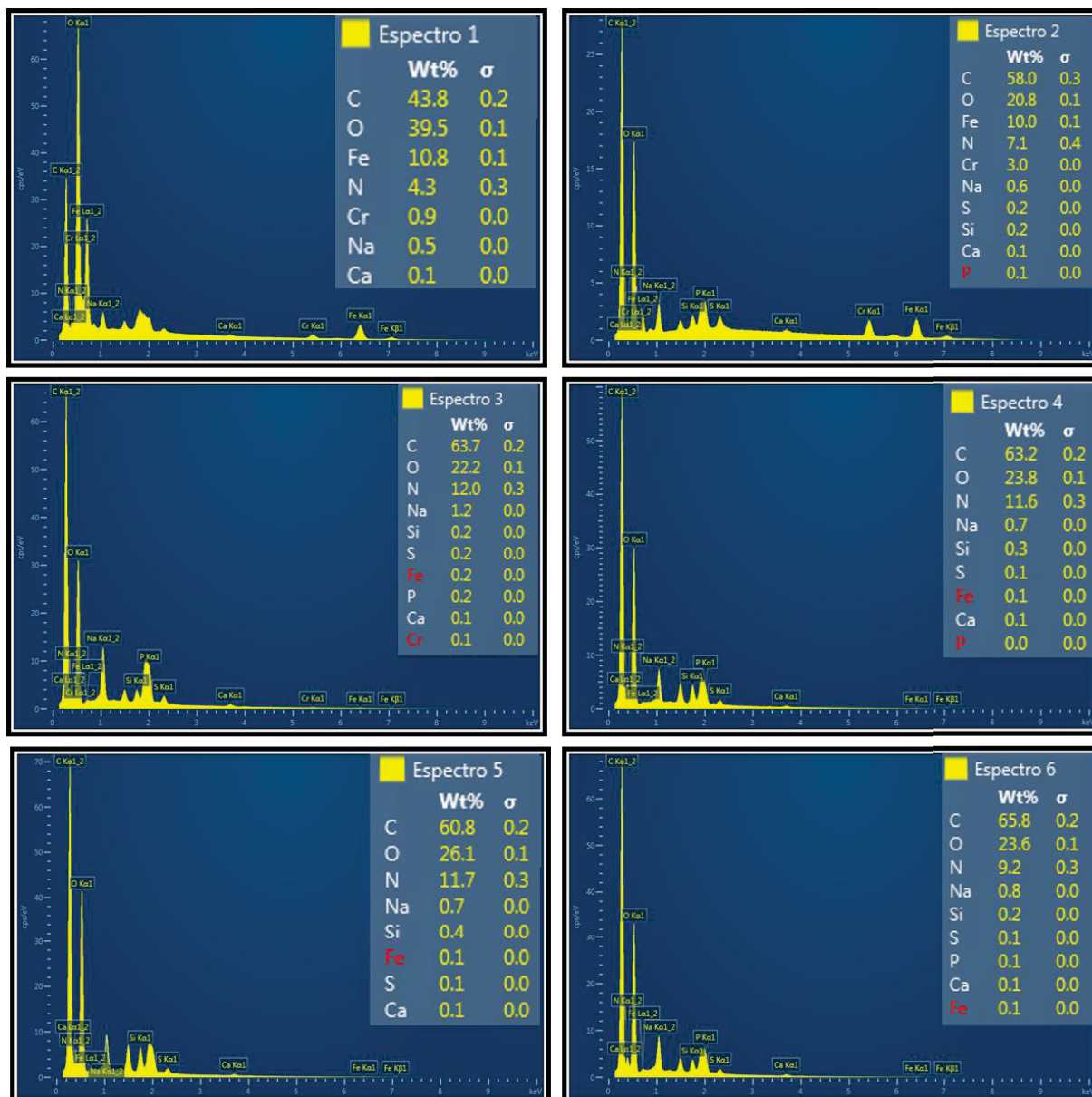
Na FIGURA AII-2 são apresentados os espectros resultantes da análise da amostra do 319° dia de operação com ARS do RanLFb1.

FIGURA AII-2 – ESPECTROS RESULTANTES DA ANÁLISE DA AMOSTRA DO 319° DIA DE OPERAÇÃO DO RanLFb1 COM ARS



Na FIGURA AII-3 são apresentados os espectros resultantes da análise da amostra do 319° dia de operação com ARS do RanLFb2.

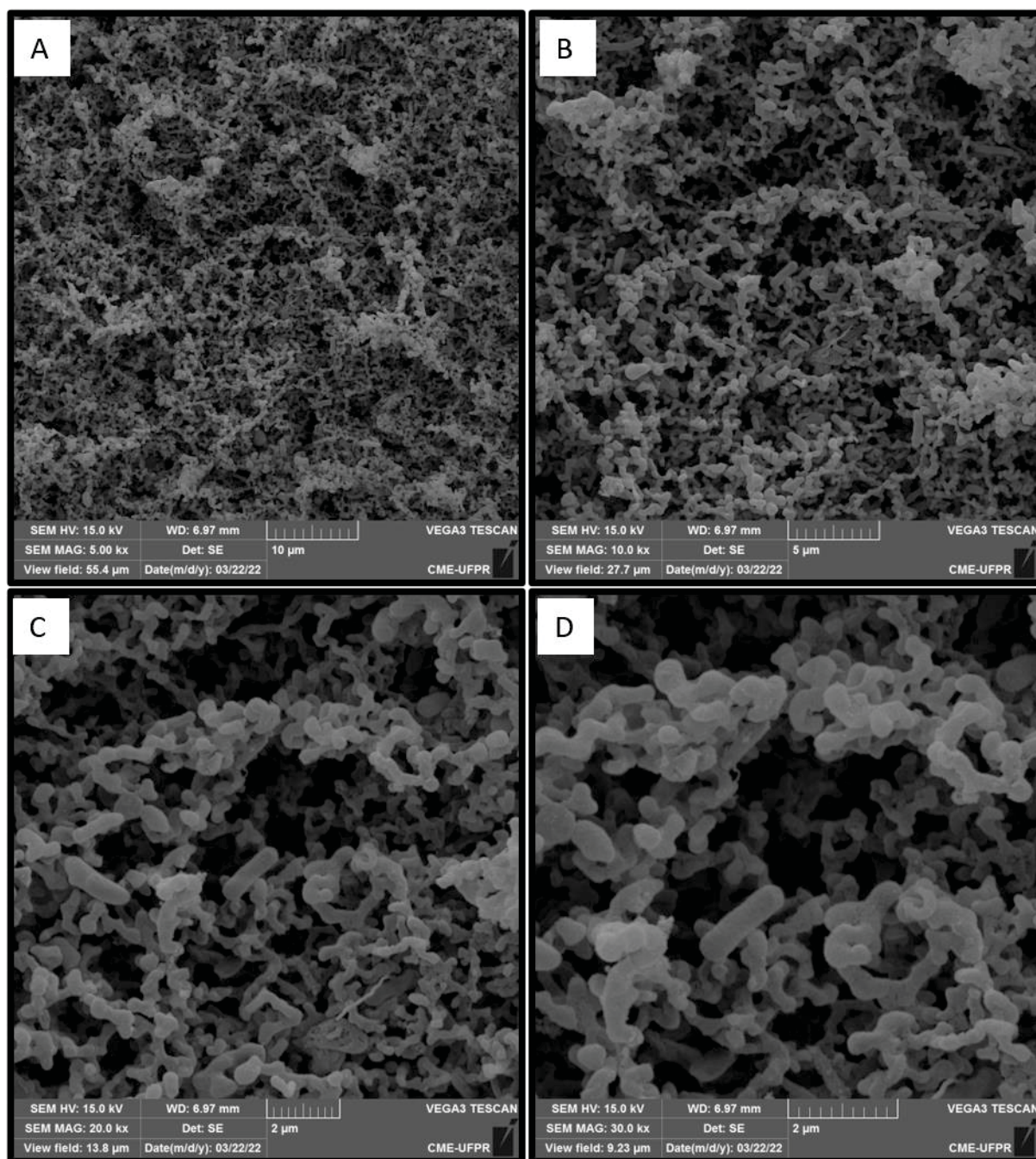
FIGURA AII-3 – ESPECTROS RESULTANTES DA ANÁLISE DA AMOSTRA DO 319° DIA DE OPERAÇÃO DO RanLFb2 COM ARS



ANEXO III - ANÁLISE DE MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA PARA MATERIAL SÓLIDO DO DECANTADOR

Na FIGURA AIII-1, é apresentado as micrografias resultantes do material arrastado do RanLFb1 para o decantador.

FIGURA AIII-1 – MICROGRAFIAS DO MATERIAL ARRASTADO DO RanLFb1 PARA O DECANTADOR



LEGENDA: A) aumento de 5000x; B) aumento de 10000x; C) aumento de 20000x; D) aumento de 30000x