

Ronaldo Luis Kellner

**BIORREATOR À MEMBRANA DE LEITO MÓVEL EM
BATELADAS SEQUENCIAIS PARA A REMOÇÃO DE
NUTRIENTES E MATÉRIA ORGÂNICA DE
EFLUENTES SANITÁRIOS**

Dissertação submetida ao programa
de Pós-graduação em Engenharia Ambiental
do Departamento de Engenharia Sanitária e
Ambiental da Universidade Federal de Santa
Catarina para a obtenção do grau de Mestre
em Engenharia Ambiental.

Orientador: Flávio Rubens Lapolli, Dr

Florianópolis, SC

Abril, 2014.

Ficha de identificação da obra elaborada pelo autor,
através do Programa de Geração Automática da Biblioteca Universitária da UFSC.

Kellner, Ronaldo Luis
BIORREATOR À MEMBRANA DE LEITO MÓVEL EM BATELADAS
SEQUENCIAIS PARA A REMOÇÃO DE NUTRIENTES E MATÉRIA ORGÂNICA
DE EFLUENTES SANITÁRIOS / Ronaldo Luis Kellner ;
orientador, Flávio Rubens Lapolli - Florianópolis, SC, 2014.
234 p.

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Santa
Catarina, Centro Tecnológico. Programa de Pós-Graduação em
Engenharia Ambiental.

Inclui referências

1. Engenharia Ambiental. 2. biorreator à membrana. 3.
remoção de nitrogênio. 4. remoção de fósforo. 5. leito móvel
em bateladas. I. Lapolli, Flávio Rubens. II. Universidade
Federal de Santa Catarina. Programa de Pós-Graduação em
Engenharia Ambiental. III. Título.

RESUMO

Este trabalho aborda o tratamento de efluentes sanitários considerando a remoção de nutrientes como nitrogênio e fósforo, bem como a degradação da matéria orgânica em biorreatores à membrana. A operação do biorreator compreendeu 210 dias, nos quais o sistema foi operado com intermitência entre etapas anóxicas e aeróbias para a adequada ocorrência dos fenômenos biológicos. Assim, os objetivos deste trabalho são: avaliar a remoção de nutrientes em um Biorreator à Membrana de Leito Móvel em Bateladas Sequenciais. Para a realização destes objetivos, foram utilizadas metodologias de mensuração dos componentes estudados, como nitrogênio total, nitrogênio amoniacal, nitrito, nitrato, DQO, fósforo total, ortofosfato, além de análises pontuais como respirometria, Velocidade específica de consumo de amônia, de nitrato e de fosfato. Em termos de DBO e DQO atingiu-se 99,8 e 97,3% de remoção respectivamente. Para o nitrogênio total, obteve-se 86% de remoção, sendo que para amônia atingiu-se 99,5%. Para o fósforo, identificou-se grande flutuação na remoção em função da temperatura, atingindo em média 70% durante o período mais frio e cerca de 56% para todo o período. Identificou-se, ainda, a influência positiva do material suporte na remoção de fósforo, através dos ensaios da Velocidade específica de consumo de fosfato. O sistema se mostrou eficiente e estável na remoção dos compostos testados, atingindo melhores respostas do que sistemas convencionais para o tratamento de efluentes.

Palavras chave: biorreator à membrana, remoção de nitrogênio, remoção de fósforo, leito móvel em batelada.

ABSTRACT

This paper addresses the treatment of wastewater considering the removal of nutrients such as nitrogen and phosphorus, as well as the degradation of organic matter in membrane bioreactors. The operation of the bioreactor comprised 210 days in which the system was operated intermittently between anoxic and aerobic steps to the proper occurrence of biological phenomena. Thus, the specific objectives of this study were to assess the nutrient removal in a Membrane Bioreactor Moving Bed in Sequential Batch. Methodologies for measuring the components studied, such as total nitrogen, ammonia nitrogen, nitrite, nitrate, COD, total phosphorus, orthophosphate were used in addition to individual analyzes as respirometry, the removal rate of ammonia, nitrate and phosphate. In terms of BOD and COD was reached 99.8 and 97.3 % removal respectively. For total nitrogen, was obtained 86 % removal, and ammonia was reached to 99.5%. To phosphorus, we identified large fluctuations in removing a function of temperature, averaging 70 % during the coldest period and about 56 % for the entire period. It was also identified the positive influence of carriers for phosphorus removal by FISH and the rate of removal of phosphate. The system is efficient and stable in the removal of the compounds tested, achieving better response than conventional systems for effluent treatment.

Keywords: membrane bioreactor, nitrogen removal, phosphorus removal, moving bed batch.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1- Representação esquemática da filtração por membranas.....	16
Figura 2 - Representação do processo de separação por membranas.....	16
Figura 3 - Esquema de filtração: a) Frontal e b) Tangencial.....	18
Figura 4 - Diferentes configurações de membranas: a) Fibra-oca; b) Placas planas e c) Tubular.....	21
Figura 5 - Configurações usuais de BRM: a) módulos submersos, b) módulos externos.....	24
Figura 6 - Etapas do ciclo de um biorreator à membrana em bateladas sequenciais.....	27
Figura 7 - Desenvolvimento de um biofilme. (a) Colonização primária de um substrato; (b) crescimento, divisão celular e produção do exopolímeros (EPS), com o desenvolvimento de microcolônias; (c) coadesão de células individuais, de células coagregadas e grupos de células idênticas, originando um biofilme jovem, de múltiplas espécies; (d) maturação e formação de mosaicos clonais no biofilme maduro.	31
Figura 8 - Exemplos de materiais suporte artificiais.....	33
Figura 9 - Diferentes zonas (aeróbia, anóxica e anaeróbia) no biofilme.....	34
Figura 10 - Definição do fluxo crítico através do monitoramento da PTM em fluxos de permeação pré-definidos.....	38
Figura 11 - Colmatação em membranas. a) bloqueio dos poros; b) formação da torta.....	40
Figura 12 - Etapas da desnitrificação.....	45
Figura 13 - Unidade experimental BRM.....	48

Figura 14 - Esquema BRM piloto.....	49
Figura 15 - Módulo de membranas utilizado no experimento (PAM).....	50
Figura 16 - Material suporte utilizado, AMB Bio Media.....	51
Figura 17 - Permeabilidade hidráulica da membrana.....	63
Figura 18 - Determinação do fluxo crítico.....	64
Figura 19 - Permeabilidade com água e com o licor misto do reator.....	65
Figura 20 - Velocidade de transferência de oxigênio.....	66
Figura 21 - Tempo de mistura do BRM.....	67
Figura 22 - Evolução da pressão trans-membrana durante o período operacional.....	69
Figura 23 - Evolução da PTM e do teor de SSV.....	70
Figura 24 - Temperatura média no BRM durante o período operacional.....	72
Figura 25 - Perfil do OD no final das fases anóxica e aeróbia.....	73
Figura 26 - Valores pontuais de alcalinidade no final da anoxia e da aeração.....	75
Figura 27 - Evolução do teor de SSV e SST durante o período operacional.....	76
Figura 28 - Perfil do dIVL e da temperatura.....	77
Figura 29 - Turbidez afluente e no permeado.....	78
Figura 30 - Comportamento da cor durante o período operacional.....	79
Figura 31 - Valores de DBO afluente e no permeado.....	80

Figura 32 - DQO afluente e residual no permeado.....	81
Figura 33 - Retenção física de DQO proporcionada pela membrana.....	81
Figura 34 - Perfil de COD no afluente e no permeado.....	83
Figura 35 - Concentração média de COD nas cinco fases do sistema.....	84
Figura 36 - Variação temporal da amônia.....	85
Figura 37 - Teores de nitrito e nitrato nas diferentes fases operacionais do BRM.....	86
Figura 38 - Perfil da remoção do fósforo.....	87
Figura 39 - Relação entre eficiência e temperatura na remoção de fósforo.....	88
Figura 40 - Concentração média de P no afluente, no final da fase anóxica e no permeado.....	89
Figura 41 - Evolução do teor de EPS em termos de proteínas e polissacarídeos.....	90
Figura 42 - Evolução do teor de SMP em termos de proteínas e polissacarídeos.....	91
Figura 43 - Evolução da viscosidade durante a operação do BRM.....	93
Figura 44 - Evolução granulométrica do Licor Misto.....	94
Figura 45 - Ciclo operacional da primeira estratégia E1.....	96
Figura 46 - Ciclo operacional da primeira estratégia E2.....	97
Figura 47 - Microrganismos identificados durante a operação do BRM.....	98
Figura 48 - Aglomeração do Licor Misto em flocos.....	99
Figura 49 - Imagens de FISH para a sonda de Eubactérias.....	101

Figura 50 - Imagens de FISH para a sonda de bactérias acumuladoras de fosfato.....	102
Figura 51 - Imagens de FISH para a sonda de bactérias acumuladoras de glicogênio.....	103
Figura 52 - Quantificação de coliformes totais no afluente e no permeado.....	104
Figura 53 - Quantificação de <i>E. Coli</i> no afluente e no permeado.....	105
Figura 54 - Evolução da TCO para as bactérias exógenas.....	108
Figura 55 - Comportamento da PTM e do MFI no decorrer do tempo.....	110
Figura 56 - Comportamento do fosfato durante o ensaio de SPUR.....	113

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Compilação de dados sobre bateladas sequenciais em BRM.....	28
Tabela 2 - Compilação de dados sobre uso de materiais suportes em BRM.....	32
Tabela 3 - Tempo de cada fase operacional do reator.....	52
Tabela 4 - Distribuição das estratégias operacionais utilizadas.....	53
Tabela 5 - Valores de resistências quantificadas.....	67
Tabela 6 - Caracterização do esgoto sanitário afluente.....	71
Tabela 7 - Valores médios de pH do esgoto, do licor misto e no permeado.....	74
Tabela 8 - Valores médios de alcalinidade nas fases operacionais do BRM.....	74
Tabela 9 - Caracterização de nitrogênio total afluente e no permeado.....	84
Tabela 10 - Teores médios de Fósforo total no afluente e fosfato no permeado.....	87
Tabela 11 - TCO quantificada para o consumo de amônia e acetato...	106
Tabela 12 - TCO quantificada para o consumo de nitrito.....	107
Tabela 13. Valores de MFI obtidos durante o período experimental.....	109
Tabela 14 - Velocidade específica de consumo de nitrato e de amônia.....	111
Tabela 15 - Valores de SPUR quantificados na operação do BRM.....	114

LISTA DE QUADROS

Quadro 1 - Desenvolvimento histórico do uso de membranas.	14
Quadro 2 - Características dos processos de separação por membranas	19
Quadro 3 - Diferenças entre BRM com membranas submersas e membranas externas.....	25
Quadro 4 - Fatores responsáveis pela liberação e presença de SMP.....	42
Quadro 5 - Parâmetros analisados nos diferentes pontos amostrados.....	54
Quadro 6 - Parâmetros analisados, métodos analíticos e frequência de amostragem.....	56

LISTA DE SÍMBOLOS, NOMENCLATURAS E ABREVIACÕES

- Θ_c = Tempo de Retenção Celular;
- μ = Viscosidade da suspensão biológica;
- μm = Micrômetro;
- A = Área;
- AGV = Ácidos graxos voláteis;
- ATU = Aliltioureia;
- BRM = Biorreator à Membrana;
- BS = Bateladas sequenciais;
- CASAN = Companhia Catarinense de Águas e Esgotos;
- CONAMA = Conselho Nacional do Meio Ambiente;
- COT = Carbono orgânico total;
- Da = Daltons;
- DBO = Demanda bioquímica de oxigênio;
- DQO = Demanda química de oxigênio;
- EBPR = Enhanced Biological Phosphorus Removal, em português: Remoção Biológica de Fósforo;
- EPA = *Environmental Protection Agency*, em português: Agência de proteção ambiental;
- EPS = *Extracellular Polymeric Substances*, em português: Substâncias poliméricas extracelulares;
- ETE = Estação de tratamento de esgotos;
- dIVL = Índice volumétrico de Licor Misto diluído;
- J = Fluxo;
- J_c = Fluxo crítico.
- LaRA = Laboratório de Reuso de Águas;
- LETA = Laboratório de Experimentação de Tecnologias Avançadas;
- LIMA = Laboratório Integrado de Meio Ambiente;
- LM = Leito Móvel;
- L_p = Permeabilidade hidráulica;
- LU = *Luxury Uptake*;
- MEV = Microscopia eletrônica de varredura;
- MBBR = *Moving Bed Bioreactor*, em português: Biorreator de Leito Móvel;
- MF = Microfiltração;
- NDS = Nitrificação e Desnitrificação Simultâneas;
- NF = Nanofiltração;

- N-NH_4^+ = Nitrogênio amoniacal;
- N-NO_2^- = Nitrogênio nitrito;
- N-NO_3^- = Nitrogênio nitrato;
- NT = Nitrogênio total;
- SAUR = *Specific Ammonia uptake rate*, em português: Velocidade específica de consumo de amônia;
- SNUR = *Specific nitrate uptake rate*, em português: Velocidade específica de consumo de nitrato;
- SPUR = *Specific phosphate uptake rate*, em português: Velocidade específica de consumo de fosfato.
- OAP = Organismos acumuladores de fósforo;
- OAG = Organismos acumuladores de glicogênio;
- OD = Oxigênio dissolvido;
- OR = Osmose Reversa;
- pH = Potencial hidrogeniônico;
- PHA = Polihidroxialcanoatos;
- P-PO_4^{3-} = Ortofosfato;
- PTM = Pressão Trans-Membrana;
- Q = Vazão;
- RBS = Reator em Bateladas Sequenciais;
- R_i = Resistência interna;
- R_m = Resistência da membrana;
- RPM = Rotações por minuto;
- R_t = Resistência da torta;
- R_{total} = Resistências somadas ($R_m + R_t + R_i$);
- SMP = *Soluble Microbial Products*, em português: Produtos microbianos solúveis;
- SST = Sólidos suspensos totais;
- SSV = Sólidos suspensos voláteis;
- TCO = Velocidade específica de consumo de consumo de oxigênio;
- TRH = Tempo de retenção hidráulica;
- UF = Ultrafiltração;
- UV = Ultravioleta;
- VER = *Volume Exchange ratio*, em português: taxa de troca volumétrica;

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	11
2	OBJETIVO GERAL E ESPECÍFICOS.....	13
3	FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA.....	14
3.1	Filtração por membranas.....	14
3.1.1	Classificação e módulos de membranas.....	18
3.1.2	Características das membranas.....	22
3.2	Biorreatores à membrana para tratamento de esgoto sanitário.....	23
3.2.1	Biorreator à membrana em bateladas.....	26
3.2.2	Biorreator à membrana com leito móvel.....	30
3.3	Aspectos importantes na operação de biorreatores à membrana.....	35
3.3.1	Aeração.....	35
3.3.2	Tempo de retenção celular.....	36
3.3.3	Tempo de retenção hidráulica.....	36
3.3.4	Concentração de sólidos.....	38
3.3.5	Fluxo crítico.....	38
3.3.6	Pressão trans-membrana.....	39
3.3.7	Colmatação e medidas mitigatórias.....	39
3.3.8	Concentração de EPS/SMP.....	41
3.4	Remoção Biológica de Nutrientes.....	43
3.4.1	Nitrificação e desnitrificação.....	44
3.4.2	Remoção biológica de fósforo.....	46
4	MATERIAIS E MÉTODOS.....	48
4.1	Materiais.....	48
4.1.1	Unidade Piloto Experimental.....	48
4.1.2	Inoculo e Substrato.....	51
4.1.3	Operação e Monitoramento do BRM.....	51
4.1.4	Fluxo Crítico e Permeabilidade Hidráulica das Membranas.....	55
4.2	Métodos.....	56
4.2.1	Análises físico-químicas.....	56
4.2.2	Respirometria.....	58
4.2.3	Velocidade específica de consumo de nitrato e amônia.....	58
4.2.4	Determinação de EPS e SMP.....	59
4.2.5	Velocidade específica de consumo de fosfato.....	59
4.2.6	Fluorescência por Hibridização in Situ.....	60
4.2.7	Granulometria.....	60
4.2.8	Microscopia óptica.....	61
4.2.9	Índice de incrustação de Licor Misto.....	61

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	63
5.1 Parâmetros associados à membrana e ao sistema piloto.....	63
5.2 Caracterização do inoculo e do esgoto sanitário.....	70
5.3 Parâmetros físico-químicos – Avaliação do BRM.....	72
5.4 Parâmetros biológicos.....	97
5.5 Ensaios pontuais.....	105
6 CONCLUSÕES.....	116
REFERÊNCIAS	119
APÊNDICES.....	137
ANEXOS.....	137

1 INTRODUÇÃO

A poluição das águas ocorre por diferentes vias, como despejo irregular de esgoto sanitário e industrial, contaminação por fertilizantes e ineficiência dos sistemas de tratamento atuais na remoção de nutrientes. Através dos despejos, o grande aporte de nutrientes no ecossistema aquático contribui diretamente para a eutrofização, na geração de odores e causa a diminuição do nível de oxigênio na água, podendo causar a morte da biota aquática. Além de falta de estações de tratamento de esgotos (ETE) nem sempre as estações de tratamento contemplam unidades específicas para remoção de nutrientes, carregando, assim, estas cargas poluidoras para o corpo receptor.

O sistema de biorreator à membrana (BRM), quando operado em bateladas sequenciais, tem se mostrado eficiente na remoção de nutrientes como nitrogênio e fósforo, principais responsáveis pela eutrofização, além de ser um sistema apto a produzir águas de reuso de excelente qualidade (BELLI *et al*, 2012). Os biorreatores à membrana (BRM) são capazes de atingir alta eficiência através da junção da etapa biológica de degradação da matéria orgânica e de nutrientes com a etapa física de separação por membranas que é capaz de reter a totalidade da biomassa no interior do reator, gerando, assim, diversas vantagens ao sistema, tornando-o mais eficiente (YANG *et al*, 2009). Além da operação em bateladas, a adição de materiais suporte para crescimento aderido de biomassa (que torna o BRM um sistema de leito móvel) intensifica os fenômenos de remoção biológica, em virtude do maior teor de sólidos da biomassa e, ainda, torna o reator apto a receber e tratar maior carga orgânica num período de tempo, o que torna o sistema mais compacto.

Neste contexto, a finalidade deste trabalho é avaliar a eficiência e a estabilidade de um BRM no tratamento de efluentes sanitários como alternativa aos sistemas convencionais, na busca de soluções eficazes que permitam melhorias no tratamento dos efluentes através de tecnologias inovadoras, aumentando a relevância do uso de BRM através da busca de um modo de operação estável e eficiente. A eficiência média atingida por BRM é, conforme relatado na literatura, capaz de atender os requisitos legais para lançamento de efluentes, como a normativa CONAMA nº 430 (BRASIL, 2011).

A aplicação deste tipo de reator para o tratamento de efluentes ainda é limitada no Brasil, devido a vários fatores, principalmente, falta de interesse, além de o custo ser considerado alto. Porém, já se tem registros de BRM em condomínios fechados, *shopping centers* e hospitais, sendo o emprego viável quando há interesse ambiental e recursos disponíveis. No âmbito do programa de pós-graduação em Engenharia Ambiental e no laboratório de reuso de águas (LaRA), o estudo dos biorreatores à membrana se desenvolveu através dos conhecimentos sobre membranas e tratamento de efluentes iniciados por Lapolli (1998) em sua tese com biofiltros aerados submersos associados à microfiltração tangencial. Evoluiu ao longo do tempo, com trabalhos como Andrade (2001) na filtração de efluentes em membranas, Pelegrin (2004) na mesma área, com enfoque nos fenômenos de colmatação da membrana, e Provenzi (2005) também na microfiltração tangencial de efluentes sanitários. Em 2007, Maestri já realizava o estudo de biorreatores à membrana no tratamento de esgoto sanitário, sendo seguido por Campello (2009), que também estudou o uso de BRM para a nitrificação e pré-desnitrificação. Belli (2011), seguindo a mesma linha, abordou o tratamento de efluentes sanitários, dando ênfase na remoção de nitrogênio. Além disto, no LaRA se desenvolvem diversas pesquisas com membranas relacionadas ao tratamento de águas, como Coral (2009, 2012) que estudou a remoção de cianobactérias e cianotoxinas e Amaral (2011) na associação da flotação e microfiltração também no controle de cianobactérias. Leal (2013) estudou a remoção de matéria húmica, ferro e manganês através do processo de coagulação/floculação e também a filtração por membranas, bem como Bueno (2013), que aplicou a nanofiltração e osmose na remoção de agrotóxicos de águas de abastecimento.

Em termos de relevância, o estudo de biorreatores à membrana ainda é novo no Brasil, porém, já com pesquisas finalizadas e em andamento. Já o emprego do leito móvel em biorreatores à membrana ainda não foi alvo de pesquisas em nosso país, sendo esta pesquisa a pioneira neste tipo de sistema. Espera-se que o emprego dos materiais suporte no leito do reator cause efeitos positivos em termos de eficiência, além de proporcionar melhores condições operacionais no que se refere aos fenômenos de colmatação da membrana.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo Geral

Estudar o desempenho de um Biorreator à Membrana de Leito Móvel em Bateladas Sequenciais no tratamento de efluentes sanitários, objetivando a remoção de nitrogênio, fósforo e matéria orgânica.

2.2 Objetivos Específicos

- Avaliar o desempenho da membrana durante o período operacional através do comportamento da pressão transmembrana e do índice de incrustação do Licor Misto, bem como identificar as permeabilidades hidráulicas e o fluxo crítico;
- Avaliar a remoção de nitrogênio através do processo de Nitrificação e Desnitrificação;
- Avaliar a remoção de fósforo, através do processo de remoção de fósforo e a influência do material suporte neste processo, bem como identificar os organismos responsáveis por este fenômeno;
- Estudar a quantidade de material suporte mais adequada para recheio do reator, mensurando através da remoção de nitrogênio e fósforo.

3 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

3.1 Filtração em membranas

A filtração por membranas é um método eficiente para a separação de fases e contaminantes de uma solução. Existem diferentes tipos de membranas disponíveis no mercado, e podem variar desde a sua composição, sua estrutura e sua aplicação. Segundo Wang *et al* (2011), o uso de membranas no âmbito laboratorial vem sendo estudado desde o início do século XX, mas o primeiro uso industrial de relevância foi em 1960. O Quadro 1 apresenta uma relação das aplicações da filtração por membranas a partir da década de 1920 até o seu uso mais moderno em BRM.

Quadro 1 - Desenvolvimento histórico do uso de membranas

Ano	O que foi desenvolvido	Pesquisador (a, es)
1920s	Protótipo de osmose reversa;	L. Michaelis (1926), E. Manegod (1929), J.W. McBain (1931)
1930s	Membranas de eletrodialise;	K.H. Meyer e J.F. Sievers (1936)
1950s	Eletrodialise, microfiltração, hemodialise	Diversos pesquisadores
1963	Membranas de osmose reversa anisotrópicas;	S. Loeb e S. Sourirajan
1968	Conceitos de pervaporação, Módulos de osmose reversa;	P. Aptel, J. Neel J. Westmorland
1977	Membranas de composição fina;	J. Cadotte
1970- 1980	Osmose reversa, microfiltração, ultrafiltração e eletrodialise;	Diversos pesquisadores
1980s	Processo industrial de separação de gases por membranas;	J.M.S. Henis e M.K. Tripodi (1980)
1989	Membrana submersa (Biorreator);	K. Yamamoto
2006	Livro sobre BRM	Simon Judd
2009	Biorreator submerso com leito móvel em bateladas	Yang <i>et al</i> (2009)

Fonte: Adaptado de Wang *et al* (2011).

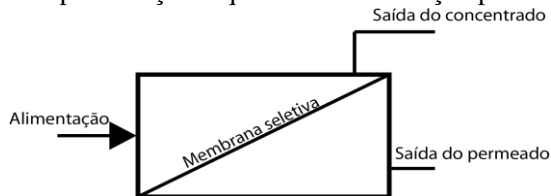
O uso da tecnologia de separação por membranas vem sendo estudado por vários anos e a evolução do processo tornou possível a sua aplicação em maiores escalas, criando, assim, um nicho para a utilização em diferentes indústrias, devido à alta aplicabilidade das membranas. Os avanços obtidos na década de 1920 são relacionados à Sartorius AG, que desenvolveu membranas de nitrocelulose (REIF, 2006), e se estendem até os processos mais modernos, como a utilização em reatores biológicos (YAMAMOTO, 1989).

O grande salto no emprego de membranas para o tratamento de águas de abastecimento e de efluentes se deu na década de 1980, e segundo Yoo *et al* (1995) os primeiros estudos de um sistema de microfiltração detalhados são de 1994. Segundo Schneider e Tsutuya (2001), o que impulsionou o uso de membranas no saneamento foram:

- Reduções nos custos de instalação e operação;
- A capacidade das membranas em reter patógenos e de contaminantes químicos;
- O esgotamento das fontes de água potável próximos a grandes centros;

A filtração por membranas pode ser definida como um processo de separação através de membranas semipermeáveis que dividem o fluxo em duas porções, o que fica retido, chamado concentrado, e o que atravessa a membrana através da filtração, denominado permeado. A Figura 1 apresenta uma representação da configuração da filtração por membranas.

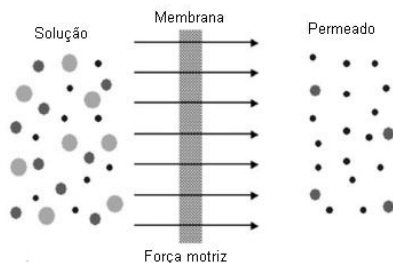
Figura 1 - Representação esquemática da filtração por membranas



Fonte: Adaptado de Baker (2012).

A membrana pode, ainda, ser conceituada como uma barreira de separação entre duas fases e que, seletivamente, transfere massa entre essas duas fases (TEIXEIRA, 2001). Deste modo, as membranas têm como principal objetivo separar substâncias detentoras de diferentes propriedades, tais como: tamanho, forma e difusibilidade. Em termos práticos, membranas são utilizadas para rejeitar componentes presentes numa mistura, de acordo com o interesse envolvido. A Figura 2 apresenta um esquema de filtração por membranas.

Figura 2 - Representação do processo de separação por membranas



Fonte: Adaptado de Reif (2006).

No processo de separação por membranas, a passagem por entre a barreira caracterizada pela membrana ocorre na presença de uma força, comumente denominada força motriz, que provoca alterações na pressão hidrostática da solução, forçando sua passagem através da membrana. Os fatores que influenciam na força motriz para filtração são, além da pressão, a concentração, temperatura e, dependendo do processo, descargas elétricas (REIF, 2006). A força motriz mais empregada na filtração por membranas para separação de compostos em fase líquida é a diferença de pressão hidrostática. Neste caso, a pressão necessária para filtração é gerada no sistema através de bombas peristálticas.

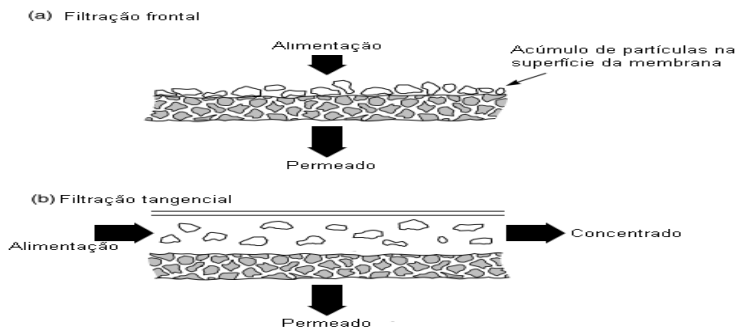
No que tange à composição, existem membranas feitas a partir de três matérias-primas: polimérica, cerâmica e metálica (JUDD, 2006). As membranas metálicas possuem usos mais específicos, do âmbito

industrial, sendo pouco empregadas no tratamento de efluentes sanitários. Alguns exemplos de estudos com membranas metálicas são as realizadas por Decaux *et al* (2009, 2012) na permeação de hidrogênio, e por Suárez *et al* (2012) na separação de emulsões.

As membranas cerâmicas (inorgânicas) são utilizadas em processos de microfiltração e ultrafiltração nos quais devem ser resistentes a solventes e a altas temperaturas evitando, assim, danos às membranas (BAKER, 2012). Diversas pesquisas foram realizadas sobre membranas deste material, conforme Uchtyl e Broz (1994), Ki, Akin e Lin (2001) e Del Colle, Fortulan e Fontes (2011). As membranas inorgânicas apresentam maior vida útil e permitem limpezas mais eficientes em relação às membranas orgânicas.

As membranas poliméricas (orgânicas), geralmente, são compostas de uma camada superficial fina, que proporciona a permeabilidade necessária, em cima de uma camada mais espessa, sendo um suporte poroso, que proporciona estabilidade mecânica para a camada fina (JUDD, 2006). Segundo este autor, esse tipo de membrana é fabricado para ter uma alta porosidade e restrita distribuição de tamanho de poro para proporcionar uma alta taxa de transferência e de seletividade, com um alto grau de rejeição. No que se refere à filtração por membranas, a passagem da solução a ser filtrada pela parede da membrana pode ser realizada de dois modos principais, sendo a filtração tangencial (*cross-flow*, em inglês) e a filtração frontal (*dead-end*, em inglês). A Figura 3 apresenta um esquema dos dois modos de filtração comumente utilizados.

Figura 3 - Esquema de filtração: a) Frontal e b) Tangencial



Na filtração frontal, o fluxo do fluido é forçado através de toda a parede da membrana, sob alta pressão. Nesta configuração, existe uma concentração elevada de partículas na região próxima à membrana, que tende a aumentar em função do tempo, ocasionando uma queda do fluxo permeado pelo aumento da resistência à filtração devido à formação de uma barreira de partículas depositadas (MAESTRI, 2007). Na operação com filtração em fluxo tangencial, também chamado fluxo cruzado, a solução a ser filtrada é bombeada paralelamente à posição da membrana, enquanto a permeação é feita perpendicularmente a este fluxo paralelo. Deste modo, a concentração das substâncias na superfície da membrana será reduzida, devido ao arraste proporcionado pelo fluxo cruzado, proporcionando melhor eficiência ao sistema de filtração (PROVENZI, 2005; GIACOBBO, 2010). A operação em fluxo tangencial é conhecida por aumentar a vida útil da membrana.

3.1.1 Classificação e Módulos de Membranas

As membranas filtrantes podem ser classificadas em função de sua seletividade, mensurada através da capacidade da membrana em rejeitar a passagem de contaminantes. Esta seletividade varia em função do tamanho do poro da membrana e, deste modo, as membranas são separadas em: microfiltração (MF), ultrafiltração (UF), nanofiltração (NF) e de osmose reversa (OR) (METCALF; EDDY, 2003). O Quadro 2 relaciona o tipo de membrana com a força motriz utilizada para operação, elucidando o mecanismo de separação, listando alguns dos componentes retidos na membrana e apresenta nela uma caracterização do permeado nesta membrana.

Quadro 2 - Características dos processos de separação por membranas

Membrana	Força Motriz	Mecanismo de separação	Faixa típica de operação (µm)	Características típicas do permeado	Material removido
MF	Diferença de pressão hidrostática e vácuo	Peneiramento	0,08 - 2,0	Água e sólidos dissolvidos	SST, turbidez, cistos, bactérias e alguns vírus;
UF	Diferença de pressão hidrostática	Peneiramento	0,005-0,2	Água e moléculas pequenas	Macromoléculas, coloides, bactérias, alguns vírus e proteínas;
NF	Diferença de pressão hidrostática	Peneiramento, difusão e exclusão	0,001-0,01	Água, moléculas pequenas e íons	Moléculas pequenas, dureza e vírus;
OR	Diferença de pressão hidrostática	Difusão e exclusão	0,0001 - 0,001	Água, moléculas pequenas e íons	moléculas pequenas, cor, dureza, sulfatos, nitrato e íons

Fonte: Metcalf e Eddy (2003) e Vidal (2006).

Nesta classificação, a membrana mais grosseira, ou seja, de menor seletividade é a de microfiltração, capaz de remover materiais particulados, as bactérias incluídas neste grupo. Em sequência, a ultrafiltração, que possui capacidade de reter vírus e coloides. A nanofiltração é eficiente na remoção de pequenos componentes, como monômeros e açúcares, além de materiais dissolvidos. A osmose reversa

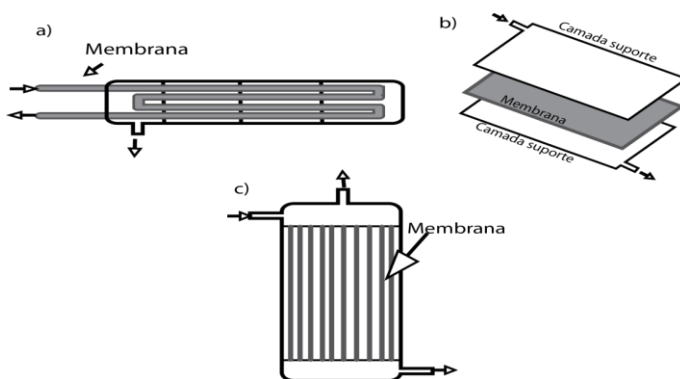
é o tratamento por membranas mais específico, removendo materiais por afinidade química.

Em relação à geometria, existem diversas configurações às quais as membranas podem ser confeccionadas, sendo estas diferenças em função da aplicação a que a membrana será submetida. Em geral, os sistemas de membranas devem ser projetados de modo a atender alguns requisitos, que são enumerados por Judd (2006):

- ter um alto grau de turbulência no lado da alimentação do sistema, melhorando a transferência de massa realizada pela membrana;
- possuir baixo gasto energético por unidade de volume filtrado;
- possuir baixo custo por unidade de área da membrana;
- ter um *design* que facilite a limpeza;
- ter um *design* que facilite a confecção de módulos.

Das diversas conformações de módulos de membrana, os mais utilizados em BRM são: placas planas, fibra-oca e tubulares. Esta escolha se dá em virtude de serem as que condicionam melhor turbulência da solução a ser filtrada. As membranas de placas planas são dispostas paralelamente, separadas por espaçadores e suportes porosos. As tubulares são constituídas de tubos de material polimérico ou cerâmico, sendo inseridas em módulos de geometria cilíndrica. As de fibra-oca são utilizadas na forma de cartuchos que contém de dezenas a centenas de fibras, sendo uma das configurações com melhor densidade de empacotamento, ou seja, possuem maior área superficial por unidade de volume. A Figura 4 apresenta os três tipos de membranas utilizadas em biorreatores.

Figura 4 - Diferentes configurações de membranas: a) Tubular; b) Placas planas e c) Fibra-oca



Fonte: Elaborada pelo autor.

Na aplicação destas membranas em sistemas de grandes escalas, elas são dispostas em módulos compactos (GIACOBBO, 2010) que, por sua vez, são elementos básicos para viabilizar a operação do sistema, pois são eles que possuem a estrutura necessária para acomodação dos módulos dentro do reator (PELEGRIN, 2004; MAESTRI, 2007). Os elementos constituintes dos módulos são apresentados a seguir:

- membranas;
- estruturas de suporte, projetadas para suportar a força motriz de operação;
- canais para alimentação, coleta do permeado e do concentrado (retido).

Segundo Giacobbo (2010), os módulos são confeccionados para atender alguns requisitos, como:

- limitar o acúmulo de material na superfície da membrana, através da otimização da circulação da solução a ser tratada;
- maximizar a área superficial da membrana em função do volume;

- evitar a contaminação do permeado com o material concentrado;
- permitir a limpeza das membranas;
- ser de simples manuseio para facilitar a operação;
- reduzir as possíveis zonas mortas no reator.

3.1.2 Características das membranas

Segundo Petrus (1997), existem algumas características de grande importância no que tange às membranas filtrantes, sendo destacadas a porosidade, seletividade e a permeabilidade. A porosidade das membranas é um indicador que mensura a relação entre a parte sólida e os poros da membrana, e que não deve ser confundida com o tamanho do poro. A porosidade, então, é medida da quantidade de vazios na superfície da membrana, e pode ser expressa em poros/cm² (PETRUS, 1997). A seletividade é a grandeza que determina o diâmetro dos poros em uma membrana, sendo, portanto, o parâmetro adotado na classificação destas membranas.

A permeabilidade hidráulica (L_p) é um parâmetro de grande importância na caracterização de uma membrana, pois ela quantifica o material que permeia pela mesma. O fluxo permeado (J) é definido como o volume que permeia através da membrana por unidade de área e de tempo, ou seja, vazão (Q) por área (A), sendo geralmente representado em $L.m^{-2}.h^{-1}$.

$$J = \frac{Q}{A}$$

Um dos métodos de determinação da permeabilidade da membrana é com a utilização de um solvente puro, usualmente água, sendo filtrado através de um processo que utilize gradiente de pressão como força motriz (VIANA, 2004). Neste caso, o fluxo do permeado é diretamente proporcional à pressão trans-membrana. A determinação da permeabilidade com a utilização de água possui a nomenclatura de permeabilidade hidráulica (GIACOBBO, 2010).

3.2 Biorreator à Membrana para o tratamento de esgoto sanitário

Os biorreatores à membrana (BRM) são resultantes do desenvolvimento dos processos de separação por membranas, que ganharam difusão a partir da década de 1960 (SANT'ANNA JR *et al*, 2011). Os primeiros usos das membranas em reatores biológicos ocorreram no final desta década, quando se adicionou módulos de membranas externas a um reator de Licor Mistos ativados, buscando melhorias na clarificação do efluente (LE-CLECH; CHEN; FANE, 2006).

O primeiro BRM concebido foi desenvolvido pela empresa Dorr Oliver, em 1966 (YANG *et al*, 2009). Este sistema possuía um tanque de reação biológica com biomassa em suspensão e seguido por um módulo externo de membranas de ultrafiltração. Com o desenvolvimento de diversos trabalhos científicos, a tecnologia de BRM teve boa difusão, a partir da década de 1990. Desde então, o sistema de BRM evoluiu, e pesquisas acerca do tema tem aumentado significativamente, em particular nos últimos 10 anos (NG; KIM, 2007).

A concepção de um Biorreator à Membrana caracteriza-se pela junção da etapa biológica de degradação da matéria orgânica e remoção dos nutrientes com a etapa física de separação por membranas. Sendo a etapa de clarificação realizada através da permeação, elimina-se a necessidade dos tanques de sedimentação, possibilitando a estes reatores ocuparem áreas muito menores (SANT'ANNA JR *et al*, 2011).

A aplicação das membranas em substituição ao decantador secundário permite, ainda, que todos os microrganismos possuam o mesmo tempo de residência no reator (Θ_c), possibilitando o desenvolvimento de organismos de crescimento lento, como as bactérias *Nitrosomonas* e as *Nitrobacter*, responsáveis pela nitrificação do efluente (SCHNEIDER; TSUTIYA, 2001). Outra vantagem conferida pelo sistema de membranas é a retenção total da biomassa dentro do reator, evitando a sua perda, o que aumenta a concentração da mesma dentro do reator, intensificando a ação de degradação microbiológica (SANTOS, MA; JUDD, 2011).

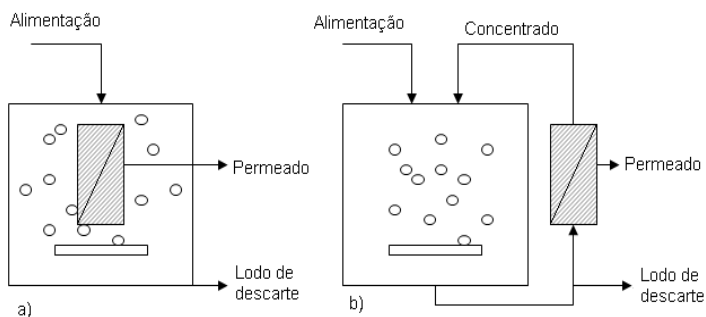
Em comparação com os processos de Licor Mistos ativados convencionais, os BRM apresentam vantagens operacionais como a

independência entre o tempo de retenção de sólidos e o tempo de retenção hidráulica (VIANA, 2004). Além disto, a já citada operação em altas concentrações de biomassa permite a redução do tamanho das unidades de tratamento e diminui geração de Licor Misto, o que implica em redução nos custos do processo (BRINDLE; STEPHENSON, 1996). Além dessa vantagem, em comparação com as estações de tratamento convencional, as unidades com BRM permitem a produção de um efluente livre de microrganismos devido à retenção na membrana.

Segundo Tsiologeorgis *et al* (2007) a principal desvantagem dos biorreatores à membrana é o custo de instalação e de operação, sendo estes diretamente relacionados à membrana. Além disto, deve ser considerado o consumo de energia destes reatores, pois a necessidade de aeração do tanque biológico encarece a operação do sistema.

Os primeiros BRM apresentavam a configuração de módulos de membrana externos usualmente confeccionados em cerâmica, e tal configuração implica na necessidade de altas velocidades de circulação do líquido sobre o módulo visando à minimização da colmatação da membrana (SANT'ANNA JR *et al*, 2011). Com as novas descobertas acerca de técnica de BRM na década de 1990, passou-se ao uso predominante de módulos submersos no próprio tanque de reação biológica (YAMAMOTO, 1989). As duas configurações de BRM são apresentadas na Figura 5.

Figura 5 - Configurações usuais de BRM: a) módulos submersos, b) módulos externos



Fonte: Adaptado de Stephenson *et al*, (2000).

No reator com módulo externo, as membranas são instaladas fora do tanque biológico, portanto, a solução a ser filtrada é bombeada para os módulos, normalmente tubulares, gerando altas tensões de cisalhamento necessárias para minimizar a colmatação da membrana por deposição de sólidos em sua superfície. Embora esta configuração de BRM seja simples e estável, apresenta um consumo energético significativo devido ao uso de bomba de recirculação e das altas tensões de cisalhamento necessárias, que, por sua vez, podem provocar danos aos microrganismos em reatores biológicos.

No sistema com membranas submersas, os módulos são imersos no tanque biológico e o efluente é permeado através das paredes da membrana. Em geral, estes sistemas utilizam membranas tipo fibra-oca ou placa plana. Enquanto as membranas planas são instaladas verticalmente, as fibras ocas podem ser instaladas vertical ou horizontalmente, de modo que o fluxo de ar (bolhas ascendentes) provenientes da aeração mova-se transversalmente às fibras (SILVA, 2009), gerando turbulência na superfície da membrana para garantir condições de operação satisfatórias, operando em fluxo praticamente constante e com a taxa de aumento da pressão trans-membrana (PTM) relativamente baixa (VIERO, 2006).

As principais diferenças entre os dois sistemas de biorreator à membrana são apresentadas no Quadro 3.

Quadro 3 - Diferenças entre BRM com membranas submersas e membranas externas

Membrana submersa	Membrana externa
Elevados custos com aeração	Baixos custos com aeração
Sem bombeamento entre tanque biológico e módulo de membrana	Elevados custos com bombeamento
Operação com fluxo baixo	Operação em fluxos altos
Elevados custos de capital	Baixos custos de capital
Menor frequência de limpezas	Limpezas frequentes
Baixo custo operacional	Maior controle hidrodinâmico

Fonte: Till e Malia (2001).

O tipo de membrana comumente utilizada para BRM, segundo Metcalf e Eddy (2003), são as poliméricas de microfiltração ,

sendo o diâmetro médio dos poros na faixa de 0,1 – 0,4 μm . Na maioria dos sistemas com aplicação de módulos submersos, o tipo de membrana utilizada é o de fibra-oca (IVANOVICH, 2011; KHAN *et al*, 2012; LEE *et al*, 2001; SOMBATSOMPOP, 2006; YANG, 2010; YANG; YANG, 2011; YANG *et al*, 2011).

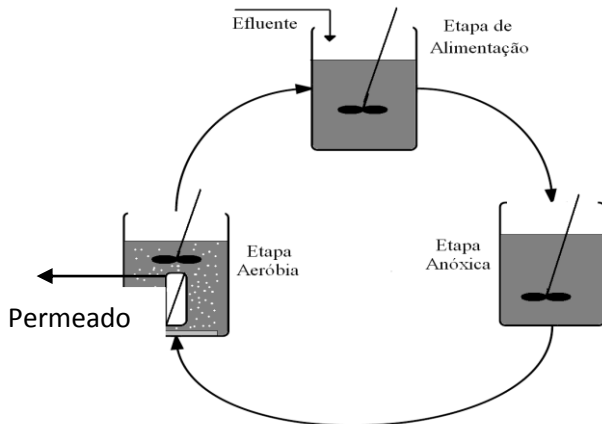
A operação de BRM pode ser de fluxo contínuo, no qual o sistema sempre estará recebendo efluente, requisitando, assim, a existência de mais de um tanque no reator quando se objetiva intermitência entre etapas de aeração e anaerobiose. O sistema pode ser operado, também, em bateladas, necessitando apenas um tanque para o reator no qual todas as etapas podem ocorrer. A operação em bateladas requer um sistema de controle para automatizar a intermitência entre as etapas, programando, assim, toda a sequência de tratamento. Na sequência do texto, será discutida apenas a operação em bateladas em virtude de ser o modelo de operação proposto.

3.2.1 Biorreator à membrana operado em bateladas sequenciais

Os reatores em bateladas sequenciais convencionais operam em fluxo intermitente e consistem, basicamente, em um único tanque, o qual serve como reator biológico e também como decantador. Isto implica em menor necessidade de espaço para construção do reator, pois todos os processos ocorrem em apenas uma unidade. A operação desses reatores em bateladas sequenciais tradicionais comumente é realizada em cinco etapas: i) enchimento; ii) reação; iii) decantação; iv) descarga e v) repouso. Após a alimentação, a etapa da reação tem por objetivo completar as reações iniciadas na fase do enchimento. A fase de reação é realizada com mistura completa, podendo ser em condições anaeróbias, anóxicas e aeróbias (WILDERER *et al*, 1997). Na fase de decantação ocorre a separação sólido-líquido e na etapa de descarga é retirado o efluente tratado do sistema.

Quando se aplica a técnica de bateladas sequenciais em biorreatores à membrana, é eliminada a necessidade das etapas de decantação e descarga, pois a retirada de efluente do sistema será através da permeação realizada pelo sistema de membranas na fase de reação durante a etapa aeróbia. O ciclo operacional de bateladas para BRM é apresentado na Figura 6.

Figura 6 - Etapas do ciclo de um biorreator à membrana em bateladas



Fonte: Elaborada pelo autor.

A etapa de reação biológica pode contemplar tanto a etapa anóxica quanto a etapa aeróbia, conforme apresentado na Figura 6, sendo que na etapa aeróbia, além da aeração, irá ocorrer a filtração através da membrana. Esta combinação de fases é o grande avanço obtido com a técnica de bateladas, pois propicia fenômenos importantes para a remoção de nutrientes: nitrificação, desnitrificação e remoção biológica de fósforo. Segundo Sant'Anna Jr *et al* (2010), com a operação em bateladas, é possível se obter elevadas remoções de nutrientes. Para garantir a ocorrência destes dois processos, a operação do sistema é iniciada durante a alimentação na fase anaeróbia, promovendo a desnitrificação e a liberação de fosfato pelos microrganismos para o meio líquido. Em sequência, na fase aeróbia, ocorre o processo de nitrificação e o rápido consumo do fosfato anteriormente liberado no meio. A aplicação de bateladas sequenciais em biorreatores à membrana já foi estudado por diversos autores. A Tabela 1 apresenta uma compilação de dados sobre o uso de bateladas sequenciais em BRM.

Tabela 1 - Compilação de dados sobre bateladas sequenciais em BRM

Autor (es)	Configuração da membrana		Tempo de cada etapa (minutos)		TRH (horas)
	Submersa	Externa	Aeróbia	Anaeróbia	
Yeom <i>et al</i> (1999)	X		80	60	15
Ng <i>et al</i> (2000)	X		120 ¹ – 210 ²	60	-
Shin e Kang (2002)	X		100	80	12 - 24
Bae, Han e Tak (2003)	X		- ³	- ³	36
Kang, Lee e Kim (2003)	X		120	60	-
Arrojo <i>et al</i> (2005)		X	210	90	30
McAdam <i>et al</i> (2005)	X		180	90	9
Acharya <i>et al</i> (2006)	X		-	14 ⁴	6,3 – 12,5
Lobos <i>et al</i> (2006-07-08)	-	-	- ⁵	- ⁵	24
Terada <i>et al</i> (2006)	X		510	90	24
Zhang <i>et al</i> (2006)	X		60-120	40-60	7,3 – 22
Tsilogeorgis <i>et al</i> (2007)	X		420	60	10
Scheumann e Kraume (2008)	X		110- 300	60-120	12
Dong e Jiang (2009)	X		- ⁶	- ⁶	12
Fakhru'l-Razi (2010)		X	-	-	8-40
Yang <i>et al</i> (2010)	X		120	120	15,3- 26
Shariati <i>et al</i> (2011)	X		- ⁷	- ⁷	8, 16 e 24

Wang <i>et al</i> (2012)	X	-	-	5
Li <i>et al</i> (2012)	X	-	-	6,7
Belli <i>et al</i> (2012)	X	180	55	-
Thanh <i>et al</i> (2013)	X	-	-	3,4
Xu, Wu e Hu (2014)	X	120	50	20-30

Fonte: Elaborada pelo autor

¹120 minutos de aeração contínua; ²210 minutos de aeração intermitente; ³ ciclo completo de 10 horas, com etapas aeróbia e anóxica; ⁴tempo necessário para desnitrificação (94%); ⁵ ciclo completo de 12 horas; - ⁶ etapa de reação de 200 minutos; ⁷ etapa de reação de 149 – 629 minutos.

Existem variações nos tempos adotados para as fases aeróbias e anaeróbias e, na maioria dos casos, o tempo destinado à fase anaeróbia é menor. Isto se deve ao fato da liberação de fosfato ocorrer nos minutos iniciais da fase anaeróbia, quando há grande quantidade de substrato disponível no sistema. A intermitência entre as etapas também é necessária para os fenômenos de nitrificação e desnitrificação ocorrerem de modo satisfatório.

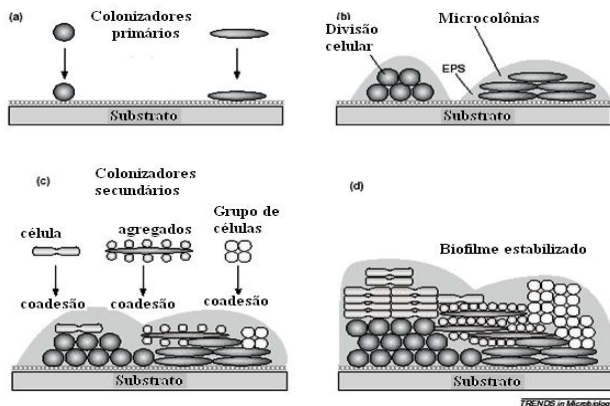
Segundo Tsilogeorgis *et al* (2007) os sistemas operados em bateladas sequenciais podem obter elevadas taxas de nitrificação e de desnitrificação. Cowman (2004) também afirma que a intermitência entre as fases (aeróbia e anaeróbia) é um método efetivo na remoção de nitrogênio. Scheumann e Kraume (2008) alegam que é possível obter remoção de nitrogênio e amônia de forma estável durante a operação do sistema. Yang *et al* (2006) comprovaram ser possível remover simultaneamente nitrogênio e fósforo quando o sistema é operado em bateladas. Além disto, os BRM em BS são uma solução para tratamento de efluentes que não são gerados de forma contínua (LOBOS *et al*, 2008).

3.2.2 Biorreator à Membrana de Leito Móvel

Os reatores de leito móvel possuem esta nomenclatura em virtude da inserção de materiais suporte na massa líquida do reator para promover a adesão de microrganismos formando o biofilme microbiano. No âmbito da Engenharia, os biofilmes são utilizados em certos bioprocessos, como o tratamento de efluentes, aproveitando a capacidade natural dos microrganismos de formar agregados, aumentando a eficiência do processo (XAVIER, 2005). Nos últimos anos, o uso de reatores de biofilme cresceu devido às características que proporciona, tais como: i) reator com alta concentração de biomassa; ii) boa eficiência na remoção de compostos orgânicos; iii) maior estabilidade e iv) maior resistência a cargas de choque, a variações de temperatura e de toxicidade (SANT'ANNA JR *et al*, 2011).

O biofilme confere, ainda, resistência a agentes desinfetantes, além de demonstrar resistência acrescida à radiação UV (ELASRI; MILLER, 1999), a desidratação e a presença predadores como protozoários (XAVIER, 2005). Por fim, reatores com leito móvel apresentam maior capacidade de depuração de matéria orgânica, devido à grande variedade de microrganismos que se desenvolvem no sistema (BASSIN; DEZOTTI, 2011). O processo de formação do biofilme é ilustrado na Figura 7, que apresenta o mecanismo de adesão e formação do biofilme.

Figura 7 - Desenvolvimento de um biofilme. (a) Colonização primária de um substrato; (b) crescimento, divisão celular e produção do exopolímeros (EPS), com o desenvolvimento de microcolônias; (c) coadesão de células individuais, de células coagregadas e grupos de células idênticas, originando um biofilme jovem, de múltiplas espécies; (d) maturação e formação de mosaicos clonais no biofilme maduro



Fonte: Kyaw/UnB (2010).

Em termos gerais, o biofilme é uma matriz gelatinosa constituída em sua maior parte por água, cerca de 90%. As células residentes, que podem incluir diferentes espécies de microrganismos, representam aproximadamente 5% da matriz (MISSAGIA, 2010). Além de água e células, os outros componentes da matriz incluem EPS (1 a 2%), proteínas - que incluem produtos líticos e enzimas secretadas (1 a 2%), ácidos nucleicos de células lisadas (1 a 2%), íons e ácidos húmicos em concentrações traço (ALISSON, 2001 *apud* MISSAGIA, 2010).

A formação irregular do biofilme na superfície do material suporte adicionado ao reator também proporciona o surgimento de zonas anaeróbias, anóxicas e aeróbias, aumentando, assim, a variedade de microrganismos presentes, além de condicionar que fenômenos estritamente aeróbios e anóxicos possam ocorrer simultaneamente. Sistemas com biofilme, denominados leito móvel (do inglês, MB: *Moving Bed*), são compactos, ocupando, assim, menor espaço físico.

A aplicação do leito móvel em biorreatores à membrana já foi estudado por diversos autores (AHN; LEE, 2000; IVANOVICH, 2011; KHAN *et al*, 2012; LEE; LEE *et al*, 2000; LEIKNESS; ØDEGAARD, 2005; RAHIMI *et al*, 2010; RICHARD, 1995; SETTER, 1995; SOMBATSOMPOP *et al*, 2006; YANG *et al*, 2009). Com variados tipos de materiais suporte testados, conforme indicado na Tabela 2.

Tabela 2 - Compilação de dados sobre uso de materiais suporte em BRM

Autor (es)	Biomídia utilizada	Densidade	Área do Suporte	% de recheio
Setter (1995)	Ringlace® (corda)	530 m.m ⁻³	-	16%
Richard (1995)	Ringlace® (corda)	-	10.000 m de corda	-
Lee <i>et al</i> (2000)	Biomatrix Looped Cord (trançada)	-	4,37 m ² (total)	-
Leikness & Ødegaard (2005)	Polietileno (K1 e K2)	950 kg.m ⁻³	-	60-70%
Sombatsompop <i>et al</i> (2006)	Anéis cilíndricos (Polipropileno)	1,001 Kg.m ⁻³	Ø ¹ interno: 3mm Ø ¹ externo: 4mm	24 %
Yang <i>et al</i> (2009) <i>a, b, c</i>	Cilindros ocos (não tecido)	270 kg.m ⁻³	900 m ² .m ⁻³	30 %
Rahimi <i>et al</i> (2010)	Polipropileno	-	350 m ² .m ⁻³	70%
Ivanovich (2011)	Kaldness® K1	960- 980 kg.m ³	335 m ² .m ⁻³	67%
Yang <i>et al</i> (2011)	Polietileno	960 kg.m ⁻³	600 m ² .m ⁻³	50%
Khan <i>et al</i> (2012)	Esponja de Poliuretano	-	Dimensões: 1cm ³ (1x1x1cm)	20%
Díaz <i>et al</i> (2013)	Kaldness® K1	920- 960 kg.m ³	500 m ² .m ⁻³	35%

Fonte: Elaborada pelo autor

¹ Ø = Diâmetro do material suporte.

Pela tabela 2, verifica-se uma grande variedade de materiais suporte utilizados em pesquisas, demonstrando a aplicabilidade de

diversos materiais para tal fim. A densidade dos materiais suporte é muito variável, dependendo da composição do mesmo, conforme apresentado nas pesquisas acima relacionadas. A escolha do material suporte deve considerar alguns fatores, como:

- superfície porosa para melhor adesão;
- maior superfície específica;
- permitir a absorção das substâncias contidas no processo biológico;
- apresentar boa resistência mecânica;
- possuir tamanho ideal, sem comprometer a hidrodinâmica do reator.

A porcentagem de recheio é um fator de grande importância, pois o material suporte condicionará ao sistema operar em maiores cargas orgânicas aplicadas, em virtude de possuir grande área superficial acondicionando, assim, mais microrganismos por unidade de volume. Esta porcentagem de recheio varia de acordo com o sistema, pois se deve atentar para que a hidrodinâmica do reator não seja afetada. Diferentes materiais podem ser utilizados como meio de suporte, sendo que o formato dos materiais artificiais depende de seu fabricante, alguns exemplos são apresentados na Figura 8.

Figura 8 - Exemplos de materiais suporte artificiais.



Fonte: Sites dos fabricantes.

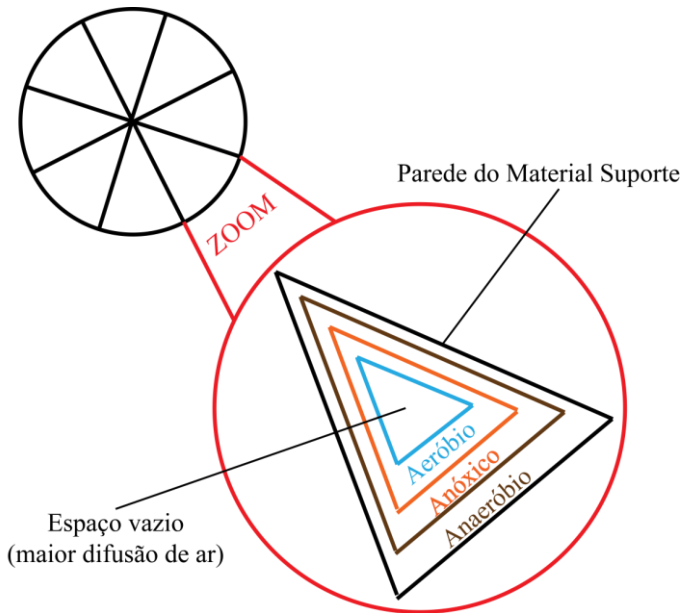
No que se refere à eficiência do processo e, segundo dados provenientes da Tabela 2, Richard e Setter, ambos em 1995, obtiveram melhorias na nitrificação de seus sistemas com o uso de material suporte. Lee *et al* (2000) verificaram que o uso de materiais para crescimento aderido melhora as condições de permeabilidade da membrana, quando comparado a um BRM com biomassa em suspensão.

Khan *et al* (2012) também afirmaram que o uso de materiais suporte tem influência positiva na mitigação da colmatação da membrana, devido ao fato de que parte da biomassa pode ficar retida no interior dos materiais suporte.

Como o crescimento dos microrganismos, também irá ocorrer no material suporte, a nitrificação ocorrerá na interface externa (aeróbia), e a desnitrificação também poderá ocorrer no interior do material suporte, onde o biofilme é anaeróbio (YANG *et al*, 2009). Esta ocorrência simultânea de zonas aeróbias, anóxicas e anaeróbias em diferentes profundidades no biofilme proporciona uma melhoria acentuada nos processos de remoção de nutrientes (LI *et al*, 2005; WANG *et al*, 2009).

A Figura 9 apresenta um esquema das diferentes zonas do biofilme presente no interior do material suporte.

Figura 9 - Diferentes zonas (aeróbia, anóxica e anaeróbia) no biofilme.



Fonte: Elaborada pelo autor.

3.3 Aspectos importantes na operação de biorreatores à membrana

A investigação em torno das capacidades deste tipo de reator ainda precisa ser aprofundada, porém os dados provenientes da literatura indicam a aplicabilidade, principalmente, no que tange os processos de nitrificação, desnitrificação e de remoção de fósforo. Para isto, existem algumas condições operacionais a serem observadas que são apresentadas a seguir.

3.3.1 Aeração

A aeração em um biorreator à membrana tem duas funções: i) o fornecimento de oxigênio aos microrganismos responsáveis pela degradação da matéria orgânica e dos nutrientes; ii) minimizar a colmatação da membrana através do posicionamento dos módulos em fluxo cruzado com a aeração.

Na questão dos microrganismos, a aeração é necessária para que os organismos autótrofos realizem a sua produção de energia, além de ser, também, necessária para o processo de nitrificação e na remoção biológica de fósforo, processos que serão abordados na seção de remoção de nutrientes. A concentração mínima de oxigênio na massa líquida depende do processo que se deseja promover. Para a nitrificação, Tchobanoglous e Burton (1991) indicam que é necessário 1 mg.L^{-1} . Rahimi *et al* (2010), que estudaram as melhores taxas de aeração em um BRM de Leito Móvel, também afirmam que em concentrações menores que $2 \text{ mgO}_2\text{.L}^{-1}$ a nitrificação não é completa. Yang *et al* (2009) testaram três condições de aeração (1, 3 e 6 mg.L^{-1}) e afirmam que a concentração ótima foi 3 mg.L^{-1} , pois foi nela que obtiveram melhores resultados na remoção de nutrientes. Para a degradação da matéria orgânica, a concentração de oxigênio mínima necessária, usualmente reportada, é de 2 mg.L^{-1} .

Na minimização da colmatação, a aeração é importante porque a inserção de ar na massa líquida provoca turbulência, o que é capaz de promover uma tensão de cisalhamento na superfície da membrana, culminando na remoção dos materiais ali depositados, além de atuar como limitante da deposição de novas partículas.

3.3.2 Tempo de Retenção Celular (Θ_c)

O tempo de retenção celular, também denominado idade do Licor Misto, é um parâmetro relativo ao tempo de permanência dos microrganismos constituintes do licor misto dentro do reator. Em BRM, este parâmetro é facilmente controlável em decorrência do sistema de membranas, que retêm 100% dos sólidos dentro do reator. O monitoramento é realizado através da determinação do teor de sólidos, e o controle se faz através de descartes (ou purgas) periódicos, de acordo com a idade de Licor Misto desejada.

Os sistemas BRM operam com idades de Licor Misto elevadas, o que segundo Brown, Ong e Lee (2010) provoca melhorias na eficiência do biorreator, além de possibilitar a operação com maiores cargas de DQO do que usualmente é reportado para sistemas biológicos convencionais. Segundo Metcalf e Eddy (2003) operando um BRM que contemple fase anóxica, com alto tempo de retenção celular, é possível obter altas taxas de remoção de DQO e de nitrogênio. Porém, no que tange a remoção de fósforo, Monclús *et al* (2010) indicam que sistemas com alta idade do Licor Misto condicionam o surgimento de organismos filamentosos, o que limita a remoção de fósforo no reator. Ng e Hermanowicz (2003) trabalharam um BRM variando a idade do Licor Misto e relatam que operando um sistema com idade de Licor Misto abaixo de 2,5 dias a nitrificação deixa de ocorrer no sistema.

Sendo assim, se o objetivo do BRM é apenas a remoção de matéria orgânica, é possível operar o sistema com variadas idades de Licor Misto. Quando o objetivo é a remoção de nitrogênio, é indicado operar o sistema com idades de Licor Misto superiores a três dias. Os resultados de Monclús *et al* (2010) indicam que idades de Licor Misto baixas são eficientes para a remoção de fósforo.

3.3.3 Tempo de retenção hidráulica (TRH)

O tempo de retenção hidráulica é conceitualmente definido como o tempo médio de permanência das moléculas de água em uma unidade de tratamento. Em sistemas que operam em bateladas, o cálculo é feito relacionando a taxa de troca volumétrica de cada batelada ao volume máximo do reator. Como exemplo, se o reator opera com 15 litros, a taxa de troca volumétrica de 20% e o tempo do ciclo de 4 horas,

toda massa líquida do reator será trocada em dois ciclos, resultando num tempo de retenção hidráulica de 20 horas (20% de troca em cada ciclo, necessários 5 ciclos para troca de toda a massa líquida).

Scheumann e Kraume (2008), que avaliaram a influência do TRH na operação de um BRM em bateladas nos tempos de 12, 24 e 33h, alegam que o processo de nitrificação e desnitrificação ocorre sem influência das variações de TRH. Afirmam, ainda, que a nitrificação ocorreu completamente em todos os tempos testados, e apenas a desnitrificação completa não foi atingida no tempo de 33h. Através da análise dos estudos dos autores anteriormente apresentados, pode-se concluir que um BRM pode operar em variados tempos de retenção hidráulica obtendo boas remoções dos parâmetros mais comuns quando se aborda o tratamento de esgotos sanitários. Há, também, algumas indicações sobre as melhores configurações para os processos de nitrificação e desnitrificação.

3.3.4 Concentração de Sólidos Suspensos

A concentração de sólidos suspensos nos biorreatores à membrana representa a fauna microbiana presente no licor misto. Em vista de a retirada do efluente ser realizada por membranas, os biorreatores à membrana usualmente operam com alto teor de sólidos, o que é vantajoso, pois intensifica a degradação biológica da matéria orgânica e intensifica o consumo de nutrientes.

O teor de sólidos suspensos em um BRM possui uma grande variação, dependendo da operação adotada. Primeiramente, Stephenson *et al* (2000) relataram valores entre 8 - 15 g.L⁻¹, quando se trata de esgoto doméstico. Porém, existem pesquisas com teor de sólidos inferiores, como Ujang, Salim e Khor (2002) que operaram entre 2,5 – 3,8 g.L⁻¹. Amri (2012) indica que BRM pode operar com teor de sólidos de 30 até g.L⁻¹. O alto teor de sólidos pode ser um fator impactante na intensificação da colmatação da membrana, e foi objeto de estudo de Rosenberger e Kraume (2002) que não observaram impacto significativo com teor de sólidos variando entre 2 - 24 g.L⁻¹. Segundo Le-Clech *et al* (2006), o teor de sólidos não é de grande importância na colmatação da membrana quando o BRM é operando em fluxos baixos.

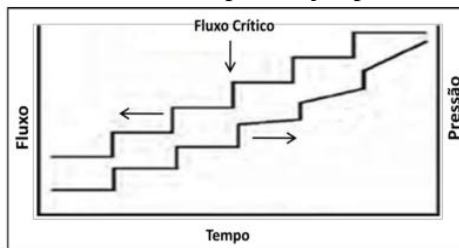
3.3.5 Fluxo Crítico

O conceito de fluxo crítico foi introduzido por Field *et al* (1995) e foi definido como: “A hipótese do fluxo crítico é que no início da operação de um reator existe um fluxo (de permeação) abaixo do qual a queda do fluxo com o tempo não ocorre, e acima ocorre a colmatação”. Em termos práticos, o fluxo crítico é o máximo valor de fluxo no qual não se observa grande colmatação na membrana.

Ainda segundo Field *et al* (1995), quando a filtração for realizada abaixo do fluxo crítico, a pressão trans-membrana (PTM) permanecia em um nível estável ou em moderado crescimento, possibilitando, assim, uma operação estável. Belli (2011) operou um BRM com dois diferentes fluxos, 5,55 – 11,1 L.m⁻².h⁻¹, e obteve boa estabilidade de operação no fluxo inferior. Na operação com fluxo superior, identificou maior tendência a colmatação da membrana.

Um dos métodos para determinação do fluxo crítico pode ser realizado conforme descrito por Belli (2011) em sua dissertação, em que se monitora a pressão trans-membrana, enquanto o fluxo de permeação é gradualmente aumentado (através de controles na bomba peristáltica), sendo cada fluxo monitorado por 15 minutos. Esse método será abordado em detalhes na seção de materiais e métodos. A Figura 10 apresenta um exemplo gráfico ilustrativo da determinação do fluxo crítico.

Figura 10 - Definição do fluxo crítico através do monitoramento da PTM em fluxos de permeação pré-definidos



Fonte: Amaral (2009).

Percebe-se que, durante o teste de determinado fluxo, a pressão pode não obter comportamento constante, limitando, assim, as

condições de operação devido ao rápido incremento da pressão, usualmente relacionada a maiores tendências de colmatação das membranas. O fluxo imediatamente anterior a este será o fluxo crítico determinado.

3.3.6 Pressão Trans-Membrana

Segundo Provenzi (2005), a pressão trans-membrana é diretamente relacionada com a deposição e acúmulo de partículas (Sólidos Suspensos e coloides) sobre a superfície da membrana. Deste modo, quanto maior a PTM, maior será a velocidade de acúmulo destas partículas na membrana (GIACOBBO, 2010). Porém, para que a operação do sistema mantenha menores variações da PTM, obrigatoriamente, o sistema terá de operar em fluxos menores, reduzindo, assim, a produção de permeado por unidade de tempo. Gunder e Krauth (1998) afirmam que quanto maior a PTM aplicada, maior será o fluxo de permeado obtido e maior a deposição de sólidos na superfície da membrana.

Tiranuntakul (2011) indica que a permeação nos BRM é feita fixando-se um fluxo, e que, então, a PTM aumenta durante esta etapa de permeação. Esse incremento, segundo o autor, ocorre devido ao aumento da resistência à filtração e este comportamento pode ser causado pela deposição de sólidos e formação de biofilme na superfície da membrana. Os sistemas com módulos submersos (mais comumente aplicados para o tratamento de efluentes sanitários) usualmente operam em baixas pressões, geralmente variando entre 0,2 – 0,8 bar, evitando, assim, grandes influências na tendência a colmatação da membrana (GIACOBBO, 2010).

3.3.7 Colmatação

Colmatação é um processo físico, caracterizado pelo decaimento do fluxo de permeação (ou da pressão trans-membrana) ao longo do tempo operacional devido à formação de uma camada de partículas sobre a membrana, ocasionando reduções na capacidade de filtração (PELEGRIN, 2004). Essa camada é denominada ‘torta’ (do inglês, *cake*), e é formada pela deposição dos constituintes da suspensão biológica, como os microrganismos e matriz de exopolímeros (EPS) (BELLI, 2011).

Este processo ocorre devido à transferência de massa (separação de partículas e permeação d'água) realizada pela filtração em membranas, onde essa separação promovida pela membrana pode causar a acumulação, fixação ou adsorção dos constituintes da suspensão biológica sobre a superfície da membrana e dentro dos poros de membrana, causando um aumento da resistência hidráulica ao longo do tempo (TIRANUNTAKUL, 2011). A colmatação é considerada um dos maiores problemas relacionados aos biorreatores à membrana (RADJENOVIC *et al*, 2008; TIRANUNTAKUL, 2011). Segundo Radjenovic *et al* (2008), os principais fatores influentes na colmatação são: i) adsorção de macromoléculas e colóides; ii) crescimento de biofilme na superfície da membrana; iii) sedimentação de matéria inorgânica e iv) envelhecimento da membrana.

Quando ocorre a formação da torta, o sistema passa por um aumento da pressão trans-membrana para superar essa barreira e manter o fluxo de permeado constante. Esta condição atrai mais sólidos para a superfície da membrana e culmina no aumento do biofilme (BELLI, 2011). Além da formação de biofilme, a colmatação também ocorre pelo entupimento dos poros da membrana, conforme ilustrado na Figura 11.

Figura 11 - Colmatação em membranas. a) bloqueio dos poros; b) formação da torta



Fonte: Adaptado de Vela *et al* (2008).

Já a formação da torta pode acarretar no surgimento de uma 'segunda membrana', de caráter biológico e resultante da deposição de sólidos, que pode reter partículas menores que o tamanho médio dos poros (VERA *et al*, 2003). Isto pode melhorar a eficiência da retenção de partículas, porém, tem efeito negativo no comportamento da pressão trans-membrana.

Existe, ainda, o fenômeno de polarização da concentração, que é descrito como o primeiro efeito da deposição dos constituintes do Licor Misto na superfície da membrana. A polarização da concentração descreve a tendência do soluto para acumular na interface membrana/solução, em uma faixa limite de concentração, durante a operação (JUDD, 2006).

No controle e mitigação da colmatção das membranas durante a operação do sistema existem duas técnicas principais já estudadas e de comprovada eficiência. A retrolavagem (bombeamento de água ou do próprio permeado no sentido contrário à filtração), visando à desobstrução dos poros e consequente desprendimento dos materiais depositados na superfície externa da membrana é uma das estratégias utilizadas. Outro procedimento que pode ser realizado durante a operação do sistema é o relaxamento da membrana, que consiste de períodos onde a filtração é parada, ocasionando na restituição parcial do fluxo (ou da pressão trans-membrana), minimizando, assim, a deposição de sólidos na membrana. Essa técnica possui grande eficiência quando as membranas são posicionadas acima dos distribuidores da aeração.

3.3.8 Concentração de EPS e SMP

Segundo Wingender *et al* (1999) o nome EPS (do inglês, *Extracellular Polymeric Substances*) é utilizado para representar diferentes classes de macromoléculas, como polissacarídeos, proteínas, ácidos nucleicos, lipídios e outros compostos poliméricos presentes no interior de agregados microbianos. Sheng, Yu e Li (2010) indicam que os EPS estão presentes tanto no interior quanto no exterior dos agregados microbianos, pois são excreções com alto peso molecular provenientes dos microrganismos, bem como produtos de lise celular e da hidrólise de macromoléculas. Ainda segundo Shen, Yu e Li (2010), carboidratos e proteínas são os principais componentes dos EPS, mas no Licor Misto de reatores biológicos podem ser encontradas substâncias húmicas, chegando a 20% da sua composição dos EPS (FROLUND; PALMGREN, 1995).

Já o termo SMP (do inglês, *Soluble Microbial Products*), segundo Barker e Stuckley (1999), é adotado para definir o conjunto de compostos orgânicos que são liberados para a solução (licor misto do

reator) através do consumo do substrato e do decaimento da biomassa. A existência desses produtos microbianos residuais em reatores para o tratamento de efluentes foi comprovada por Gaffney e Heukelekian, em 1961. A origem dos SMP possui algumas vias principais e, segundo Kuo (1993), existem sete fatores de maior importância na ocorrência desse fenômeno. Os fatores relacionados por Kuo (1993) são brevemente explicados no Quadro 4.

Quadro 4 - Fatores responsáveis pela liberação e presença de SMP

Fator	O que ocorre ¹
Equilíbrio da concentração	Microrganismos excretam SMP para atingir equilíbrio através da membrana celular ¹ .
Fome (falta de substrato)	As bactérias excretam SMP porque elas precisam de energia para manter a respiração endógena e/ou o metabolismo ¹ .
Presença de uma fonte energética	A presença de uma fonte com alta concentração de energia exógena pode estimular a excreção de SMP ¹ .
Morte acelerada pelo substrato	A adição súbita de uma fonte de carbono e de energia para bactérias que sofreram a falta de substrato podem gerar SMP ¹ .
Disponibilidade de nutrientes necessários	Quando a concentração dos nutrientes essenciais é muito baixa, os SMP podem ser produzidos para eliminar essa necessidade ¹ .
Eliminar o stress ambiental	SMP são produzidos como uma resposta a um stress sofrido pelas bactérias, como mudanças na temperatura e choques osmóticos ¹ .
Crescimento e metabolismo normal	Além de todos os anteriores, os SMP são liberados normalmente durante o crescimento e metabolismo dos microrganismos ¹ .

Fonte: Kuo (1993)

¹ As referências relativas a estes itens se encontram no texto original, publicado por Kuo em 1993.

Em uma publicação da EUROMBRA (2006) indica-se que essa relação entre a colmatação da membrana e a concentração de EPS é difícil, destacando publicações de autores que não perceberam influências, além de autores que perceberam melhorias na filtrabilidade

e autores que correlacionam diretamente a presença de EPS em alta concentração com a colmatação.

Para um biorreator à membrana, a presença de EPS é admitida como importante no que tange a tendência de colmatação da membrana (CHANG; LEE, 1998), pois influencia positivamente a adesão de biomassa em uma superfície, no caso de um BRM, na superfície membrana, o que pode culminar no aumento da colmatação. Para os SMP a situação é semelhante, não possuindo uma definição na literatura que afirme ou rejeite a influência deste composto na colmatação da membrana (ORANTES, 2005).

Porém, Bouhabila *et al* (1998) afirmam que o EPS (principalmente na fração solúvel) é um dos maiores responsáveis pela colmatação, o que é reafirmado por Rosenberger e Kraume (2002) que comprovaram que quanto maior a concentração de EPS, menor a capacidade de filtração. Outros estudos de Rosenberger em conjunto com pesquisadores europeus em 2005 monitoraram BRMs e identificaram esta relação entre a colmatação e polissacarídeos, e identificaram que quando a concentração de polissacarídeos aumentou, houve aumentos na taxa de colmatação e na resistência, além da diminuição do fluxo.

3.4 Remoção Biológica de Nutrientes

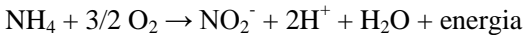
Nitrogênio e fósforo são os nutrientes diretamente ligados aos problemas de eutrofização, sendo o fósforo o agente limitante neste processo. Mas, como ambos os nutrientes podem impactar os corpos d'água receptores, as descargas de nutrientes devem ser evitadas e controladas (METCALF; EDDY, 2003). O controle do nitrogênio e do fósforo é de muita importância e devem ser contemplados nos projetos dos sistemas de tratamento de efluentes. A remoção destes nutrientes pode ocorrer eficientemente no mesmo biorreator, conforme indicado por Yang *et al* (2009), desde que se assegure a intermitência entre as etapas aeróbias e anóxicas. Os processos de remoção biológica de nutrientes são apresentados na sequência do texto.

3.4.1 Nitrificação e Desnitrificação

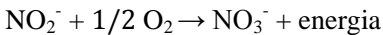
O nitrogênio pode ser encontrado em diversas formas em efluentes domésticos, e passa por diversas reações quando encaminhado para uma ETE. Segundo Cowman (2004), a forma predominante do nitrogênio nestes efluentes é o nitrogênio amoniacal ($\text{NH}_4^+\text{-N}$), que através de transformações bioquímicas pode se eliminado em duas vias principais, a assimilação por bactérias em sua síntese celular ou pelo processo de nitrificação e desnitrificação.

Na nitrificação ocorre a conversão da amônia em nitrato, e este processo ocorre em duas etapas reacionais realizadas por dois grupos de bactérias nitrificantes autotróficas (JORDÃO; PESSOA, 2005). Primeiramente as *Nitrosomonas* oxidam a amônia até um produto intermediário, o nitrito (NO_2^-). Em sequência, as *Nitrobacter* convertem o nitrito a nitrato (NO_3^-). As reações aproximadas são apresentadas abaixo, segundo Metcalf e Eddy (1991):

Para as *Nitrosomonas*:



Para as *Nitrobacter*:



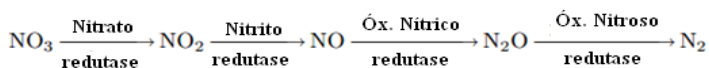
A nitrificação pode causar mudanças no pH do meio, pois estas reações tem alto consumo de alcalinidade, que segundo Metcalf e Eddy (1991) é de 8,64 mg HCO_3^- por mg de amônia oxidada. Outro fator que pode alterar o pH é o fato de que na primeira etapa da nitrificação (equação 4) ocorre a liberação de íons H^+ . O abaixamento do pH pode causar reduções no crescimento das bactérias nitrificantes, pois a faixa adequada para o seu crescimento é de 7,5 – 8,5 (METCALF; EDDY, 2003). Segundo Jordão e Pessoa (2005), a atividade nitrificante cessa em pH inferior a 6,3.

É importante ressaltar que a transformação bioquímica da amônia para nitrato não remove as formas nitrogenadas, mas condiciona a desnitrificação e diminuem a demanda de oxigênio, através do consumo de DQO. Ao contrário da nitrificação, as reações de

desnitrificação ocorrem na ausência de oxigênio (KIFF, 1972), em condições denominadas anóxicas. Isto ocorre porque alguns microrganismos podem usar o nitrato (NO_3^-) como acceptor de elétrons na ausência de oxigênio molecular (DAVIS, 2010).

Segundo Gray (2004) o processo de desnitrificação é realizado em quatro etapas, nas quais o nitrato sofre redutases até a forma de nitrogênio molecular em estado gasoso. O processo ocorre por meio da ação de bactérias anaeróbias facultativas heterotróficas, que utilizam matéria orgânica como fonte de carbono e de energia (BEZERRA, 2010). As reações são apresentadas na Figura 12.

Figura 12 - Etapas da desnitrificação



Fonte: Gray (2004)

A redução do nitrato a nitrogênio molecular ($\text{N}_{2(g)}$) possui uma série de produtos intermediários, como nitrito, óxido nítrico e óxido nitroso, sendo que cada etapa é realizada por uma enzima de redutase específica para a transferência de elétrons (EPA, 2010).

Em relação ao pH, a desnitrificação é capaz de recuperar a alcalinidade no sistema (ACHARYA; NAKHLA; BASSI, 2006), contrabalanceando, assim, o consumo de alcalinidade que ocorre na nitrificação (BASSIN; DEZOTTI, 2010). Davis (2010) indica que o pH adequado para a desnitrificação é 7, e que cerca de 3 – 3,6 mgCaCO₃ são produzidos por cada mg de nitrato reduzido. Van Haandel e Marais (1999) indicam que em pH abaixo de 6 e acima de 8,5 há uma diminuição considerável na atividade desnitrificante.

O processo é realizado por uma ampla gama de bactérias anaeróbias facultativas, sendo os gêneros mais comuns: *Pseudomonas* (*P. fluorescens*, *P. aeruginosa*, *P. denitrificans*) e *Alcaligenes*, sendo que os gêneros *Achro-mobacterium*, *Denitrobacillus*, *Spirillum*, *Micrococcus* e *Xanthomonas* também são frequentes desta reação

(PAINTER, 1970; TIEDJE, 1988 *apud* GRAY, 2004). Estes gêneros apresentam desenvolvimento relativamente fácil nos reatores biológicos (SANTOS, 2003).

3.4.2 Remoção biológica de fósforo

No que se refere à degradação dos corpos hídricos, o fósforo é o elemento limitante da eutrofização, sendo, então, o mais crítico no processo (ZUTHI, 2012). É comumente encontrado em efluentes sob a forma de fosfatos (ortofosfatos, fosfatos condensados e frações orgânicas de fosfato), e pode ser eliminado por duas vias, quimicamente (adsorção/precipitação) e biologicamente através do *luxury uptake* (LU) (RADJENOVIC, 2008). Segundo Lesjean *et al* (2003), apenas uma pequena porção de fósforo é utilizada na síntese celular, cerca de 1 - 2 % do teor de sólidos presentes no licor misto.

Um método para a remoção biológica do fósforo é através da intermitência entre as etapas aeróbia e anaeróbia, condicionando, assim, aos microrganismos assimilarem o fósforo (METCALF; EDDY, 1991). Levin e Shapiro (1965) foram os introdutores do conceito de LU, atualmente conhecido por EBPR (*Enhanced Biological Phosphorus Removal*), e concluíram que os microrganismos têm capacidade de absorver do meio uma quantidade de fósforo superior à necessária para seu desenvolvimento, removendo, assim, maiores quantidades do nutriente. Como os microrganismos assimilam o fósforo em maiores quantidades do que necessitam, o Licor Misto gerado no sistema terá altas concentrações de fósforo (METCALF; EDDY, 2003), tornando necessário descartes periódicos de Licor Misto para obter-se uma remoção de fósforo eficiente (BELLI, 2011). Os microrganismos que realizam esse processo são descritos na literatura como OAP (Organismos Acumuladores de Fósforo).

A remoção biológica de fósforo é dividida em duas fases, diferenciadas pelas etapas aeróbia e anaeróbia. Inicialmente, na fase anaeróbia, o carbono orgânico, na forma de ácidos graxos voláteis (AGV) do meio é removido por absorção do efluente na forma de polihidroxialcanoatos (PHA) intracelulares através da ação das bactérias do gênero *Acinetobacter* (METCALF; EDDY, 1991). Simultaneamente, o glicogênio intracelular e os polifosfatos são codegradados e os fosfatos são excretados da célula destas bactérias (ZUTHI, 2012). Em

sequência, com o sistema em etapa aeróbia, os fosfatos anteriormente liberados são reabsorvidos do efluente e armazenados sob a forma de polifosfatos intracelulares e as reservas de glicogênio são restauradas conforme os PHA são oxidados (ZUTHI, 2012). A reabsorção do fósforo retira do efluente maiores quantidades do que foi liberado durante a etapa anaeróbia, garantindo, assim, uma boa remoção do nutriente.

A remoção biológica de fósforo é sensível, podendo haver insuficiência na absorção mesmo quando o sistema aparenta estar funcionando corretamente (LIU *et al* (1994), além de quedas repentinas na eficiência (OKUNUKI *et al* (2007). Isto pode ocorrer devido à presença de nitrato no sistema na etapa anaeróbia, pois nestas condições ocorre uma competição por substrato (AKIN; UGURLU, 2004; KUBA *et al*, 1994; ZUTHI, 2012), tornando necessária que a desnitrificação seja eficiente para mitigar este tipo de inibição por competição.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 Materiais

4.1.1 Unidade piloto experimental

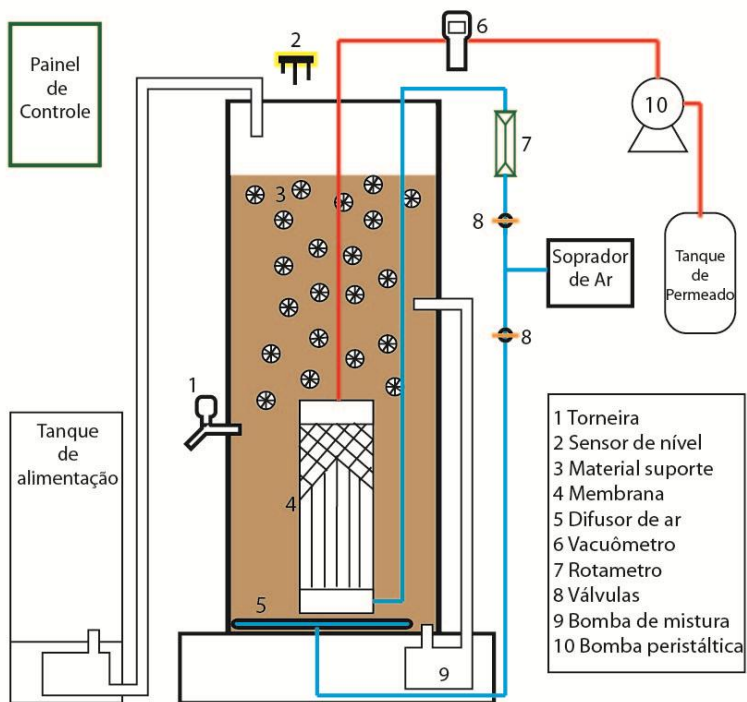
A unidade experimental em escala piloto foi instalada no campus universitário da Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC) junto ao Laboratório Integrado do Meio Ambiente (LIMA), pertencente ao Departamento de Engenharia Sanitária e Ambiental desta Universidade. O sistema de Biorreator à Membrana de Leito Móvel em Bateladas Sequenciais em escala piloto é constituído por um reator em coluna feita em acrílico, dentro do qual o módulo de membranas fica submerso, onde todas as etapas de degradação ocorrem. Interligado ao módulo de membranas existe uma bomba peristáltica, responsável pela sucção do permeado, e os condutos de ar, responsáveis pela aeração da massa líquida durante a etapa aeróbia e por diminuir o fenômeno de colmatação na superfície da membrana. A Figura 13 apresenta uma foto do sistema piloto. A Figura 14 representa de forma esquemática o funcionamento do BRM.

Figura 13 - Unidade experimental BRM.



Fonte: Imagem própria.

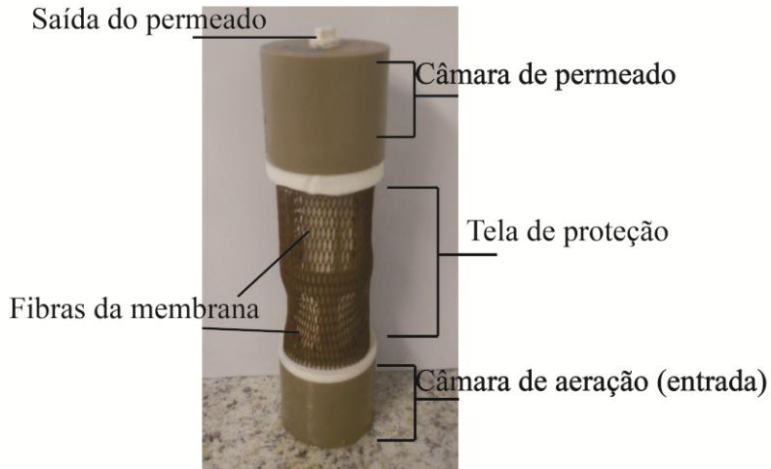
Figura 14 - Esquema e funcionamento do BRM piloto.



Fonte: Elaborada pelo autor.

O sistema é constituído por duas colunas em acrílico com 14,5 cm de diâmetro e 90 cm de altura, totalizando 15 litros de volume total e 12 litros de volume útil, permitindo a utilização das duas unidades em paralelo. Neste trabalho, foi utilizada uma das colunas do sistema. Na base da unidade em acrílico está instalado o módulo de membranas (PAM membranas) que é constituído de polieterimida, na conformação de fibra-oca, e com diâmetro médio do poro de $0,3 \mu\text{m}$, com sentido de permeação exterior-interior e a área filtrante da membrana é de $0,178 \text{ m}^2$. Para fins de proteção das fibras, há uma tela instalada no módulo, evitando o contato entre os materiais suporte e a membrana. A Figura 15 apresenta o módulo de membranas utilizado na operação do reator.

Figura 15 - Módulo de membranas utilizado no experimento.



Fonte: Imagem própria.

O sistema é dotado de bombas de recirculação, com intuito de manter os sólidos da massa líquida em suspensão, e difusor de oxigênio na base da coluna e por entre as fibras do módulo, visando minimizar a colmatção da membrana. Para coleta dos dados de pressão da membrana, foi instalado no sistema um vacuômetro. A operação do reator é realizada por um painel de controle automatizado ajustando o funcionamento do sistema como um reator de bateladas.

O material suporte utilizado no reator é conhecido por AMB Bio MédiaTM fabricado pela Dynamic Aqua Science Ltda., sendo constituído de polietileno, e possuindo diâmetro médio de 1,5 cm. A área superficial deste material suporte é de $550 \text{ m}^2 \cdot \text{m}^{-3}$. A Figura 16 apresenta o material suporte utilizado para o recheio do biorreator à membrana.

Figura 16. Material suporte utilizado, AMB Bio Media.



Fonte: Imagem própria.

4.1.2 Inóculo e Substrato

Para dar a partida no sistema, o biorreator à membrana foi inoculado com Licor Misto proveniente do tanque de aeração de um sistema de Licor Mistos ativados em bateladas da estação de tratamento de esgoto (ETE) de Jurerê Internacional, na cidade de Florianópolis/SC, operado pela Habitasul. O Licor Misto coletado passou por sedimentação e retirada do sobrenadante visando atingir concentração de sólidos próxima de 5000 mg.L^{-1} .

Para a alimentação do sistema, foi utilizado esgoto doméstico proveniente da rede coletora da Companhia Catarinense de Águas e Esgotos (CASAN), coletado de um posto de coleta existente dentro da universidade, localizado no Laboratório de Experimentação de Tecnologias Avançadas (LETA). Após a passagem deste afluente pelo biorreator à membrana, o efluente tratado retornava à rede coletora.

4.1.3 Operação e Monitoramento

Após a inoculação do reator, o ciclo operacional do sistema de biorreator à membrana ocorreu em três fases distintas, sendo fase de alimentação, fase de reação anóxica e fase de reação aeróbia que incluía os procedimentos de filtração na membrana.

Na fase de alimentação, o reator foi alimentado com esgoto sanitário até que o nível máximo de 15 litros fosse atingido, indicando o fim desta fase. Deste volume de 15 litros, 12 litros são referentes ao Licor Misto remanescente do ciclo anterior e 3 litros são de esgoto sanitário para iniciar um novo ciclo. Durante a alimentação, que durava cerca de 1 minuto, o sistema ficava apenas com o misturador ligado, para garantir a mistura completa no sistema, sem que ocorresse a aeração nesta etapa.

A fase anóxica, iniciada imediatamente após a fase de alimentação, dava continuidade aos fenômenos de degradação anóxicos, como a desnitrificação e a liberação de fosfato, iniciados durante a alimentação do reator. A duração do período anóxico era de 45 minutos, nos quais permanecia apenas o misturador ligado.

No final de fase anóxica, iniciava-se a fase aeróbia de operação com o acionamento do sistema de aeração, para o fornecimento de oxigênio ao reator, sendo 30 minutos a duração deste período, visando à absorção de fósforo, antes de o sistema iniciar a etapa de filtração. Após os 30 minutos da etapa aeróbia, a bomba peristáltica era acionada, iniciando a filtração do licor misto do reator para produzir o permeado. A aeração e filtração permaneciam ligadas até que volume de permeado retirado do reator fosse igual ao volume alimentado, quando o sistema automaticamente irá iniciava novo ciclo. A Tabela 3 apresenta os tempos utilizados em cada fase do ciclo operacional do reator.

Tabela 3 - Tempo utilizado em cada fase operacional do reator

Alimentação (minutos)	Fase anóxica (minutos)	Fase aeróbia (minutos)	Fase aeróbia e filtração (minutos)	Tempo total (minutos)
1	45	30	164	240

O regime de filtração empregado foi o intermitente, em que a filtração é descontínua, ou seja, possuindo intervalos entre a filtração para o relaxamento das membranas, sendo que a intermitência utilizada foi de 9 minutos em filtração e 1 minuto em relaxamento.

A quantidade de massa líquida que é trocada no reator em cada ciclo é denominada taxa de troca volumétrica (VER, em inglês *Volume Exchange Ratio*). A VER inicialmente utilizada foi de 20%, tratando, assim, três litros de efluente sanitário durante cada ciclo operacional. Conforme a Tabela 8, cada ciclo operacional possui quatro horas de duração, realizando, assim, seis ciclos por dia, tratando, então, 18 litros de esgoto sanitário por dia. O tempo de detenção hidráulica utilizado para o sistema é de 20 horas.

A operação do BRM compreendeu o período de maio de 2013 a dezembro de 2013. Ao longo deste período, foram utilizadas duas estratégias operacionais no que se refere à porcentagem do material de suporte, sendo que cada estratégia foi testada por 100 dias. A Tabela 4 apresenta as condições das duas estratégias operacionais.

Tabela 4 - Distribuição das estratégias operacionais utilizadas

Estratégia Operacional	Tempo (dias)	% de recheio (material suporte)
E-1	100	30
E-2	100	40

Quanto à escolha da porcentagem de material suporte a ser testada no biorreator à membrana, os valores de 30 e 40% foram escolhidos com base na capacidade hidrodinâmica do reator, sendo realizados ensaios através da observação do movimento realizado pelas peças na massa líquida em que não haja surgimento de caminhos preferenciais e nem de zonas mortas. Essa fração de recheio também é adequada com o proposto por Yang *et al*, 2009.

Para o monitoramento do sistema, escolheu-se coletar amostras de três pontos distintos do sistema para permitir avaliar a eficiência geral do sistema, sendo eles:

- Ponto 1: no reservatório de esgoto sanitário;
- Ponto 2: no tanque do reator, coletando licor misto;
- Ponto 3: no reservatório de permeado.

Com o monitoramento nestes três pontos, foi possível determinar a concentração de compostos afluentes e efluentes do sistema, permitindo, assim, uma análise global do funcionamento do reator. No ponto 2, que se refere ao interior do reator, foram realizadas coletas de três amostras específicas, no final de cada etapa do sistema, sendo, então, coletadas as amostras do final da alimentação, do final da anoxia e do final da aeração. Deste modo, foi possível entender os processos que ocorrem em cada etapa operacional, possibilitando visualizar especificamente as reações ocorridas. As análises realizadas estão apresentadas no Quadro 5, que indica qual parâmetro foi analisado em cada ponto de coleta.

Quadro 5 - Parâmetros analisados nos diferentes pontos amostrados

Pontos de amostragem	Parâmetros analisados
P1 – Reservatório de Esgoto Sanitário	DQO, DBO, COD, Amônia, Nitrogênio total, Nitrito, Nitrato, Fósforo, alcalinidade e pH;
P2 – Licor Misto ¹	DQO, COD, Amônia, Nitrito, Nitrato, Fosfatos, sólidos, alcalinidade e pH;
P3 – Reservatório de permeado	DQO, DBO, COD, Amônia, Nitrito, Nitrato, Fosfatos, alcalinidade e pH;

¹No ponto 2, considera-se a amostragem das três etapas do sistema.

As amostras coletadas nos pontos 1 e 2 foram ser filtradas em membranas de 0,45 µm para posterior análise laboratorial nos laboratórios LIMA e Laboratório de Reuso de Águas (LaRA). As amostras coletadas do ponto 3 não foram filtradas por membranas, pois a seletividade da membrana do BRM é maior. As coletas para análise de pH e alcalinidade não precisam ser previamente filtradas.

Além deste monitoramento semanal dos ciclos do reator, foram realizadas análises de ciclo de reator, em que foram coletadas amostras com diferentes tempos, de modo a melhor elucidar os fenômenos de transformação biológica que ocorrem no interior do reator. A evolução teor de sólidos do licor misto também foi avaliada, bem como o índice

volumétrico de lodo (na forma diluída), que foram realizadas conforme os métodos padrões (STANDARD METHODS FOR THE EXAMINATION OF WATER AND WASTEWATER).

Além destas análises rotineiras, realizaram-se experimentos pontuais do licor misto para melhor compreensão dos fenômenos que ocorrem no sistema. Estas análises foram: i) respirometria; ii) Velocidade específica de consumo de nitrato e Velocidade específica de consumo de amônia; iii) determinação de EPS/SMP; iv) granulometria e v) microscopia óptica da suspensão biológica. Tais análises foram realizadas com frequência mensal.

4.1.4 Permeabilidade Hidráulica e determinação do Fluxo Crítico

A permeabilidade hidráulica (L_p) da membrana é um parâmetro que permite quantificar o material que a permeia, indicando, assim, um valor base para o controle da colmatção. O procedimento experimental consiste em fixar um fluxo inicial de valor baixo e monitorar a pressão trans-membrana durante 15 minutos para o fluxo adotado. A cada quinze minutos, o fluxo de filtração é aumentado, e, novamente, os valores relativos à pressão são monitorados. O valor da permeabilidade hidráulica é obtido através da plotagem dos resultados obtidos durante o procedimento experimental.

O fluxo crítico é um parâmetro de grande importância na operação de biorreatores à membrana, pois está diretamente relacionado com a tendência a colmatção da membrana. Para a realização deste ensaio, é utilizado o licor misto proveniente do reator (ou a suspensão biológica utilizada para inóculo).

A realização do teste é semelhante ao realizado na determinação da permeabilidade hidráulica, na qual se aumenta o fluxo em intervalos regulares de tempo, e monitora-se a pressão trans-membrana. A cada aumento no fluxo, a PTM também sofrerá aumentos, porém tendendo à estabilidade. Quando o fluxo for aumentado e a estabilidade não mais ocorrer, este fluxo é determinado como fluxo crítico.

4.2 Métodos

4.2.1 Análises Físico-químicas

A avaliação do desempenho do sistema de biorreator à membrana foi realizada através da análise dos parâmetros relacionados a seguir: Demanda química de oxigênio (DQO); Nitrogênio em todas as suas formas (Nitrito, Nitrato, Amônia e Nitrogênio total); Fósforo (Ortofosfato para o licor misto; e Fósforo total para o efluente bruto); Sólidos suspensos totais (SST); Sólidos suspensos voláteis (SSV); Índice volumétrico de Licor Misto (IVL); determinação de *E.Coli*; turbidez; cor; alcalinidade e pH.

O controle de parâmetros como oxigênio dissolvido (OD), temperatura e pressão trans-membrana efetuou-se por meio de sondas instaladas no biorreator. O Quadro 6 apresenta um resumo dos parâmetros amostrados, a metodologia utilizada e a frequência de análise.

Quadro 6 - Parâmetros analisados, métodos analíticos e frequência de amostragem

Parâmetro analisado	Unidade	Metodologia	Frequência
Demanda química de oxigênio	(mg.L ⁻¹)	Método colorimétrico de refluxo fechado, utilizando Kit Hach e leitura em espectrofotômetro.	1 vez por semana
Demanda bioquímica de oxigênio	(mg.L ⁻¹)	Procedimento padrão DBO, incubação e leitura em 5 dias.	1 vez por semana
Amônia (N-NH ₄ ⁺)	(mg.L ⁻¹)	Método colorimétrico, utilizando Kit Hach e leitura em espectrofotômetro.	1 vez por semana
Nitrito (N-NO ₂ ⁻)	(mg.L ⁻¹)	Leitura direta em cromatógrafo Dionex.	1 vez por semana
Nitrato (N-	(mg.L ⁻¹)	Leitura direta em	1 vez por

NO_3^-)		cromatógrafo Dionex.	semana
Nitrogênio total (NT)	(mg.L^{-1})	Método colorimétrico, utilizando Kit Hach e leitura em espectrofotômetro.	1 vez por semana
Fósforo total (P)	(mg.L^{-1})	Método colorimétrico, utilizando Kit Hach e leitura em espectrofotômetro;	1 vez por semana
Ortofósforo (P-PO_4^{3-})	(mg.L^{-1})	Leitura direta em cromatógrafo Dionex;	1 vez por semana
SST e SSV	(g.L^{-1})	Método gravimétrico;	1 vez por semana
IVL	(ml.g^{-1})	Sedimentação em proveta;	1 vez por semana
<i>E.Coli</i> & Coliformes	(NMP/100 ml)	Kit Colilert;	1 vez por semana
Turbidez e Cor	NTU e PtCo	Medição direta em turbidímetro e colorímetro;	1 vez por semana
pH	-	Leitura em pHmetro;	1 vez por semana
Alcalinidade	($\text{mg CaCO}_3.\text{L}^{-1}$)	Medido através da alteração do pH com a adição de ácido sulfúrico 0,02N. Leitura em pHmetro;	1 vez por semana
Oxigênio Dissolvido	(mg.L^{-1})	Oxímetro portátil, leitura com sonda (YSI-55);	1 vez por semana
PTM	(bar^{-1})	Diferença de pressão entre atmosférica e membrana, (vacuômetro VDR-920);	Continuamente

4.2.2 Respirometria

A respirometria é baseada na análise do consumo de oxigênio ou produção de dióxido de carbono por unidade de volume e de tempo, e é uma técnica que pode ser utilizada para o acompanhamento das atividades realizadas pelos microrganismos. (BERNARDES; SOARES, 2005). Para a realização do ensaio, utilizou-se um *erlenmeyer* modificado, com duas saídas laterais. Em uma das saídas acopla-se uma sonda para monitoramento do oxigênio dissolvido na massa líquida e controle de temperatura, e outra saída para a adição das soluções necessárias. Na câmara de respiração são colocados em contato o substrato a ser degradado, a biomassa ativa e o oxigênio disponível, que será consumido (FERREIRA *et al*, 2002).

Assim, a respirometria baseia-se na determinação da TCO (Velocidade específica de consumo de Oxigênio), a qual considera as variações na Velocidade específica de consumo de respiração da biomassa ativa devido ao tipo de substrato e a velocidade de degradação, após a interrupção da aeração. Neste processo, a concentração de OD tende a diminuir devido ao consumo de oxigênio pelos microrganismos. A metodologia em detalhado é apresentada no Anexo III. O gráfico que representa a Velocidade específica de consumo de OD em função do tempo de mensuração ($\text{mgO}_2.\text{gSSV}^{-1}.\text{h}^{-1}$), é denominado respirograma e a análise de seu comportamento permite indicar como a biomassa responde à presença de alimento (FERREIRA *et al*, 2002).

4.2.3 Velocidade específica de consumo de nitrato e de amônia

A análise de SNUR (*Specific Nitrate Uptake Rate*) e SAUR (*Specific Amonium Uptake Rate*) permite um melhor entendimento dos processos de remoção de nitrato e amônia em um reator no tratamento de esgoto sanitário. Possibilita identificar o consumo de nitrato e de amônia em diferentes condições, como anóxica e aeróbia, assemelhando-se, assim, às condições normais de operação de um biorreator à membrana com intermitência entre etapas. O experimento apresenta resultados em forma de mg de nitrato/amônia consumida por g (grama) de biomassa, em uma hora. O método experimental está descrito no Anexo IV, basicamente de acordo com Scheuman (2010),

contando, também, com informações apresentadas por Hagman *et al* (2007) e Panswad e Anan (1999).

4.2.4 Determinação de proteínas e polissacarídeos

Os EPS (Substâncias poliméricas extracelulares) representam diversas classes de macromoléculas, como polissacarídeos, proteínas, lipídeos e ácidos nucleicos, identificadas no interior dos agregados microbianos (SHENG; YU; LI, 2010). Já os SMP (Produtos microbianos solúveis) são os produtos do consumo de substrato e da decomposição endógena (BOERO *et al*, 1991) e ainda, os produtos do crescimento e decaimento da biomassa (NOGUEIRA *et al*, 1994) sendo que estes produtos estão solúveis no licor misto, diferentemente dos EPS que estão agregados nos flocos microbianos.

Para a determinação dos teores de EPS e SMP presentes no licor misto BRM são quantificadas as porções de proteínas e de polissacarídeos presentes tanto nos EPS quanto nos SMP. Para proteínas, o método adotado foi o de Lowry *et al* (1951), método que se baseia na formação de um complexo azul entre as ligações peptídicas e as curvas de saís sobre a redução do reagente de Folin aos agrupamentos fenóis dos constituintes das proteínas, como a tirosina. Para os polissacarídeos, o protocolo utilizado foi o de Dubois *et al* (1956), o qual se baseia na a formação de derivados furfurálicos pelo aquecimento de oses neutras em meio sulfúrico concentrado, os quais juntos com os fenóis formam um composto de cor amarela. Ambas as análises de proteínas e polissacarídeos são, posteriormente, mensuradas através de um espectrofotômetro. O procedimento de extração e o protocolo dos métodos encontram-se no Anexo V.

4.2.5 Velocidade específica de consumo de fosfato

O objetivo deste trabalho é mensurar a capacidade biológica de absorção de fosfato do licor misto do BRM, sendo denominado POA (*phosphate accumulating organisms*). O teste é realizado a partir de duas etapas distintas, a etapa anaeróbia onde ocorre a liberação do fosfato, e a etapa aeróbia na qual o fosfato é reabsorvido pelos microrganismos. Para fins comparativos, nesta pesquisa, realizou-se apenas a absorção via aeróbia (excluindo, assim, a via anóxica), pois o objetivo principal foi comparar a eficiência entre apenas o licor misto (POA_{Licor Misto}) e o

licor misto com o material suporte (POA_{biofilme}) (mesma proporção de operação). Este teste foi realizado de acordo com a metodologia proposta por Wachtmeister *et al.* (1997).

4.2.6 Fluorescência por hibridização In Situ (FISH)

A técnica FISH possui embasamento no conhecimento de sequências específicas do RNA ribossômico (RNA_r) de um organismo, o que possibilita que se desenvolva uma sonda (sequência específica de DNA complementar ao RNA_r) fluorescente (BASSIN; DEZOTTI; ROSADO, 2011). Com o desenvolvimento desta metodologia é possível que se obtenha sondas específicas para diferentes grupos de microrganismos permitindo a comprovação ou não da presença destes organismos em uma determinada amostra.

Para a visualização destas amostras são necessárias duas etapas preliminares de preparação da amostra, sendo a fixação das células, procedimento que permitirá que estas células se tornem permeáveis à sonda, e a hibridização *in situ* que consiste nas etapas que conjugarão a combinação entre DNA-RNA.

Nesta pesquisa, o principal objetivo da aplicação da técnica de FISH foi a identificação dos grupamentos de microrganismos ali presentes que são responsáveis pelos fenômenos de remoção de nitrogênio e dos organismos envolvidos na remoção de fósforo. Para tanto, realizou-se visualização das amostras provenientes da biomassa em suspensão e da biomassa aderida nos materiais suporte.

4.2.7 Granulometria

Granulometria é um método de análise que visa classificar as partículas de uma amostra pelos respectivos tamanhos e medir as frações correspondentes a cada tamanho. A análise granulométrica da suspensão biológica do reator foi realizada por meio do equipamento granulômetro a laser Mastersizer 2000. O princípio da análise é a emissão de um raio laser e a análise de sua difração através da passagem deste laser por uma lente contendo uma amostra da suspensão biológica coletada do reator.

As análises de granulometria foram realizadas no laboratório de físico-química do curso de farmácia da Universidade Federal de Santa Catarina, com amostras coletadas com periodicidade semanal. O volume necessário para amostra é pequeno, mas a amostra coletada deve ser de volume maior, de 20 ml, buscando, assim, uma amostra homogênea.

4.2.8 Microscopia Óptica

A microscopia óptica utiliza um conjunto de lentes de vidro e um sistema de emissão de luz visível para ampliar a imagem da amostra e, assim, permitir a observação a olho nu dos componentes da biomassa ativa presente no reator. No decorrer da operação do biorreator à membrana, foram realizadas observações mensais através da microscopia óptica para caracterização dos principais constituintes da microfauna presente no licor misto.

A metodologia para preparação da amostra constituiu-se da coleta de uma amostra do licor misto homogeneizado do reator, sendo, posteriormente, transferido e preparado em uma lâmina e coberto com uma lamínula. Para visualização, utilizou-se microscópio óptico Olympus com aumento de 100 a 400 vezes, pertencente ao LIMA. Este monitoramento permitiu acompanhar a composição da biomassa suspensa no BRM durante o período operacional.

4.2.9 Índice de incrustação do Licor Misto (MFI)

O teste de MFI (*Modified Fouling Index*), desenvolvido por Schippers e Verdouw (1980), é utilizado como indicativo da tendência à colmatação que um líquido apresenta. Para tanto, os autores utilizaram o SDI (índice de densidade dos sedimentos), modificando-o, gerando, assim, uma relação proporcional entre a concentração da matéria coloidal e da matéria em suspensão no líquido. Deste modo, os autores consideraram este teste como uma ferramenta para explicar e prever a taxa de colmatação que um líquido apresenta ao ser filtrado por uma membrana.

Para a realização deste ensaio, utiliza-se um kit de filtração em bancada (Kitassato) e membrana de fibra de vidro com poro de 0,45 μm . O líquido a ser testado é alocado dentro deste kit (200mL) e pressurizado a um bar. Na saída do kit de filtração, aloca-se um béquer e

mensura-se a massa de filtrado. O tempo de ensaio é de 20 minutos, no qual se monitora o volume permeado através de uma balança analítica a cada 30 segundos. Posteriormente, para a obtenção do valor de MFI plota-se no gráfico T/V versus V , obtendo-se o índice através da equação da reta.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

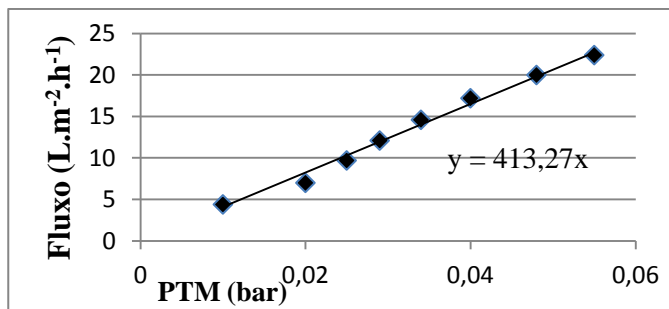
Os resultados apresentados a seguir mostram a eficiência do BRM de leito móvel operado em bateladas sequenciais durante o período de 200 dias. Inicialmente, são apresentados os resultados associados à membrana e ao sistema piloto e, em seguida, são apresentados os resultados relacionados do BRM ao longo do período operacional.

5.1 Parâmetros associados à membrana e ao sistema piloto

5.1.1 Permeabilidade e fluxo crítico

O ensaio de permeabilidade hidráulica (L_p), realizado previamente com o módulo de membranas a ser operado no BRM, tem objetivo de avaliar o fluxo permeado pelas membranas em função da pressão (bar) aplicada. Com o valor obtido neste ensaio, torna-se possível avaliar, durante a operação do BRM, a necessidade de se aplicar o procedimento de limpeza do módulo (procedimento em anexo I). Plotando, então, o comportamento da pressão trans-membrana e o fluxo de filtração aplicado, conforme ilustrado na Figura 17, é possível obter-se a L_p através do coeficiente angular da reta. A permeabilidade hidráulica do módulo de membranas corresponde a $413,27 \text{ L.m}^{-2}.\text{h}^{-1}.\text{bar}^{-1}$

Figura 17 - Permeabilidade hidráulica da membrana

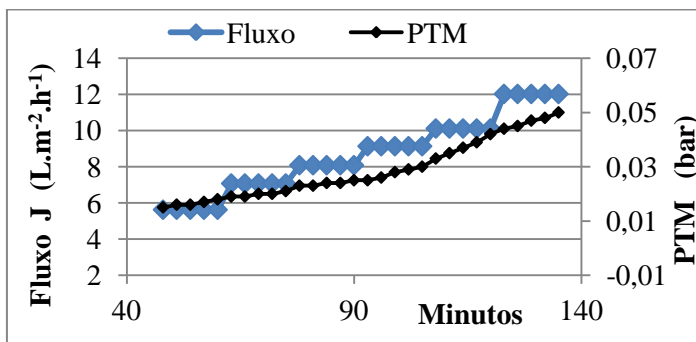


Fonte: Elaborado pelo autor

Após a determinação da permeabilidade hidráulica, realizou-se o experimento de fluxo crítico (J_c), visando conhecer o fluxo de

filtração mais indicado para uma operação estável no que se refere à colmatagem das fibras da membrana. Para a identificação deste fluxo crítico, realizou-se o procedimento previamente descrito, no qual, após incrementos no fluxo de filtração do licor misto, busca-se a instabilidade da PTM, sendo que esta instabilidade indicará o fluxo crítico. Porém, conforme indicado na Figura 18, o comportamento da PTM não evidenciou claramente o Jc da membrana, indicando apenas uma maior tendência ao incremento na pressão.

Figura 18 - Determinação do fluxo crítico

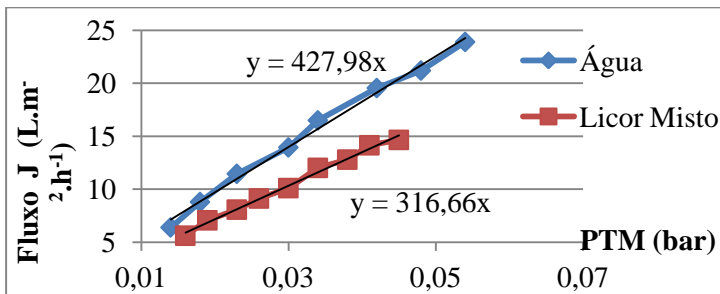


Fonte: Elaborado pelo autor

Pode-se observar um leve aumento na pressão trans-membrana a partir do fluxo de $10,1 \text{ L.m}^{-2}.\text{h}^{-1}$, quando a inclinação da reta correspondente à PTM torna-se mais aguda. Assim, o fluxo adotado para a operação do BRM foi de $6,74 \text{ L.m}^{-2}.\text{h}^{-1}$, adequando-se tanto ao Jc quanto as condições de ciclo propostas.

A diferença entre a permeabilidade da membrana filtrando água destilada e o licor misto do reator é apresentada na Figura 19.

Figura 19 - Permeabilidade com água e com o licor misto do reator



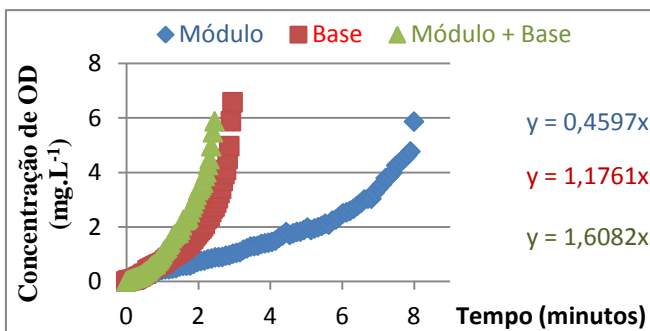
Fonte: Elaborado pelo autor

Conforme ilustrado na Figura 19, a diferença entre as permeabilidades é representativa, tendo uma variação de cerca de 110 L.m⁻².h⁻¹. A redução da permeabilidade quando filtrando o licor misto em relação à água evidencia a interferência do processo de colmatação da membrana durante a filtração de soluções com material suspenso.

5.1.2 Transferência de oxigênio e tempo de mistura

Foram realizados os ensaios para determinar a transferência de oxigênio e o tempo de mistura (T_M) da massa líquida do reator. Para a determinação da transferência de oxigênio adota-se a taxa de aeração a ser utilizada durante a operação do reator (0,48 m³.h⁻¹), e após a adição de uma solução de desoxigenação, monitora-se a recuperação do oxigênio ao longo de tempo. O objetivo da determinação desta transferência foi identificar a contribuição tanto da aeração proveniente do módulo, quando da aeração do aerador instalado na base da coluna. A Figura 20 apresenta o gráfico resultante deste ensaio.

Figura 20 - Velocidade da transferência de oxigênio

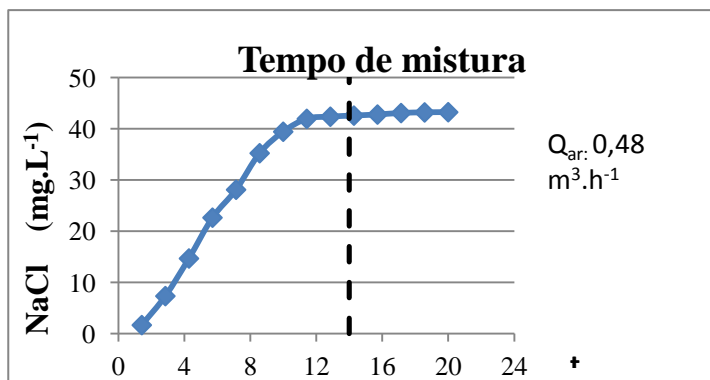


Fonte: Elaborado pelo autor

Com a Figura 20, é possível verificar que, como esperado, a aeração combinada entre a da base e a do módulo é a mais rápida na reaeração do líquido. É possível identificar, também, que a maior contribuição neste processo é proveniente da aeração na base da coluna, pois apenas com esta fonte de ar a saturação de oxigênio é atingida em um tempo similar à aeração combinada. Já quando se utilizou apenas o módulo como fonte de ar, percebe-se que o processo é mais lento, em função do tamanho das bolhas liberadas pelo módulo, que são visualmente maiores que as liberadas pelo aerador na base. Porém, para a operação, adotou-se uma aeração mista, a qual garante a rápida reaeração da massa líquida e os efeitos desejados na minimização da colmatação.

Para o tempo de mistura, o ensaio foi realizado com o uso de um traçador salino (neste ensaio NaCl). Primeiramente, deve-se efetuar a curva de calibração, na qual se adota concentrações conhecidas do traçador e determina-se a condutividade. A curva de calibração encontra-se nos apêndices. Para a realização do ensaio, deve-se encher o reator e colocá-lo nas condições de operação (ex.: aeração ligada), adicionar um pulso do traçador salino em concentração conhecida e monitorar a evolução da condutividade no reator. Os resultados obtidos no BRM são apresentados na Figura 21.

Figura 21 - Tempo de mistura do BRM



Fonte: Elaborado pelo autor

Percebe-se com a Figura 21, que após o tempo de 12 segundos a concentração (condutividade, calculado com a curva de calibração) de NaCl começa a estabilizar-se, indicando, assim, que toda a massa líquida do reator está misturada. Assim sendo, o T_M identificado no piloto do BRM foi de 0,23 minutos, ou 13,8 segundos, na vazão de ar fixada.

5.1.3 Cálculo das resistências

Os valores de resistência associadas à membrana são apresentados na tabela 5, em que se podem observar os valores relativos à resistência da membrana ($R_{membrana}$), além da resistência da adsorção ($R_{adsorção}$), a resistência por bloqueio de poro (R_{bp}) e resistência da torta de Licor Misto (R_{torta}).

Tabela 5 - Valores das resistências quantificadas

R_{total}	$R_{membrana}$	$R_{adsorção}$	R_{bp}	R_{torta}
$4,30021E^{+16}$	$5,1282E^{+12}$	$1,068E^{+12}$	$5,0213E^{+12}$	$4,30E^{+16}$

A resistência à filtração é mensurada em termos de m^{-1} , considerando o fluxo ao qual a membrana foi submetida durante a filtração e as equações propostas por Amaral (2009) em sua tese de doutorado, conforme descritas no Anexo II. Estes valores são compatíveis com o observado em outras pesquisas realizadas neste departamento, no entanto, a comparação é dificultada, pois a geometria e a confecção de cada módulo de membranas conferem características específicas em relação à resistência.

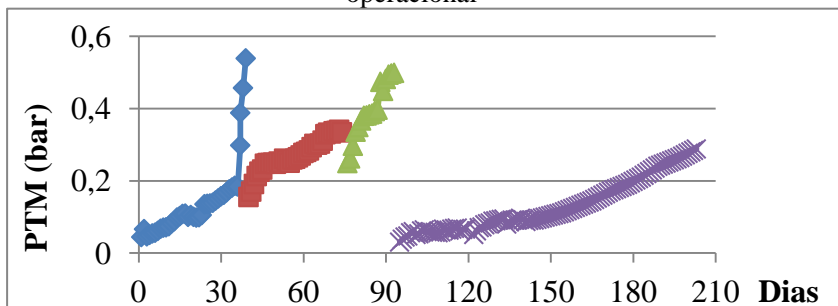
Mesmo assim, é possível perceber que as resistências calculadas para o módulo de membranas desta pesquisa são adequadas. A resistência da membrana situa-se numa faixa normal para membranas em BRM, como Yang *et al* (2009) que reportou $6,8 E^{+12}$ e $2,3 E^{+12}$ em dois diferentes biorreatores por eles testados, sendo ambas as membranas de fibra-oca com poro de 0,2 e 0,4 μm respectivamente. Já a resistência à adsorção e a resistência ao bloqueio de poros também encontram-se numa faixa adequada, de acordo com o relatado na literatura.

Mas a resistência formada pela torta apresentou grande tendência à colmatção, possivelmente em função das características do licor misto, como o alto teor de sólidos em suspensão. A R_{torta} ficou, então, acima dos valores reportados na literatura, como $23 E^{+12}$ por Yang *et al* (2009) ou $1,31 E^{+10}$ identificado por Khan *et al* (2012). Este alto valor observado nesta pesquisa, $4,30E^{+16}$ é um forte indicativo de que o licor misto possui grande tendência de levar a membrana a uma alta colmatção.

5.1.4 Pressão trans-membrana

A pressão trans-membrana registrada ao longo dos 210 dias operacionais é apresentada na Figura 22. No gráfico, pode-se perceber que em dois momentos a PTM atingiu o valor limite de pressão fixado (Limite de 0,5 bar), indicando, assim, a necessidade de limpeza do módulo de membranas.

Figura 22 - Evolução da pressão trans-membrana durante o período operacional



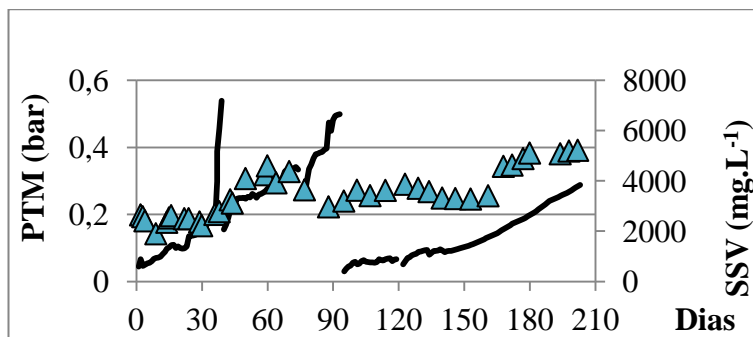
Fonte: Elaborado pelo autor

Durante a primeira corrida do BRM, aqui denominada 'I', a PTM manteve-se num crescimento estável até o trigésimo dia operacional, passando, então, por um rápido incremento em cerca de três dias, atingindo, assim, o valor máximo pré-estabelecido de 0,5 bar. Este súbito aumento decorreu do surgimento de um vazamento na tubulação conectada à bomba peristáltica. Após a correção deste problema e a limpeza do módulo de membranas, teve-se início a segunda corrida 'II', que se manteve estável até o dia operacional 74, quando ocorreu uma queda de energia no prédio onde o sistema piloto operava. Deste modo, a PTM teve uma leve restituição, passando, porém, a aumentar gradativamente até atingir novamente o limite de pressão de 0,5 bar, no dia 94. Novamente, realizou-se o procedimento de limpeza, e a partir do dia 95 até o final do período operacional o sistema a PTM manteve-se num crescimento mais lento, não sendo necessária a realização da limpeza das membranas.

Este comportamento obtido na operação encontrado no período 'IV' é o esperado para a operação em fluxos baixos, pois estabilidade operacional de biorreatores à membrana está intimamente relacionada à sua operação abaixo do denominado fluxo crítico (YU *et al*, 2003). Outro fator interveniente neste comportamento é o da filtração em fluxo intermitente, que proporciona um melhor desprendimento da torta de Licor Misto na superfície da membrana (DEFRANCE; JAFFRIN, 1999b) em função do fluxo de ar cruzado.

O teor de sólidos também é um parâmetro relacionado à tendência de colmatação em BRM, porém existem controvérsias na literatura acerca desta afirmação, sendo, assim, difícil uma correlação direta entre os parâmetros. Esta discrepância entre conclusões se refere, segundo Kim *et al* (2008), a diferenças entre parâmetros operacionais adotados. A Figura 23 apresenta a evolução da PTM conjuntamente com o teor de SSV.

Figura 23 - Evolução da PTM e do teor de SSV



Fonte: Elaborado pelo autor

Conforme indicado pela Figura 23, mesmo com o crescimento do teor de SSV não há grande influência na pressão trans-membrana, pois, conforme já elucidado, a PTM só chegou ao valor limite em duas ocasiões em decorrência de problemas técnicos durante a E1. Durante E2, o crescimento estável da PTM foi seguido pelo mesmo comportamento em relação ao teor de sólidos, porém não atingindo o valor limite indicativo de colmatação.

5.2 Caracterização do inoculo e do esgoto sanitário

O Licor Misto de inoculo para o início da operação do BRM desta pesquisa foi proveniente de uma estação de lodos ativados operada em bateladas sequenciais, sendo que o Licor Misto foi coletado durante o final do período de aeração. Em laboratório, foi realizada a quantificação dos sólidos e o dIVL. O teor de SST detectado foi de 4245 mg.L⁻¹, de SSV foi de 3390 mg.L⁻¹.

Quanto ao índice volumétrico de Licor Misto, a quantificação foi realizada através da diluição, parâmetro conhecido como dIVL, atingindo assim $254,4 \text{ ml.g}^{-1}$, valor considerado alto, indicando uma má sedimentabilidade. Ainda para caracterização do inóculo, foi realizado o ensaio de respirometria, o qual será discutido posteriormente.

Em relação à caracterização do esgoto sanitário, a Tabela 6 apresenta os valores médios obtidos e o número de repetições.

Tabela 6 - Caracterização do esgoto sanitário afluyente

Parâmetro	Nº de Análises	Concentração
	(n)	Média e Desvio Padrão
DQO (mg.L^{-1})	30	$755,06 \pm 152,10$
COD (mg.L^{-1})	30	$202,45 \pm 57,01$
Amônia (N-NH_4^+)	30	$55,93 \pm 10,07$
Nitrito (N-NO_2^-)	30	$0,32 \pm 0,5$
Nitrato (N-NO_3^-)	30	$1,47 \pm 3,02$
Fósforo total (P)	30	$8,51 \pm 1,64$
Turbidez (NTU)	30	$134,4 \pm 38,24$
Cor (mgPtCo.L^{-1})	30	$161,37 \pm 31,8$
pH	30	$7,53 \pm 0,21$

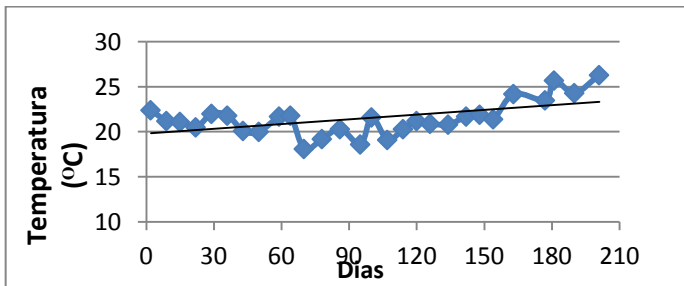
A seguir, serão apresentados e discutidos os resultados dos parâmetros físico-químicos obtidos durante a operação do BRM.

5.3 Parâmetros físico-químicos – Avaliação do BRM

5.3.1 Temperatura e oxigênio dissolvido

O reator piloto não possuía controle de temperatura, a mesma variou sazonalmente conforme as condições do ambiente em que se encontrava. Como a operação do BRM contemplou o período de maio a dezembro, o sistema foi sujeito a diferentes condições, nas quais se podem observar influências no sistema, como por exemplo, na remoção de fósforo que foi prejudicada quando a temperatura aumentou. A Figura 24 apresenta a variação da temperatura durante o período operacional.

Figura 24 - Temperatura média no BRM durante o período operacional

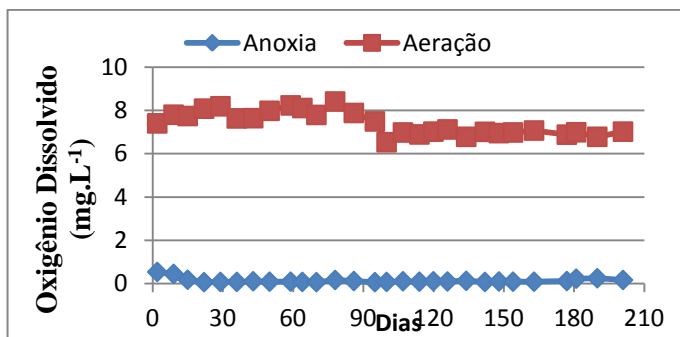


Fonte: Elaborado pelo autor

A evolução da temperatura apresenta uma tendência crescente, que é justificada pelas próprias estações do ano, pois a pesquisa iniciou-se numa época mais fria, rumando ao início do verão. A temperatura média no reator foi de $21,5 \pm 1,9$ °C, sendo a mínima de 18,1 °C e a máxima de 26,3 °C. A temperatura é um fator importante para o adequado crescimento dos microrganismos constituintes do licor misto, sendo que para os organismos relacionados aos fenômenos de nitrificação e desnitrificação a faixa é ampla com valores mínimos próximos a 5 °C e máximos na casa de 50 °C (SANTIAGO *et al*, 1997; TEIXEIRA, 2006). Para os organismos acumuladores de fósforo (OAP), indica-se temperaturas estritamente mais baixas, como próximas a 20 °C (BASSIN *et al*, 2012) nas quais os OAP possuem vantagens na competição por substrato.

Para a quantificação do oxigênio dissolvido (OD), foram adotados dois estágios da operação do BRM, a fase anóxica e a fase aeróbia. Durante a fase anóxica, foi observado que em menos de 5 minutos o OD já estava abaixo de $0,5 \text{ mg.L}^{-1}$, sendo que o valor médio desta etapa foi de $0,14 \text{ mg.L}^{-1}$. Já para a fase aeróbia, constatou-se que aeração utilizada foi eficiente, comprovando os dados obtidos no teste de transferência de oxigênio, atingindo o mínimo de 2 mg.L^{-1} (para nitrificação, conforme indicado na revisão bibliográfica) em menos de 10 minutos. A média de OD na fase aeróbia foi de $7,4 \pm 0,53 \text{ mg.L}^{-1}$. A Figura 25 apresenta os valores de OD no perfil de tempo.

Figura 25 - Perfil do OD no final das fases anóxica e aeróbia



Fonte: Elaborado pelo autor

Os altos valores de OD na fase aeróbia estão acima do necessário, conforme discutido na revisão bibliográfica, para a adequada realização os processos biológicos. Porém, esta aeração é também relacionada com a minimização da colmatção, sendo, então, necessários estudos aprofundados para uma melhor relação de custo/benefício no emprego da aeração adequada.

5.3.2 pH e Alcalinidade

A Tabela 7 apresenta os valores médios de pH referentes a amostras do esgoto sanitário, do licor misto no final das fases anóxica e aeróbias, e do permeado.

Tabela 7 - Valores médios de pH do esgoto, do licor misto e no permeado

Esgoto Sanitário	Fase anóxica	Fase aeróbia	Permeado
7,47 ± 0,18	8,14 ± 0,17	7,9 ± 0,21	7,95 ± 0,24

O pH referente às amostras de esgoto sanitário e do licor misto em ambas as fases estão dentro da faixa indicada para sistemas biológicos, de 6 – 9 segundo Metcalf e Eddy (2003). Em relação ao permeado que, segundo a legislação CONAMA 357 de 2005, possui a mesma faixa (6 – 9) como padrão de lançamento e, deste modo, enquadrando o valor do pH do permeado como permissível.

O monitoramento da alcalinidade é importante, pois ela define a capacidade da água em neutralizar compostos ácidos. Em termos de um biorreator à membrana que possui diferentes fases (anóxica e aeróbia), este acompanhamento torna-se mais necessário, pois os fenômenos de nitrificação e desnitrificação têm a característica de consumo e produção, respectivamente, de alcalinidade. Portanto, monitorar este parâmetro possibilita identificar problemas nestes processos. A Tabela 8 apresenta os valores médios de alcalinidade (em mg CaCO₃.L⁻¹).

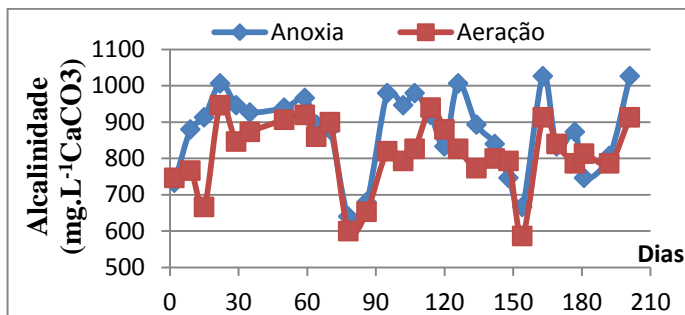
Tabela 8 - Valores médios amostrados de alcalinidade nas fases operacionais do BRM

Ponto	Esgoto Sanitário	Fase anóxica	Fase aeróbia	Permeado
unidade				
mgCaCO₃.L⁻¹		858,5 ±	813,6 ±	650,9 ±
	840,7 ± 67,7	100,9	95,9	92,5

Conforme indicado, pode-se observar a produção de alcalinidade durante a fase anóxica, pois os valores médios obtidos nas amostras de esgoto são inferiores aos do final da fase anóxica. Bem como o consumo pode ser identificado na queda dos valores de

alcalinidade obtidos na fase aeróbia, que são menores que os da fase anóxica. Esta recuperação da alcalinidade pode ser mais facilmente compreendida através da Figura 26, que ilustra pontualmente o valor da alcalinidade na fase anóxica e na fase aeróbia.

Figura 26 - Valores pontuais de alcalinidade no final da anoxia e da aeração



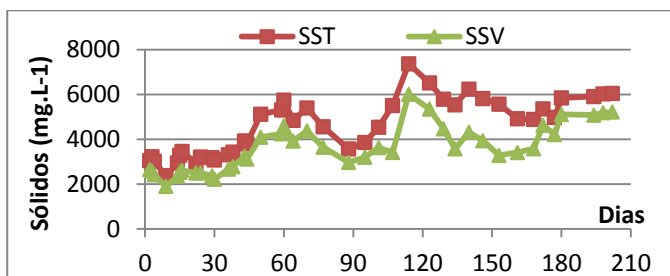
Fonte: Elaborado pelo autor

A linha de anoxia está predominantemente acima da linha de aeração, o que indica que o sistema possui a capacidade de recuperar a alcalinidade, o que também indica uma boa nitrificação e desnitrificação.

5.3.3 Série de sólidos e índice volumétrico de lodos diluídos

Para a quantificação dos sólidos no interior do reator, no chamado licor misto, realizou-se o procedimento para sólidos suspensos totais (SST) e suspensos voláteis (SSV), já que a partir dos SSV é possível um acompanhamento do teor de microrganismos no BRM, sendo este parâmetro um indicador. O comportamento do teor de sólidos em reatores biológicos com membranas tende ao crescimento, devido à retenção promovida pela membrana, mas podem nem sempre se comportar de tal maneira, pois há a influência do descarte periódico de Licor Misto, que caracteriza a SRT. A Figura 27 apresenta o comportamento de SSV e SST durante a operação do reator.

Figura 27 - Evolução do teor de SSV e SST no licor misto durante o período operacional



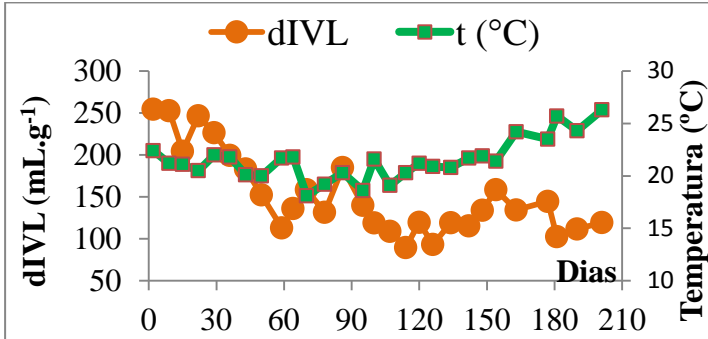
Fonte: Elaborado pelo autor

É possível identificar uma tendência crescente no teor de sólidos, que teve valor inicial próximo a 3 g.L^{-1} , e obteve um crescimento estável até meados do dia operacional 70, quando o sistema passou por uma queda de energia (conforme elucidado previamente). Após esta data, o teor de sólidos continuou em ascensão até o dia 120, a partir do qual a concentração de SST tendeu à estabilidade de 5 g.L^{-1} . O teor de sólidos em biorreatores à membrana é muito variável, conforme descrito na revisão bibliográfica, geralmente em função das condições operacionais e do substrato aplicado.

A relação entre SSV/SST é importante no monitoramento de sistemas biológicos com idade do Licor Misto elevadas, pois nessas condições é passível o acúmulo de substâncias inorgânicas no licor misto. Esta relação é definida como grau de mineralização do Licor Misto. Na operação deste BRM, esta relação atingiu 0,78, valor abaixo do reportado em pesquisas semelhantes, como Belli (2011) que chegou a 0,9, além de ser abaixo do indicado por Metcalf e Eddy (2003) que consideram adequado para reatores biológicos uma relação SSV/SST de 0,85. Porém, não se identificou quedas na eficiência de remoção dos compostos orgânicos, conforme será elucidado posteriormente. No biofilme, foi possível observar a formação de fino biofilme a partir do trigésimo dia operacional, evidenciando, assim, o crescimento aderido da biomassa no interior do material suporte. A influência do biofilme em todo o processo biológico foi verificada, principalmente no que tange a remoção de fósforo.

Em relação ao índice volumétrico de Licor Mistos diluídos (dIVL), identificou-se uma tendência decrescente deste Licor Misto, conforme ilustrado na Figura 28.

Figura 28 - Perfil do dIVL e da temperatura



Fonte: Elaborado pelo autor

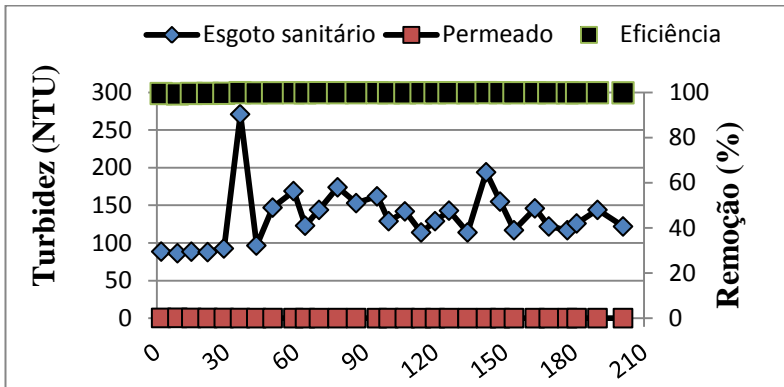
Apesar do aumento observado na concentração de sólidos, o dIVL teve um comportamento decrescente, indicando melhorias na filtrabilidade do licor misto. O dSVI do inóculo foi de 254 g.mL^{-1} e passou por uma queda após o décimo dia operacional, que manteve em decaimento até atingir $140\text{-}160 \text{ g.mL}^{-1}$ ao final da primeira estratégia operacional, no dia operacional 100. Seguindo nesta tendência, o dIVL do licor misto chegou ao final da operação com um índice entre $100\text{-}120 \text{ g.mL}^{-1}$.

Em sistemas de Licor Mistos ativados, o IVL é uma medida de controle para uma boa sedimentação, parte fundamental de uma operação satisfatória na separação de fases e produção de um efluente de qualidade. Do modo análogo, a boa sedimentação está relacionada à agregação e floculação das partículas da suspensão biológica, o que também pode ser vista como uma vantagem na operação de biorreatores à membrana, pois partículas aglomeradas geralmente possuem maior tamanho e, conseqüentemente, maior facilidade em serem retidas pela membrana. Portanto, esse decréscimo observado no dIVL é aceito como benéfico para a operação do BRM, pois uma melhor sedimentabilidade pode indicar uma melhor filtrabilidade.

5.3.4 Turbidez e cor

A Figura 29 apresenta a evolução dos resultados de avaliação da turbidez tanto do esgoto sanitário afluente quanto do permeado no sistema.

Figura 29 - Evolução dos resultados de turbidez do esgoto afluente e do permeado ao longo do período de operação do BRM



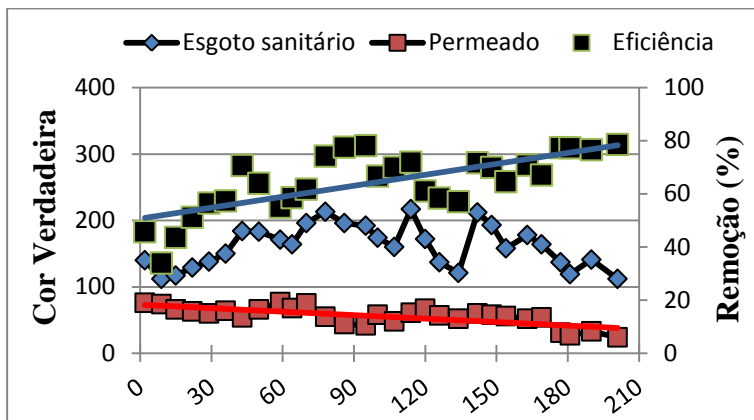
Fonte: Elaborado pelo autor

A turbidez média quantificada no esgoto sanitário foi de $134,4 \pm 38,2$ NTU. Mesmo com este alto valor afluente, a eficiência média obtida durante a operação foi de 99,8%, valor atingido através da filtração promovida pela membrana, que é capaz de reter quase praticamente 100% dos sólidos suspensos. Deste modo, a valor de turbidez residual no permeado foi de $0,23 \pm 0,1$ NTU, sendo este enquadrado com a legislação mais restritiva acerca de turbidez do Brasil. Esta elevada eficiência na remoção da turbidez é uma característica dos sistemas que operam com membranas filtrantes, sendo elas uma alternativa na remoção de componentes em suspensão.

Em relação à cor verdadeira, o BRM possui capacidade inferior na remoção e, neste processo, a cor passa por uma mudança em função das atividades microbianas de degradação. No esgoto sanitário, visualmente, a cor possui um espectro acinzentado e já após a permeação este espectro muda para um tom amarelado. A Figura 30

apresenta os resultados acerca da cor verdadeira durante o período operacional.

Figura 30 - Evolução dos resultados obtidos para Cor do esgoto afluente e do permeado durante o período de operação



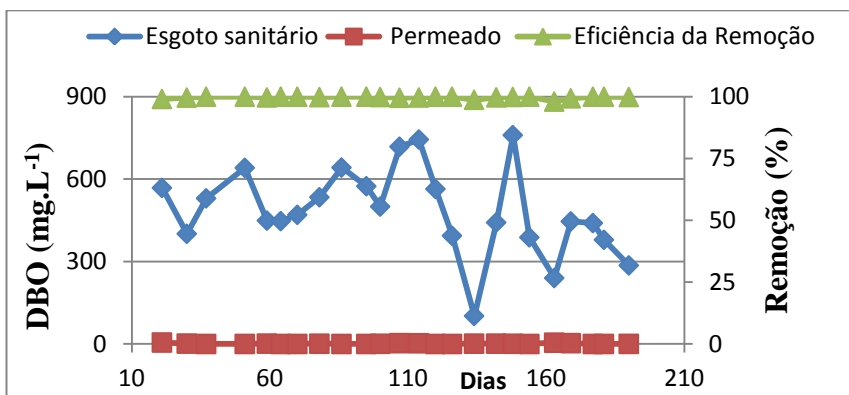
Fonte: Elaborado pelo autor

Mesmo assim, o BRM possui capacidades de remoção deste parâmetro, o que pode ser corroborado através das linhas de tendência, as quais demonstram um aumento na eficiência para a linha azul, além de evidenciar melhorias constantes da concentração residual de cor no permeado. Em números, a cor verdadeira presente no esgoto doméstico foi de $161,3 \pm 31,8$ PtCo. No permeado, a valor médio obtido foi de $55,9 \pm 14,1$ PtCo, atingindo uma eficiência média de 64,3%.

5.3.5 DBO e DQO

DBO e DQO são parâmetros que indicam a quantidade de oxigênio necessária para a oxidação da matéria orgânica biodegradável, sendo a DBO pela via bioquímica e a DQO através da via química estritamente. Devido à alta aeração promovida em biorreatores à membrana, além da alta concentração de microrganismos para degradação desta matéria orgânica, a remoção destes contaminantes é usualmente alta. A Figura 31 apresenta os dados relativos a DBO.

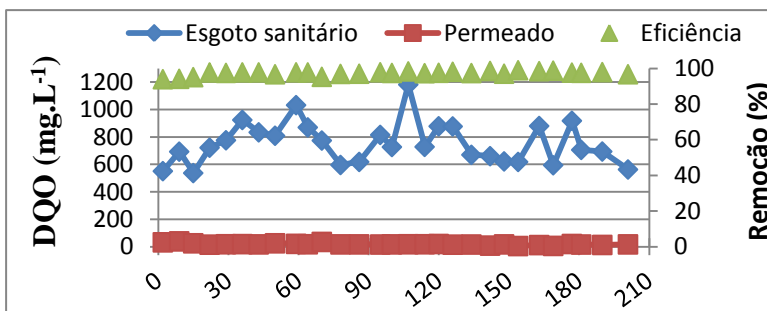
Figura 31 - Valores de DBO no esgoto afluyente e no permeado obtidos durante o período operacional



Fonte: Elaborado pelo autor

Conforme indicado, a oxidação da DBO ocorre com alta eficiência, independentemente da concentração de entrada, atingindo uma eficiência média de 99,8%. Nestes termos, o teor de DBO no esgoto sanitário foi de $515,6 \pm 165,96 \text{ mg.L}^{-1}$ atingindo o valor médio de $1,2 \pm 1,0 \text{ mg.L}^{-1}$, comprovando, assim, a capacidade do BRM. Em termos de DQO, sabendo que o esgoto sanitário afluyente possuía média de $755 \pm 152 \text{ mg.L}$ conforme indicado na caracterização, a eficiência atingida também foi elevada, chegando ao patamar de 97,3%, com residual no permeado de $19,3 \pm 7,4 \text{ mg.L}^{-1}$. A Figura 32 apresenta a distribuição das amostragens de DQO.

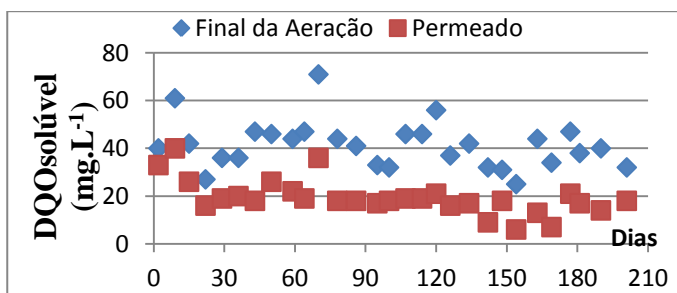
Figura 32 - DQO afluente e residual no permeado



Fonte: Elaborado pelo autor

Esta eficiência obtida caracteriza um permeado de alta qualidade, enquadrando-se no que é relatado na literatura, como Belli *et al* (2012), que obteve 99% de remoção de DQO no seu BRM, ou Ivanovich (2011), que avaliou um BRM com material suporte e obteve 95-99% de remoção de DQO, ficando ainda acima do atingido por Yang *et al* (2009) que obtiveram remoção média de DQO de 93,5%. Vale ressaltar que parte desta eficiência é proveniente da retenção física de macromoléculas promovida pela filtração por membranas, conforme ilustrado na Figura 33.

Figura 33 - Retenção física de DQO proporcionada pela membrana



Fonte: Elaborado pelo autor

Com a análise da Figura 33, é possível identificar a diferença entre o teor de DQO solúvel (DQO_s) no final da aeração e do permeado,

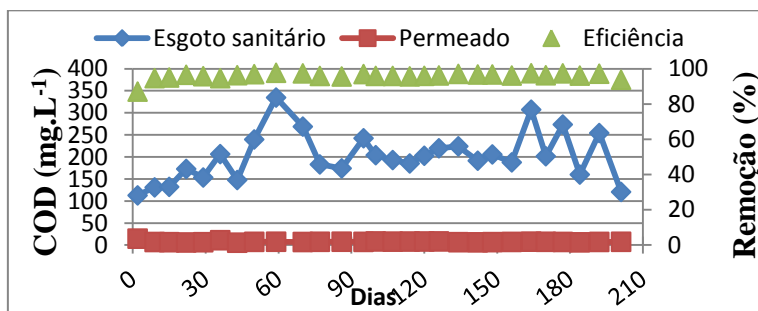
evidenciando, então, a retenção física proporcionada pela filtração. A concentração média de DQO_s no final da aeração foi de $41,2 \pm 9,8 \text{ mg.L}^{-1}$, enquanto que no permeado este teor foi de $19,3 \pm 7,4 \text{ mg.L}^{-1}$, resultando, assim, em uma retenção média de $21,9 \text{ mg.L}^{-1}$ realizada pela membrana. Tal comportamento foi verificado por diversos autores, dentre eles Lobos *et al* (2008), que também associaram o aumento da eficiência da remoção de DQO devido a retenção física.

Em relação à carga orgânica volumétrica (COV) aplicada no reator, calculada através da DQO do esgoto sanitário, o valor médio afluente foi de $0,9 \pm 0,18 \text{ kgDQO.m}^{-3}.\text{d}^{-1}$, mas se considerada apenas a fração solúvel (através da DQO filtrada), a média afluente foi de $0,7 \pm 0,16 \text{ kgDQO.m}^{-3}.\text{d}^{-1}$. Alguns autores buscam relacionar a correlação entre a COV aplicada com a eficiência obtida, porém, nesta pesquisa a COV variou do mínimo de 0,6 ao máximo de 1,5 $\text{kgDQO.m}^{-3}.\text{d}^{-1}$ conforme as variações do esgoto sanitário, não foi identificada nenhuma interferência na eficiência de oxidação desta DQO. Esta estabilidade pode ser explicada pela baixa taxa de troca volumétrica do reator, a qual permite uma maior população de microrganismos em relação à carga afluente.

5.3.6 Carbono orgânico dissolvido

O carbono orgânico dissolvido (COD) é uma das principais frações da matéria orgânica, que se constitui em fonte de energia no ambiente (KRUGER *et al*, 2003), não sendo diferente em reatores biológicos, nos quais o carbono solubilizado é uma das fontes para a síntese celular realizada pelos microrganismos constituintes do licor misto. Em termos gerais, o sistema BRM desta pesquisa demonstrou grande capacidade de degradação do COD, atingindo uma média de $95,9 \pm 2 \%$, sendo o residual identificado no permeado sempre abaixo de 10 mg.L^{-1} , com média de $7,5 \pm 1,7 \text{ mg.L}^{-1}$. A Figura 34 apresenta os resultados de COD do esgoto afluente e do permeado.

Figura 34 - Evolução dos resultados de COD do esgoto afluyente e do permeado no BRM ao longo do período de operação

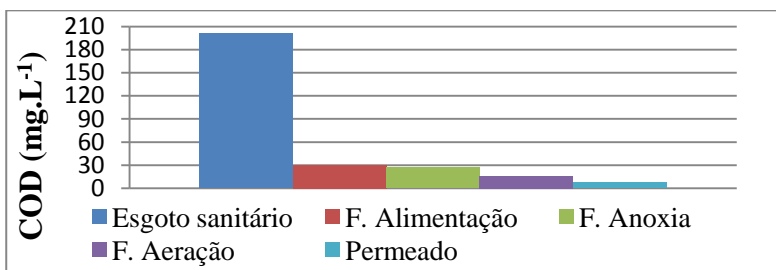


Fonte: Elaborado pelo autor

Mesmo com as variações do COD no esgoto sanitário afluyente, é possível comprovar a eficácia e estabilidade do BRM para a remoção de compostos orgânicos. Ivanovic (2011) conseguiu atingir apenas 74% de remoção de COD em BRM, justificando sua baixa eficiência pelo baixo tempo de retenção hidráulica (4 horas). O mesmo ocorreu com Ma *et al* (2012) que, mesmo com a utilização de coagulantes, atingiu apenas 75% de remoção. Já Brookes (2005) atingiu 97% na remoção de COD, creditando tal eficiência às altas idades de Licor Misto com que o sistema foi operado (maior do que 40 dias).

A remoção do COD ocorre primariamente pela via aeróbia, na qual a oxidação dos compostos orgânicos é mais rápida. A Figura 35 apresenta a concentração média de COD obtida durante todo o período operacional nas cinco fases do sistema.

Figura 35 - Concentração média de COD nas cinco fases do sistema durante a operação do BRM (30 amostras)



Fonte: Elaborado pelo autor

A Figura 35 mostra uma discrepância entre o valor afluente do esgoto sanitário bruto com os demais pontos. Tal diferença se dá pela diluição do afluente no licor misto do reator. Identifica-se, também, um leve consumo de COD na fase anóxica, sendo este relativo aos mecanismos de liberação de fosfato. Já a maior degradação ocorre durante a fase aeróbia, além da retenção física exercida pela membrana.

5.3.7 Série nitrogenada

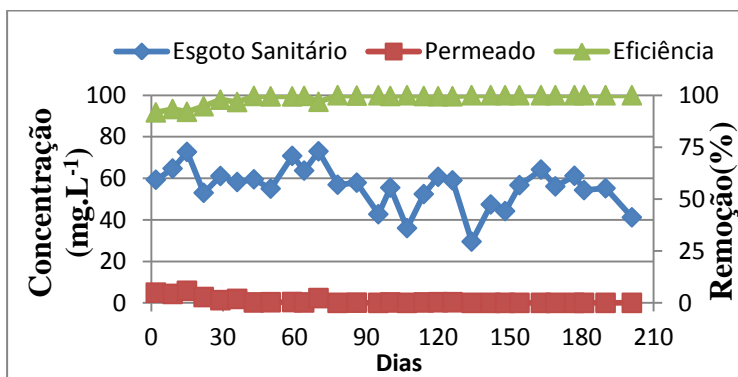
Na Tabela 9 são apresentados os resultados do monitoramento no que se refere aos teores de nitrogênio, sendo que para o esgoto sanitário afluente foi realizada a determinação de nitrogênio total (NT) e para o permeado considera-se a presença dos parâmetros amônia, nitrito e nitrato, pois são estas as dissolvidas presentes no permeado.

Tabela 9 - Caracterização de nitrogênio total afluente e no permeado

	Unidade	Nº de análises	Média	Desvio padrão
Afluente	mg.L ⁻¹	30	68,2	± 18,2
Permeado	mg.L ⁻¹	30	8,9	± 4,6
Eficiência	%	-	86	± 8

Na remoção de nitrogênio total, o sistema BRM atingiu uma eficiência de 86%. Porém, este valor residual alto foi atingindo pelos nitrato, pois é durante a etapa da produção do permeado que ocorre a nitrificação, fenômeno que gera nitrato que serão posteriormente desnitrificados na etapa anóxica, no início do próximo ciclo operacional. Assim, o teor médio de nitrato no permeado foi de $8,1 \pm 4,2 \text{ mg.L}^{-1}$, elevando, deste modo, o residual de NT no permeado. Afim de comparações, o teor médio residual de amônia no permeado foi de $0,8 \pm 1,5 \text{ mg.L}^{-1}$, sendo que em muitas análises este teor de amônia encontrava-se abaixo do limite de detecção do método. A Figura 36 apresenta a variação temporal da amônia, com amostragem do afluente e do permeado.

Figura 36 - Variação temporal de amônia do esgoto sanitário e do permeado e a eficiência do sistema em relação a este parâmetro



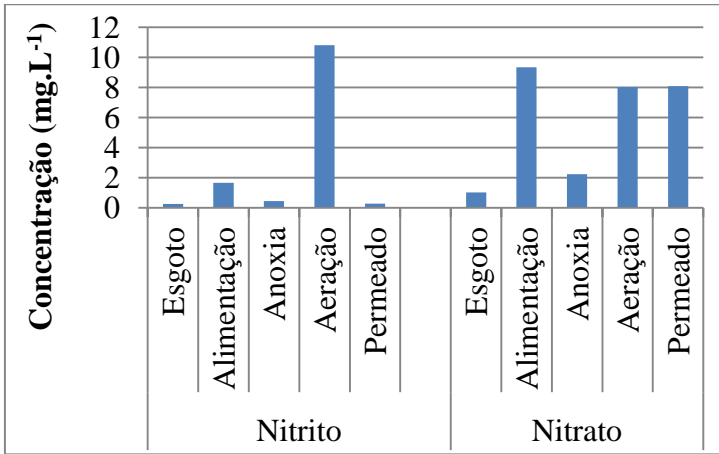
Fonte: Elaborado pelo autor

É evidente a alta eficiência na remoção de amônia, sendo que em muitas análises o teor de amônia no permeado era próximo de zero (abaixo do limite de detecção) evidenciando, assim, elevada atividade nitrificante. Em termos de amônia, o esgoto sanitário bruto apresentou concentração média de $55,9 \pm 10 \text{ mg.L}^{-1}$, e no permeado este teor foi de $0,8 \pm 1,5 \text{ mg.L}^{-1}$, atingindo, deste modo, uma eficiência de remoção de $98,6 \pm 2,5 \%$. Não sendo computados os dados do primeiro mês experimental, período em que o BRM estava em adaptação, a eficiência do sistema na remoção de amônia atinge 99,5%. Em termos de carga

nitrogenada volumétrica (CNV), calculada com base no nitrogênio total, o valor médio foi de $68,23 \pm 14,4 \text{ mgTN.L}^{-1}.\text{d}^{-1}$.

Os valores médios referentes às concentrações de nitrito e nitrato durante todo o período experimental são apresentados na Figura 37.

Figura 37 - Teores de nitrito e nitrato nas diferentes fases operacionais do BRM



Fonte: Elaborado pelo autor

Com a Figura 37, pode-se comprovar a ocorrência da nitrificação, pois em termos de nitrato, identifica-se uma produção durante a etapa aeróbia. Do mesmo modo, é possível comprovar que o fenômeno de desnitrificação ocorre no reator, pois tanto para os nitrito e os nitrato há um consumo substancial, identificado pelo valor médio destes parâmetros no final da fase de anoxia em relação ao valor médio durante o final da alimentação. No permeado, o teor médio de nitrito e nitrato foi de $0,268$ e $8,078 \text{ mg.L}^{-1}$, respectivamente.

5.3.8 Fósforo

A Tabela 10 apresenta os resultados do monitoramento do afluente (esgoto sanitário) e do permeado em termos de P

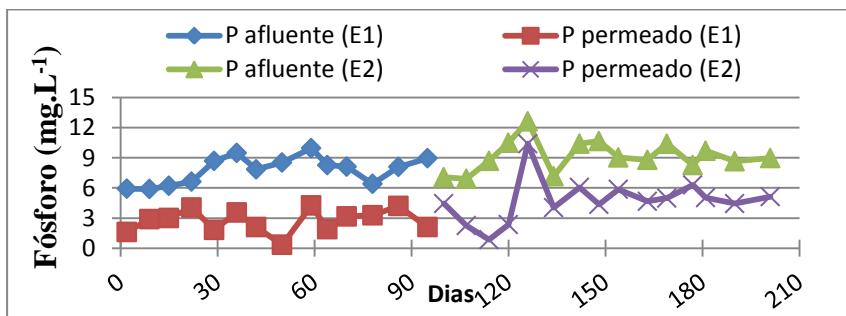
total/ortofosfato, pois no permeado está presente apenas fósforo na forma de fosfato.

Tabela 10 - Teores médios de Fósforo total no afluente e fosfato no permeado

	Unidade	Nº de amostras	Média	Desvio padrão
Afluente	mg.L ⁻¹	30	8,51	1,60
Permeado	mg.L ⁻¹	30	3,77	1,99
Eficiência	%	-	56,02	18,7

A amostragem apresentada na Tabela 10 compreende todo o período operacional, englobando, assim, as duas estratégias testadas. Deste modo, os resultados obtidos nesta tabela 10 compreendem toda a sazonalidade pela qual o BRM estava sujeito, visto que foi observado que a temperatura é intensamente influente na remoção de fósforo, como será demonstrado a seguir. Ainda assim, observou-se uma eficiência de remoção considerável, de 56 %. O perfil da remoção do fosfato é apresentado na Figura 38.

Figura 38 - Evolução do parâmetro fósforo do esgoto afluente e do permeado, considerando as diferentes estratégias operacionais

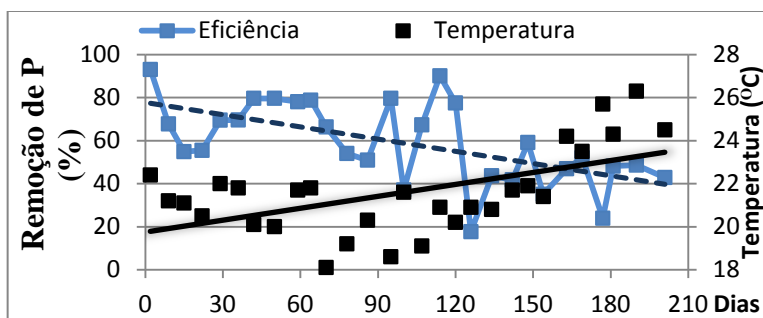


Fonte: Elaborado pelo autor

Os valores obtidos nas amostragens no decorrer do tempo foram separadas de acordo com a estratégia operacional. Visualmente, observa-se que, em termos do afluente, não há grande variação entre as estratégias E1 e E2, sendo que em E2 há em média $1,4 \text{ mg.L}^{-1}$ de fosfato a mais do que o amostrado em E1. Já no permeado, há uma diferença mais considerável entre as estratégias, pois em E1 a média de fosfato foi de $2,7 \text{ mg.L}^{-1}$ e em E2 foi de $4,7 \text{ mg.L}^{-1}$.

A diferença entre as estratégias 1 e 2 podem ser relacionadas à sazonalidade à qual o BRM foi submetido, pois o declínio na eficiência de remoção de fósforo é relacionado com os aumentos de temperatura do licor misto, conforme também observado por Bassin *et al* (2012). Essa interferência ocorre em função do grupo de organismos acumuladores de fósforo (OAP), os quais são comprovadamente mais ativos na competição por substrato (competição com organismos acumuladores de glicogênio) em temperaturas menores. Essa relação entre temperatura e eficiência é apresentada na Figura 39.

Figura 39 - Relação entre temperatura e eficiência na remoção de fósforo no BRM



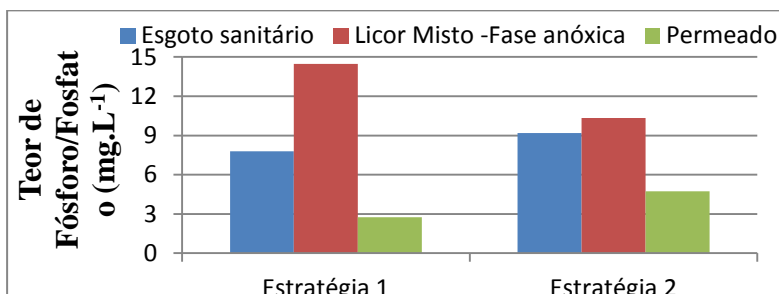
Fonte: Elaborado pelo autor

A Figura 39 apresenta a relação entre a temperatura e a eficiência de todo o período experimental (contemplando E1 e E2). Através das linhas de tendência, se observa no perfil do tempo que houve um incremento da temperatura, levando a um decréscimo na eficiência de remoção. Tal comportamento já era esperado, conforme observado por Bassin *et al* (2012), e deste modo, a eficiência média

obtida em E1 foi de 70% pois esta estratégia se deu nos meses mais frios. Para E2, que coincidiu com início do período de verão, a eficiência foi menor, ficando em 48,8%.

Esta influência da temperatura, considerando as etapas E1 e E2, interfere na competição por substrato que é observada na etapa anóxica do reator, na qual deve ocorrer a liberação de fosfato, conforme os mecanismos do *luxury uptake*. Esta deficiência ocasiona uma menor aptidão na posterior absorção, pois, como os OAP não liberaram o fosfato, estes organismos não possuem necessidade de absorvê-lo do licor misto, gerando, assim, uma defasagem na eficiência global de remoção. Isto é evidenciado na Figura 40, que indica as concentrações médias de fósforo no afluente, no final da fase anóxica e no permeado para os períodos E1 e E2.

Figura 40 - Concentração média de P no afluente, no final da fase anóxica e no permeado comparando as duas estratégias operacionais



Fonte: Elaborado pelo autor

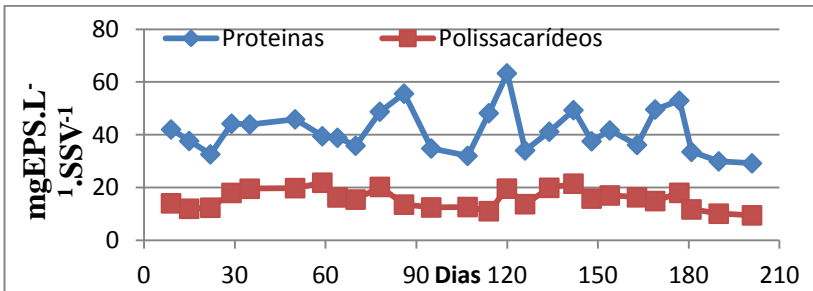
Pela Figura 40 identifica-se que o fósforo no afluente (esgoto sanitário) possui pouca variação. Porém, quando se refere ao final da fase anóxica, durante E1, o teor de fosfato foi de 14,5 mg.L⁻¹, praticamente o dobro do afluente, levando, mesmo assim, a uma excelente eficiência, com o teor no permeado de 2,7 mg.L⁻¹, indicando uma boa absorção após uma adequada liberação de fosfato pelas OAP. Durante o período E2, percebe-se que mesmo com maior teor de P no afluente, o valor médio atingido na liberação de fósforo no final da fase anóxica foi consideravelmente menor, cerca de 10,3 mg.L⁻¹.

Conseqüentemente, com esta má liberação, a absorção foi menor, atingindo deste modo, no permeado, a concentração de $4,7 \text{ mg.L}^{-1}$.

5.3.9 Teor de EPS/SMP

Nesta pesquisa, foi realizado o monitoramento dos EPS e SMP apenas do licor misto do reator, buscando, assim, avaliar seu comportamento durante o período experimental, além de analisar possíveis correlações entre esses teores e os fenômenos de colmatagem da membrana. Para ambas as frações o monitoramento realizado compreendeu as análises de proteínas e de polissacarídeos. As Figuras 41 e 42 apresentam a evolução destes parâmetros do decorrer do experimento, sendo os valores normalizados em termos de SSV. As amostras eram coletadas semanalmente, após o enchimento do reator.

Figura 41 - Evolução do teor de EPS em termos de proteínas e polissacarídeos durante a operação do BRM



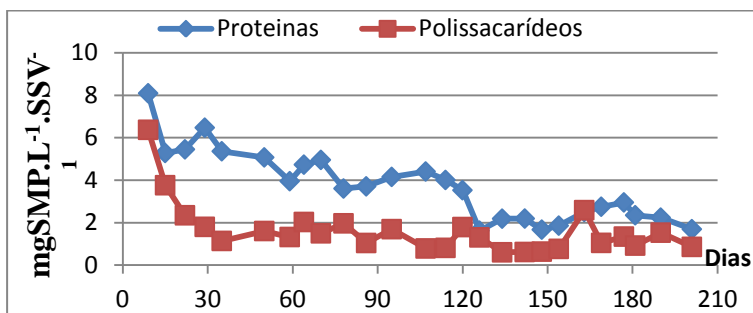
Fonte: Elaborado pelo autor

No que se refere às proteínas, ocorreu uma variação considerável durante todo o período operacional, variando entre $29 - 63 \text{ mg.gSSV}^{-1}$, com média de $41,5 \text{ mg.gSSV}^{-1}$. Em termos de polissacarídeos, a concentração identificada foi menor, entre $9 - 22 \text{ mg.gSSV}^{-1}$, com média de $15,7 \text{ mg.gSSV}^{-1}$.

O teor total de EPS, corresponde à soma das porções de proteínas e de polissacarídeos, chegando a um valor médio de $57,2 \text{ mgEPS.gSSV}^{-1}$. Ng e Hermanowicz (2005) identificaram em seu biorreator piloto uma variação de EPS entre $25 - 60 \text{ mg.gSSV}^{-1}$,

considerando as porções somadas, sendo que os autores explicam que a relação entre os EPS e a formação de flocos (agregados microbianos) ocorre de maneira satisfatória nestas concentrações. Esta tendência à agregação pode indicar melhor sedimentabilidade, o que diretamente indica a melhor condição na filtrabilidade da membrana. Já Yang *et al* (2009) compararam um BRM convencional e um BRM semelhante ao desta pesquisa, com leito móvel, e identificaram teores de EPS de 30,5 e 96,5 mg.gSSV⁻¹ respectivamente. Quando comparado a esta pesquisa, o teor de EPS foi menor ao encontrado no BRM de leito móvel de Yang *et al*, algo que pode ser visto como benéfico, pois Yang *et al* identificaram maior tendência à colmatação quando os EPS estavam em maior concentração.

Figura 42 - Evolução do teor de SMP em termos de proteínas e polissacarídeos durante a operação do BRM



Fonte: Elaborado pelo autor

A Figura 42 apresenta o perfil de SMP em termos de proteínas e polissacarídeos, durante a operação do BRM. Percebe-se que para os SMP há uma tendência decrescente para ambas as frações. Em relação às proteínas, ocorreu uma pequena variação durante o período operacional, variando entre 1,5 – 8 mg.SSV⁻¹L⁻¹, e média de 3,7 mg.SSV⁻¹L⁻¹. Em termos de polissacarídeos, a concentração identificada foi menor, entre 0,5 – 6 mg.SSV⁻¹L⁻¹, com média de 1,6 mg.SSV⁻¹L⁻¹, sendo que a partir do trigésimo dia operacional o teor de polissacarídeos ficou abaixo de 2 mg.SSV⁻¹L⁻¹.

O teor médio de SMP no Licor Misto, somando-se as frações de proteínas e polissacarídeos, é de $5,3 \text{ mgSMP.SSV}^{-1}.\text{L}^{-1}$, valor considerado baixo se comparado à Shariati *et al* (2011) que encontrou concentrações entre 20 e $30 \text{ mgSMP.SSV}^{-1}.\text{L}^{-1}$, sendo que os mesmos autores correlacionam que alto teor de SMP indica problemas na filtrabilidade do Licor Misto. Hu *et al* (2012) monitoraram o teor de SMP em seu BRM, variando a porção de material de recheio entre 30 e 40%, e encontraram teores parecidos, sendo que quando a porção de recheio foi maior, percebeu-se um leve decréscimo no teor médio de SMP. Hu *et al* afirmam, ainda, que apesar dos materiais suportes afetarem o teor de SMP, os autores não observaram efeitos na colmatação da membrana. Já Rahimi *et al* (2011) indicam que a taxa de aeração pode ser um fator influente na concentração de SMP, já que, em seus testes, o teor de SMP variou de 5 a $20 \text{ mgSMP.SSV}^{-1}.\text{L}^{-1}$.

A relação entre os teores de SMP e EPS e a colmatação da membrana é tema de discussões acerca da tecnologia de biorreatores à membrana, sendo que na literatura há estudos afirmando e negando tal influência. Nesta pesquisa, não se identificou uma relação entre a taxa de colmatação e a concentração de proteínas e polissacarídeos.

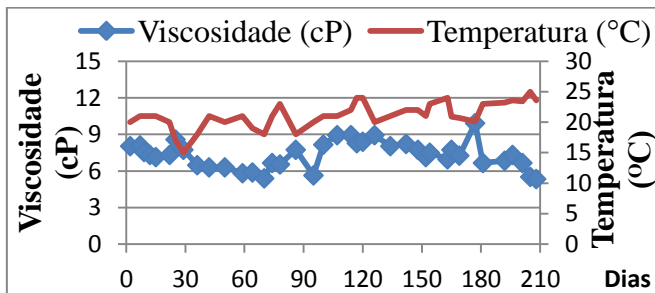
5.3.10 Viscosidade

Viscosidade é uma propriedade dos fluidos que indica a resistência à deformação progressiva quando sujeito a uma força de tração, ou seja, quantifica o atrito de um fluido. A viscosidade do licor misto influencia o desempenho do BRM na perda de carga, ou seja, da pressão trans-membrana, além de interferir do regime hidráulico na membrana (HASAR *et al*, 2004). Segundo Koseoglo *et al* (2012), a viscosidade é um dos fatores limitantes de BRM, pois a operação em altas concentrações de sólidos no licor misto e, conseqüentemente, de viscosidade (GUIBAUD *et al*, 2004), é altamente impactante na operação contínua deste tipo de reator.

Quanto maior a viscosidade de um líquido, menor é sua fluidez, o que significa que as moléculas de líquidos viscosos são mais fortemente ligados uns aos outros, tornando-os menos capazes de movimento (RATKOVICH *et al*, 2013). Além disso, Rosenberger *et al* (2002) indicam que altos teores de viscosidade podem propiciar o surgimento de zonas mortas no reator. Para reatores com membrana, altos valores de

viscosidade podem ser prejudiciais à filtrabilidade, pois líquidos mais viscosos apresentam maior resistência à mobilidade e ao transporte. A Figura 43 apresenta a evolução da viscosidade durante a operação do BRM.

Figura 43 - Evolução da viscosidade durante a operação do BRM



Fonte: Elaborado pelo autor

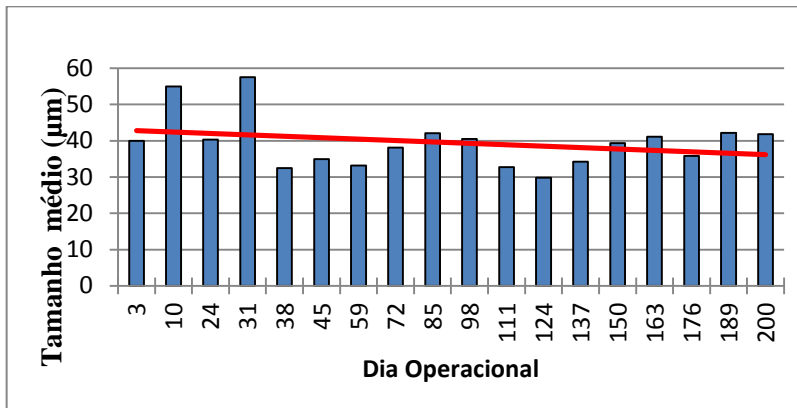
Segundo a literatura, a temperatura é dos fatores influentes na viscosidade, afirmam Mu, Chen e YU (2007) e Hasar *et al* (2004), pois, conforme há um aumento de temperatura, menos viscoso o fluido se tornará (BROOKES, 2005) levando a uma melhor permeabilidade da membrana. Esta tendência pode ser observada na Figura 43, na qual se percebe que mesmo com pequenas variações da temperatura, a viscosidade do licor misto tende a ser maior, durante períodos mais frios.

No BRM a viscosidade variou entre 5,3 e 9,9 centiPoise (cP), com um valor médio de 7,3, indicando, assim, baixa viscosidade do licor misto. Amri (2012) identificou, a uma temperatura de 25 °C, uma viscosidade de 14,3, valor por ele considerado adequado para evitar quaisquer influências na colmatação da membrana. Neste mesmo trabalho, porém em outras temperaturas, Amri (2012) categorizou, estatisticamente, a viscosidade como altamente influente no fluxo hidráulico da membrana, ou seja, na sua filtrabilidade.

5.3.11 Granulometria

A granulometria por difração a laser é uma técnica de medida indireta, utilizada para obter a distribuição granulométrica das partículas em suspensão. No que se refere à biorreatores à membrana, é um importante mecanismo de controle que contribui para a análise do desempenho de filtração (PROVENZI, 2005) em função do tamanho médio das partículas em suspensão e sua relação com o tamanho do poro da membrana. A Figura 44 apresenta a evolução granulométrica do Licor Misto.

Figura 44 - Evolução granulométrica do Licor Misto



Fonte: Elaborado pelo autor

Pela linha de tendência, percebe-se que, durante a operação do BRM, o tamanho médio das partículas teve um comportamento decrescente, não acentuado, indicando apenas uma pequena diminuição do tamanho da suspensão biológica. Já o tamanho dos componentes da suspensão biológica variou de 29 a 57 µm, com um tamanho médio de $39,5 \pm 7$ µm.

Este valor médio é compatível com o reportado por Hu *et al* (2012), que estudaram um BRM com leito móvel e obtiveram valores entre 60 e 40 µm. Estes autores ainda afirmam não encontrar correlação entre o tamanho do floco e os fenômenos de colmatação. Sendo os

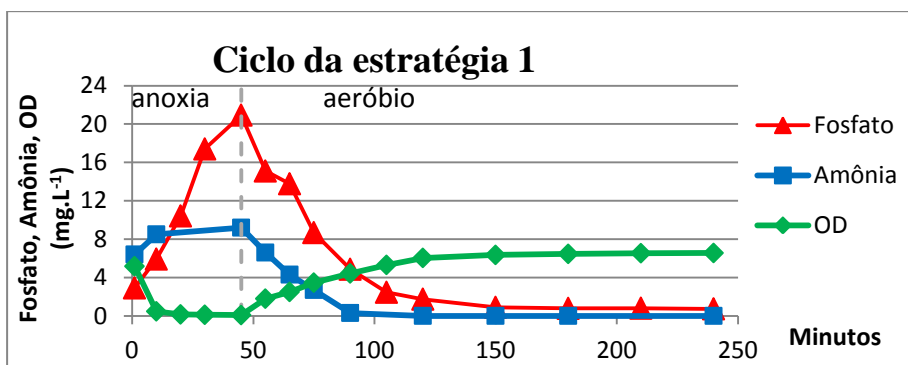
flocos biológicos nesta variação de tamanho, e considerando o poro da membrana de 0,3 μm , pode-se concluir que há pouca influência na colmatação por bloqueio dos poros.

O tamanho médio dos flocos é considerado baixo quando comparado a sistemas biológicos convencionais, como Licor Mistos ativados no qual usualmente se encontram flocos maiores, com tamanho entre 100 e 1000 μm (SUN; HAY; KHOR, 2006), e tal comportamento pode ser ocasionado pelo estresse hidrodinâmico gerado no sistema (WISNIEWSKI, 1996) pela alta taxa de aeração utilizada para fins de minimização da colmatação.

5.3.12 Análise de Ciclo

Para uma melhor compreensão do sistema, foram realizadas análises de ciclo nos dois períodos operacionais E1 e E2. Com a análise do ciclo operacional do biorreator à membrana é possível observar e compreender os fenômenos que ali ocorrem, propiciando, assim, um melhor entendimento das atividades biológicas realizadas pelos microrganismos. Esta análise foi realizada em dois momentos, ao final da primeira estratégia operacional (20% de material suporte) e ao final da segunda estratégia (30% de material suporte), e os resultados são apresentados a seguir, nas Figuras 45 e 46.

Figura 45 - Ciclo operacional do BRM para os parâmetros fosfato, amônia e OD na primeira estratégia operacional – E1

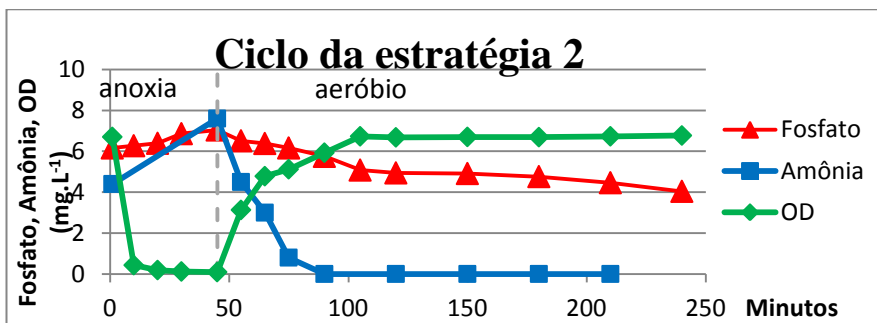


Fonte: Elaborado pelo autor

Nos primeiros 45 minutos de ciclo '1' (no período de anoxia) foi possível identificar uma liberação eficiente de fosfato, comprovando assim a ocorrência e as capacidades do fenômeno de *'luxury uptake'*. Ainda durante este período, pode-se observar uma acentuada queda na concentração de oxigênio dissolvido, levando o sistema rapidamente para condições anóxicas.

Após o período anóxico inicial, principia-se a aeração, e com ela os fenômenos de nitrificação e de reabsorção do fosfato liberado, sendo esta absorção mais acentuada, consumindo mais fosfato do que inicialmente havia sido liberado para o meio. Durante estas reações, observa-se o consumo de DQO acentuado, garantindo, assim, baixos teores residuais no fim do ciclo. Para a amônia, é possível identificar uma reação de nitrificação rápida, pois em menos de 50 minutos já não há amônia do licor misto do reator. Essa ausência de amônia é garantida pela estabilização do oxigênio dissolvido, pois a saturação do OD na fase aeróbia é o indicativo do fim da degradação da amônia (TERADA et al, 2006; SCHEUMANN; KRAUME, 2010). A Figura 46 apresenta o ciclo da segunda estratégia operacional (E2).

Figura 46 - Ciclo operacional do BRM para os parâmetros de fosfato, amônia e OD na primeira estratégia operacional - E2



Fonte: Elaborado pelo autor

Em termos de amônia, o BRM continuou com uma boa capacidade de degradação, atingindo, também, uma isenção de amônia

residual após 50 minutos de fase aeróbia, sendo esta também comprovada pela saturação do oxigênio dissolvido no licor misto. Em termos de remoção de fósforo, pode-se observar que, no segundo ensaio de ciclo, não se atingiu o *luxury uptake*, pois não ocorreu a liberação de fosfato durante a fase anóxica, prejudicando, assim, a reabsorção posterior durante a fase aeróbia. Tal comportamento é explicado pela diferença de temperatura entre os ensaios, sendo que o primeiro, realizado durante o inverno, o reator operava em temperatura média de 21 °C, enquanto que no segundo ensaio, nas imediações do verão, a temperatura média do reator era de 25 °C. Esta relação entre a temperatura e a eficiência na liberação e absorção de fósforo promovida pelo *luxury uptake* foi estudada por Bassin *et al* (2012), que estudaram duas temperaturas (20 e 30 °C) e perceberam grande influência da temperatura na operação do reator biológico na maior temperatura, pois variações de 1 a 2 graus Celsius já apresentaram influência na remoção de fósforo.

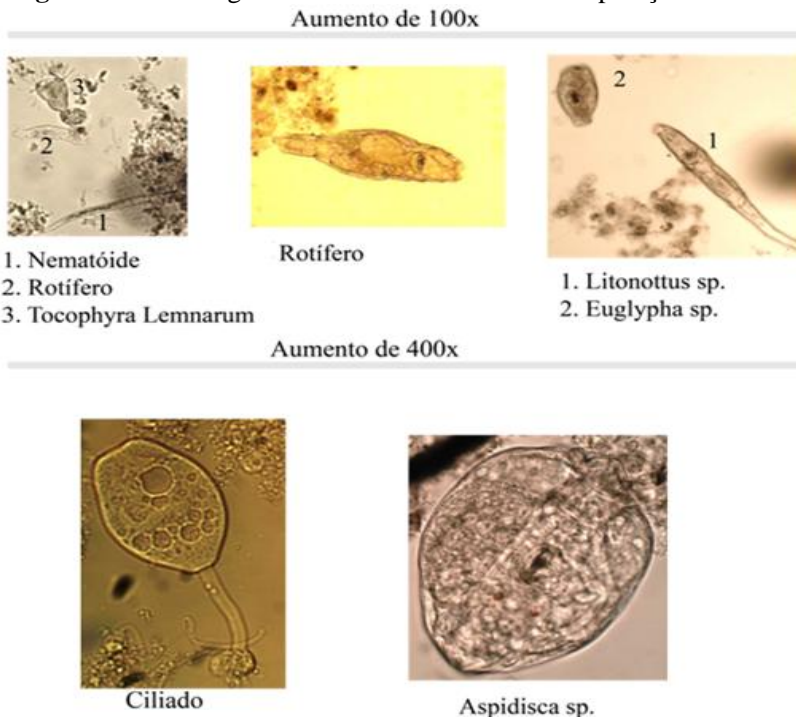
5.4 Parâmetros biológicos

5.4.1 Microscopia óptica

A microscopia óptica é um meio de monitoramento da biomassa presente em um reator biológico, pois a microfauna ali presente é um indicativo de como o sistema biológico está funcionando. Apesar das bactérias serem as responsáveis pela depuração da matéria orgânica, bem como dos fenômenos de remoção de nutrientes, uma ampla gama de protozoários podem indicar uma boa ou má condição do licor misto. Nos processos biológicos, a variedade de microrganismos existentes proporciona o adequado tratamento ao efluente (REIS, 2007).

Durante toda a operação do BRM não se observou grande variação na microfauna, porém, foi possível identificar alguns organismos ali presentes, conforme apresentado na Figura 47.

Figura 47 - Microrganismos observados durante a operação do BRM



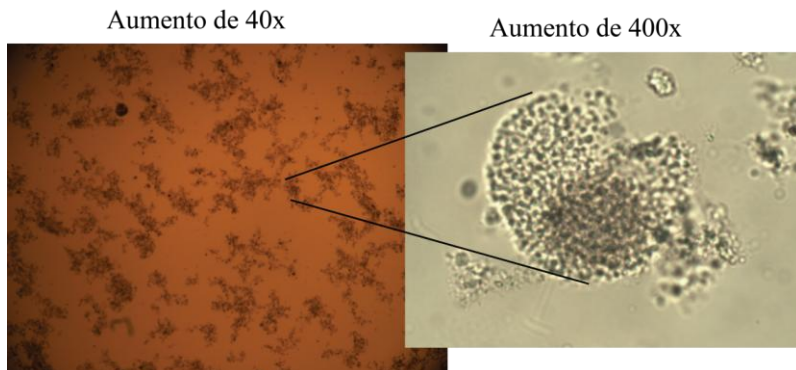
Fonte: Elaborado pelo autor

Dos microrganismos identificados, o *Aspidisca sp* é um indicador da remoção de carga orgânica, bem como um indicativo de que a nitrificação ocorre de maneira satisfatória (DEZOTTI, 2008). A ocorrência de *Euglyphas sp* também é relacionada com boa depuração da matéria orgânica (BENTO *et al*, 2005). A presença de protozoários são associados a um possível polimento do efluente, removendo pequenas quantidades de DBO/DQO, além de turbidez e leve redução da cor (PIEIDADE, 2013). Os ciliados também são identificados como indicativo de boa depuração do efluente.

Durante as observações microscópicas, identificou-se, também, a presença de *Arcella sp*, que assim como a *Aspidisca sp* é um indicador

de boa nitrificação e de depuração, porém a obtenção de imagens claras deste organismos não foi possível. Identificou-se, também, boa formação de flocos no licor misto, pois em muitas lâminas encontravam-se apenas pequenos aglomerados, conforme Figura 48.

Figura 48 - Aglomeração do Licor Misto em flocos



Fonte: Elaborado pelo autor

Percebe-se, na Figura 48, a tendência das bactérias a se aglomerarem em flocos, o que pode ser observado na ampliação de 400x, na qual cada pequeno ponto representa uma bactéria constituinte do flocos biológico.

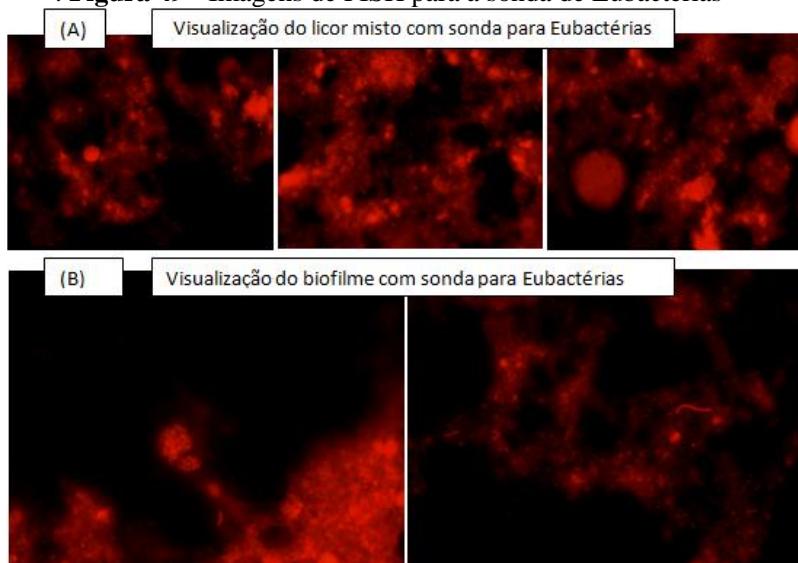
5.4.2 Fluorescência por hibridização in situ

Após o procedimento de fixação e hibridização, realizou-se a visualização das amostras com o fim de obter imagens dos grupamentos de bactérias, identificando, assim, quais os grupos estavam presentes através da sonda específica. As sondas utilizadas permitiram a visualização de: 1) Eubactérias, que representam a totalidade de microrganismos na amostra; 2) Bactérias acumuladoras de fósforo (PAOmix) e 3) Bactérias acumuladoras de glicogênio (GAOmix).

O objetivo principal do uso da técnica de FISH nesta pesquisa foi a identificação dos microrganismos acumuladores de fósforo (OAP, em inglês PAO) e dos acumuladores de glicogênio (OAG, em inglês GAO), visto que estes dois grupamentos são competidores diretos por substrato (VÁZQUEZ, 2009). A presença de OAG é relacionada com baixa eficiência na remoção biológica de fosfato (ERDAL *et al*, 2008). Bassin *et al* (2012) comentam que temperaturas maiores favorecem o surgimento de OAG, e que temperaturas próximas e abaixo de 20 °C condicionam a evolução das OAP, fator observado nesta pesquisa, e que pode ser comprovado com as imagens de FISH.

A Figura 49 apresenta as imagens obtidas durante a visualização da técnica de FISH, relativas à primeira estratégia operacional (E1) para o Licor Misto e para o biofilme aderido com sonda para Eubactérias.

Figura 49 - Imagens de FISH para a sonda de Eubactérias

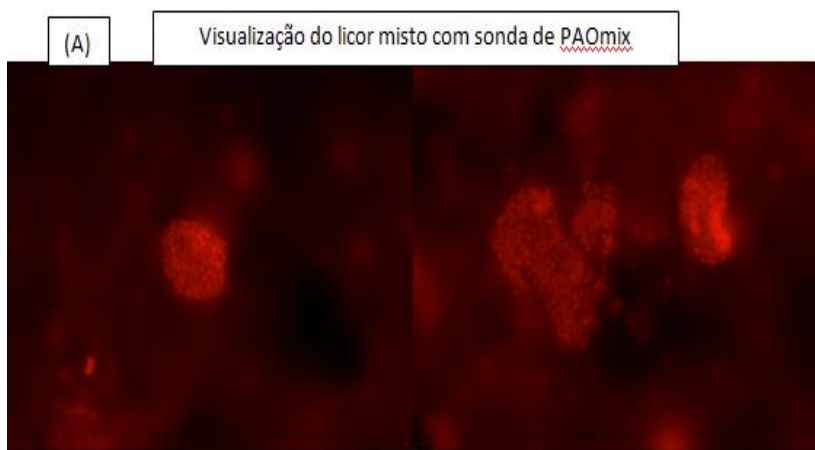


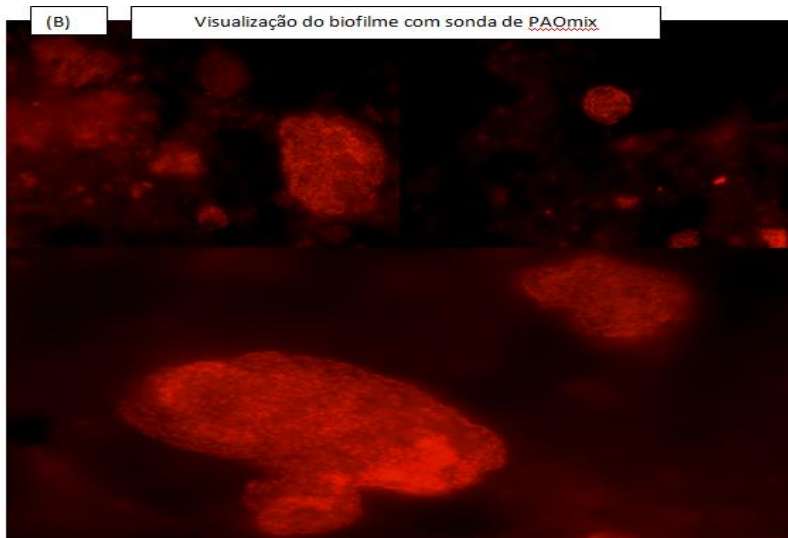
Fonte: Elaborado pelo autor

Identificou-se, conforme esperado, que no licor misto (A) do reator havia uma maior concentração de bactérias, o que é facilmente identificado pela ausência de zonas vazias nas lâminas para o Licor Misto. Em termos do biofilme, é possível observar uma menor população bacteriana, porém tal fato torna possível identificar as estruturas dos agregados microbianos, conforme a primeira lâmina de eubactérias para o biofilme.

As imagens apresentadas na Figura 50 são relativas à sonda de PAOmix, para identificação dos organismos acumuladores de fosfato, foco deste análise, buscando esclarecer se os materiais suporte são ou não efetivos para a remoção de fósforo. A Figura 50 apresenta as imagens do Licor Misto e do biofilme para visualização de OAP.

Figura 50 - Imagens de FISH para a sonda de bactérias acumuladoras de fosfato (OAP)





Fonte: Elaborado pelo autor

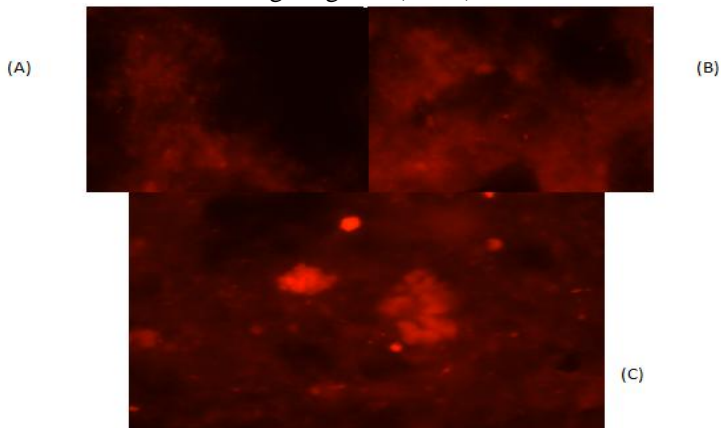
Nestas imagens, foi possível perceber, durante a observação, que as lâminas relativas ao biofilme (Figura 50-B) estavam mais densamente povoadas, visivelmente com poucas zonas sem a presença de bactérias acumuladoras de fosfato. Observou-se, também, a estrutura destes agregados microbianos, formando grandes colônias. Do mesmo modo, verificou-se a ocorrência das OAP na amostragem relativa ao Licor Misto (Figura 50-A), também estruturadas em formas de flocos microbianos, porém, em menor quantidade e em flocos menores.

Isto sugere que tanto a biomassa dispersa no licor misto quanto a biomassa aderida nos materiais suporte possuem capacidades no fenômeno biológico de remoção de fósforo, indicando uma tendência de melhor aclimação e desenvolvimento nos materiais suporte, o que pode conferir grande vantagem a sistemas com leito móvel. Também foi possível identificar que as colônias microbianas observadas na visualização do biofilme possuem maior tamanho, evidenciando melhor desenvolvimento nestas situações.

Durante estas visualizações, buscou-se, também, identificar os organismos acumuladores de glicogênio, porém nestas lâminas a presença deste grupamento foi baixo, não sendo possível, assim,

produzir imagens claras. As imagens obtidas na observação dos OAG através da sonda GAOMix são apresentadas na Figura 51.

Figura 51 - Imagens de FISH para a sonda de bactérias acumuladoras de glicogênio (OAG)



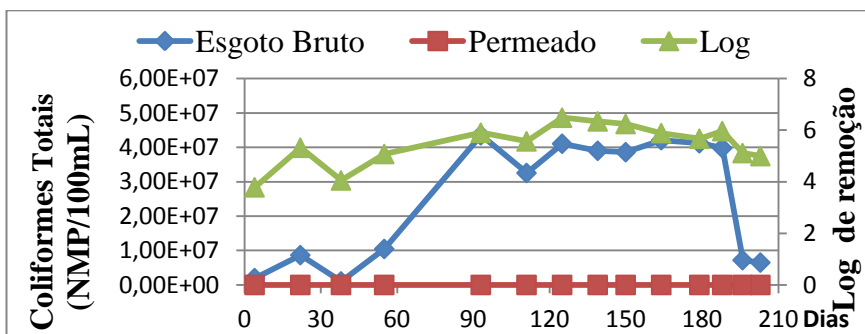
Fonte: Elaborado pelo autor

Conforme indicado, a presença de bactérias acumuladoras de glicogênio foi baixa, já que nas primeiras observações apenas o ‘ruído de fundo’ foi encontrado nas amostras, sendo assim, apenas um residual das soluções utilizadas para hibridização que aparecem como uma nuvem na imagem. Na Figura 51-C, é possível visualizar as bactérias OAG, porém em baixa quantidade, algo que era esperado devido aos bons resultados observados nas lâminas das acumuladoras de fósforo.

5.4.3 Coliformes e *E. coli*

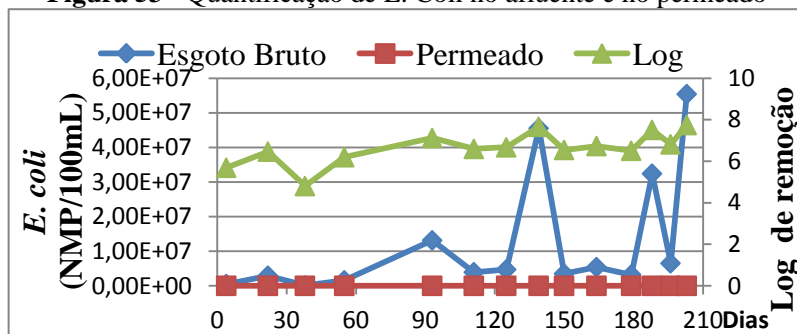
Para o acompanhamento desta pesquisa, foram realizados testes para identificar e quantificar as porções de coliformes totais (CT) e de *Escherichia Coli* (*E. Coli*), sendo estes comumente tratados como parâmetros para lançamentos em corpos d’água. As Figuras 52 e 53 apresentam a quantificação destes parâmetros no esgoto sanitário e no permeado, bem como o log de remoção, mostrando a eficiência do sistema de tratamento quando a qualidade sanitária do efluente tratado.

Figura 52 - Quantificação de coliformes totais no afluente e no permeado



Fonte: Elaborado pelo autor

Figura 53 - Quantificação de *E. Coli* no afluente e no permeado



Fonte: Elaborado pelo autor

Em termos de CT, o valor médio quantificado no esgoto sanitário foi de $2,53E+07$ NMP.100mL⁻¹ e, após a passagem pelo BRM, o residual identificado no permeado foi de apenas $74,96$ NMP.100mL⁻¹ garantindo, assim, uma eficiência, em termos logarítmicos de 5,5 Logs (correspondente a mais de 99,999%), sendo tal eficiência garantida pela retenção física proporcionada pela membrana, visto que as características biológicas do sistema não comprometem o metabolismo microbiano. Já em relação aos organismos *E. Coli*, a média quantificada no esgoto afluente foi de $1,28 E+07$ NMP.100mL⁻¹, sendo que no

permeado não foram encontradas bactérias deste grupamento, garantindo, desse modo, uma isenção de *E. Coli* após a filtração, atingindo, então, mais de 6,5 Log de remoção.

5.5 Ensaios pontuais

5.5.1 Respirometria

A Tabela 11 apresenta os valores da Velocidade específica de consumo de consumo de oxigênio (TCO_{esp}) identificados durante os experimentos respirométricos para consumo de amônia e de carga orgânica, realizados durante o período operacional. A unidade dos valores é normalizada por grama de sólidos suspensos voláteis, sendo representada por $mgO_2.gSSV.h^{-1}$.

Tabela 11 - TCO quantificada para o consumo de amônia e acetato

$mgO_2.[gSSV.h^{-1}]$	Dia	Endógena	Exógena Autotrófica (Amônia)	Exógena Heterotrófica (Acetato)
Inicial	2	1,83	1,36	1,73
	35	2,93	4,21	6,78
E1	69	9,20	8,71	7,88
	104	4,72	6,98	18,32
E2	140	2,97	11,24	21,73
	176	2,78	9,38	17,42
	202	2,65	10,45	19,93

Na Tabela 11, é possível identificar o consumo de oxigênio dos microrganismos em diferentes condições, buscando quantificar, assim, os diferentes tipos de respiração celular, como, por exemplo, a respiração endógena que representa a atividade dos microrganismos apenas para manter seu metabolismo. Para a respiração exógena, existe

a via autotrófica, na qual um pulso de amônia é adicionado ao reator para quantificar a respiração na atividade de nitrificação e a via heterotrófica, na qual um substrato facilmente degradável (acetato) é adicionado.

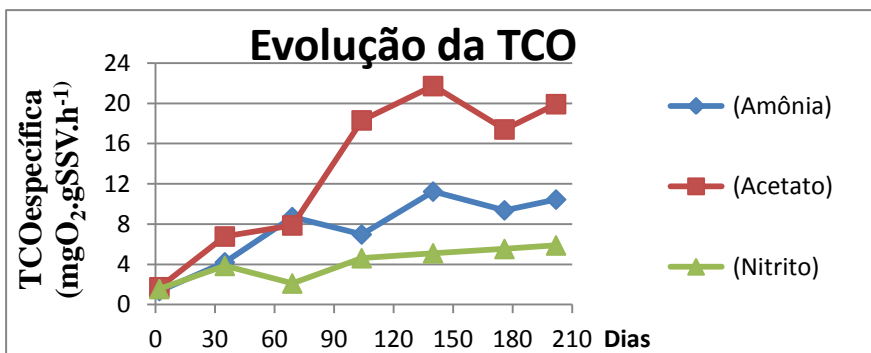
Realizou-se, também, a respiração exógena com intuito de identificar a respiração na degradação do nitrito e, para tanto, se realizou novamente o ensaio da respiração endógena. Os resultados são apresentados na Tabela 12.

Tabela 12 - TCO quantificada para o consumo de nitrito

mgO₂.gSSV.h⁻¹	Dia	Endógena	Exógena
Inicial	2	1,76	1,56
	35	2,02	3,86
E1	69	7,16	7,83
	104	3,56	4,62
	140	3,04	5,11
E2	176	3,68	5,54
	202	3,37	5,89

Durante o período operacional, foi observada uma evolução constante na Velocidade específica de consumo de oxigênio, indicando, assim, um aumento na atividade biológica dos microrganismos presentes no licor misto. O aumento no consumo de oxigênio foi identificado a partir do primeiro ensaio, no qual todas as TCO's estavam abaixo de 2 mgO₂.gSSV.h⁻¹, valor muito abaixo do esperado para as respirações exógenas, que tendem a ser mais eficientes neste consumo. A evolução da TCO para as atividades exógenas são apresentados na Figura 54, abaixo.

Figura 54 - Evolução da TCO para as bactérias exógenas



É possível observar uma tendência crescente para todas as atividades metabólicas dos microrganismos, evidenciando, assim, a adaptação destes às condições operacionais impostas pelo BRM. A alta eficiência obtida na remoção de amônia pode ser correlacionada com o aumento da $TCO_{(Amônia)}$, que evoluiu de 1,3 até atingir valores próximos a $10 \text{ mgO}_2.\text{gSSV.h}^{-1}$. O mesmo é observado para a $TCO_{(Acetato)}$, que indica boa degradação dos compostos orgânicos presentes no esgoto sanitário, que variou do inicial de $1,7 \text{ mgO}_2.\text{gSSV.h}^{-1}$ atingindo o valor de $21,7 \text{ mgO}_2.\text{gSSV.h}^{-1}$.

5.5.2 Índice de incrustação de lodo

Segundo Minh (2006) quanto maior o valor de MFI do líquido, maior o potencial de colmatção da membrana. Jiang (2007) afirma, ainda, que um alto MFI indica uma maior formação de torta na superfície da membrana. Nederlof *et al* (1998) concluem que quando o valor de MFI é maior do que 1 s.L^{-2} , a tendência à colmatção deste líquido é maior. A Tabela 13 apresenta os valores de MFI obtidos durante a operação do BRM.

Tabela 13 - Valores de MFI obtidos durante o período experimental

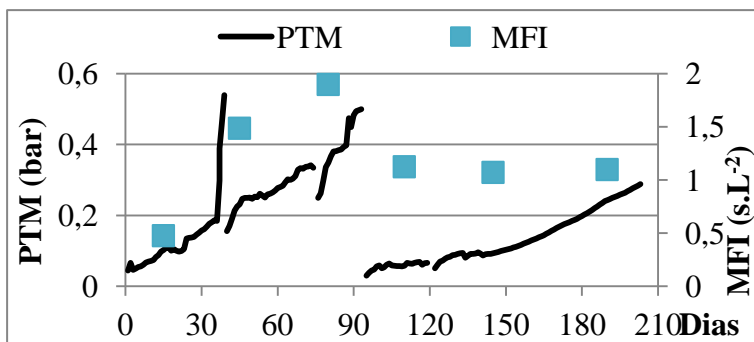
	Dia operacional	MFI Licor Misto (s. L⁻²)	MFI centrifugado (s. L⁻²)
	15	0,477	0,348
E1	45	1,487	0,792
	80	1,899	0,659
	110	1,125	0,565
E2	145	1,072	0,037
	190	1,099	0,036

Os índices de MFI mensurados durante a operação do BRM mostram, primeiramente em relação ao Licor Misto em E1, uma tendência crescente do MFI, indicando, assim, maior potencial de colmatação da membrana, o que pode ser comprovado segundo os dados apresentados na seção relativa à PTM, na qual, durante a estratégia E1 observou-se maior crescimento da pressão trans-membrana. Além disso, o teor de sólidos crescente pode contribuir na maior colmatação do Licor Misto.

Durante E2, foi possível observar que o índice teve um comportamento decrescente, ficando próximo a 1 s.L^{-2} , valor sugerido como bom indicativo de não-colmatação. Isto corrobora o comportamento da PTM durante E2, que se manteve em crescimento lento e estável, indicando baixa colmatação neste período.

Em relação aos MFIs obtidos da fração centrifugada (após dupla centrifugação do licor misto), percebeu-se, durante E1, um crescimento semelhante ao observado no MFI do Licor Misto, indicando uma influência da porção centrifugada na tendência à colmatação. Já em E2, o índice apresentou uma queda, de paralelo ao apresentado pelo Licor Misto, atingindo, assim, os menores valores de MFI durante a operação do BRM. A Figura 55 apresenta o comportamento da PTM e o valor de MFI do Licor Misto.

Figura 55 - Comportamento da PTM e do MFI no decorrer do tempo



Fonte: Elaborado pelo autor

Na Figura 55, percebe-se que, durante E1, o limite de PTM foi atingido duas vezes, os valores de MFI foram crescentes até atingir o máximo identificado de $1,89 \text{ s.L}^{-2}$, possibilitando, assim, uma correlação entre o aumento acentuado da PTM com a maior tendência à colmatação do Licor Misto. Já durante a E2, na qual se aumentou a quantidade de matérias suporte no reator, tanto a PTM quanto o MFI apresentaram um crescimento lento e a taxa de colmatação foi baixa. Este comportamento era esperado, pois o MFI ficou próximo de 1 s.L^{-2} , o que é categorizado como adequado para a operação com a minimização da colmatação (EDZWALD, 2011; NEDERLÖF *et al*, 1998).

5.5.3 Velocidade específica de consumo de amônia e de nitrato

A fim de testar as capacidades do BRM em relação às taxas de remoção de nitrogênio amoniacal e de nitrato, foram realizados experimentos em bancada para identificar e quantificar a capacidade de consumo/remoção destes compostos em condições controladas, conforme explicado pelos autores referenciados. A Tabela 14 apresenta os resultados obtidos após o procedimento experimental.

Tabela 14 - Velocidade específica de consumo de nitrato e de amônia

	Dia operacio nal	SNUR (mg N-NO₃-g.SSV⁻¹.h⁻¹)	SAUR (mg.N-NH₄⁺. g.SSV⁻¹.h⁻¹)
	6	6,34	3,24
E 1	46	13,08	3,53
	98	13,86	4,19
	134	14,45	3,87
E 2	167	15,32	6,73
	197	13,22	4,89

Como o reator possui uma evolução no teor de SST e SSV, os resultados deste ensaio são padronizados por g⁻¹ de SSV (fração de microrganismos na porção de sólidos). Primeiramente, em termos de nitrato, os valores iniciais de SNUR obtidos durante a experimentação na primeira semana de operação do BRM foram baixos, cerca de apenas 6,3 mg de nitrato absorvido por grama de SSV. Apesar de esta absorção ter sido baixa, percebe-se que, em menos de uma semana operacional, o reator piloto já demonstrava capacidade de desnitrificação.

Com a evolução do período experimental, após 40 dias do primeiro ensaio, a Velocidade específica de consumo de SNUR atingiu o dobro da capacidade atual, cerca de 13 mg.N-NO₃-g.SSV⁻¹.h⁻¹, e após esta data, a capacidade manteve-se em leve crescimento durante toda a operação do BRM, culminando em, aproximadamente, 15 mg.N-NO₃-g.SSV⁻¹.h⁻¹ durante a E2. Entre o penúltimo e último teste, observou-se um leve decréscimo na Velocidade específica de consumo de SNUR, sendo que o mesmo foi identificado nos testes de SAUR. Para SNUR, alguns estudos com operação que envolva fases anaeróbia/anóxica/aeróbica e temperatura controlada, mostra uma ampla gama de taxas de absorção, como, por exemplo, de 4 a 16 mg N-NO₃-g.SSV⁻¹.h⁻¹ (PANSWAD; ANAN, 1999; TORRES, 2011) e os resultados podem variar em função da SRT empregada.

Já para a absorção de amônia, a Velocidade específica de consumo de SAUR identificada inicialmente foi de $3,2 \text{ mg.N-NH}_4^+ \cdot \text{g.SSV}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$, sendo esta uma Velocidade específica de consumo adequada, conforme ilustrado na seção da série nitrogenada, pois a remoção de amônia foi excelente mesmo no princípio da operação do BRM. Ainda assim, a SAUR demonstrou um constante aumento durante toda a E1, atingindo a Velocidade específica de consumo de absorção de $4,2 \text{ mg.N-NH}_4^+ \cdot \text{g.SSV}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$, sendo que na operação normal do reator já não se identificava amônia no permeado.

Durante E2, o primeiro SAUR identificado foi ligeiramente inferior ao observado no final de E1, porém, esta capacidade foi praticamente dobrada durante o período de E2, sendo que o maior SAUR mensurado foi de $6,7 \text{ mg.N-NH}_4^+ \cdot \text{g.SSV}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$, fato que ocorreu no mesmo dia em que o SNUR obteve seu ápice. O último teste de SAUR realizado apresentou uma Velocidade específica de consumo de absorção menor, mas, ainda atingindo um valor maior do que o observado durante todo o E1. Para efeito de comparação com os resultados de outros estudos, como um Licor Misto ativado combinado com discos biológicos ativos (SU; OUYANG, 1999), o SAUR variou $3 - 5 \text{ mg.n-NH}_4^+ \cdot \text{g.SSV}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$, ou um reator de bateladas convencional (ECKENFELDER, 1994) que atingiu apenas $0,91 \text{ mg.n-NH}_4^+ \cdot \text{g.SSV}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$.

Os bons resultados de SNUR e de SAUR indicam que os fenômenos de nitrificação e desnitrificação ocorrem de maneira satisfatória e aumentaram no decorrer do tempo. Para SNUR, a Velocidade específica de consumo alcançada foi o dobro da inicialmente observada no início do sistema. Para SAUR também se observou uma boa evolução, mesmo considerando que a remoção de amônia no sistema já era alta no começo do período operacional.

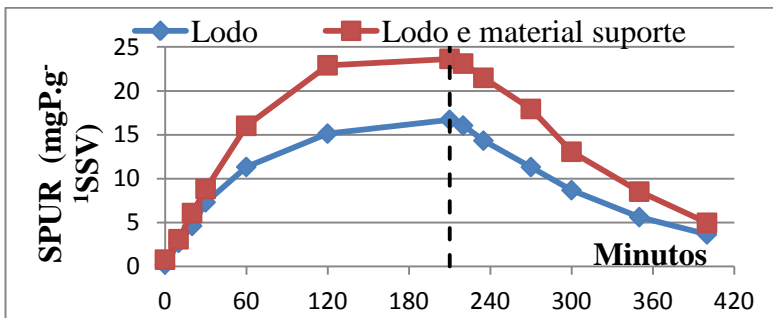
5.5.4 Ensaio de absorção de fósforo

O ensaio de absorção de fósforo é reportado na literatura como de absorção de fosfato (*specific phosphate uptake rate*, SPUR) e assim como os ensaios de SNUR e SAUR estes ensaios foram realizados em experimentos de bancada, para identificar e quantificar a capacidade de consumo/remoção destes compostos em condições controladas. Este teste consiste em duas etapas, a de liberação de fosfato em condições

anóxicas e a posterior absorção durante a aerobiose. Deste modo, buscase simular o processo de *luxury uptake* em condições controladas.

Procurou-se com este experimento identificar as capacidades de remoção de fósforo no reator em duas situações: sendo um ensaio de bancada apenas com o Licor Misto do reator ($SPUR_{LICOR\ MISTO}$) e outro em paralelo com o Licor Misto e o material suporte ($SPUR_{L+MS}$) na mesma proporção de operação, procurando, deste modo, identificar a influência do material suporte na liberação e absorção de fosfato. A Figura 56 ilustra um dos ensaios pontuais de SPUR realizados durante a operação do BRM no período mais frio da operação, o que é vantajoso na remoção biológica de fósforo.

Figura 56 - Comportamento do fosfato durante o ensaio de SPUR



Fonte: Elaborado pelo autor

Com a análise da Figura 56, percebe-se que para ambas as situações testadas, a liberação e absorção do fosfato ocorreram de maneira satisfatória. Este comportamento foi observado em todos os ensaios realizados, evidenciando, assim, a ocorrência do fenômeno de *luxury uptake* durante toda a operação do BRM. Identifica-se, ainda, que nos testes realizados com o material suporte adicionado ao Licor Misto, tanto a liberação quanto a absorção de fosfato foram mais eficientes, atingindo melhores patamares na remoção de fósforo. Este comportamento superior do Licor Misto com material suporte foi observado durante todos os experimentos realizados, e como que estes ensaios foram realizados em paralelo sob as mesmas condições, é possível afirmar que o uso de materiais suporte no BRM influenciou

positivamente na remoção deste nutriente. A Tabela 15 apresenta os valores de absorção e liberação obtidos em todos os ensaios durante a operação do BRM, representados em termos de $\text{mgP} \cdot \text{g}^{-1} \text{SSV} \cdot \text{h}^{-1}$.

Tabela 15 - Valores de SPUR quantificadas na operação do BRM

$\text{mgP} \cdot \text{g}^{-1} \text{SSV} \cdot \text{h}^{-1}$	SPUR _{LICOR MISTO}		SPUR _{L+MS}		Temperatura (°C) (média semana)
	Liberaçã ão	Absorçã ão	Liberaçã ão	Absorçã ão	
32	6,64	1,79	7,08	6,03	21,2
61	4,1	3,82	14,71	10,89	20,4
93	15,84	12,41	22,88	18,68	19,7
124	7,15	5,85	12,23	8,1	20,5
158	7,63	3,02	9,95	6,8	21,6
194	6,43	3,12	8,98	5,79	22,1

No primeiro ensaio realizado, apesar da liberação ter sido similar para ambas as situações, percebe-se que o SPUR_{L+MS} já possuía capacidade superior de absorção, e este comportamento se manteve durante todos os procedimentos experimentais. Do mesmo modo, a liberação foi sempre mais eficiente quando se utilizou SPUR_{L+MS}, o que corrobora com o observado nas análises de FISH, nas quais se verificou a maior incidência de OAP no biofilme do que no Licor Misto em suspensão. Com estes experimentos, observou-se, também, a influência da temperatura nos fenômenos de remoção biológica de fósforo, pois os melhores resultados obtidos nos ensaios de SPUR ocorreram concomitantemente nos períodos de menor temperatura.

Conforme explicado, as melhores liberação e absorção foram atingidas pelo SPUR_{L+MS}, já que, em termos médios, obteve-se 12,64 e 9,38 $\text{mgP} \cdot \text{g}^{-1} \text{SSV} \cdot \text{h}^{-1}$, respectivamente, sendo o maior valor identificado de 22,88 e 18,68 $\text{mgP} \cdot \text{g}^{-1} \text{SSV} \cdot \text{h}^{-1}$, na liberação e absorção. Este valor obtido para SPUR_{L+MS} é um valor satisfatório, levando-se em consideração a dificuldade na remoção de fósforo por sistemas convencionais, ficando, ainda, abaixo do reportado por alguns autores, como Sun (2010) que atingiu o valor máximo de 28,7 $\text{mgP} \cdot \text{g}^{-1} \text{SSV} \cdot \text{h}^{-1}$ operando seu BRM. Porém, o autor operou seu reator em SRT baixo, cerca de oito dias, favorecendo, assim, a remoção biológica de fósforo,

já que o nutriente é assimilado na biomassa dos OAP. No entanto, Yang *et al* (2009), operando um BRM similar ao desta pesquisa, porém com SRT de 15 dias, obtiveram um SPUR de $14,9 \text{ mgP} \cdot \text{g}^{-1} \text{SSV} \cdot \text{h}^{-1}$.

Quando se observa apenas os resultados obtidos pelo $\text{SPUR}_{\text{LICOR MISTO}}$, a queda na eficiência é visível, porém pode-se observar que ainda assim há contribuição desta porção na remoção total de fósforo. O máximo valor obtido no $\text{SPUR}_{\text{LICOR MISTO}}$ foi de 15,84 e 12,41 $\text{mgP} \cdot \text{g}^{-1} \text{SSV} \cdot \text{h}^{-1}$ para liberação e absorção respectivamente. A média para os experimentos realizados foi de 7,96 e 5 $\text{mgP} \cdot \text{g}^{-1} \text{SSV} \cdot \text{h}^{-1}$, valores substancialmente inferiores aos obtidos quando realizado com material suporte, comprovando, assim, os melhores por eles propiciados.

6 CONCLUSÕES

O sistema piloto testado apresentou excelente capacidade para a remoção dos compostos monitorados, sendo capaz de atingir altas eficiências na remoção de matéria orgânica e nutrientes. A presença dos materiais suporte apresentaram melhorias na eficiência do sistema, principalmente na remoção de fósforo, porém, o aumento da porção de recheio não apresentou mudanças significativas na operação do reator.

- Em termos de nitrogênio total, houve remoção com uma eficiência média de 86%, em função da presença dos nitrato produzidos durante a nitrificação, que foram, posteriormente, desnitrificados no decorrer do próximo ciclo experimental. Para a amônia obteve-se uma eficiência média de 98,6%, sendo que em muitas análises este parâmetro ficou abaixo do limite de detecção do método.
- A Velocidade específica de consumo de amônia e de nitrato apresentaram uma boa evolução durante o período operacional, atingindo $6,73 \text{ mg.N-NH}_4^+, \text{gSSV}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$ e $15,32 \text{ .N-NO}_3^-, \text{gSSV}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$ respectivamente. Estes resultados em conjunto com os valores obtidos nos diferentes pontos do sistema acerca das formas de nitrogênio comprovam a ocorrência dos fenômenos de nitrificação e desnitrificação.
- Em termos de fósforo, foi possível identificar a liberação realizada pelos microrganismos a partir do trigésimo dia de operação, sendo que a eficiência média foi de 56%. Este valor é atribuído à influência da temperatura à qual o reator é submetido, sendo que durante os meses mais frios, durante a estratégia E1, a eficiência média atingiu 70%. A influência da sazonalidade pode ser também observada durante os ensaios de ciclo, já que a durante o período de alta temperatura, não ocorreu grande liberação/absorção de fósforo, diferentemente do identificado no ciclo durante o período mais frio.
- Ainda acerca do fósforo, foi possível identificar através dos ensaios de SPUR que o biofilme proporciona melhorias na liberação e absorção de fósforo, atingindo uma Velocidade específica de consumo de absorção de $18,7 \text{ mgP.g}^{-1} \text{SSV.h}^{-1}$. Esta influência do biofilme foi, também, comprovada pelos ensaios de FISH, nos quais se identificou maior presença e

maiores colônias de organismos acumuladores de fosfato nas amostras provenientes dos materiais suporte do que nas amostras do Licor Misto.

- Com relação ao desempenho da membrana, o valor limite de PTM de 0,5 bar, que indicava a colmatação da membrana foi atingido em dois momentos, durante o período E1. Não se observou influência do teor de sólidos na evolução da PTM, mas identificou-se que o MFI possuiu tal correlação. Durante a E1, o MFI apresentou tendência crescente, atingindo $1,9 \text{ s.L}^{-2}$, o dobro do valor indicado para operação com mínima colmatação. Observou-se, também, que durante a operação em E2, na qual o limite de pressão não foi atingido, o MFI apresentou valores consideravelmente menores, ficando próximo a 1 s.L^{-2} .
- A filtração exercida pela membrana mostrou-se capaz de grande retenção da turbidez, sempre abaixo de 0,3 NTU. A membrana apresentou, também, retenção de indicadores de patogenicidade, além de ser capaz de reter em média 22 mg.L^{-1} de DQO.
- Os EPS apresentaram um comportamento estável, já que o valor médio atingido é relatado na literatura como adequada para formação de flocos no Licor Misto. O teor de SMP apresentou uma tendência decrescente, porém, não se observou influência deste na colmatação da membrana.
- As análises de microscopia da suspensão biológica propiciaram a identificação de microrganismos indicadores de boa depuração de matéria orgânica, bem como a formação dos flocos microbianos.

Em geral, o biorreator à membrana com leito móvel operado em bateladas sequenciais apresentou-se eficiente, mostrando-se um sistema promissor na remoção simultânea de nitrogênio e fósforo.

6.1 Recomendações

- Operar o reator com controle de temperatura, buscando, assim, melhorias na remoção de fósforo.
- Elaborar um sistema que contemple maior porcentagem de material suporte sem prejudicar a hidrodinâmica do reator,

bem com um método para aprimorar a mistura durante a etapa anóxica, permitindo a homogeneização dos materiais suportes, e não apenas da suspensão biológica.

- Quantificar o óxido nítrico produzido pela nitrificação/desnitrificação, bem como as possibilidades da captação e utilização deste gás para uma melhor mistura durante a etapa anóxica.

REFERÊNCIAS

ABDULLAH, A. A. A. **The performance of membrane bioreactor in treating high temperature municipal wastewater**. East Malaysia: Universiti Teknologi Malaysia, 2012.

ABNT . Associação brasileira de normas técnicas. NBR 9.648 - **Estudo de concepção de sistemas de esgoto sanitário**. Rio de Janeiro, 1986.

ACHARYA, C.; NAKHLA, G.; BASSI, A. A novel two-stage MBR denitrification process for the treatment of high strength pet food wastewater. **Journal of hazardous materials**, v.129, n.1-3, p. 194–203, 2006. Doi: 10.1016/j.jhazmat.2005.08.039, 2006.

AKIN, B. S.; URGURLU, A. The effect of an anoxic zone on biological phosphorus removal by a sequential batch reactor. **Bioresource Technology**, v. 94, p. 1-7, 2004.

AMARAL, P.A.P. **Utilização da flotação por ar dissolvido associada a microfiltração para remoção de cianobactérias em águas de abastecimento**. 2011. Dissertação (Mestrado em Engenharia Ambiental). Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC). Florianópolis, 2011.

AMARAL, M. C. S. **Tratamento de efluente de branqueamento de polpa celulósica empregando sistema de microfiltração conjugado com biorreator com membrana**. 2009. Tese (Doutorado em Saneamento, Meio Ambiente e Recursos Hídricos). Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG). Belo Horizonte, 2009.

ANDRADE, J. F. **Pós-Tratamento de Efluentes Sanitários através de Membranas**. 2001. Dissertação (Mestrado em Engenharia Ambiental). Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC). Florianópolis, 2001.

ARROJO, B.; MOSQUERA-CORRA, A.; GARRIDO, J. M.; MÉNDEZ, R.; FICARA, E.; MALPEI, F. A membrane coupled to a sequencing batch reactor for water reuse and removal of coliform bacteria. **Desalination**, v. 179, n.1-3, p. 109–116, 2005. Doi:10.1016/j.desal.2004.11.059, 2005.

BAE, T.-H.; HAN, S.-S.; TAK, T.-M. Membrane sequencing batch reactor system for the treatment of dairy industry wastewater. **Process Biochemistry**, v. 39, n. 2, p. 221–231, 2003. Doi:10.1016/S0032-9592(03)00063-3, 2003.

BAKER, R. W. **Membrane Technology and Applications**. Chichester, UK: John Wiley & Sons, Ltd. doi:10.1002/9781118359686, 2012.

BARKER, D. J.; STUCKEY, D. C. **Review paper a review of soluble microbial products (smp) in wastewater treatment systems**, n. 33, 1999.

BARNARD, J.L. Activated Primary Tanks for Phosphate Removal. **Water SA**, v.10, n.3, p. 121-126, 1984.

BASSIN, J. P.; KLEEREBEZEM, R.; DEZOTTI, M.;VAN LOOSDRECHT, M. C. M. Measuring biomass specific ammonium, nitrite and phosphate uptake rates in aerobic granular sludge. **Chemosphere**, v.89, n.10, p. 1161–1168, 2012. Doi:10.1016/j.chemosphere.2012.07.050, 2012.

BENTO, A.P.; SEZERINO, P.H.; PHILIPPI, L.S.; REGINATTO, V.; LAPOLLI, F.R.. Caracterização da microfauna em estação de tratamento de esgotos tipo Licor Mistos ativados: um instrumento de avaliação e controle do processo. **Engenharia Sanitária e Ambiental**, Florianópolis, v.10, n. 4, p. 329-338, 2005.

BERNARDES, R.S.; SOARES, S. R. A. **Fundamentos da respirometria no controle de poluição da água e do solo**. Brasília: Editora Universidade de Brasília/Finatec, 2005, 164p.

BELLI, T. J. **Biorreator à membrana em batelada sequencial aplicado ao tratamento de esgoto visando à remoção de nitrogênio total**. 2011. Dissertação (Mestrado em Engenharia Ambiental). Programa de Pós-Graduação em Engenharia Ambiental, Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC). Florianópolis, 2011.

BELLI, T. J.; AMARAL, P. A. P.; RÉCIO, M. A. L.; VIDAL, C. M. S.; LAPOLLI, F. R. Biorreator à membrana em batelada sequencial aplicado ao tratamento de esgoto visando à remoção de nutrientes.

Engenharia Sanitária e Ambiental, Florianópolis, v.17, n.2, p. 143-154, 2012.

BEZERRA, L. F. **Avaliação da remoção de matéria orgânica carbonácea e nitrogenada de águas residuárias utilizando biorreator de membranas**. 2010. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil). Universidade Estadual Paulista (UNESP). São Paulo, 2010.

BOERO, V.J.; ECKENFELDER Jr, W.W.; BOWER, A.R. Soluble microbial product formation in biological systems. **Water Science Technology**, v. 23, n. 4-6, p. 1067-1076, 1991.

BOUHABILA E.H.; BEN AIM R.; BUISSON H.. Fouling characterisation in membrane bioreactors. **Separation and Purification Technology**, n. 22-23, p.123-132, 2001, Mar 1.

BRINDLE, K.; STEPHENSON, T. Nitrification in a bubbleless oxygen mass transfer membrane bioreactor. **Water Science and Technology**, v. 34, n. 9, p. 261–267, 1996.

BROWN, P.; ONG, S. K.; LEE, Y. W. Influence of anoxic and anaerobic hydraulic retention time on biological nitrogen and phosphorus removal in a membrane bioreactor. **Desalination**, v. 270, n.1-3, p. 227- 232, 2010.

BUENO, M. Z. **Nanofiltração e osmose inversa aplicadas à remoção de agrotóxicos (carbamatos) em águas de abastecimento: avaliação em escala de bancada**. 2013. Dissertação (Mestrado em Engenharia Ambiental). Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC). Florianópolis, 2013.

CAMPELLO, F. **Nitrificação e Pré-desnitrificação em sistema de tratamento de esgoto sanitário utilizando biorreator à membrana submersa visando reuso**. 2009. Dissertação (Mestrado em Engenharia Ambiental). Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC). Florianópolis, 2009.

CHANG, I.S.; C.H. LEE. Membrane filtration characteristics in membrane coupled activated sludge system- the effects of physiological states of activated sludge on membrane fouling. **Desalination**, v. 120, n. 3, p. 221-233, 1998.

COPPEN, J. **Advanced Wastewater Treatment Systems**. Pesquisa apresentada para obtenção de grau de bacharel em Engenharia. Universidade de Queensland Sul. Queensland, Austrália, 2004.

CORAL, L. **Remoção de cianobactérias e cianotoxinas em águas de abastecimento pela associação de flotação por ar dissolvido e nanofiltração**. 2009. 199 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Ambiental) Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC). Florianópolis, 2009.

COWMAN, J. . **Total Nitrogen Removal in a Completely Mixed Membrane Biofilm Reactor for Nitrification and Denitrification**. Northwestern University, 2004. p.1-10,

DAVIS, M. L. **Water and Wastewater Engineering: Design Principles and Practice**. Wefpress, Michigan State University, 2010.

DECAUX, C.; NGAMENI, R.; RANJBARI, A.; GRIGORIEV, S. A.; MILLET, P. **Dynamics of hydrogen permeation across metallic membranes**. International Journal of Hydrogen Energy. 2012.

DECAUX, C.; MEHDOUI, T.; NGAMENI, R.; RANJBARI, A. ; MILLET, P. Frequency-domain analysis of hydrogen permeation across Pd77Ag23 metallic membranes. **International Journal of Hydrogen Energy**, n. 34, p. 5003–5009, 2009.

DEL COLLE, R.; FORTULAN, C. A.; FONTES, S. R. Manufacture and characterization of ultra and microfiltration ceramic membranes by isostatic pressing. **Ceramics International**, n. 37, p. 1161–1168, 2011.

DEZOTTI, M.; SANT'ANNA JUNIOR, G. L.; Bassin, J.P. **Processos biológicos avançados para tratamento de efluentes e técnicas de biologia molecular para o estudo da diversidade microbiana**. Rio de Janeiro: Editora Interciência, 2011. 368p. (v. 1).

DONG, B.; JIANG, S. Characteristics and behaviors of soluble microbial products in sequencing batch membrane bioreactors at various sludge retention times. **Desalination**, v. 243, n.1-3, p. 240–250. Doi:10.1016/j.desal.2008.04.026, 2009.

ECKENFELDER, W.W. Biological treatability studies: new regulations require a new approach. **WEFTEC 1994 Conference**, 1994.

EDZWALD, J.K. **Dissolved air flotation for water clarification**, McGraw Hill, 2011.

ELASRI, M. O; R. V. MILLER. Study of the response of a biofilm bacterial community to UV radiation. **Applied and Environmental Microbiology**, v. 65, n. 5, p. 2025-2031, 1999.

EPA. **Nutrient Control Design Manual**, USEPA Manual Control ,2010.

ERDAL, U.G.; ERDAL, Z.K.; RANDALL, C.W. The competition between PAOs (phosphorus accumulating organisms) and GAOs (glycogen accumulating organisms) in EBPR (enhanced biological phosphorus removal) systems at different temperatures and the effects on system performance. **Water Science and Technology**, v. 47, n.11, 2008.

EUROMBRA. Global Change. **Literature Review on Aeration and main Operating Conditions in Membrane Bioreactors**, Global Change and Ecosystems, 2006.

FERREIRA, E.D.S.; SOARES, S.R.A.; BERNARDES, R.S. Uso da respirometria para a caracterização de esgotos domésticos: aplicação, limites e apresentação de método simplificado. **Anais . XXVIII Congresso Interamericano de Engenharia Sanitaria y Ambiental – AIDIS**, Cancúm, 2002.

FIELD, R. W.; WU, D.; HOWELL, J. A.; GUPTA, B. B. Critical Flux Concept for Microfiltration Fouling. **Journal of Membrane Science**, v. 100, n. 3, p. 259-272, 1995.

FAKHRU'L-RAZI, A.; PENDASHTEH, A.; ABIDIN, Z. Z.; ABDULLAH, L. C.; BIAK, D. R. A.; MADAENI, S. S. Application of membrane-coupled sequencing batch reactor for oilfield produced water recycle and beneficial re-use. **Bioresource technology**, v. 101, n. 18, p. 6942-6949, 2010. Doi: 10.1016/j.biortech.2010.04.005, 2010.

FROLUND, B.; R. PALMGREN. Extraction of extracellular polymers from activated sludge using a cation exchange resin. **Water Research**, v. 30, n. 8, p. 1749-1758, 1995.

GAFFNEY P.E.; HEUKELEKIAN H. Biochemical oxidation of the lower fatty acids. **Journal Water Pollution Control Federation**, n. 11, p. 1169-1184, 1961.

GIACOBBO, A. **Biorreator à Membrana Aplicado ao tratamento de Efluentes**. Dissertação (Mestrado em Engenharia), Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRS). Porto Alegre, 2010.

GRAY, N. F. **Biology of wastewater treatment**. 2. ed. Year: University of Dublin, 2004.

GUIBAUD G.; TIXIER N.; BOUJU A.; BAUDU M. Relation between extracellular polymer's composition and its ability to complex Cd, Cu, and Pb. **Chemosphere**, n. 52, p. 1701-1710, 2004.

GUNDER, B.; KRAUTH, K. Replacement of second-ary clarification by membrane separation - results with plate and hollow fiber modules, **Water Science Technology**, v. 38, n. 4-5, 1998.

HASAR, H.; KINACI, C.; UNLU, A. Viability of microbial mass in a submerged membrane bioreactor. **Desalination**, n.150, p. 263-268, 2004.

HAGMAN, M.; NIELSEN, J. L.; NIELSEN, P. H.; JANSEN, J. L. C. NUR-Mixed carbon sources for nitrate reduction in activated sludge-identification of bacteria and process activity studies. **Water research**, n. 42, p. 1539-1546, 2008.

HELNESS, H. ; ØDEGAARD, H., Biological phosphorous and nitrogen removal in a sequencing batch moving bed biofilm reactor. **Water Science and Technology**, v. 41, n. 1, p. 233-240, 2001.

HU, J.; REN, H.; XU, K.; GENG, J.; DING, L.; YAN, X.,; LI, K. Effect of carriers on sludge characteristics and mitigation of membrane fouling in attached-growth membrane bioreactor. **Bioresource Technology**, n. 122, p. 35–41. Doi:10.1016/j.biortech.2012.05.029, 2012.

IVANOVICH, I. **Application of biofilm membrane bioreactor (BF-MBR) for municipal wastewater treatment**. 2011. Tese (PhD). Universidade de Ciência e Tecnologia da Noruega. Departamento de Hidráulica e Meio Ambiente. Trondheim, 2011.

IVANOVIC, I.; LEIKNES, T.O. **The biofilm membrane bioreactor (BF-MBR) – a review**. *Desalination and Water Treatment* n° 37, 2012.

JIANG, T.. **Characterization and modelling of soluble microbial products in membrane bioreactors**. Ghent: Ghent University, 2007.

Disponível em:

http://modeleau.fsg.ulaval.ca/fileadmin/modeleau/documents/Publications/PhD_s/jiangtao_phd.pdf, 2007.

JORDÃO, E. P.; PESSÔA, C. A. **Tratamento de esgotos domésticos**. 4. ed. Rio de Janeiro: SEGRAC, 2005.

JUDD, S. **The MBR Book: Principles and Applications of Membrane Bioreactors in Water and Wastewater Treatment**. 1. ed., Oxford, UK: Elsevier Ltd, 2006.

JUDD, S. JEFFERSON, B. **Membranes for industrial wastewater recovery and re-use**. Oxford, UK: Elsevier, 2003.

KANG, I.-J.; LEE, C.-H.; KIM, K.-J. Characteristics of microfiltration membranes in a membrane coupled sequencing batch reactor system. **Water research**, v. 37, n. 5, p. 1192–1207, 2003. Disponível em: <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/12553996>, 2003.

KHAN, S. J; REHMAN, Z. U; VISVANATHAN, C; JEGATHEESAN, V. **Influence of biofilm carriers on membrane fouling propensity in**

moving biofilm membrane bioreactor. Islambad, Paquistão: Universidade Nacional de Ciência e Tecnologia, 2012.

KIFF, R.J. The ecology of nitrification. I. Denitrification systems in activated sludge. **Water Pollution Control**, n. 71, p. 475-484, 1972.

KOSEOGLU, H.; YIGIT, N. O.; CIVELEKOGLU, G.; HARMAN, B. I.; KITIS, M. . Effects of chemical additives on filtration and rheological characteristics of MBR sludge. **Bioresource Technology**, n.117, p. 48-54. Doi: 10.1016/j.biortech.2012.04.067, 2012.

KUBA, T.; WACHTMEISTER, A.; VANLOOSDRECHT, M.C.M.; HEIJNEN, J.J. Effect of nitrate on phosphorus release in biological phosphorus removal systems. **Water Science and Technology**, v. 30, n. 6, p. 263-269, 1994.

KUO W. C. **Production of soluble microbial chelators and their impact on anaerobic treatment.** 1993. Thesis (Ph.D), University of Iowa. Iowa City, 1993.

KYAW, C. M. **Biofilmes Microbianos.** UnB, 2010. Disponível em: <http://vsites.unb.br/ib/cel/microbiologia/biofilme/biofilme.html>. Acesso em: 30 ago. 2012.

LAMEGO NETO, L. G. **Tratamento de esgoto urbano em reator híbrido operado em bateladas sequenciais (RHBS) submetido a variações de cargas.** 2008. Dissertação (Mestrado em Engenharia Ambiental). Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC). Florianópolis, 2008.

LAPOLLI, F. R. **Biofiltração e Microfiltração Tangencial para Tratamento de Esgotos.** 1998. Tese (Doutorado em Engenharia Civil – Hidráulica e Saneamento). Universidade de São Paulo, São Carlos, 1998.

LEAL, M. J. C. **Remoção de matéria húmica aquática, ferro e manganês de águas para abastecimento por meio de coagulação, floculação, sedimentação e filtração com membranas.** 2013. Dissertação (Mestrado em Engenharia Ambiental). Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC). Florianópolis, 2013.

LEE, J; WON-YOUNG, A; CHUNG-HAK, L. **Comparison of the filtration characteristics between attached and suspended growth microorganisms in submerged membrane bioreactor.** Seoul: Escola de Engenharia Química, Universidade Nacional de Seoul, 2000.

LEIKNES, T; ØDEGAARD, H. **The development of a biofilme membrane bioreactor.** Trondheim, Noriega: Norwegian University of Science and Technology, 2005.

LESJEAN, B., GNIRSS, R.; ADAM, C.; KRAUME, M.; LUCH, F. Enhanced biological phosphorus removal process implemented in membrane bioreactor to improve phosphorus recovery and recycling. **Water Science and Technology**, n. 48, p. 87-94, 2003.

LE-CLECH, P.; CHEN, V.; FANE, A.G.T. Fouling in membrane bioreactors used in wastewater treatment. **Journal of Membrane Science**, n. 284, p. 17-53, 2006.

LI, W.-W.; WANG, Y.-K.; SHENG, G.-P.; GUI, Y.-X.; YU, L.; XIE, T.-Q.; YU, H.-Q. Integration of aerobic granular sludge and mesh filter membrane bioreactor for cost-effective wastewater treatment. **Bioresource technology**, n. 122, p. 22-26, 2012.
Doi:10.1016/j.biortech.2012.02.018, 2012.

LIU, W.T.; MINO, T.; NAKAMURA, K.; MATSUO, T.. Role of glycogen in acetate uptake and polyhydroxyalkanoate synthesis in anaerobic-aerobic activated-sludge with a minimized polyphosphate content. **Journal of Fermentation and Bioengineering**, v. 77, n. 5, p. 535-540, 1994.

LOBOS, J.; WISNIEWSKI, C.; HERAN, M.; GRASMICK, A. Sequencing versus continuous membrane bioreactors: Effect of substrate to biomass ratio (F/M) on process performance. **Journal of Membrane Science**, v. 317, n. 1-2, p. 71-77, 2008.
Doi:10.1016/j.memsci.2007.08.041, 2008.

LOBOS, J.; WISNIEWSKI, C.; HERAN, M.; GRASMICK, A. Membrane bioreactor performances: comparison between continuous and sequencing systems. **Desalination**, v. 199, n.1-3, p. 319-321, 2006.
Doi:10.1016/j.desal.2006.03.075, 2006.

LOBOS, JORGE,; WISNIEWSKI, C.; HERAN, M.; GRASMICK, A. Membrane bioreactor performances: effluent quality of continuous and sequencing systems for water reuse. **Desalination**, v. 204, n. 1-3, p. 39-45, 2007. Doi:10.1016/j.desal.2006.03.534, 2007.

LOWRY, O. H.; ROSEBROUGH, N. J.; FARR, A. L.; RANDALL, R. J. Protein Measurement With The Folin Phenol Reagent. **The Journal of Biological Chemistry**, v. 193, n. 1, p. 265- 275, 1951.

MAESTRI, R. S. **Biorreator à membrana como alternativa para o tratamento de esgotos sanitários e reuso da água**. 2007. 101 p. Dissertação. (Mestrado em Engenharia Ambiental) Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC). Florianópolis, 2007.

McADAM, E.; JUDD, S. J.; GILDEMEISTER, R.; DREWS, A.; KRAUME, M. Critical analysis of submerged membrane sequencing batch reactor operating conditions. **Water research**, v. 39, n.16, p. 4011-4019. Doi:10.1016/j.watres.2005.07.028, 2005.

METCALF; EDDY. **Wastewater Engineering - Treatment and reuse**. 4. ed. Boston: McGraw-Hill, 2003.

_____. **Wastewater Engineering - Treatment and reuse**. 3. ed. Boston: McGraw-Hill, 1991.

MINH, N. D. **Treatment of high-strength organic wastewater using an aerobic granular system with baffled membrane bioreactor**. Pathumthani, Tailândia: Asian Institute of Tecnology, 2006.

MISSAGIA, B. **Estudo das comunidades bacterianas em Filtros Biológicos Percoladores utilizados para o pós-tratamento de efluentes de um reator UASB**. 2010. Tese (Doutorado em Saneamento, Meio Ambiente e Recursos Hídricos). Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG). Belo Horizonte, 2010.

MONCLÚS, H.; SIPMA, J.; FERRERO, G.; RODRIGUEZ-RODA, I.; COMAS, J. Biological nutrient removal in an MBR treating municipal wastewater with special focus on biological phosphorus removal. **Bioresource technology**, v. 101, n.11, p. 3984-3991, 2010. Doi:10.1016/j.biortech.2010.01.038, 2010.

MONTEGGIA, L. O.; DE LUCA, S. J. Outros processos de desinfecção. In: GONÇALVES, R. F. *et. al* (coord.). **Desinfecção de efluentes sanitários**, Rio de Janeiro: ABES, 2003.

NEDERLOF, M. M.; KRUITHOF, J. C.; HOFMAN, J. A. M. H.; DE KONING, M.; VAN DER HOEK, J.-P.; BONNÉ, P. A. C.. Integrated multi-objective membrane systems application of reverse osmosis at the Amsterdam Water Supply. **Desalination**, v. 119, n. 1-3, p. 263–273, 1998.

NG, A. N. L.; KIM, A. S. A mini-review of modeling studies on membrane bioreactor (MBR) treatment for municipal wastewaters. **Desalination**, v. 212, p. 261–281, 2007.

NG, H. Y.; HERMANOWICZ, S. W. Membrane bioreactor operation at short solids retention times: performance and biomass characteristics. **Water research**, v. 39, n.6, p. 981-92, 2005.
Doi:10.1016/j.watres.2004.12.014, 2005.

NG, W. J.; ONG, M. J.; HU, J. Y., FAN, X. J. **Study on a sequencing batch membrane bioreactor for wastewater treatment**, Water Science and Technology, 2000.

OKUNUKI, S; NAKAMURA, K.; KAWAHARASAKI, M.; TANAKA, H.; UCHIYAMA, H.; NODA, N.. Quantification of rhodocyclus- related and actinobacterial polyphosphate-accumulating organisms in an enhanced biological phosphorus removal process using quenching probe PCR. **Microbes and Environment**, n. 22, p. 106-115, 2007.

ORANTES J. **Cinétiques réactionnelles et performances de filtration en bioréacteur a membranes immergées sous rétention totale de la biomasse**. 2005. Thesis (PhD), UM II. Montpellier-France, 2005.

PANSWAD, T. ; ANAN, C. **NUR - Specific oxygen , ammonia , and nitrate uptake rates of a biological nutrient removal process treating elevated salinity wastewater**. Biosource Technology 70, 1999.

PELEGRIN, D. C. **Microfiltração tangencial de efluente sanitário após tratamento biológico**. 2004. 131 p. Dissertação (Mestrado em

Engenharia Ambiental). Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC). Florianópolis, 2004.

PETRUS, J.C.C.. **Preparação, modificação e caracterização de membranas assimétricas para clarificação de suco de frutas**. 1997. Tese (Doutorado em Engenharia de Alimentos). Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP). Campinas, 1997.

PIEIDADE, A.L.F. **Microbiologia de Licor Mistos ativados**: uma ferramenta fundamental no gerenciamento das etes. Acqua Consulting, manual. 2013.

PROVENZI, G. **Biorreator à membrana submersa para tratamento biológico de efluentes**: estudos hidrodinâmicos e físico-químicos. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Ambiental. Florianópolis: Universidade Federal de Santa Catarina, 2005.

QI, X., AKIN, F. T.; LIN, Y. S. Ceramic–glass composite high temperature seals for dense ionic-conducting ceramic membranes. **Journal of Membrane Science**, n. 193, p. 185–193, 2001.

RADJENOVIĆ, J. Membrane bioreactor (MBR) as an advanced wastewater treatment technology. *In*: _____. **Handbook Environmental Chemistry**. Berlin Heidelberg: Springer-Verlag. 2008, p. 37-101, (v. 5).

RAHIMI, Y; TORABIAN, A; MEHRDADI, N; HABIBI-REZAIIE, M; PEZESHK, H; NABI-BIDHENDI, G, Z. **Optimizing aeration rates for minimizing membrane fouling and its effect on sludge characteristics in a moving bed membrane bioreactor**. Departamento de Engenharia Cívica e Ambiental. Tehran: Universidade do Tehran, 2010.

RATKOVICH, N. **Understanding hydrodynamics in Membrane Bioreactors systems for wastewater treatment** : Two-phase empirical and numerical modelling and experimental validation, 2013. Thesis (PhD), *Université Gent*. Gent, Bélgica, 2013.

REIF, O. W. Microfiltration Membranes. **Characteristics and Manufacturing**, v. 98, p. 73-103, 02/2006. Doi:10.1007/b104245, 2006.

REIS, G. G. DOS. **Influência da Carga Orgânica no Desempenho de reatores de Leito Móvel com Biofilme**. 2007. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química). Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ). Rio de Janeiro, 2007.

RICHARD, M. **Enhanced cold temperature nitrification in a municipal aerated lagoon using Ringlace fixed film media**. Rocky Mountain American Waterworks Association. 1995.

ROSENBERGER S.; KRAUME M. . Filterability of Activated Sludge in Membrane Bioreactors. **Desalination**, n. 146, p. 373- 379, 2002.

SANTOS, S. G. **Utilização de metanol, etanol e metano como doadores de elétrons para a desnitrificação**. 2003. 130 f. Tese (Doutorado em Engenharia). Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo. São Carlos, 2003.

SANTOS, W. MA, S.J. JUDD, **Membrane bioreactors: Two decades of research and implementation**, *Desalination*, v. 273, n. 1, p. 148-154, 1 June 2011.

SCHEUMANN, R. **Greywater Treatment with a Submerged Membrane Sequencing Batch Reactor**. 2010. Tese (Doutorado). Universidade Técnica de Berlin. 2010.

SCHEUMANN, R.; KRAUME, M. Influence of hydraulic retention time on the operation of a submerged membrane sequencing batch reactor (SM-SBR) for the treatment of greywater. **Desalination**, v. 246, n. 1-3, p. 444-451, 2008. Doi:10.1016/j.desal.2008.03.066, 2008.

SCHNEIDER, R. P.; TSUTIYA, M. T. **Membranas Filtrantes para o Tratamento de Água, Esgoto e Água de Reuso**. 1 ed.. São Paulo: ABES, 2001.

SHENG, G.-P.; YU, H.-Q.; LI, X.-Y. Extracellular polymeric substances (EPS) of microbial aggregates in biological wastewater treatment systems a review. **Biotechnology advances**, n. 28, p. 882-94, 2010.

SETTER, K. J. **Attached growth nitrification using Ringlace media**. 1995. Dissertação (Mestrado) Universidade da Columbia Britânica. Columbia, Canadá, 1995.

SILVA, M. K. **Biorreatores com Membranas: uma alternativa para o tratamento de efluentes**. 2009. Dissertação (Mestrado em Engenharia), Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRS). Porto Alegre, 2009.

SHARIATI, S. R. P.; BONAKDARPOUR, B.; ZARE, N., ASHTIANI, F. Z. The effect of hydraulic retention time on the performance and fouling characteristics of membrane sequencing batch reactors used for the treatment of synthetic petroleum refinery wastewater. **Bioresource technology**, v. 102, n.17, p. 7692-7699, 2011.

SHIN, H.; KANG, S. **Performance and membrane fouling in a pilot scale SBR process coupled with membrane**. Water Science and Technology, 2002.

SOMBATSOMPOP, K; VISVANATHAN, C; BEN AIM, R. **Evaluation of biofouling phenomenon in suspended and attached growth membrane bioreactor systems**. Toulouse, França: Instituto Nacional de Ciência Aplicada, 2006.

SONG, K.-G.; CHO, J.; CHO, K.-W.; KIM, S.-D.; AHN, K.-H.. Characteristics of simultaneous nitrogen and phosphorus removal in a pilot-scale sequencing anoxic/anaerobic membrane bioreactor at various conditions. **Desalination**, v. 250, p. 801-804, 2010.

STEPHENSON, T.; JUDD, S. J.; JEFFERSON, B.; BRINDLE, K. **Membrane Bioreactors for Wastewater Treatment**. London: IWA Publishing, 2000, 179p.

SU, J.L.; OUYANG, C.F. **Advanced biological enhanced nutrient removal process by the additions of rotating biological contactors.** IAWQ Conference, Londres, 1995.

SUÁREZ, M. A.; GUTIÉRREZ, G.; COCA, J.; PAZOS, C.. Geometric parameters influencing production of O/W emulsions using flat metallic membranes and scale-up. **Journal of Membrane Science**, v. 430, p. 140-149, 2013.

SUN, D. D.; HAY, C. T. e KHOR, S. L. Effects of hydraulic retention time on behavior of start-up submerged membrane bioreactor with prolonged sludge retention time. **Desalination**, v. 195, p. 209-225, 2006.

TCHOBANOGLIOUS, G.; BURTON, F. **Wastewater engineering: treatment, disposal and reuse** . Metcalf ; Eddy, Inc., 3. ed. New York: McGraw-Hill Publishing Company , 1991. 1334 p. ISBN 0-07-041690-7.

TEIXEIRA, M. M. C. G. R. **Ultrafiltração no tratamento de águas para consumo humano.** 2001. 109 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Sanitária). Universidade Nova de Lisboa. Lisboa, 2001.

TERADA, A.; YAMAMOTO, T.; TSUNEDA, S.; HIRATA, A. **Sequencing Batch Membrane Biofilm Reactor for Simultaneous Nitrogen and Phosphorus Removal : Novel Application.** Wiley Periodicals, 2006.

THANH, B. X.; VISVANATHAN, C.; BEN AIM, R. Fouling characterization and nitrogen removal in a batch granulation membrane bioreactor. **International Biodeterioration & Biodegradation**, v. 85, p. 491–498, 2013. doi:10.1016/j.ibiod.2013.02.005, 2013.

TIRANUNTAKUL, M. **Evaluation of fouling in a pilot scale membrane bioreactor.** 2011. Thesis (PhD). James Cook University. Queensland, Austrália, 2011.

TORRES, M. G. **Optimisation of landfill leachates treatment by membrane bioreactor.** Liège: University of Liège, 2011.

TSILOGEORGIS, J.; ZOUBOULIS, A.; SAMARAS, P.; ZAMBOULIS, D. Application of a membrane sequencing batch reactor for landfill leachate treatment. **Desalination**, v. 221, n. 1-3, p. 483-493, 2008.

UCHYTIL, P.; BROŽ, Z. Gas permeation in ceramic membranes Part II. Modeling of gas permeation through ceramic membrane with one supported layer. **Journal of Membrane Science**. v. 97, p. 145-153, 1994.

UEDA, T.; HATA, K.; KIKUOKA, Y.; SEINO, O. . Effects of aeration on suction pressure in a submerged membrane bioreactor. **Water Research**, v. 31, n. 3, p. 489-494, 1997.

UJANG, Z.; SALIM, M. R.; KHOR, S. L. The effect of aeration and non-aeration time on simultaneous organic, nitrogen and phosphorus removal using an intermittent aeration membrane bioreactor. **Water science and technology: a journal of the International Association on Water Pollution Research**, v. 46, n. 9, p. 193-200, 2002.

VAN HAANDEL, A. C.; MARAIS, G. **O comportamento do sistema de Licor Mistos ativados: teoria e aplicações para projeto e operações**. Campina Grande: Epgraf, 1999. 472p.

VELA, M. C. V.; BLANCO, S. Á.; GARCÍA, J. L.; RODRÍGUEZ, E. B. Analysis of membrane pore blocking models applied to the ultrafiltration of PEG. **Separation and Purification Technology**, v. 62, p. 489-498, 2008.

VIANA, P. Z. **Biorreator com membrana aplicado ao tratamento de esgotos domésticos: avaliação do desempenho de módulos de membranas com circulação externa**. 2004. 175 p. Tese (Doutorado em Engenharia Civil). Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ). Rio de Janeiro, 2004.

VIDAL, C.M.S. **Avaliação da microfiltração tangencial como alternativa de tratamento avançado de efluente gerado em sistema de tratamento de esgoto sanitário constituído de reator UASB (upflow anaerobic sludge blanket) seguido de tanque de aeração**.

2006. 193 p. Tese (Doutorado em Engenharia Civil – Hidráulica e Saneamento). Universidade de São Paulo. São Carlos, 2006.

VIERO, A. F. **Avaliação do desempenho de um biorreator com membranas submersas para tratamento de efluente**. Rio de Janeiro: Universidade Federal do Rio de Janeiro, 2006.

VON SPERLING, M. **Introdução à Qualidade das Águas e ao Tratamento de Esgotos (Princípios do Tratamento Biológico de Águas Residuárias)**. Belo Horizonte: DESA-UFMG, 2005, 452p. (vol. 1).

WAGNER, J. **Desenvolvimento de Grânulos Aeróbios e Tratamento de Esgoto Doméstico em um Reator de Bateladas Sequenciais (RBS) sob Diferentes Condições Operacionais**. 2011. Dissertação (Mestrado em Engenharia Ambiental). Programa de Pós-Graduação em Engenharia Ambiental. Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis, 2011.

WANG, Y.-K.; SHENG, G.-P.; LI, W.-W.; YU, H.-Q.. A pilot investigation into membrane bioreactor using mesh filter for treating low-strength municipal wastewater. **Bioresource technology**, v. 122, p. 17–21, 2012. doi:10.1016/j.biortech.2012.04.020, 2012.

WANG, L. K.; CHEN, J. P.; HUNG, Y.-T.; SHAMMAS, N. K.. **Membrane and Desalination Technologies**, Handbook of Environmental Engineering – volume 13, 2011.

XAVIER, J. B. **Biofilmes**. PUC, 2005. Disponível em: <<http://www.itqb.unl.pt:1111/~jxavier/pucrio/>>. Acesso em: 28 ago 2012.

YAMAMOTO, K. Direct solid-liquid separation using hollow fiber membrane in an activated sludge aeration tank. **Water Science and Technology**, v. 21, p. 43–54, 1989.

YANG, F; WANG, Y; BICK, A; GILRON, J; BRENER, A; GILLERMAN, L; HERZBERG, M; ORON, G. **Performance of different configurations of hybrid growth membrane bioreactor**

(HG-MBR) for treatment of mixed wastewater. Israel: J. Blaustein Institutes for Desert Research, 2011.

YANG, S.; YANG, F.; FU, Z.; WANG, T.; LEI, R. **Simultaneous nitrogen and phosphorus removal by a novel sequencing batch moving bed membrane bioreactor for wastewater treatment.** China: Key Laboratory of Industrial Ecology and Environmental Engineering, 2010.

YANG, S.; YANG, F.; FU, Z.; LEI, R. Comparison between a moving bed membrane bioreactor and a conventional membrane bioreactor on membrane fouling. **Bioresource Technology**, v. 100, p. 6655–6657, 2009.

YEOM, I., NAH, Y.; AHN, K.. **Treatment of household wastewater using an intermittently aerated membrane bioreactor**, v. 124, p. 193-204, 1999.

YOO, R.S.; CARMICHAEL, W.W.; HOEHN, R.C. E HRUDEY, S.E. **Cyanobacterial (BlueGreen Algal) toxins: A resource guide.** AWWA Research Foundation and American Water, 1995. Works Association. 229 p.

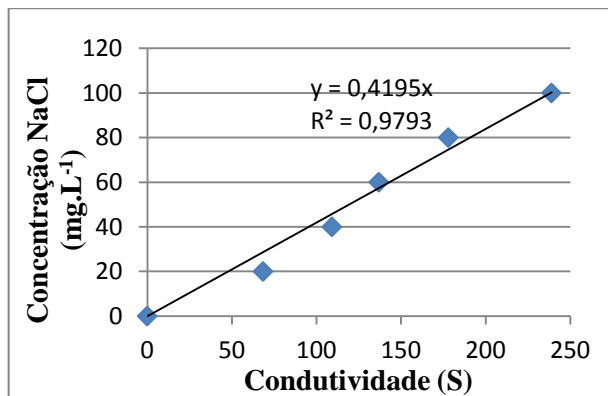
ZHANG, H.-M.; XIAO, J.-N.; CHENG, Y.-J.; LIU, L.-F.; ZHANG, X.-W.; YANG, F.-L. Comparison between a sequencing batch membrane bioreactor and a conventional membrane bioreactor. **Process Biochemistry**, v. 41, n. 1, p. 87–95, 2006.
Doi:10.1016/j.procbio.2005.03.072, 2006.

ZHANG, J.; LI, J.-D.; DUKE, M.; XIE, Z.; GRAY, S.. Performance of asymmetric hollow fibre membranes in membrane distillation under various configurations and vacuum enhancement. **Journal of Membrane Science**, v. 362, p. 517-528, 2010.

ZUTHI, M. F. R.; NGO, H. H.; GUO, W. S.; NGHIEM, L.; HAI, F. I. A Mini Review of Biological Phosphorus Removal and its Mathematical Modelling for Activated Sludge and Membrane Bioreactor Processes in Wastewater Treatment. *Water Research*. 2012. Disponível em: 10.1016/j.watres.2012.10.052, 2012.

APENDICES

APENDICE I - Curva da calibração para ensaio de tempo de mistura



Fonte: Elaborado pelo autor.

ANEXOS

ANEXO I - Procedimento de Limpeza das Membranas

O procedimento de limpeza química das membranas foi o mesmo adotado em pesquisas anteriores desenvolvidas no LaRA (BELLI, 2011; CAMPELLO, 2009; MAESTRI, 2007; PROVENZI, 2005). Estes autores descrevem um procedimento de limpeza embasado nas informações fornecidas pelos fabricantes das membranas por eles utilizadas. Neste procedimento de limpeza química, o módulo de membranas é submetido à filtração de soluções alcalinas, ácidas e desinfetantes. O procedimento é realizado quando a pressão transmembrana atinge um valor determinado, indicando, assim, a necessidade de limpeza.

Quando o valor da PTM atinge o valor pré-determinado, o sistema é paralisado para a remoção do módulo de membranas a ser limpo. Com o módulo fora do reator, a biomassa aderida ao módulo

deve ser cuidadosamente removida da superfície das membranas, através de um pincel ou com uma pisseta e água destilada, e devolvida ao reator.

O módulo deverá ser submetido, então, a uma filtração e retrolavagem com água destilada durante o período de uma hora. Em sequência, o módulo é imerso em uma solução de alcalina de NaOH na concentração de 4g.L^{-1} , sendo realizadas a filtração e a retrolavagem durante três horas. Novamente o módulo passa por uma filtração com água destilada, a fim de remover os resíduos de NaOH, pelo período de uma hora.

Após isto, o módulo deve ser submergido numa solução de ácido cítrico a 2%, e também passa por uma filtração e retrolavagem com duração de três horas. Após esta etapa, o módulo é submetido à filtração em água destilada, também por uma hora, para remover o residual de ácido cítrico que pode estar ali presente.

ANEXO II - Determinação experimental das resistências das membranas

Afirma Amaral (2009) que o procedimento experimental para determinação das resistências das membranas é adotado em sua pesquisa. O texto a seguir possui embasamento nos procedimentos relatados por este autor.

A equação utilizada para o cálculo experimental é advinda da lei de Darcy, que descreve o fluxo em meios capilares ou porosos. Conforme a equação 3 apresentada na seção de revisão bibliográfica, é possível expressar uma nova equação em função da resistência total.

$$J = \frac{PTM}{\mu \cdot (R_m + R_t + R_i)} = \frac{PTM}{\mu \cdot R_{total}}$$

A nova equação expressa em função da resistência total é apresentada a seguir:

$$R_{total} = \frac{PTM}{\mu \cdot J}$$

O cálculo da R_{total} é obtido através da aplicação da equação 6, utilizando os valores de PTM obtidos durante a operação do reator, na filtração da suspensão biológica do reator, antes de ser executado o procedimento de limpeza prévia. A obtenção dos valores de PTM deve ser realizada continuamente durante a operação do reator.

Para a determinação das resistências: R_{torta} (R_t), $R_{membrana}$ (R_m) e $R_{interna}$ (R_i) a operação do sistema BRM deve ser interrompida, pois o cálculo experimental destas é realizado durante o procedimento de limpeza das membranas. A R_{torta} pode ser calculada através da equação 7.

$$R_{torta} = R_{total} - (R_{interna} + R_{membrana})$$

A soma entre a $R_{interna}$ e a $R_{membrana}$ é obtida experimentalmente pelo controle da PTM durante a primeira etapa de limpeza da membrana, ou seja, a primeira filtração do módulo de membrana imerso em um tanque com água após a remoção da biomassa impregnada externamente sobre a membrana.

A $R_{membrana}$ será obtida experimentalmente pelo controle da PTM durante a última etapa de limpeza da membrana, ou seja, a última filtração do módulo de membrana imerso em um tanque com água, após todo o procedimento de limpeza ter sido realizado.

A $R_{interna}$ é determinada através de cálculos experimentais, conforme apresentado na equação 8.

$$R_{interna} = R_{total} - (R_{torta} + R_{membrana})$$

ANEXO III - RESPIROMETRIA

O teste respirométrico permite, então, a identificação das duas frações de microrganismos. O procedimento experimental será brevemente descrito a seguir:

Deve-se coletar 1litro de Licor Misto aeróbio do reator, e forçar a aeração por um período de 24 h antes da realização do ensaio. Após este período, a aeração é desligada e o Licor Misto colocado em repouso, durante 2 horas. Após a sedimentação, retira-se o sobrenadante e completa-se o volume com água, até 1L (lavagem do Licor Misto), e este ficou decantando por mais 30 minutos, até ser transferido para um *erlenmeyer* (respirômetro). Uma amostra deve ser colhida e preservada para a determinação gravimétrica dos sólidos (SSV).

Na sequência, veda-se o respirômetro, liga-se o agitador magnético e a aeração até a estabilização do OD. Quando a aeração for, então, interrompida, após cerca de 5 a 7 minutos (dependendo da velocidade de consumo do oxigênio), registram-se os valores de OD durante o período para respiração endógena.

A aeração deve ser retomada, e em seguida adiciona-se o Pulso 1, constituído de 5 mL de cloreto de amônia (50mg.L^{-1}), repetem-se os procedimentos anteriores, desligando-se a aeração e sendo, agora, anotados os de OD para respiração exógena, por bactérias autotróficas.

Finalizando, a aeração deve ser retomada, e adiciona-se o Pulso 2, de alitiourea (ATU), e após 3 minutos, o Pulso 2, 5 mL de glicose (100mg.L^{-1}). A aeração foi novamente interrompida e foram anotados os valores de OD para a respiração exógena, por bactérias heterotróficas.

ANEXO IV - SNUR SAUR

O ensaio é realizado com a biomassa ativa do reator, coletando-se 1 L para o procedimento experimental. Este volume será acondicionado em um *erlenmeyer* modificado, com duas saídas laterais, e mantido em temperatura constante de 20 °C, além de ficar sob agitação através de um agitador magnético na intensidade de 130 RPM. Deve-se adicionar acetato de sódio à solução acondicionada no *erlenmeyer* para prover uma fonte de carbono facilmente biodegradável, evitando-se, assim, limitações de substrato durante o experimento.

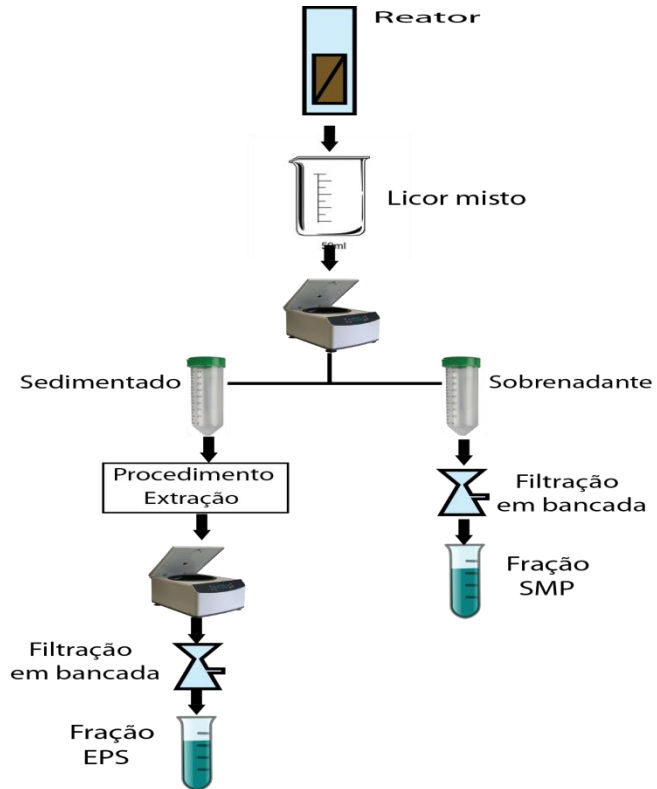
Inicia-se, então, o procedimento experimental, que é composto por duas etapas distintas, ambas com duração de 90 minutos. A primeira etapa é realizada sob condições aeróbias, mantendo OD entre 8 – 9 mg.L⁻¹. A segunda etapa é realizada com a injeção de gás nitrogênio (N₂) liberando, assim, o oxigênio dissolvido e criando condições anóxicas. Para ambas as etapas, as amostras (cerca de 10 mL) serão coletadas a cada 10 minutos, sendo filtradas no momento da coleta em filtros de acetato de celulose com porosidade de 0,2 µm e, posteriormente, encaminhados para um cromatógrafo da marca Dionex pertencente ao programa de pós-graduação.

Em alguns casos, os autores anteriormente relacionados aconselham a adição de soluções contendo os nutrientes a serem analisados, garantindo, assim, a presença dos mesmos em concentrações suficientes para a realização do ensaio. Deve-se, ainda, preservar uma amostra do licor misto utilizado no ensaio para a posterior determinação dos sólidos suspensos voláteis, necessários para a correta expressão dos resultados.

ANEXO V - Determinação de EPS / SMP

Os métodos para determinação das porções de EPS e SMP são descritos a seguir, seguindo o procedimento experimental apresentado por Lowry *et al* (1951). Os principais passos são apresentados na imagem 18, enquanto os detalhes do experimento serão explanados a seguir.

Etapas do procedimento experimental para determinação de EPS e SMP.



Fonte: Elaborado pelo autor

A amostra do licor misto coletada do reator deve ser acondicionada em tubo falcon, próprio para uso em centrífuga. A centrifugação deve ser realizada a uma rotação de 4000 RPM, e as porções resultantes devem ser separadas, sendo que do sobrenadante será mensurada a porção de SMP, presente no licor misto. Para a determinação do SMP, o último processo preparatório é a filtração em membrana de 0,45 μm .

A porção sedimentada no tubo falcon, denominada Licor Misto, deve ser então ressuspensa com uma solução de NaCl, e ser, então, acondicionada em banho-maria a 80 °C. Aconselha-se boa agitação para homogeneização após a adição do NaCl, preferencialmente através de

um equipamento vortex. Após isso, a amostra deve ser novamente encaminhada a centrifuga, sendo que, desta vez, o sobrenadante desta etapa será a amostra de EPS, após passar pelo processo de filtração em membrana de 0,45 μm .

Após a separação das frações EPS e SMP, tem-se início o procedimento de preparação destas frações para o experimento. Para a sequência do experimento é necessário que se tenha as seguintes soluções preparadas:

- Solução A: 2 g Na_2CO_3 + 0,02 g de tartarato duplo de sódio e potássio em 100 mL de NaOH 0,1N;
- Solução B: 0,5 g de CuSO_4 + 2 gotas de H_2SO_4 concentrado em 100 mL de água destilada;
- Solução C: 50 mL da solução A e 1 mL da solução B;
- Reagente Folin 1N;

O protocolo experimental é apresentado a seguir:

Utilizar 1 mL das amostras de SMP e EPS e adicionar 3 mL da solução C. Agitar em vortex e deixar em repouso da luz por 10 minutos exatos. Acrescentar 0,3 mL do reagente folin 1N e agitar novamente em vortex. Deixar em abrigo da luz por 30 minutos, e posterior leitura em espectrofotômetro em densidade óptica de 760 nm. A curva de calibração deve estar previamente programada no aparelho. Aconselha-se a medida em até 30 minutos após a adição do folin.