

Wanderli Rogério Moreira Leite

**DIGESTÃO ANAERÓBIA EM TEMPERATURAS MESOFÍLICA  
E TERMOFÍLICA DE LODO DE ETE USANDO REATORES DE  
ESTÁGIO ÚNICO E DOIS ESTÁGIOS**

Tese submetida ao Programa de Pós-graduação  
em Engenharia Ambiental da Universidade  
Federal de Santa Catarina para a obtenção do  
Grau de Doutor em Engenharia Ambiental  
Orientador: Prof. Dr. Paulo Belli Filho  
Coorientador: Prof. Dr. David Bolzonella

Florianópolis  
2015

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

Leite, Wanderli Rogério Moreira

Digestão anaeróbia em temperaturas mesofílica e termofílica de lodo de ETE usando reatores de estágio único e dois estágios / Wanderli Rogério Moreira Leite ; orientador, Paulo Belli Filho ; coorientador, David Bolzonella. - Florianópolis, SC, 2015.  
193 p.

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

Inclui referências

1. Engenharia Ambiental. 2. Digestão anaeróbia. 3. Tratamento de lodo. 4. Reator de estágio único e dois estágios. 5. Temperatura mesofílica e termofílica. I. Belli Filho, Paulo. II. Bolzonella, David. III. Universidade Federal de Santa Catarina. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Ambiental. IV. Título.

## TERMO DE APROVAÇÃO

“Digestão Anaeróbia em Temperaturas Mesofílica e Termofílica de Lodo de ETE Usando Reatores de Estágio Único e Dois Estágios”

Wanderli Rogério Moreira Leite

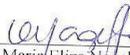
A Tese foi julgada e aprovada pela banca examinadora no Programa de Pós Graduação em Engenharia Ambiental da Universidade Federal de Santa Catarina como parte dos requisitos necessários para obtenção do grau de

### DOUTOR EM ENGENHARIA AMBIENTAL

Aprovado por:



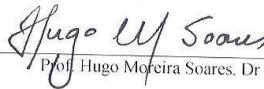
Prof. Paulo Belli Filho, Dr.



Prof.ª Maria Eliza Nagel Hassemer, Dr.ª



Prof. Pablo Heleno Sezerino, Dr.



Prof. Hugo Moreira Soares, Dr.



Prof. Carlos Augusto de Lemos Chernicharo, Dr.



Prof. Miguel Mansur Aisse, Dr.



Prof. William Geston Matias, Dr.

FLORIANÓPOLIS, SC – BRASIL.  
OUTUBRO 2015



## AGRADECIMENTOS

Ao CNPq pela concessão da bolsa de doutorado e à CAPES/Programa de Doutorado Sanduíche no Exterior pelo financiamento da bolsa de estudos no exterior e demais auxílios.

À FAPESC pelo financiamento do projeto de pesquisa Estudos sobre Gerenciamento de Lodos na Estação de Tratamento de Esgotos Insular/CASAN. À CASAN, em especial ao Alexandre Trevisan, Felipe Trennepohl e Anigeli Dal Mago. À FAPEU pelo auxílio no gerenciamento do projeto. Ao projeto TSGA, em especial ao Alexandre Machado pelos seus ensinamentos sobre gerenciamento de projetos, apoio logístico e o seu companheirismo.

Ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Ambiental, em especial aos meus orientadores, professor Dr. Paulo Belli Filho pelos seus ensinamentos, disponibilidade para orientação e confiança em mim depositada e à professora Dr.<sup>a</sup> Rejane Helena Ribeiro da Costa por todo seu carisma, apoio e atenção nos meus estudos desde o mestrado.

À Università degli Studi di Verona, em especial ao professor Dr. David Bolzonella por sua orientação durante meu período na Itália. À Università Ca' Foscari di Venezia, em especial aos professores Dr. Paolo Pavan e Dra. Cristina Cavinato pelo apoio nas atividades desenvolvidas em Treviso.

Aos amigos do PPGEA: Brasília?? Geeeeeente! Já estamos véios mesmo, né Juliana? Quase não conseguimos mais nos reunir no boteco, mas quando dá certo é risada pra todo o lado, né Débora? Relembrar o sapo perereca e Fran...o mergulho do celular da Karina...Jamile e Isa demônias...secar o Palmeiras no domingo né Tiago Belli...Como é bom reviver tudo isso! LARA, LABEFLU, REMA, CICLOG, LARESO: tantas estórias, lembranças pra vida!

À minha família catarinense, os queridos colegas do LABEFLU, obrigado pela amizade. Cláudia, Rodrigo, Heloísa, Tiago Vitor, Vica...Obrigado ainda a cada estagiário/bolsista que meteu a mão no lodo junto comigo. Anita pra todo mundo!

À minha família paraense, quase 3.000 km de distância, mas dentro do meu coração. Em especial, meus pais: Guilherme e Niza Leite que não mediram nunca os esforços pra me darem disciplina, moral e ética. Aqueles que nunca acharam longe a viagem Belém-Florianópolis para uma visita curta ou mesmo atravessar o oceano para uma aventura em outro continente...9, 10, 13...15 horas de voo, outras 'x' horas de estrada...frio, calor, português, italiano, inglês...“não temos limites pra ver o Rogério, ver o que ele come, levá-lo esse isopor com açaí e

farinha”...realmente mãe, estamos sempre juntos pois estamos dentro do coração, é sentimento puro, o verdadeiro significado de família!

Ao Jorge Tavares. Meu amigo, irmão pra todos os momentos...há 5 anos, dois mestrandos...hoje, dois doutorandos (te aguardo lá na reta final): ambos saudosistas, sempre ligados ao dia-a-dia da família que está muito longe de casa, ambos torcedores do Benfica e do Remo, ambos brincalhões...certeza de parceria para a vida. Meu amigo, sua presença é sempre necessária, aquele com o qual divido momentos bons e também muita tensão. És um exemplo de profissional, um modelo a seguir. Obrigado por cada momento junto e que estes se estendam de norte a sul, de leste a oeste neste mundão.

Á minha querida Lorena Guimarães, Lóóórena, 6 anos de Floripa. És sensacional, indispensável, uma irmã, ‘gracinha’ como você mesma fala. Nesta tese tenho muito contributo teu, não apenas sobre o tema da pesquisa, mas principalmente pelos momentos de conversas, um ombro pra rir, chorar, um abraço fraterno. Mineirinha, tu foste pra zoropas, eu vim de lá, e assim 2 anos sem se ver...espero que a vida continue nos dando esta oportunidade: longe ou perto, mas sempre amigos!

Ao Marco Gottardo. Avere una esperienza di vita all'estero: un sogno realizzato in Italia...però, oltre che campionare e caricare i reattori, mi sono trovato un gran collega, un amico. È vero, non si è mai lontano per trovarsi un fratello! Brow, mi hai aiutato a vivere l'Italia, scoprirla, ma soprattutto mi hai dato l'opportunità di avere il caldo familiare insieme dalla Francy. Papà, la mamma ed io vi terremo nel cuore per l'eternità. Per ogni momento che sento la tua mancanza, guardo Peritino Jr., chiudo gli occhi e me ne ricordo altri, belli invece... una puntata Doctor Who, una birra, una fundamenta di Venezia, una corsa pazzesca in stazione ('ma sei pazzo o cosa?') scoppio a ridere e rivivere tutto ciò, sicuro che a prescindere la distanza, tu sarai sempre qui nel mio cuore. Tin Tin...suonano i bicchieri di lagavulin...a te fratello, ti ze unico!

Finalmente, à Bruna Scandolaro Magnus, minha linda namorada, sempre perto, um colo de carinho, uma mão que segura forte a minha para enfrentar dificuldades e tensões...mas também a mesma mão que caminha junto na felicidade de hoje, e nos sonhos de um futuro de muitos momentos lindos juntos. Obrigado pelo companheirismo, por acreditar que podemos nos ajudar a conquistar vitórias e a comemorá-las juntos.

Estou feliz em terminar meu doutorado, olhar para trás e ver que sozinho não conseguiria tê-lo feito...Obrigado a todos!

## RESUMO

O gerenciamento do lodo secundário excedente (LS) proveniente de estação de tratamento de esgoto (ETE) tem sido um problema enfrentado pelo setor de saneamento municipal. Neste contexto, a presente pesquisa teve como objetivo avaliar a digestão anaeróbia (DA) de lodo de ETE realizada em reatores escala piloto, de estágio único e de dois estágios, operados em temperaturas mesofílica e termofílica. Inicialmente, LS com concentração de sólidos totais entre 2% e 3% foram utilizados como substrato de reatores de estágio único com mistura intermitente. Dentre os principais resultados, verificou-se que a eficiência de remoção dos sólidos voláteis a 35°C foi maior quando o reator foi operado com tempo de detenção hidráulica (TDH) fixo (60% a 89%) que quando operado com a carga orgânica volumétrica (COV) fixa (44%). O tratamento do LS no reator a 55°C, com TDH de 13 dias, apresentou 74% de eficiência de remoção de SV e máxima produção de biogás (0,24 m<sup>3</sup>/kgSV<sub>adicionado</sub>), embora o balanço térmico tenha sido negativo face ao alto teor de umidade no LS (98%). A agitação intermitente proporcionou a retenção da biomassa metanogênica no reator e compensou o *wash-out* de microrganismos quando o reator foi operado com baixos TDH (inferiores a 9 dias). A DA foi posteriormente investigada no tratamento de LS com alta concentração de sólidos (6% ST) em reatores de mistura completa sob temperatura termofílica. Métodos multivariados foram empregados para o aprofundamento da análise dos dados. O biogás produzido no reator de estágio único (0,21 m<sup>3</sup>/kgSV<sub>adicionado</sub>) supriu os requisitos energéticos do processo, embora o reator tenha apresentado tendência de instabilidade operacional devido ao acúmulo de ácidos orgânicos voláteis. Quando realizado em sistema de 2 estágios, a DA apresentou maior eficiência na degradação dos SV do lodo (38%) e na produção de biogás (0,31 m<sup>3</sup>/kgSV<sub>adicionado</sub>). O reator hidrolítico foi fundamental para o controle da amônia e da alcalinidade no reator metanogênico. Os lodos digeridos satisfizeram os requisitos para reúso na agricultura em relação à concentração de patógenos, metais e contaminantes orgânicos. Portanto, a alta concentração de sólidos, a temperatura controlada termofílica e o sistema de reatores de dois estágios otimizam e aperfeiçoam o tratamento e gerenciamento de lodos de ETE.

**Palavras chave:** Digestão anaeróbia; tratamento de lodo secundário; reator de estágio único; reator de dois estágios; temperatura mesofílica; temperatura termofílica; metanogênese.



## ABSTRACT

The management of sludge from sewage treatment plants has been a problem faced by the municipal sanitation sector. In this context this research aimed carry out anaerobic digestion (AD) tests to treat waste activated sludge (WAS) in single stage and two stage pilot scale reactors under both mesophilic and thermophilic temperature ranges. In the first tests, a 2% to 3% total solids (TS) WAS was used as substrate. Among the obtained results, volatile solids removal efficiency at 35°C was greater when the digester was operated with fixed hydraulic retention time (averages between 60% and 89%) than when the reactor was operated with controlled organic volumetric rate (44%). The treatment of WAS at 55°C with 13 days HRT achieved 74% VS removal efficiency besides a high biogas yield (0.24 m<sup>3</sup>/kgVS<sub>fed</sub>), while the thermal balance was negative, strongly influenced by the high humidity content in the sludge (98%). Intermittent mixing improved the retention of methanogenic biomass inside the reactor, and compensated the wash-out phenomena especially when tests were performed with HRT lower than 9 days. Subsequently, WAS with high solids content (6% TS) were used as substrate to thermophilic completed mixed anaerobic digesters. Multivariate statistics were used to improve data mining. Biogas produced in the single stage digester (0.21 m<sup>3</sup>/kgVS<sub>fed</sub>) supplied all energy requirements of the process, although a clear accumulation trend of volatile fatty acids in this reactor has been detected. A greater VS removal efficiency (38%) and biogas yield (0.31 m<sup>3</sup>/kgVS<sub>fed</sub>) were accomplished with the 2-stage AD process. Digestates met well the European requirements for sludge reuse in agriculture regarding metals, organic pollutants and pathogens. Therefore, a high solid concentrated WAS, the controlled thermophilic temperature and the 2-stage AD system improved WAS treatment and its overall management.

**Keywords:** Anaerobic digestion; waste activated sludge treatment; single stage reactor; two-stage reactor; mesophilic temperature; thermophilic temperature.



## LISTA DE FIGURAS

Figura 2- 1 Alternativas de estabilização de lodo em ETE. Adaptado de Arthurson (2008).....	28
Figura 2- 2 Fluxo de carbono em ambientes anaeróbios com (a) ou sem (b) microrganismos metanogênicos ativos (Adaptado de Ahring, 2003). .....	39
Figura 2- 3 Etapas da conversão da matéria orgânica complexa submetidas à digestão anaeróbia. Adaptado de Malina Jr. e Pohland (1992). .....	42
Figura 2- 4 Variações de temperatura aproximadas e temperaturas ótimas para o crescimento de várias espécies de microrganismos presentes nos processos anaeróbios. Fonte: Adaptado de Madigan, Martinko e Parker (2003). .....	43
Figura 2- 5 Representação de digestor anaeróbio de um estágio e baixa carga (a) e de alta carga de sólidos (b). Fonte: Adaptado de Deublein e Steinhauser (2008). .....	52
Figura 2- 6 Representação esquemática de digestor de alta carga e dois estágios. Adaptado de Deublein e Steinhauser (2008). .....	54
Figura 3- 1 Atividades experimentais em DA de LS desenvolvidas neste estudo .....	71
Figura 3- 2 Representação esquemática do sistema piloto de DA de lodo adensado. .....	73
Figura 3- 3 Reator utilizado no experimento termofílico de estágio único. .....	78
Figura 3- 4 Representação esquemática do sistema de dois estágios para tratamento anaeróbio de LS. .....	80
Figura 4- 1 Representação esquemática do digestor anaeróbio de lodo (1: recalque de lodo bruto, 2: reservatório, 3: sistema de aquecimento, 4: sistema de agitação, 5: dreno; 6: temporizador). .....	87
Figura 4- 2 Dinâmica das concentrações de SV e ST afluente e efluente. .....	88
Figura 4- 3 Diagrama de caixas para eficiência da remoção de SV e concentração de metano no biogás para o período experimental. ....	89
Figura 4- 4 Células hibridizadas para análise de Arqueas, OP III. a) Arqueas positivas após 40 dias operacionais; b) Positivas após 90 dias operacionais; c) Positivas após 150 dias operacionais (imagens na parte superior apresentam coloração com DAPI: setas indicam o zoom no grupo morfológico destacado na parte inferior). .....	90

Figura 4- 5 Conteúdo orgânico dos lodos adensado e digerido, quanto à relação SV/ST e a DQO (AD: marcadores escuros (• e ►); DIG: marcadores claros (□ e ◇)).....	91
Figura 5- 1 Monitoramento da alcalinidade, ácidos orgânicos voláteis e pH durante o período P1 e P2. ....	102
Figura 5- 2 Produção e composição do biogás durante o período P1 e P2. ....	103
Figura 5- 3 Células hibridizadas (pontos brancos) indicando a presença de arqueas ao longo da operação do digestor anaeróbico em diferentes TDH: 13 dias (a), 9 dias (b), 6 dias (c), 5 dias (d).....	107
Figura 5- 4 Balanço de massas para sólidos, DQO e nutrientes.....	109
Figura 5- 5 Balanço térmico em função do tempo de detenção hidráulica e da concentração de sólidos no substrato (cogeração: linha sólida; caldeira: linha tracejada). ....	111
Figure 6- 1 Energy balance for the single and 2-phase systems. ....	123
Figure 6- 2 Mass balances for the single (above) and 2-phase (under) anaerobic systems. ....	126
Figure 7- 1 Overall stability study process based on multivariate statistical analysis.....	137
Figure 7- 2 Results of the partitive K-means clustering of dataset, cluster 1 (black): AD of fermented sludge; cluster 2 (red): AD of unpre-treated sludge (different marker refers to centroid). ....	142
Figure 7- 3 Score plot (a) and loading plot (b) for the PCA model. ....	143
Figure 7- 4 Hotelling T <sup>2</sup> scores for the anaerobic digestion of WAS (a) and fermented WAS (b). ....	145
Figure 7- 5 Scree plot for PCA models related to AD of WAS (a) and fermented WAS (b) (Percentages correspond to the explained variance). ....	147
Figure 7- 6 Range control charts and X-bar control charts for the PCA model applied to the AD digestion of WAS (a and c) and fermented WAS (b and d) (dashed black lines represent mean values). ....	148

## LISTA DE TABELAS

Tabela 2- 1 Eficiências típicas de adensadores gravitacionais para lodos.	27
Tabela 2- 2 Relação temperatura x tempo de exposição para inativação de patógenos.	30
Tabela 2- 3 Classes de lodo ou produto derivado – agentes patogênicos. Fonte: CONAMA (2006).	32
Tabela 2- 4 Valores máximos de constantes de crescimento microbiano e de hidrólise de primeira ordem obtidos na modelagem da produção do CH <sub>4</sub> .	34
Tabela 2- 5 Descrição sucinta das rotas de degradação de algumas substâncias durante a acidogênese. Fonte: Adaptado de Deublein e Steinhäuser (2008).	36
Tabela 2- 6 Degradação de substratos na fase acetogênica. Fonte: Dolfing (1998) apud Khanal (2008).	37
Tabela 2- 7 Fatores ambientais e condições operacionais ótimas e extremas para a ocorrência da digestão anaeróbia de LS. Fonte: Adaptado de Khanal (2008) e Apples et al. (2008).	57
Tabela 2- 8 Pesquisas sobre o uso da digestão anaeróbia em único estágio para tratamento de lodos de ETE.	60
Tabela 2- 9 Pesquisas sobre o uso da digestão anaeróbia termofílica em dois estágios para tratamento de lodos de ETE e outros resíduos orgânicos.	62
Tabela 2- 10 Valores típicos de CST e SRF para lodos bruto e digerido. Fonte: Adaptado de Smollen (1986a).	66
Tabela 3- 1 Condições operacionais e características do LS ao longo da OP II e OP III.	75
Tabela 3- 2 Condições operacionais desenvolvidas no sistema de dois estágios e alta carga de sólidos.	80
Tabela 3- 3 Referência metodológica do monitoramento das variáveis.	81
Tabela 3- 4 Resumo das análises estatísticas realizadas neste estudo.	82
Tabela 4- 1 Principais características do lodo secundário residual utilizado.	85
Tabela 4- 2 Resumo das estratégias operacionais aplicadas no digestor de lodo.	85
Tabela 4- 3 Análise de variância e teste de Tukey para variáveis de desempenho do digestor piloto.	92

Tabela 5- 1 Características do lodo usado como substrato neste estudo. .....	98
Tabela 5- 2 Produção de biogás e características do lodo digerido efluente do digestor termofílico. ....	105
Tabela 5- 3 Requisitos e balanço térmico <sup>2</sup> para digestor termofílico de estágio único. ....	111
Table 6- 1 Feed characteristics (thickened sludge). ....	117
Table 6- 2 Effluent characteristics, stability parameters and yields for both experiments. ....	121
Table 6- 3 Main outcomes of energy balance carried out on the current single and 2-phase system and other AD studies. ....	124
Table 6- 4 Concentrations of organic micropollutants, heavy metals and pathogens in the feed sludge and digestates. ....	128
Table 7- 1 Physic-chemical characteristics for both substrates used. ..	139
Table 7- 2 Descriptive statistics for digestates from the AD of WAS and fermented WAS. ....	140
Table 7- 3 Parametric correlation matrices of digestates qualities of the two experiments (bold correlations are significant at $p < 0.05$ ). ....	141
Table 7- 4 Statistical significance tests applied to variables of each experiment ( $\alpha=95\%$ ). ....	143

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

- AOV – Ácidos orgânicos voláteis  
BRN – Bactérias redutoras de nitrato  
BRS – Bactérias redutoras de sulfato  
CA – Análise de cluster (do inglês, *cluster analysis*)  
CASAN – Companhia Catarinense de Águas e Saneamento  
CG – Cromatografia gasosa  
CHP – Cogeração (do inglês, *combined heat and power*)  
CONAMA – Conselho Nacional do Meio Ambiente  
COV – Carga orgânica volumétrica  
CSTR – Reator de mistura completa (do inglês, *continuous stirred tank reactor*)  
DA – Digestão anaeróbia  
EPS – Substâncias poliméricas extracelulares (do inglês, *Extracellular polymeric substance*)  
ETE – Estação de Tratamento de Esgotos  
FAPESC – Fundação de Amparo à Pesquisa e Inovação do Estado de Santa Catarina  
FID – Detector de ionização de chama (do inglês, *fire ionization detector*)  
LABEFLU – Laboratório de Efluentes Líquidos e Gasosos  
LCL – Limite de controle inferior (do inglês, *lower control limit*)  
LIMA – Laboratório Integrado de Meio Ambiente  
MSPC – Controle estatístico multivariado de processos (do inglês, *multivariate statistics process control*)  
PCA – Análise de componentes principais (do inglês, *principal component analysis*)  
PNSB – Plano Nacional de Saneamento Básico  
SGP – Produtividade específica de biogás (do inglês, *specific gas production*)  
SM – Standard Methods  
SMP – Produção específica de metano (do inglês, *specific methane production*)  
SRF – Resistência específica à filtração (do inglês, *specific resistance to filtration*)  
TCD – Detector de condutividade térmica (do inglês, *thermal conductivity detector*)  
TDH – Tempo de detenção hidráulica  
TRS – Tempo de retenção de sólidos

UASB – Reator anaeróbio de manta de lodo (do inglês, *upflow anaerobic sludge blanket*)

UCL – Limite de controle superior (do inglês, *upper control limit*)

UFSC – Universidade Federal de Santa Catarina

US EPA – United States Environmental Protection Agency

UWL – Limite de atenção superior (do inglês, *upper warning limit*)

W – Variável estatística do teste de normalidade de Shapiro – Wilk

## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO</b> .....	<b>19</b>
1.1 OBJETIVOS .....	22
1.1.1 Objetivo Geral .....	22
1.1.2 Objetivos Específicos .....	22
1.2 HIPÓTESES FORMULADAS .....	23
<b>2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b> .....	<b>25</b>
2.1 GERENCIAMENTO DE LODO DE ESTAÇÃO DE TRATAMENTO DE ESGOTO (ETE) .....	25
2.1.1 Aspectos legais associados ao gerenciamento e reaproveitamento de lodos de ETE .....	31
2.2 MICROBIOLOGIA E FASES DO METABOLISMO ANAERÓBIO .....	32
2.2.1 Hidrólise .....	33
2.2.2 Acidogênese .....	35
2.2.3 Acetogênese .....	36
2.2.4 Metanogênese .....	38
2.3 REQUISITOS E FATORES AMBIENTAIS DO PROCESSO ANAERÓBIO .....	42
2.3.1 Temperatura .....	42
2.3.2 pH e alcalinidade .....	44
2.3.3 Potencial de oxirredução (ORP) .....	45
2.3.4 Tempo de detenção hidráulica (TDH) e tempo de retenção de sólidos (TRS) .....	46
2.3.5 Sistema de mistura para homogeneização do digestor .....	47
2.3.6 Ácidos orgânicos voláteis (AOV) .....	47
2.3.7 Nutrientes .....	48
2.4 CLASSIFICAÇÃO DOS DIGESTORES ANAERÓBIOS .....	49
2.4.1 Sistemas de um estágio .....	50
2.4.2 Sistemas de dois estágios e alta carga .....	53
2.5 DIGESTÃO ANAERÓBIA DE LODO SECUNDÁRIO DE ETE. 55	
2.5.1 Digestão anaeróbia mesofílica e termofílica de LS em reator de único estágio e alta carga de sólidos .....	58
2.5.2 Digestão anaeróbia termofílica de LS em reator de duplo estágio e alta carga de sólidos .....	60

2.5.3	Reaproveitamento energético do biogás .....	63
2.5.4	Tendência de desidratação do lodo digerido .....	64
2.5.5	Adaptação meso-termofílica da biomassa anaeróbia .....	67
2.5.6	Monitoramento e controle do processo de DA.....	68
<b>3</b>	<b>MATERIAIS E MÉTODOS .....</b>	<b>71</b>
3.1	ESTUDOS DESENVOLVIDOS SOBRE A DIGESTÃO ANAERÓBIA DE LODO SECUNDÁRIO DE ETE .....	71
3.2	DESCRIÇÃO DO SISTEMA EXPERIMENTAL 1.....	72
3.2.1	Operação do sistema experimental 1.....	74
3.3	DESCRIÇÃO DO SISTEMA EXPERIMENTAL 2.....	77
3.3.1	Operação do sistema experimental 2.....	77
3.4	DESCRIÇÕES METODOLÓGICAS E ANALÍTICAS.....	80
3.5	ANÁLISE DESCRITIVA DOS DADOS .....	82
<b>4</b>	<b>ANÁLISE COMPARATIVA DOS EFEITOS DA CARGA ORGÂNICA E DO TEMPO DE DETENÇÃO HIDRÁULICA NA DIGESTÃO ANAERÓBIA MESOFÍLICA DE LODO ADENSADO DE ESTAÇÃO DE TRATAMENTO DE ESGOTO.....</b>	<b>83</b>
<b>5</b>	<b>DESEMPENHO E BALANÇO TÉRMICO DE PROCESSO ANAERÓBIO TERMOFÍLICO EM REATOR DE ESTÁGIO ÚNICO PARA TRATAMENTO DE LODO BIOLÓGICO EXCEDENTE AERÓBIO: INFLUÊNCIA DO TDH E DO REGIME DE AGITAÇÃO. ....</b>	<b>95</b>
<b>6</b>	<b>PERFORMANCE AND ENERGY ASPECTS OF SINGLE AND TWO PHASE THERMOPHILIC ANAEROBIC DIGESTION OF WASTE ACTIVATED SLUDGE.....</b>	<b>115</b>
<b>7</b>	<b>MULTIVARIATE STATISTICAL ANALYSIS TO STUDY SINGLE AND TWO STAGE THERMOPHILIC ANAEROBIC DIGESTION PROCESS OF WASTE ACTIVATED SLUDGE ..</b>	<b>133</b>
<b>8</b>	<b>ANÁLISE INTEGRADORA .....</b>	<b>151</b>
<b>9</b>	<b>CONCLUSÕES E RECOMENDAÇÕES .....</b>	<b>157</b>
<b>10</b>	<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....</b>	<b>161</b>
	APÊNDICE 1.....	189
	APÊNDICE 2.....	191
	APÊNDICE 3.....	193

## 1 INTRODUÇÃO

Os processos físico-químicos e biológicos empregados nas estações de tratamento de esgotos (ETE) produzem como subproduto o lodo de esgoto. Na etapa biológica do tratamento de esgoto, parte da matéria orgânica degradada por microrganismos é convertida em biomassa, que vem a constituir o lodo biológico ou lodo secundário. O processo de lodo ativado, mundialmente empregado como tecnologia para tratamento biológico dos esgotos domésticos, apresenta grande produção de lodo secundário devido aos elevados coeficientes de produção celular (entre 0,25 e 0,35 kgSS/kgDQO<sub>aplicada</sub>). No caso de processos de lodo ativado de aeração prolongada, a quantidade de lodo secundário produzido situa-se na faixa de 0,50 a 0,55 kgSS/kgDQO<sub>aplicada</sub> (ANDREOLI; VON SPERLING; FERNANDES, 2001; BOEHLER; SIEGRIST, 2006; METCALF; EDDY, 2014).

O debate sobre o gerenciamento de lodo tem ganhado muita atenção face ao crescente aumento da produção deste resíduo e aos critérios legislativos de disposição final cada vez mais rigorosos (DE LA RUBIA, 2013). Uma empresa de saneamento é responsável pelo gerenciamento e monitoramento da disposição final do lodo. O não cumprimento desta responsabilidade pode enquadrar criminalmente o gerador do lodo (BRASIL, 1988). Atualmente, a alternativa de disposição final mais empregada no Brasil é o envio do lodo para aterros sanitários (ROSA et al., 2014) enquanto que, na Europa, os métodos de gestão que envolviam apenas o armazenamento e estocagem de lodos vêm sendo substituídos por alternativas que priorizam a estabilização, a reciclagem e o reaproveitamento energético deste resíduo (CIESLIK; NAMIESNIK; KONIECZKA, 2015).

Com uma população estimada superior a 204 milhões de habitantes (2015), o Brasil tem potencial de geração anual de lodo avaliado em 12.240.000 toneladas. Diversos componentes orgânicos e minerais conferem características fertilizantes ao lodo. Entretanto, outros componentes, pelo seu risco sanitário e ambiental, são indesejáveis, pois podem acarretar em grandes impactos ambientais e sociais devido à propagação de patógenos, lixiviação de micropoluentes e geração de gases de efeito estufa (ANDREOLI; VON SPERLING; FERNANDES, 2001).

Como alternativa para a mitigação da problemática envolvida na produção de lodos de ETE, a digestão anaeróbia (DA) se apresenta como o mais antigo e importante processo para a estabilização do lodo primário e do lodo biológico antes da sua disposição final. Além da

redução do volume do lodo, através da estabilização biológica, os processos de DA apresentam o potencial de produção e recuperação de metano, o qual pode ser usado como fonte de energia (BUHR; ANDREWS, 1977; GHOSH, 1987).

Naturalmente constituído de elevada quantidade de sólidos orgânicos, o lodo biológico excedente demanda atenção particular quando tratado em processo de DA. O substrato orgânico particulado reduz a ação enzimática o que pode comprometer a eficiência de degradação dos sólidos. Uma alternativa para favorecer as reações bioquímicas é o desenvolvimento do processo em reatores dotados de sistemas de mistura e temperatura controlada. Desta forma é possível maximizar as cinéticas dos microrganismos e viabilizar o processo da DA até a produção do metano. Por outro lado, a intensificação das reações bioquímicas (especialmente ao longo da hidrólise e acidogênese) pode resultar em excessiva produção de produtos intermediários da fermentação do lodo, causando efeitos inibitórios ao metabolismo dos microrganismos metanogênicos. O uso de reatores de dois estágios se apresenta como solução alternativa para minimizar os efeitos inibitórios durante o processo de DA. Esta configuração permite a separação física das fases fermentativa e metanogênica, melhorando as interações entre os grupos microbianos que desempenham as mesmas funções, durante a conversão do substrato orgânico a biogás.

Diante da estabilidade do processo e dos baixos requisitos energéticos, a DA em temperatura controlada mesofílica tem sido empregada adequadamente na melhoria do gerenciamento do lodo de ETE, especialmente em reatores escala real (BOLZONELLA et al., 2005; SURYAWANSHI et al., 2010). Entretanto, no intuito de viabilizar a operação dos reatores com maiores cargas orgânicas aplicadas (COV), reduzir o tempo necessário para a estabilização dos sólidos (tempo de detenção hidráulica – TDH) e reduzir a patogenicidade do lodo, a DA em temperatura termofílica se apresenta mais vantajosa em relação ao regime de temperatura mesofílica.

Conforme mencionado, a elevada produção de lodo demanda a aplicação de elevadas cargas orgânicas nos digestores anaeróbios. Variações na COV podem ser realizadas através de mudanças na concentração do substrato orgânico, incluindo-se a alteração do percentual de umidade do lodo ou a adição de um cosubstrato (APPELS et al., 2008). Mudanças na COV podem ainda ser realizadas elevando-se a vazão afluente ao digestor, isto é, reduzindo-se o seu tempo de detenção hidráulica. Esta alternativa é usualmente empregada em reatores para tratamento de efluentes líquidos (OH; PARK, 2004;

CHAISRI et al., 2007; CHEN et al., 2014) podendo ser interessante para a operação de digestores de lodo com baixa concentração de sólidos (1 a 3% em sólidos totais).

A DA em sistema de reatores de dois estágios se apresenta como uma biotecnologia viável para a coprodução de hidrogênio, ácidos orgânicos voláteis, gás carbônico e metano. A hidrólise e fermentação no reator de primeiro estágio permite a aplicação de elevadas cargas orgânicas e de baixos TDH, aumentando a capacidade do processo de tratamento do substrato. A acidificação controlada no primeiro digestor ajuda a manter uma composição constante que alimenta o digestor metanogênico subsequente, evitando assim a sobrecarga ou inibição da atividade da biomassa metanogênica (SCHIEVANO et al., 2012).

De acordo com Schievano et al. (2014), mais estudos são necessários para um melhor entendimento da conveniência energética e econômica em relação ao regime térmico operacional, e o número de estágios para a implantação de sistemas de DA de lodos de ETE. Neste contexto, o controle estatístico multivariado de processos se apresenta como um conjunto de métodos que favorece a prevenção de perturbações e falhas de processos dinâmicos e multi reacionais, tais como a DA de lodos de ETE (LABATUT; GOOCH, 2012).

Segundo Foresti (2002) a biotecnologia anaeróbia para o tratamento de esgotos domésticos, especialmente com o uso de reatores UASB, é consolidada no Brasil desde o século passado. Por outro lado, o país ainda tem concentrado esforços operacionais e científicos para melhorar o gerenciamento dos lodos produzidos nas ETE (LE BLANC et al., 2008; MARIN et al., 2010; LEITE et al., 2014; ROSA et al., 2014). A atual crise do setor energético brasileiro e a intensa fiscalização para o controle da poluição ambiental, justificam esta pesquisa sobre a otimização do gerenciamento de lodos de ETE através da digestão anaeróbia. A pesquisa apresenta abordagem referente ao desempenho do processo, a recuperação energética do biogás e a viabilidade econômica e ambiental para a implementação desta tecnologia em escala real.

Entre 2009 e 2014 a Fundação de Amparo a Pesquisa e Inovação de Santa Catarina, em conjunto com a Companhia Catarinense de Águas e Saneamento e a Universidade Federal de Santa Catarina, desenvolveram o projeto de pesquisa denominado “Estudos sobre Gerenciamento de Lodos Produzidos na Estação de Tratamento de Esgotos Insular – CASAN”. No âmbito desta pesquisa foram realizadas avaliações do tratamento do lodo produzido nesta ETE usando processos anaeróbios em reator escala piloto de estágio único. Um

aprofundamento sobre a aplicação da digestão anaeróbia para tratamento de lodo de ETE em reatores com dois estágios, foi realizado em parceria com o grupo de Engenharia Química e Ambiental do Departamento de Biotecnologia da Universidade de Verona, a fim de verificar a influência da configuração do processo no desempenho do tratamento do lodo e na análise de viabilidade de implantação desta tecnologia em escala real.

Diante do exposto, a presente pesquisa objetivou avaliar diferentes condições operacionais que influenciam o desempenho do processo de DA aplicada para o tratamento de lodo biológico aeróbio excedente de ETE. Desta forma, esta tese está fundamentada na abordagem de 4 estudos: dois estudos foram realizados no Brasil, com reator escala piloto de estágio único operando em mesofilia (Capítulo 4) e operando em regime termofílico (Capítulo 5). Os demais estudos foram realizados na Itália, usando reator termofílico de um e dois estágios, ambos em escala piloto, com ênfase no desempenho dos reatores (Capítulo 6) e no controle e monitoramento estatístico dos mesmos (Capítulo 7).

## 1.1 OBJETIVOS

### 1.1.1 Objetivo Geral

Avaliar diferentes condições operacionais para otimizar a digestão anaeróbia mesofílica e termofílica em reatores de um e dois estágios para o tratamento de lodo biológico aeróbio excedente proveniente de sistema de lodo ativado de estações de tratamento de esgoto.

### 1.1.2 Objetivos Específicos

1. Avaliar o controle da carga orgânica volumétrica com o controle do tempo de detenção hidráulica no desempenho de digestor mesofílico de lodo de um estágio.
2. Analisar a influência do TDH na viabilidade operacional e econômica de digestores termofílicos de estágio único, operando com agitação intermitente para o tratamento de lodo biológico excedente.
3. Avaliar o desempenho e aplicabilidade do tratamento de lodo biológico com alta concentração de sólidos em reatores

termofílicos de um e dois estágios, operados sob a mesma condição operacional.

4. Analisar a estabilidade e o controle do processo de digestão anaeróbia de lodo secundário de ETE através da análise estatística multivariada.

## 1.2 HIPÓTESES FORMULADAS

Perante aos objetivos propostos, considera-se que esta pesquisa está baseada nas seguintes hipóteses:

1. O aumento da vazão afluyente representa uma estratégia viável para elevar a carga orgânica em reator para tratamento de lodo de ETE com deficiências na etapa de adensamento por gravidade.
2. A agitação intermitente favorece a sedimentação dos sólidos e compensa o *wash-out* de microrganismos metanogênicos em digestores termofílicos, operados com baixos tempos de detenção hidráulica.
3. O reator hidrolítico em sistema de reatores de dois estágios, permite exceder a produtividade de biogás de reator de estágio único usado no tratamento de lodo secundário, com alta concentração de sólidos.
4. É possível identificar falhas e a perda da estabilidade do processo biológico anaeróbio através da análise estatística multivariada.



## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 GERENCIAMENTO DE LODO DE ESTAÇÃO DE TRATAMENTO DE ESGOTO (ETE)

O lodo produzido em processos de tratamento de águas residuárias consiste em um resíduo semissólido, pastoso e de natureza predominantemente orgânica contendo nutrientes e microrganismos patogênicos que podem afetar a saúde pública e o meio ambiente (RULKENS, 2004). Devido a possibilidade de geração de odores, a presença de patógenos e o elevado volume produzido, o manejo de lodos de estações de tratamento de esgoto é desafiador (FYTILI; ZABANIOTOU, 2008).

As operações unitárias e processos biológicos empregados durante o tratamento da fase líquida das águas residuárias municipais dão origem a diferentes tipos de lodo, que devem ser gerenciados de maneira individual ou integrada. Gradeamento e caixas de areia retêm sólidos particulados e em suspensão de grande dimensão, cujo manejo é similar ao dos resíduos sólidos produzidos na ETE (disposição final em aterro sanitário). Em nível primário, decantadores primários acumulam o lodo primário (LP), caracterizado principalmente por sólidos sedimentáveis com alta composição orgânica. Em nível secundário, os processos biológicos aplicados para o tratamento dos esgotos produzem grandes quantidades de lodo biológico residual ou lodo secundário (LS), o qual demanda tratamento específico por ser constituído de microrganismos e substâncias orgânicas geradoras de odores.

Rubio-Loza et al. (2010) relatam que no México, a maior parte das ETEs construídas antes do ano 2000 não possuem sistema adequado de disposição final de lodos, não realizando qualquer processo de tratamento, sendo o lodo biológico excedente descartado até mesmo nos próprios sistemas biológicos das ETEs, reduzindo consideravelmente a eficiência de remoção do material orgânico do esgoto afluente, além de causar outros prejuízos ao processo. No Brasil, as ETEs são desenvolvidas para a remoção de sólidos sedimentáveis e da matéria orgânica carbonácea, apresentando em alguns casos deficiências na remoção de nutrientes, o que pode representar um risco ao corpo receptor (LAMEGO NETO; COSTA, 2011). O gerenciamento do lodo, muitas vezes, se resume à sua destinação final em aterros sanitários, negligenciando o potencial dos nutrientes e/ou o uso energético do lodo desidratado (ANDREOLI et al., 2003; ROSA et al., 2014).

As principais etapas do gerenciamento do lodo são: adensamento, estabilização, condicionamento, desidratação ou desaguamento, higienização e disposição final.

O adensamento ou espessamento de lodos é uma operação unitária de pré-tratamento deste resíduo onde se inserem ainda as etapas de condicionamento, desidratação e secagem do lodo (METCALF; EDDY, 2014). Trata-se de um processo físico de concentração de sólidos no lodo visando reduzir sua umidade e, conseqüentemente, seu volume, facilitando as etapas subseqüentes de tratamento do lodo.

Uma grande vantagem do adensamento é a capacidade de operação com lodos de baixa concentração de sólidos (1 a 3 % ST) e conseqüentemente altos volumes de água. A separação sólido-líquido aumenta o percentual de sólidos, reduzindo o volume ocupado pela massa de lodo (ANDREOLI; VON SPERLING; FERNANDES, 2001; SCALES; LESTER; DIXON, 2001). Quatro tipos de sedimentação são reconhecidos em literatura e determinados pela natureza e pela concentração dos sólidos suspensos (SS): a sedimentação discreta (I), a sedimentação floclulenta (II), a sedimentação zonal (III) e a sedimentação por compactação (IV). Em relação aos adensadores de lodos, os fenômenos I, III e IV são os mais relevantes na sedimentação dos SS (JORDAO; PESSOA, 2011; METCALF; EDDY, 2014).

O método mais comum e utilizado para o adensamento de lodos, no cenário brasileiro e mundial, é através do uso de adensadores gravitacionais visto a simplicidade operacional e os menores custos com manutenções, em relação a outros tipos de adensamento (JORDÃO; PESSOA, 2011). O lodo a ser adensado é bombeado pela região central do sistema, e entra na câmara de adensamento próximo ao nível de superfície do tanque. Os sólidos sedimentam por gravidade e são removidos por raspadores de fundo. Vertedores controlam o fluxo de saída do sobrenadante, que normalmente é integrado à fase líquida do tratamento do esgoto (US EPA, 2003).

A literatura brasileira especializada em adensadores de lodo por gravidade indica, porém, diversos problemas operacionais durante o funcionamento destas unidades. Silva, Von Sperling e Oliveira Filho (2007) verificaram que o curto tempo de retenção para o adensamento prejudicou a concentração de SS de lodo secundário na ETE Arrudas atingindo o máximo de 1,71%. Chao (2001) verificou que com pequenas modificações operacionais na ETE Barueri foi possível elevar de 3% para 5% a concentração de SS no lodo primário adensado, valor mais compatível com aquele indicado em literatura (Tabela 2- 1).

Tabela 2- 1 Eficiências típicas de adensadores gravitacionais para lodos.

<i>Tipo de lodo</i>	<i>Antes do adensador (% ST)</i>	<i>Lodo adensado (% ST)</i>
Lodo primário (LP)	2,0-6,0	5,0-10,0
Lodo secundário (LS)	0,2-1,0	2,0-3,0
LP + LS	0,5-4,0	4,0-7,0
Digerido anaeróbio LP + LS	4,0	8,0

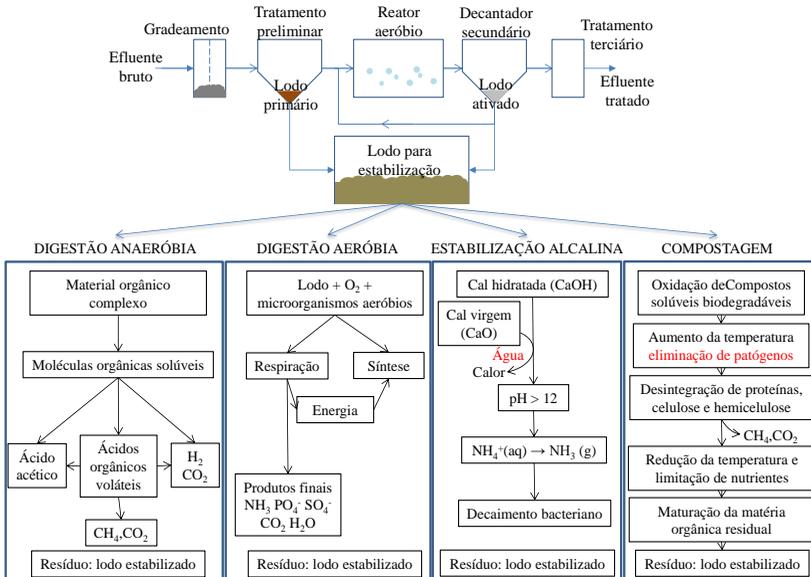
Fonte: Adaptado de WEF (1996)

A estabilização do lodo pode ser definida como um processo a partir do qual o resíduo adquire resistência à putrefação, reduzindo a concentração de microrganismos patogênicos e a possibilidade de geração de maus odores (ANDREOLI; VON SPERLING; FERNANDES, 2001; MALTA, 2001). A degradação de sólidos voláteis é necessária para a redução do volume do lodo, previamente à sua disposição final. O processo de estabilização da biomassa reduz a concentração de microrganismos patogênicos e resulta em um lodo menos odorante, diminuindo seu impacto negativo à saúde humana e ao meio ambiente. Sabendo-se que tradicionalmente no tratamento de águas residuárias a biomassa está associada à fração orgânica dos sólidos, quando a destruição dos sólidos é alcançada, a biomassa é também considerada estabilizada (ARTHURSON, 2008; METCALF; EDDY, 2014).

Os métodos mais comuns de estabilização de lodos envolvem processos físicos, químicos e biológicos. A digestão aeróbia e anaeróbia (mesofílica ou termofílica), a estabilização alcalina, a compostagem encontram-se entre as técnicas amplamente aplicadas para a estabilização de lodos de esgoto (Figura 2- 1). Técnicas alternativas com base em processo biológico, tal como as zonas de raízes e os wetlands naturais e construídos tem sido empregados com sucesso para garantir a secagem e a mineralização de lodos primários e secundários (TROESCH et al., 2009).

Entre os métodos de estabilização mencionados, a digestão anaeróbia é tradicionalmente conhecida como a mais importante e apropriada técnica de estabilização de lodo previamente a sua disposição final. A digestão anaeróbia agrega valor ao resíduo orgânico visto que o biogás produzido no processo pode inclusive garantir parte dos requisitos energéticos da fase líquida do tratamento dos esgotos (CHEN; CHENG; CREAMER, 2008; DUAN et al., 2012).

Figura 2- 1 Alternativas de estabilização de lodo em ETE.



Fonte: Adaptado de Arthurson (2008)

A eficiente separação sólido-líquido (decantação) se apresenta como um grande problema em diversas operações em uma ETE, sobretudo na fase sólida do tratamento de esgotos. Neste sentido, o condicionamento se apresenta como uma operação para melhorar a remoção de umidade do lodo visto que facilita a separação da água e dos flocos de lodo, reduzindo assim o volume de lodo que segue para o descarte final e consequentemente os custos com o gerenciamento deste resíduo (LEE; LIU, 2000).

Substâncias poliméricas são convencionalmente utilizadas para o condicionamento de lodos. O uso de polímeros baseia-se na ação de um duplo mecanismo de desestabilização que aumenta a floculação do lodo: a neutralização da carga iônica das partículas e a ligação interpartículas (BOHM; KULICKE, 1997). Os mecanismos de ação do agente condicionante alteram o tamanho, a forma, a densidade e a força de ligação entre os flocos do lodo favorecendo assim a separação sólido-líquido. Estudos recentes sobre a floculação de biossólidos demonstram o bem sucedido condicionamento de lodos utilizando técnicas alternativas: uso de substância polimérica mista, aquecimento, resfriamento, descongelamento, tratamento ácido/alcalino e o uso de

processos oxidativos avançados (AYOL; DENTEL; FILIBELI, 2005; ZHOU et al., 2015).

A prévia etapa de condicionamento do lodo aprimora a etapa seguinte de desaguamento ou desidratação, normalmente desenvolvida por um processo mecânico como filtro prensa, prensa desaguadora, centrífuga, ou com base em processo natural como nos leitos de secagem (SORENSEN; SORENSEN, 1997).

Formados por microrganismos, substâncias poliméricas extracelulares (EPS), partículas orgânicas e inorgânicas, os flocos que compõem o lodo secundário apresentam características reológicas associadas a aspectos estruturais anteriormente citados. As propriedades do floco não apenas influenciam a filtração e a compactação do lodo mas também outros processos como floculação, sedimentação e a colmatação de membranas filtrantes quando estas são utilizadas na separação sólido-líquido (CHRISTENSEN et al., 2015). O entendimento sobre os flocos do lodo influencia positivamente a eficiência do processo de desidratação aplicado neste resíduo além de causar um impacto importante no custo de transporte, destino final e manuseio (aproveitamento da torta, reciclagem, etc.) (ANDREOLI; VON SPERLING; FERNANDES, 2001).

Na desinfecção ou higienização verifica-se a redução ou eliminação dos microrganismos patogênicos do lodo de esgoto, no intuito de enquadrá-lo nas diretrizes legais de aplicação de lodos em sistemas agrícolas. A partir da Figura 2- 1 é possível notar que muitos métodos empregados para a estabilização do lodo reduzem o material orgânico putrescível mas também apresentam a vantagem de higienizar este resíduo. Gavala et al. (2003) referem, por exemplo, que os processos de digestão anaeróbia termofílica de lodos satisfazem a política europeia do uso agrícola de lodo, através da eliminação de patógenos oriundos principalmente de humanos e animais. Os autores complementam ainda que a digestão anaeróbia em altas temperaturas pode conduzir à valorização do lodo com a formação de um biossólido tipo classe A, segundo a classificação da Agência Americana de Proteção do Meio Ambiente (United States Environmental Protection Agency – US EPA), apropriado para aplicações no solo.

A Tabela 2-2 apresenta os tempos requeridos para inativação de alguns microorganismos patogênicos durante o processo de compostagem realizados em experimentos laboratoriais.

Tabela 2- 2 Relação temperatura x tempo de exposição para inativação de patógenos.

Microorganismo	Tempo de exposição (minutos)				
	50°C	55°C	60°C	65°C	70°C
<i>Salmonella spp.</i>			30		4
<i>Ascaris spp.</i> (ovos)	60	7			
<i>Escherichia coli</i>			60		5
Coliformes fecais					60
<i>Entamoeba histolytica</i>	5				
<i>Necator americanos</i>	50				
Vírus					25
<i>Shigella</i>	60				

Fonte: WPCF (1991) e UEL (1999) apud ANDREOLI; VON SPERLING; FERNANDES (2001).

Uma vez estabilizado e com reduzida umidade, o lodo de esgoto com alta concentração de sólidos deve ser conduzido para uma disposição final em aterro sanitário, estações de incineração de resíduo ou direcionado para o seu reaproveitamento (PECCIA; WESTERHOFF, 2015). Bettiol e Camargo (2000) indicam que diversos projetos de tratamento de esgotos não contemplam o destino final do lodo produzido e com isso, anulam-se parcialmente os benefícios da coleta e do tratamento dos efluentes. Assim, é importante e necessário a prática ou o desenvolvimento de alternativas seguras e factíveis para que esse produto não se transforme em um novo problema ambiental, mas sim que se torne uma fonte de vantagens ambientais através de sua disposição final.

Atualmente, a alternativa mais empregada no Brasil é o envio do lodo para aterro sanitário visto sua grande vantagem econômica, sobretudo associada aos baixos custos operacionais envolvidos. Nesse contexto, porém destacam-se o desperdício do potencial dos nutrientes e/ou energético do lodo desidratado (ROSA et al., 2014). Idêntico ao cenário brasileiro, a China apresenta graves deficiências no gerenciamento do lodo de esgoto cujo método de disposição final mais utilizado é em aterro sanitário, seguido de aplicação no solo (reaproveitamento), incineração e aproveitamento como material para construção civil (YANG; ZHANG; WANG, 2015). De acordo com Bianchini et al. (2015) o lodo tratado é reutilizado principalmente como insumo agrícola nos países pertencentes da União Européia.

O atlas global da produção de lodos e biossólidos oriundos do tratamento de esgotos aponta que a região do leste europeu, a Turquia, a Rússia, o México e a América do Sul são áreas onde o tratamento das águas residuárias cresce em um ritmo muito superior ao do tratamento dos lodos gerados (LEBLANC et al., 2009).

No contexto brasileiro, a valorização do lodo de esgoto através da sua reutilização ocorre especialmente pelo reaproveitamento agrícola como fertilizante orgânico ou condicionador do solo, seguindo uma tendência mundial de busca por alternativas de disposição final de lodos de esgoto sem acarretar em prejuízos à gestão dos demais resíduos sólidos urbanos (TSUTIYA, 2001; MANGIERI; TAVARES FILHO, 2015). Os estados do Paraná, São Paulo e o Distrito Federal apresentam cenário mais avançado nas pesquisas e na prática do reúso agrícola do lodo, incluindo ainda a implementação de Normas Técnicas adaptadas da legislação nacional (LEBLANC et al., 2009; BITTENCOURT et al., 2014; BATISTA, 2015).

### **2.1.1 Aspectos legais associados ao gerenciamento e reaproveitamento de lodos de ETE**

Em vista à necessidade de controle e monitoramento do uso de lodos de ETE no solo, a maioria dos países possuem normas que regulamentam este uso, garantindo uma destinação segura.

Nos Estados Unidos, o órgão responsável pelo controle de impactos ambientais, a US EPA, é responsável pela regulamentação da reciclagem agrícola de lodo. A norma norte americana EPA 40 CFR Part 503 da US EPA, que foi publicada em 1992, é referência mundial nesse aspecto. Esta legislação federal encoraja o uso racional do resíduo, dispensando-o da jurisdição e regulamentação referente a resíduos perigosos, mas assegurando-se da proteção à saúde humana e ao meio ambiente de qualquer efeito adverso previsto (PIRES, 2006). Nesta norma, o lodo é classificado de acordo com a concentração de microrganismos patogênicos, sólidos voláteis, metais pesados e poluentes orgânicos.

Na Europa, a Diretiva 86/278/EEC não estabelece limites de patógenos no lodo mas somente limites para metais pesados. Atualmente, o terceiro documento de revisão desta Diretiva (EEC, 2000) acrescenta ainda limites para micropoluentes orgânicos entre eles os compostos orgânicos voláteis e os hidrocarbonetos policíclicos aromáticos.

No Brasil, a Resolução CONAMA 375/2006 trata sobre o reúso de lodos de esgoto sanitário na agricultura. Esta resolução foi baseada na norma norte americana EPA 40 CFR Part 503. De acordo com esta resolução, a caracterização do lodo de esgoto ou produto derivado a ser aplicado na agricultura deve incluir os seguintes aspectos: potencial agrônômico, substâncias inorgânicas e orgânicas potencialmente tóxicas, indicadores bacteriológicos e agentes patogênicos e estabilidade. Quanto à qualidade microbiológica, o lodo pode ser classificado em classe A ou B, dependendo da concentração de microrganismos presentes. A Tabela 2- 3 apresenta as concentrações limites estabelecidas para lodos classe A e classe B.

Tabela 2- 3 Classes de lodo ou produto derivado – agentes patogênicos.

Tipo de lodo de esgoto ou produto derivado	Concentração de patógenos
A	Coliformes termotolerantes < $10^3$ NMP <sup>1</sup> /gST
	Ovos viáveis de helmintos < 0,25 ovo/gST
	<i>Salmonella</i> ausência em 10 gST
	Vírus < 0,25 UFP <sup>2</sup> ou <0,25 UFF <sup>3</sup> /gST
B	Coliformes termotolerantes < $10^6$ NMP/gST
	Ovos viáveis de helmintos < 10 NMP/gST

<sup>1</sup>NMP: Número Mais Provável; <sup>2</sup>UFP: Unidade Formadora de Placa; <sup>3</sup>UFF: Unidade Formadora de Floco.

Fonte: CONAMA (2006).

## 2.2 MICROBIOLOGIA E FASES DO METABOLISMO ANAERÓBIO

A digestão anaeróbia (DA) é um processo biológico natural através do qual a matéria orgânica é metabolizada na ausência de oxigênio, molecular ou associado (nitritos, nitratos, sulfatos, etc.), resultando em diversos subprodutos, entre os quais o mais abundante é o biogás (CECCHI et al., 2005). A conversão a biogás é resultado da atividade da comunidade microbiana existente no reator anaeróbio que viabiliza a degradação e a estabilização da matéria orgânica putrescível do substrato e possibilita a recuperação de energia a partir dos sólidos voláteis existentes.

A viabilidade econômica para modelagem e concepção de projetos de DA para o tratamento de lodos de esgoto sanitário demanda inicialmente o entendimento da microbiologia que regula o processo biológico. Em geral, este consiste na liquefação e hidrólise de

compostos insolúveis e a gaseificação de produtos intermediários (ZIEMINSKI; FRAC, 2012).

Com o uso de reatores, a DA ocorre em condições estritamente controladas no intuito de aperfeiçoar a atividade e as cinéticas dos diversos grupos microbianos que convertem o substrato orgânico complexo em biogás através da cadeia trófica anaeróbia. Bactérias hidrolíticas, bactérias acidificantes e arqueas metanogênicas interagem entre si em sintrofia: o produto metabólico de um grupo microbiano será o substrato necessário à atividade do grupo sucessivo. Assim, a DA é definida como um processo sequencial que envolve as fases de hidrólise, acidogênese, acetogênese e metanogênese (BATSTONE et al., 2002; MATA-ALVAREZ, 2003; CECCHI et al., 2005).

### **2.2.1 Hidrólise**

A hidrólise é a primeira fase no processo de DA na qual a estrutura química de substâncias particuladas é convertida em substâncias solúveis mais simples pela ação de exoenzimas (hidrolases) de bactérias anaeróbias facultativas e anaeróbias estritas (DEUBLEIN; STEINHAUSER, 2008). De acordo com Guo e Xu (2011) as hidrolases, incluindo as enzimas protease, amilase e lipase são produzidas por uma diversidade de microrganismos existentes no meio reacional e são os primeiros agentes ativos na defloculação, oxidação do floco de lodo ativado e rompimento de grandes moléculas.

O efeito hidrolítico de celulases, proteases e lipases resultam na hidrólise de carboidratos, proteínas e lipídios respectivamente (STRYER, 1988). A hidrólise de monossacarídeos, aminoácidos e ácidos orgânicos de cadeia longa resulta na formação de ácidos orgânicos voláteis (acetato, propionato, butirato) e hidrogênio, os quais são todos precursores da produção de metano (VAVILIN et al., 2008).

A acidogênese, fase sucessiva da hidrólise, normalmente apresenta rápida cinética de conversão do substrato orgânico em subprodutos, o que implica na necessidade de alcance de equilíbrio entre as diferentes cinéticas das demais fases da DA para uma eficiente produção de metano (ZVERLOV et al., 2010). Segundo Hill (1977) quando um processo é composto por uma sequência de reações bioquímicas interligadas, a cinética que representa este processo é determinada pela fase que apresenta a reação mais lenta, isto é, a fase limitante do processo. Diversos estudos apontam a hidrólise como a etapa limitante da DA de substratos na forma particulada

(PAVLOSTATHIS e GIRALDO-GOMEZ, 1991; VAVILIN et al., 2008; LIM; WANG, 2013).

A cinética de hidrólise de um substrato orgânico complexo (S) pode ser associada à concentração deste substrato seguindo uma reação de primeira ordem (Equação 1 e Equação 2):

$$\frac{dS}{dt} = -kS \quad (1)$$

$$\ln \frac{B_{\infty} - B}{B_{\infty}} = -kt \quad (2)$$

onde, k é o coeficiente de primeira ordem e t é o tempo. Após integração, o valor de k pode ser obtido pela Equação 2 onde  $B_{\infty}$  representa a concentração final do produto de hidrólise e B a concentração deste produto no tempo t (EASTMAN e FERGUSON, 1981, ANGELIDAKI et al., 2009). A Tabela 2- 4 apresenta alguns valores de k e coeficientes de crescimento para diferentes fases do metabolismo anaeróbio.

Tabela 2- 4 Valores máximos de constantes de crescimento microbiano e de hidrólise de primeira ordem obtidos na modelagem da produção do  $CH_4$ .

<i>Processo</i>	<i>Temperatura</i>	<i>k (dia<sup>-1</sup>), μ<sub>max</sub></i>	<i>Referência</i>
Hidrólise	35°C	0,17 – 0,60	Ghosh (1981); Siegrist; Renggli; Gujer, 1993; Siegrist et al. (2002); Ge, Jensen e Batstone (2011 <sup>1</sup> ); Li et al., 2015.
	55°C	0,4 – 0,5	Siegrist et al., 2002, Ge. Jensen e Batstone (2011 <sup>1</sup> ); Li et al. (2015).
Acidogênese	35 °C	4,0 – 5,0	Siegrist; Renggli; Gujer, 1993.
Acetogênese	55 °C	16	Siegrist et al., 2002 <sup>2</sup> .
	35°C	0,8	Siegrist; Renggli; Gujer, 1993.
Metanogênese	35°C	0,37 – 2,0	Siegrist; Renggli; Gujer, 1993, Siegrist et al., 2002 <sup>3</sup> .
	55°C	1,47 – 8,0	Siegrist et al., 2002 <sup>3</sup> .

<sup>1</sup>obtido em temperatura mesofílica (35°C) e termofílica (60°C) <sup>2</sup>  $\mu_{\max}$  a partir da fermentação de aminoácidos; <sup>3</sup> considerando metanogênese acetoclástica e hidrogenotrófica.

De acordo com Batstone et al. (2002) a hidrólise pode ser descrita por dois princípios ativos: 1) inicialmente as hidrolases são absorvidas nas partículas (exemplo, floco de lodo ativado) ou reagem com um substrato solúvel. Subsequentemente, 2) a colonização bacteriana na superfície dos sólidos favorece a liberação das enzimas sobre a partícula, desta forma os microrganismos se beneficiam dos subprodutos solúveis das reações enzimáticas. Portanto, quanto maior a área superficial da partícula orgânica, mais favorecido é o processo hidrolítico.

Admitindo-se que o lodo secundário após adensamento apresenta grande parte do material orgânico não propriamente solubilizado, diversas iniciativas têm sido estudadas para elevar a eficiência da DA através do aprimoramento das velocidades de hidrólise por vias térmicas (TAKEMOTO, 2006; WANG et al., 2009; BURGUER; PARKER, 2013; SHANA et al., 2013), termo químicas (FERNANDES et al., 2009; RAFIQUE et al., 2010; RANI et al., 2012), mecânico (CLIMENT et al., 2007; TEDESCO; BENYOUNIS; OLABI, 2013), ultrassônico (ZHANG; WAN, 2012; LE et al., 2013), entre outros.

### 2.2.2 Acidogênese

A fase acidogênica é também denominada fermentação acidogênica ou *dark fermentation*. A fermentação pode ser conceituada como a degradação da matéria orgânica em ambiente anaeróbio no qual o receptor final de elétron é um composto orgânico, isto é, ocorre a redução do composto orgânico que recebe elétrons formando subprodutos de menor peso molecular que servirão como substrato para outros microrganismos anaeróbios. Por outro lado, havendo disponibilidade de receptores de elétrons inorgânicos como nitratos e sulfatos, a oxidação anaeróbia é caracterizada pela respiração anaeróbia. As reações fermentativas são induzidas por microrganismos procariontes e eucariontes anaeróbios obrigatórios ou facultativos (WIEBE et al., 1981; STAMS, 1994; RAMOS, 2013). São exemplos de gêneros de bactérias fermentativas comumente encontradas em reatores anaeróbios: *Clostridium*, *Bacteróides*, *Ruminococcus*, *Butyribacterium*, *Propionibacterium*, *Eubacterium* e *Escherichia* (CHERNICHARO, 1997).

As bactérias acidogênicas convertem os produtos da hidrólise a hidrogênio, dióxido de carbono, álcoois e ácidos orgânicos voláteis (AOV) de alto peso molecular. Os principais produtos da fase acidogênica são ácido propiônico ( $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{COOH}$ ), ácido butírico ( $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{COOH}$ ), ácido acético ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ), ácido fórmico ( $\text{HCOOH}$ ), ácido láctico ( $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}_3$ ), etanol ( $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ ), metanol ( $\text{CH}_3\text{OH}$ ),  $\text{H}_2$  e  $\text{CO}_2$ . Da fermentação de aminoácidos observa-se ainda a formação da amônia ( $\text{NH}_3$ ) e do sulfeto de hidrogênio os quais podem ser inibitórios à DA (SALMINEN; RINTALA, 2002; CECCHI et al., 2005). Entre estes produtos, o hidrogênio, o dióxido de carbono e o ácido acético são metabolizados diretamente por arqueas metanogênicas, no último estágio (ZEB et al., 2013).

A concentração dos íons de hidrogênio formada afeta o tipo de produto da fermentação: quanto maior a pressão parcial do hidrogênio, por exemplo, menor será a produção de compostos reduzidos, como o acetato. As vias metabólicas fermentativas dos principais compostos encontrados em substratos orgânicos complexos são descritas na Tabela 2- 5.

Tabela 2- 5 Descrição sucinta das rotas de degradação de algumas substâncias durante a acidogênese.

<i>Substância</i>	<i>Descrição</i>
Carboidratos	Formação de ácido propiônico via a rota metabólica do succinato e do ácido acrílico. Formação de ácido butírico e de butanol a partir do ácido acético.
Ácidos orgânicos	Associados à coenzima A, são gradualmente oxidados resultando a cada etapa em dois átomos de carbono liberados como acetato.
Aminoácidos	Degradados por reações de oxirredução específicas (conhecidas como reações de Stickland). Formação de $\text{NH}_3$ e de sulfeto de hidrogênio na degradação da cisteína.

Fonte: Adaptado de Deublein e Steinhauser (2008).

### 2.2.3 Acetogênese

De acordo com Kumar et al. (2013) os produtos formados durante a acidogênese consistem em sua maioria de ácidos orgânicos e álcoois de cadeias carbônicas longas e ramificadas e em alguns casos apresentando anéis aromáticos. Estes substratos não são metabolizados

diretamente pelos microrganismos metanogênicos e necessitam um processo de oxidação a acetato e a hidrogênio (H<sub>2</sub>) na fase acetogênica.

Os microrganismos acetogênicos utilizam duas rotas metabólicas para a produção de ácido acético: a homoacetogênese e a acetogênese sintrófica (Tabela 2- 6). As bactérias homoacetogênicas através da via metabólica de Wood-Ljungdahl, produzem ácido acético reduzindo o CO<sub>2</sub> e utilizando o H<sub>2</sub> como doador de elétrons (homoacetogênese redutora) assim como oxidam o acetato produzindo H<sub>2</sub> e CO<sub>2</sub> (homoacetogênese oxidativa). Na acetogênese sintrófica ocorre a oxidação biológica de AOV a ácido acético e H<sub>2</sub> realizado por bactérias acetogênicas obrigatórias produtoras de hidrogênio (obligate hydrogen producing acetogens – OHPA) (DIEKERT; WOHLFARTH, 1994; DEMIREL; SCHERER, 2008, RAGSDALE; PIERCE, 2008).

Tabela 2- 6 Degradação de substratos na fase acetogênica.

<i>Reações</i>
Propionato → acetato
$\text{CH}_3\text{CH}_2\text{COO}^- + 3\text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{CH}_3\text{COO}^- + \text{H}^+ + \text{HCO}_3^- + 3\text{H}_2$
Butirato → acetato
$\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{COO}^- + 2\text{H}_2\text{O} \rightarrow 2\text{CH}_3\text{COO}^- + \text{H}^+ + 2\text{H}_2$
Benzoato → acetato
$\text{C}_7\text{H}_5\text{CO}_2^- + 7\text{H}_2\text{O} \rightarrow 3\text{CH}_3\text{COO}^- + 3\text{H}^+ + \text{HCO}_3^- + 3\text{H}_2$
Etanol → acetato
$\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH} + 2\text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{CH}_3\text{COO}^- + 2\text{H}_2 + \text{H}^+$
Homoacetogênese oxidativa
$\text{CH}_3\text{COO}^- + 4\text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{HCO}_3^- + 4\text{H}_2 + \text{HCO}_3^- + \text{H}^+$
Homoacetogênese redutora
$4\text{H}_2 + 2\text{HCO}_3^- + \text{H}^+ \rightarrow \text{CH}_3\text{COO}^- + 4\text{H}_2\text{O}$

Fonte: Dolfing (1998) apud Khanal (2008).

As bactérias acetogênicas obrigatórias produtoras de hidrogênio apresentam condição termodinâmica favorável quando o seu metabolismo ocorre em ambiente de reduzida pressão parcial de hidrogênio molecular, desta forma a presença de H<sub>2</sub> no meio reacional pode conduzir a processo de inibição da produção de ácido acético. A atividade das bactérias sintróficas acetogênicas depende portanto da atividade de microrganismos consumidores de hidrogênio em um mecanismo de cooperação denominado transferência interespecie de hidrogênio. As bactérias metanogênicas consumidoras de H<sub>2</sub>

rapidamente eliminam o hidrogênio, mantendo uma pressão parcial deste gás extremamente baixa evitando por consequência a redução do pH do meio reacional (APPLES et al., 2008, DEMIREL; SCHERER, 2008).

## 2.2.4 Metanogênese

A conversão da matéria orgânica complexa a metano requer um consórcio de cadeia alimentar como supracitado e finaliza com os organismos metanogênicos que são estritamente anaeróbios pertencentes ao reino das arqueas. Todos os produtos da fase fermentativa são convertidos em compostos utilizáveis direta ou indiretamente por microrganismos formadores de metano. Os produtos não degradados por estes microrganismos acumulam-se na suspensão biológica do digestor, e conseqüentemente, incrementam significativamente a DQO do efluente do digestor (GERARDI, 2003).

De acordo com Demirel e Scherer (2008) os microrganismos metanogênicos podem ser divididos em dois grupos: hidrogenotróficos e acetotróficos. Os hidrogenotróficos (*gêneros Methanobacterium, Methanospirillum e Methanobrevibacter*) utilizam apenas o  $H_2$  e o  $CO_2$  para a formação do metano e por consequência a sua atividade é essencial para a eficiência do processo de DA visto que a pressão parcial do hidrogênio é um parâmetro que regula a estabilidade e as variações neste processo. Os microrganismos metanogênicos hidrogenotróficos são naturalmente dominantes visto que eles apresentam maior resistência à pressão parcial de  $H_2$  no meio além de possuírem catabolismo oxidativo do  $CO_2$  e  $H_2$  a metano mais energético que a conversão do acetato a metano. Assim, os metanogênicos hidrogenotróficos devem necessariamente instaurar relações sintróficas (transferência interespecie de hidrogênio) com as bactérias acetoclásticas produtores de hidrogênio para a síntese de substratos necessários ao seu metabolismo mantendo tanto a acetogênese quanto a metanogênese hidrogenotrófica termodinamicamente favoráveis (SCHINK, 1997; RAGSDALE; PIERCE, 2008).

Enquanto que as arqueas hidrogenotróficas apresentam metabolismo limitado ao desempenho das bactérias acetogênicas produtoras de hidrogênio, as metanogênicas acetoclásticas (*Methanosarcinabarkeri, Methanobacteriumsöhngeni* e *Methanobacteriumthermoautotrophicum*) são responsáveis pela degradação do ácido acético e álcoois produzidos nas fases precedentes. A metanogênese acetoclástica resulta na produção de aproximadamente

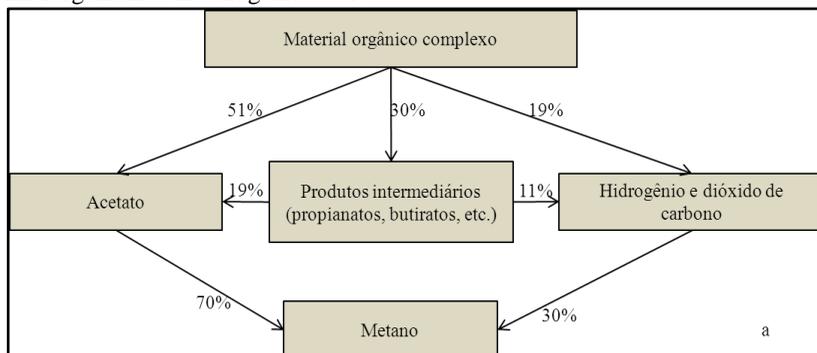
70% do biogás oriundo da DA, embora a oxidação do ácido acético (Equação 3) seja em comparação com a redução do  $\text{CO}_2 + \text{H}_2$  apenas um pouco menos exergônica (Equação 4).

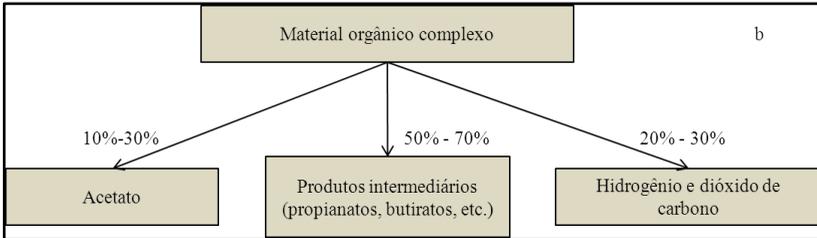


A cooperação da população da microbiota anaeróbia ativa a síntese de alguns produtos que são posteriormente consumidos por outro grupo de bactérias. As arqueas, por exemplo, demonstram relação sinérgica com outros grupos populacionais e a produção e consumo dos produtos favorece o crescimento e a atividade de todos os grupos envolvidos. Uma alteração neste processo poderia inibir a ação das arqueas hidrogenotróficas com conseqüente redução na cinética da fermentação do propionato e do butirato determinando assim um progressivo acúmulo desses ácidos voláteis e a redução do pH do reator (CHERNICHARO, 1997; ZIEMINSKI; FRAC, 2012).

A maior parte do fluxo de carbono em um digestor anaeróbio que opera em condições apropriadas ocorre entre as fases da fermentação acidogênica e a metanogênese (Figura 2- 2a). Apenas cerca de 20 a 30% do carbono é metabolizado a produtos intermediários antes de serem metabolizados a metano e gás carbônico.

Figura 2- 2 Fluxo de carbono em ambientes anaeróbios com (a) ou sem (b) microrganismos metanogênicos ativos.



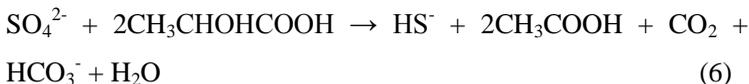


Fonte: Adaptado de Ahring, 2003

Sabendo-se que o sintrofismo é característico de um processo balanceado de DA, os microrganismos do primeiro grupo de reações (hidrólise e acidogênese) podem sobreviver sem a presença das arqueas metanogênicas, porém formarão nestas condições uma elevada quantidade de produtos reduzidos tais como os AOV que se acumularão no sistema (Figura 2- 2b).

Durante o tratamento anaeróbio de resíduos orgânicos, a fase metanogênica pode ser significativamente influenciada pela produção de sulfetos a partir da redução de sulfatos. A sulfato redução está associada ao crescimento de bactérias redutoras de sulfato (BRS) as quais utilizam o hidrogênio ou a matéria orgânica como doador de elétron e o íon sulfato como receptor final destes elétrons (MIZUNO et al., 1998).

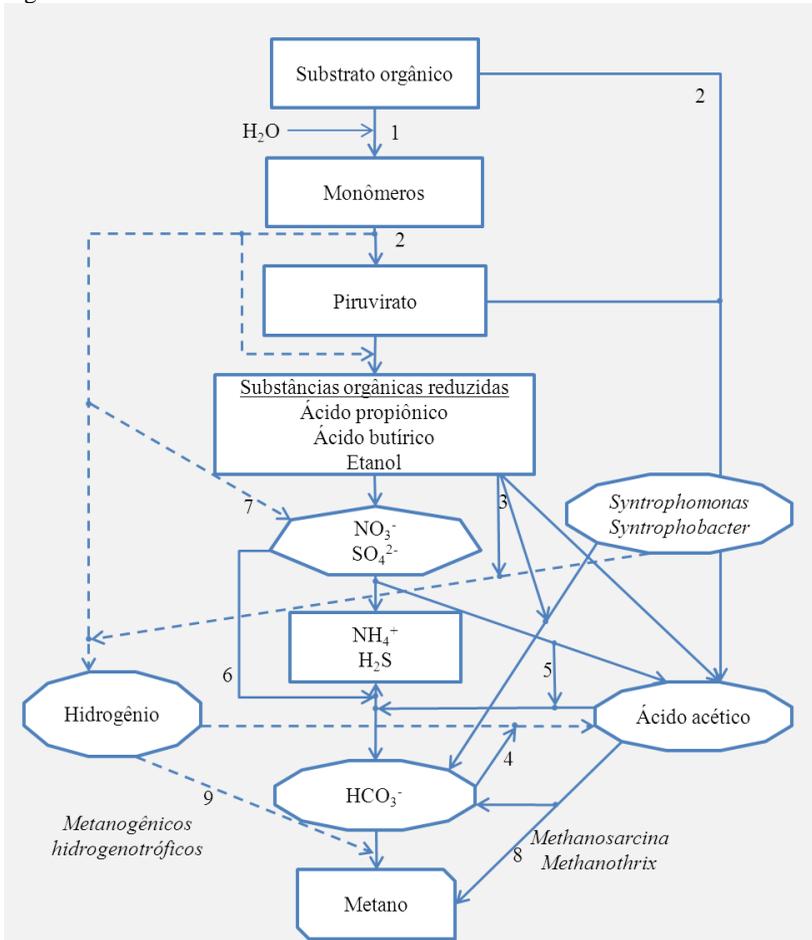
As BRS, entre elas *Desulfovibrio*, *Desulfuromonas*, *Desulfobulbus*, *Desulfobacter*, *Desulfococcuse*, *Desulfosarcina*, podem provocar uma alteração das vias metabólicas no reator anaeróbio, fase conhecida como sulfetogênese. Dessa forma, as BRS passam a competir com as bactérias fermentativas, acetogênicas e metanogênicas pelos substratos disponíveis, conforme reações apresentadas nas Equações (5) e (6) (MIZUNO et al., 1998).



A Figura 2- 3 permite visualizar as diferentes fases de interação entre os substratos e os grupos microbianos, desde a sua entrada, até à produção final de metano. Nove reações metabólicas, cada uma mediada por um grupo específico de microrganismo, podem ser identificados (MALINA JR.; POHLAND, 1992):

1. Hidrólise enzimática dos compostos orgânicos e produção de monômeros intermediários (açúcares, ácidos orgânicos e aminoácidos);
2. Fermentação de monômeros orgânicos à hidrogênio, bicarbonato, piruvirato, álcool, e AOV;
3. Produção de hidrogênio, bicarbonato e acetato a partir de reações redox por bactérias acetogênicas obrigatórias produtoras de hidrogênio;
4. Respiração acetogênica do bicarbonato por bactérias homoacetogênicas;
5. Oxidação de subprodutos orgânicos reduzidos à bicarbonato por bactérias redutoras de nitrato (BRN) e BRS;
6. Oxidação do acetato à bicarbonato por BRN e BRS;
7. Oxidação do hidrogênio por BRN e BRS;
8. Metanogênese acetoclástica;
9. Metanogênese hidrogenotrófica.

Figura 2- 3 Etapas da conversão da matéria orgânica complexa submetidas à digestão anaeróbia.



Fonte: Adaptado de Malina Jr. e Pohland (1992).

## 2.3 REQUISITOS E FATORES AMBIENTAIS DO PROCESSO ANAERÓBIO

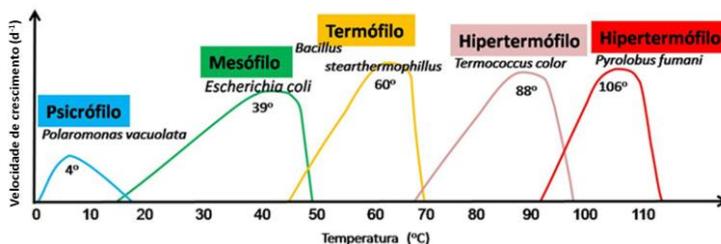
### 2.3.1 Temperatura

A ocorrência do processo de DA tem sido observado entre as temperaturas  $0^{\circ}C$  e  $97^{\circ}C$ , abrangendo três faixas associadas ao crescimento microbiano: a faixa psicrófila compreendida entre  $4^{\circ}C$  e

aproximadamente 15°C, a faixa mesófila, entre 20 e 40°C e a faixa termófila situada acima de 45°C. No entanto, os níveis de temperatura na faixa mesófila (30°C a 35°C) e termófila (50°C a 55°C) são considerados ótimos para o processo (METCALF; EDDY, 2014).

As cinéticas das reações de crescimento dos microrganismos e das reações de oxirredução durante a conversão da matéria orgânica à metano são fortemente influenciadas pela temperatura. A Figura 2- 4 mostra as diferentes faixas de temperatura e a representação esquemática da cinética de crescimento de algumas espécies de microrganismos envolvidos na DA.

Figura 2- 4 Variações de temperatura aproximadas e temperaturas ótimas para o crescimento de várias espécies de microrganismos presentes nos processos anaeróbios.



Fonte: Adaptado de Madigan, Martinko e Parker (2003).

A maioria dos microrganismos são mesofílicos, crescendo melhor em temperaturas que variam entre 20 °C a 40 °C; sendo assim, os processos convencionais de digestão anaeróbia ocorrem nessa faixa de temperatura. Gavala et al. (2003) indicam que isso se deve principalmente em função do menor consumo de energia e da maior estabilidade do processo.

Em geral os processos termofílicos apresentam algumas vantagens cinéticas atrativas quando são comparados com os sistemas mesofílicos. A digestão em altas temperaturas desencadeia uma aceleração das reações bioquímicas e a uma maior degradação da matéria orgânica em comparação com o processo mesofílico. Segundo Rehm et al. (2000) apud Appels et al.(2008) as bactérias metanogênicas acetotróficas são as mais sensíveis aos incrementos de temperaturas e esta situação tem um efeito significativo na pressão parcial de H<sub>2</sub> nos digestores, uma vez que as reações endergônicas (aquém das condições padrões) – por exemplo, a quebra das cadeias do propionato em acetato, CO<sub>2</sub> e H<sub>2</sub>, tornar-se-iam energeticamente mais favoráveis a altas

temperaturas, enquanto que reações exergônicas (a metanogênese hidrogenotrófica, por exemplo) são menos favorecidas em altas temperaturas.

A eficiência na destruição de patógenos também é consideravelmente elevada nos processos termofílicos. Caso o objetivo seja produzir um resíduo digerido higienizado, a condição termofílica prevalece dada a impossibilidade de ocorrer a higienização em condição mesofílica, havendo a necessidade de pós-tratamento térmico do lodo (ZÁBRANSKÁ et al., 2000; CSIKOR et al., 2002). Estas características são de grande importância, pois permitem a utilização de um digestor com um menor volume e /ou operação com uma maior taxa de aplicação. A maior eficiência de degradação é associada a um maior nível de produção de biogás e um menor teor de sólidos voláteis no lodo digerido, o que representa uma menor produção de lodo estabilizado com melhor propriedade de desaguamento (DE LA RUBIA et al., 2005).

### 2.3.2 pH e alcalinidade

A maioria dos processos anaeróbios tem operação otimizada em um pH próximo a neutralidade. A ocorrência de mudanças da neutralidade pode ser provocada pela introdução de substrato aflrente ou pelo excesso de produção e acúmulo de ácidos ou álcalis resultantes da conversão da matéria orgânica, tais como os AOV ou a amônia, respectivamente (MALINA JR.; POHLAND, 1992).

Chernicharo (1997) ressalta que em digestores anaeróbios de alta carga de sólidos um valor adequado e estável do pH é obtido naturalmente, devido à predominância do sistema carbônico ( $H_2CO_3$ ,  $HCO_3^-$ ,  $CO_2^{2-}$ ) nos efluentes sanitários, conferindo uma capacidade tampão ao processo. Appels et al. (2008) destacam ainda que o pH do sistema é controlado principalmente pela concentração do  $CO_2$  na fase gasosa e pela alcalinidade parcial ou alcalinidade ao bicarbonato ( $HCO_3^-$ ) na fase líquida, além da interação com a amônia produzida na degradação de substratos proteicos. Ainda segundo os autores, uma concentração de alcalinidade total de 70 meqCaCO<sub>3</sub>/L (3500 mg·L<sup>-1</sup>) ou uma razão molar mínima de bicarbonato/ácidos orgânicos voláteis igual a 1,4:1 deve ser mantida para um processo de DA estável.

Ribas, Moraes e Foresti (2007) destacam a utilidade do método de Kapp para a determinação da alcalinidade de digestores anaeróbios. Os autores ressaltam que o método considera os valores de pKa dos ácidos acético, propiônico, butírico e valérico em torno de 4,75 e o pKa do sistema carbonato ( $HCO_3^-/CO_2$ ) cerca de 6,3. Assim podem ser

determinadas as alcalinidades ao bicarbonato, aos ácidos orgânicos e a alcalinidade total.

Segundo Chernicharo (1997) os microrganismos produtores de metano tem um crescimento ótimo na faixa de pH entre 6,6 e 7,4, embora se possa conseguir estabilidade na formação de metano numa faixa mais ampla de pH, entre 6,0 e 8,0. Valores de pH abaixo de 6,0 e acima de 8,3 devem ser evitados, visto que podem inibir completamente os microrganismos metanogênicos. O autor ressalta ainda que as bactérias produtoras de ácidos têm um crescimento ótimo na faixa de pH entre 5,0 e 6,0.

O controle de pH objetiva principalmente a eliminação do risco de inibição dos microrganismos metanogênicos, seja pelos baixos valores associados aos ácidos orgânicos voláteis produzidos durante a digestão anaeróbia, devido à inibição pela amônia (YENIGUN; DEMIREL, 2013) ou pelas mudanças bruscas de pH (choques de pH), visto que a recuperação do equilíbrio do sistema está relacionada à gravidade do dano causado ao microrganismo (RAJESHWARI et al., 2000). Deve-se considerar, porém que os diversos grupos microbianos envolvidos nos processos de DA apresentam características peculiares que requerem diferentes valores ideais de pH para cada grupo microbiano (CECCHI et al., 2005).

### 2.3.3 Potencial de oxirredução (ORP)

O potencial de redução e oxidação (redox) é um elemento essencial nos processos de DA. Segundo Wiebe et al. (1981) as meias reações (redução e oxidação) não ocorrem independentemente, isto é, uma reação de oxidação e uma reação de redução devem ocorrer para que o elétron liberado por um substrato possa ser aceito pelo outro. As Equações 7 e 8 mostram um exemplo para a metanogênese, a partir das meias reações e na Equação (9) a reação global.



O ORP indica a capacidade de redução do meio, sendo influenciado pela presença ou ausência de oxigênio molecular (CHERNICHARO, 1997). O valor é expresso em milivolts (mV) de oxigênio. Quanto menor a concentração de oxigênio mais redutor é o ambiente.

Um potencial de oxirredução negativo para a DA é fundamental, pois as bactérias anaeróbias só se multiplicam na ausência de oxigênio, com taxa de oxirredução compreendida entre -40 mV e -400 mV (BELLI FILHO, 1995; MALINA JR.; POHLAND, 1992).

### **2.3.4 Tempo de detenção hidráulica (TDH) e tempo de retenção de sólidos (TRS)**

O tempo de detenção hidráulica (TDH) e o tempo de retenção de sólidos (TRS, também denominado de tempo de retenção celular -  $\theta_c$ ) são dois parâmetros importantes na concepção de processos de tratamento biológicos.

O TDH indica o tempo em que a fração líquida dos resíduos permanece no reator em contato com a biomassa (METCALF; EDDY, 2014). O tempo necessário para atingir um determinado grau de tratamento depende da taxa de metabolismo microbiano. Segundo Miron et al. (2000), resíduos contendo compostos simples como o açúcar (facilmente degradável) requerem baixos TDH, enquanto que resíduos complexos como os compostos orgânicos clorados, são lentamente degradáveis e precisam de mais tempo para seu metabolismo.

O TRS controla a massa microbiana no reator para atingir um determinado grau de estabilização dos resíduos. TRS é uma medida da capacidade do sistema biológico para alcançar padrões específicos de efluentes e/ou manter uma taxa satisfatória de biodegradação de poluentes. A manutenção de um elevado TRS produz uma operação mais estável, maior tolerância a cargas de choque ou às substâncias tóxicas, e uma rápida recuperação da toxicidade (KHANAL, 2008).

No dimensionamento de reatores de mistura completa, o TDH é equivalente ao TRS, uma vez que esses sistemas não dispõem de mecanismos de retenção de sólidos (CHERNICHARO, 1997). Para Apples et al. (2008) digestores anaeróbios mesofílicos, sem recirculação ou retirada de sobrenadante, o menor TRS é de 10 dias, evitando-se assim a remoção de microrganismos do sistema, fenômeno conhecido como *wash-out*.

A influência do tempo de detenção hidráulica na eficiência do desempenho de processos anaeróbios geralmente é estudada em escala laboratorial; a redução do TRS de 35 dias para 12 dias em um experimento anaeróbio atestou a manutenção da capacidade do reator sem incidir em grandes reduções na eficiência de destruição de sólidos voláteis, resultando em um balanço energético positivo para o processo, haja vista que, quanto menor o TRS, maior é a quantidade de resíduo

tratado, maior é a geração de bicomcombustível (metano) e menor é o tempo necessário para o tratamento, utilizando-se do mesmo sistema anaeróbico (NGES; LIU, 2010).

No intuito de verificar a capacidade suporte do digestor, variações no tempo de detenção hidráulica e na carga orgânica afluyente (COV) podem ser efetuadas através de incrementos na concentração orgânica afluyente (sólidos totais voláteis, DQO, DBO, etc.) ou com a elevação da vazão de entrada de lodo com concentração constante e conseqüente redução no TDH operacional (MAHMOUD, et al., 2003). Considerando-se as dificuldades de controle da concentração afluyente em digestores anaeróbicos de lodo, sujeitos à eficiência da sedimentação nos decantadores secundários e adensadores, um controle do TDH através de mudanças na vazão afluyente ao digestor torna-se mais fácil e atrativo financeiramente.

### **2.3.5 Sistema de mistura para homogeneização do digestor**

A agitação tem a finalidade de manter uniforme a temperatura e a distribuição do substrato, além de reduzir a formação de espuma. Normalmente, em reatores anaeróbicos descontínuos, a agitação é realizada por meio da recirculação do biogás gerado podendo ser realizada também por meio de misturadores mecânicos (CHERNICHARO, 1997).

Em sistemas mecanizados de mistura, Metcalf e Eddy (2014) relatam que gradientes de velocidade ( $G$ ) entre 50 e 80  $s^{-1}$  são tipicamente aplicados em digestores anaeróbicos para se aproveitar as vantagens advindas dessa agitação.

Diversos autores apresentam o efeito da mistura no desempenho do processo biológico anaeróbico desenvolvido em reatores com regime hidráulico de alimentação contínua ou semicontínua (KARIM et al., 2005; KAPARAJU; ANGELIDAKI, 2008; KAPARAJU et al., 2008) além de reatores anaeróbicos com regime hidráulico de alimentação em batelada (RATUSZNEI et al., 2001; PINHO et al., 2004; NOVAES et al., 2010).

### **2.3.6 Ácidos orgânicos voláteis (AOV)**

Os AOV são as substâncias intermediárias mais importantes no processo da digestão anaeróbica produzidos pelas bactérias hidrolíticas e acidificantes. Entre os AOV produzidos durante a DA, os ácidos com duas até seis cadeias de carbono são os mais estudados, entre eles: ácido

acético, ácido propiônico, ácido isobutírico, ácido butírico, ácido isovalérico, ácido valérico, ácido isocapróico e ácido caprúico (GERARDI, 2003; WANG et al., 1999).

Em relação à estabilidade do processo de DA, considera-se não a concentração dos AOV, mas sim a sua variação: durante a fase de fermentação, uma maior quantidade de AOV será produzida. Estes ácidos serão consumidos durante a fase sucessiva. Em geral, observa-se um incremento nos AOV como consequência de um aumento na carga orgânica aplicada ao reator (CECCHI et al., 2005).

Para Wang et al. (1999) os AOV podem causar desequilíbrio no ambiente anaeróbio se presentes em elevadas concentrações, resultando na redução do pH podendo levar à paralisação das reações metabólicas. A variação da concentração dos AOV é, portanto uma importante variável relativamente ao desempenho do processo anaeróbio. Os autores ressaltam ainda que a relação entre os ácidos orgânicos voláteis, a alcalinidade e o pH é tão importante que essas três variáveis demandam discussão conjunta.

O efeito inibitório dos AOV é intensificado pelo pH, tal que, em  $\text{pH} < 7$ , a concentração limite para inibição é acima de  $1000 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$  de ácido acético. Para os ácidos isobutírico e isovalérico, este limite é reduzido para  $50 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$  e se reduz ainda mais para o ácido propiônico, fortemente inibidor das reações anaeróbias em concentrações de  $5 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$  (DEUBLEIN e STEINHAUSER, 2008).

Leite et al. (2013a) avaliaram a dinâmica dos AOV na estabilidade operacional de um digestor mesofílico de lodo de ETE operado sob condição de redução gradual do TDH e verificaram que esta estratégia operacional prejudicou o balanço entre produção e consumo de ácido acético o qual não foi inferior a  $600 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$  entre 15 e 7 dias de TDH. Entretanto os autores mantiveram o digestor sob TDH constante de 7 dias e obtiveram as menores concentrações residuais de ácido acético e elevada composição de metano no biogás o que ressalta a necessidade de manutenção dos requisitos ambientais para a obtenção de máxima produtividade da DA.

### 2.3.7 Nutrientes

As concentrações de carbono e nitrogênio desempenham condição essencial na DA, sendo que estes elementos constituem um fator limitante; o carbono representa a fonte de energia para os microrganismos e o nitrogênio dá suporte ao crescimento bacteriano (GERARDI, 2003).

Além dos macronutrientes necessários à atividade bacteriana, alguns micronutrientes em pequenas concentrações são essenciais no ambiente anaeróbio para viabilizar reações enzimáticas do metabolismo bacteriano. Estes elementos são também denominados de elementos traços e representam 4% do peso seco das células. Entre os elementos traços considerados necessários para a atividade das bactérias metanogênicas, encontram-se o ferro, níquel, magnésio, cálcio, sódio, bário, tungstênio, molibdato, selênio e cobalto (METCALF; EDDY, 2014).

Nitrogênio, fósforo são os principais constituintes das células bacterianas e podem estimular positivamente a produção de metano a partir da matéria orgânica carbonácea. A baixa velocidade de crescimento dos microrganismos anaeróbios, quando comparada com a dos aeróbios, resulta em menor demanda nutricional. Em geral, admite-se que a relação DQO:N:P de 300:5:1 é suficiente para atender às necessidades de macronutrientes dos microrganismos anaeróbios formadores de metano (ANNACHHATRE, 1996).

## 2.4 CLASSIFICAÇÃO DOS DIGESTORES ANAERÓBIOS

Os sistemas anaeróbios de tratamento podem ser classificados em reatores anaeróbios convencionais, reatores com retenção de lodo, biorreatores anaeróbios com membranas e reatores anaeróbios com grânulos (MAO et al., 2015). Os sistemas convencionais são caracterizados pela operação com baixa carga orgânica volumétrica (COV) e de reduzida atividade metabólica (CHERNICHARO et al., 1997). Vandevivere, De Baere e Verstraete (2002) sugerem dividir os tipos de digestores anaeróbios em sistemas de um estágio, dois estágios e batelada. Ainda segundo os autores, a escolha de um destes sistemas dependerá de uma série de fatores econômicos, técnicos e ambientais.

De acordo com Chernicharo (1997) e Metcalf e Eddy (2014) dependendo da existência de dispositivo de mistura e do número de estágios, três principais configurações de digestores normalmente são utilizados em escala real: digestor anaeróbio de baixa carga de sólidos, digestor anaeróbio de um estágio e alta carga de sólidos e digestor anaeróbio de dois estágios e alta carga de sólidos. Ainda segundo Cecchi et al. (2005) estes digestores são normalmente aplicados em reatores com regime de alimentação contínua ou semicontínua providos de TDH igual ao valor do TRS.

### 2.4.1 Sistemas de um estágio

#### *Digestor anaeróbio de baixa carga*

Os digestores anaeróbios de baixa carga de sólidos são enquadrados como sistemas convencionais (descontínuos e sem agitação) muito utilizados em comunidades rurais de países em desenvolvimento. Este tipo de digestor apresenta TDH operacional entre 24 a 42 dias para promover a biodegradação do resíduo orgânico. O tanque séptico e o tanque Imhoff, usados desde o século 19 para tratamento de dejetos animais e humanos, são exemplos deste tipo de digestores (ABBASI; TAUSEEF; ABBASI, 2012).

Reatores de único estágio normalmente são empregados no processo de DA de baixa carga. A degradação da matéria orgânica do substrato, o adensamento, e a formação de sobrenadante sucedem em um único reator. Nestes digestores, a COV deve ser inferior ou igual a 1,2 kg SV/m<sup>3</sup>.d. No reator não há sistema de mistura, assim há formação das seguintes zonas: zona de lodo digerido, zona principal de lodo em digestão, zona de sobrenadante e zona superior de acumulação de gás. Os digestores de baixa carga detêm uma má utilização do seu volume em função das suas zonas serem estratificadas, sendo a região de atividade biológica propriamente dita, reduzida a 50% da capacidade total da unidade (MALINA JR; POHLAND, 1992).

De acordo com Aisse et al (2015) quando a implantação de rede coletora de esgoto e todos seus componentes se torna muito onerosa, especialmente em zonas periféricas de baixas densidades demográficas, o uso de reatores do tipo tanque séptico ainda é muito comum no contexto brasileiro.

#### *Digestor anaeróbio de alta carga*

Os digestores de baixa carga apresentavam reduzida eficiência visto que sua eficiência limitava-se na degradação dos sólidos orgânicos na zona de digestão, desprezando-se assim a fração orgânica em suspensão. Diante da necessidade de estabelecer um maior contato da biomassa no fundo do digestor com todo seu volume útil e assim elevar a eficiência de degradação da matéria orgânica, no ano de 1950 foram desenvolvidos digestores dotados de agitação mecânica (ABBASI; TAUSEEFF; ABBASI, 2013).

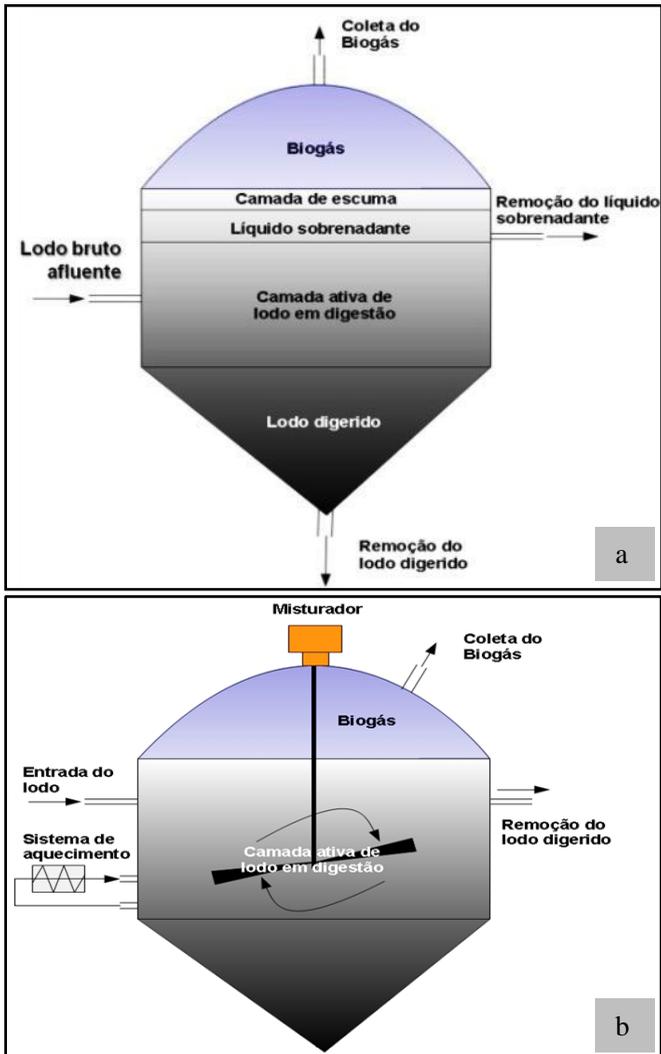
O segundo tipo de digestores anaeróbios é conhecido como sistemas de um estágio e alta carga de sólidos. Em geral, reatores do tipo

de mistura completa (*continuous stirred tank reactor* – CSTR) são empregados com esta finalidade. Segundo Metcalf e Eddy (2014) diversas são as características dos digestores anaeróbios de alta carga de sólidos e único estágio, entre elas: a carga de aplicação de sólidos (maior que para taxas convencionais), a existência de sistema de mistura eficiente (misturadores mecânicos ou recirculação do biogás) e presença de sistema de aquecimento para o controle de temperatura reacional.

Em escala real, a regulação da temperatura operacional de digestores anaeróbios pode ser alcançada externamente ou internamente ao digestor. No primeiro caso, normalmente a água utilizada para diluição do substrato (no controle da COV e TDH aplicados, por exemplo) é aquecida. O substrato diluído pode também ser aquecido em trocadores de calor previamente à alimentação do reator. No caso do aquecimento interno, além do uso de trocadores de calor, a injeção direta de vapor no digestor pode ser utilizada. É necessário neste caso o uso de um sistema de mistura eficiente para evitar o superaquecimento do substrato evitando assim o choque térmico dos microrganismos e a sua inibição completa (CECCHI et al., 2005).

As informações quanto à retirada de sobrenadante e espuma em digestores de um estágio e alta carga são diversas, dependendo fundamentalmente do design do digestor. Alguns digestores possuem saída de sobrenadante o qual pode recircular para o tratamento biológico, dada à alta concentração residual de sólidos suspensos e matéria orgânica neste resíduo. Outros digestores não possuem sistema de separação de espuma e de sobrenadante (METCALF; EDDY, 2014). A Figura 2- 5 mostra a representação esquemática de digestores anaeróbios de um estágio para digestão de lodos.

Figura 2- 5 Representação de digestor anaeróbio de um estágio e baixa carga (a) e de alta carga de sólidos (b).



Fonte: Adaptado de Deublein e Steinhauser (2008).

## 2.4.2 Sistemas de dois estágios e alta carga

Uma importante vantagem associada aos processos de DA é a possibilidade de controlar o processo em cada uma das suas fases metabólicas. Porém cada grupo microbiano é caracterizado por uma cinética específica de crescimento, diferentes necessidades nutricionais e ainda apresentam diferentes sensibilidades aos diversos fatores ambientais (especialmente pH, temperatura e amônia). O desenvolvimento das reações bioquímicas em um único ambiente não simula portanto as condições ideais de crescimento para os diversos microrganismos. Neste sentido, a partir dos anos 70, começou-se a pensar na separação das fases da DA em 2 estágios sucessivos: uma fase hidrolítica e fermentativa (primeira fase) e uma fase metanogênica (segunda fase) (DICHTL, 1997; CECCHI et al., 2005).

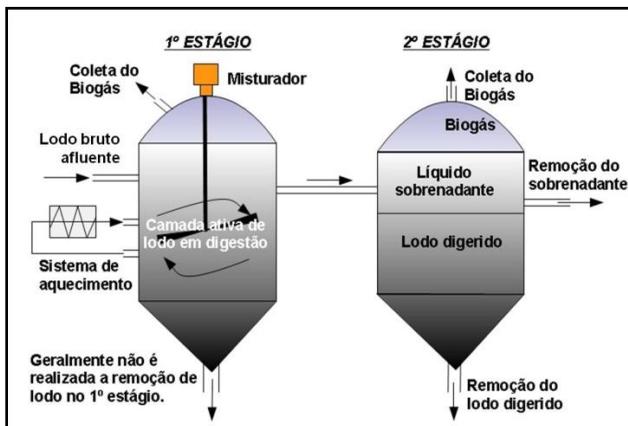
A opção por sistemas de DA em duas fases separadas é oriundo da premissa que o metabolismo anaeróbio na conversão da matéria orgânica em biogás é mediado por uma sequência de reações bioquímicas desenvolvidas por diferentes comunidades microbianas (Figura 2- 3): a separação das fases se baseia portanto na separação da hidrólise + acidogênese da acetogênese + metanogênese. Fisicamente, o sistema é composto por dois reatores que operam em série onde o efluente da primeira fase hidrolítica-fermentativo serve de substrato para o digestor metanogênico.

Visto que as cinéticas que caracterizam as reações de hidrólise e acidogênese são superiores àquelas das reações metanogênicas o reator hidrolítico-fermentativo apresenta menor volume útil em relação ao reator da segunda fase (PARANJPE et al., 2012; SCHIEVANO et al., 2014). A primeira fase é aquecida para maximizar as reações das bactérias hidrolíticas e acidogênicas. Na segunda fase é facultado o uso de misturadores e dispositivos de aquecimento devido às reações exotérmicas naturais derivadas da formação do metano (MATA-ALVAREZ, 2003). Os tipos de reatores mais empregados como segundo estágio são os reatores UASB, CSTR e reatores de biomassa fixa (EPA, 2006). A Figura 2- 6 apresenta uma representação esquemática de digestor de dois estágios.

Metcalf e Eddy (2014) ressaltam a possibilidade de desenvolvimento do processo de DA com fases de temperatura diversas. Este tipo de sistema consiste no uso de digestores de dois estágios no qual cada reator funciona com uma temperatura operacional diferente do outro. Esta tecnologia é denominada digestão anaeróbia com fases de temperatura (*temperature-phase anaerobic digestion* – TPAD) nos

Estados Unidos e sistemas de estabilização anaeróbia termofílica/mesofílica (*Anaerobic Stabilization Thermophilic/Mesophilic System – ASTM*) na Europa (OLES; DICHTL; NIEHOFF, 1997). Segundo Gerardi (2003) geralmente esses sistemas são a combinação da DA mesofílica e termofílica no primeiro e segundo estágios respectivamente, no entanto, diversas configurações podem ser estabelecidas. Bolzonella et al. (2012) atestaram a aplicação de um processo ASTM no qual um estágio hipertermofílico (temperatura superior a 60°C) antecedeu um estágio metanogênico termofílico na DA de lodos de ETE.

Figura 2- 6 Representação esquemática de digestor de alta carga e dois estágios.



Fonte: Adaptado de Deublein e Steinhauser (2008).

Estudos realizados por Viéitez e Ghosh (1997) para o tratamento anaeróbio de lodo biológico secundário apontam um melhor desempenho da DA em dois estágios em relação ao processo em um estágio quanto à redução dos sólidos voláteis, a produtividade de metano e a concentração de AOV no lodo digerido efluente. O estudo verificou ainda que o sistema de dois estágios operado com TDH de 15 dias apresentou capacidade de degradação equivalente a quantidade de sólidos voláteis degradado em reator de estágio único operado porém com maior TDH (17 dias).

Para Rubio Loza et al. (2010) a aplicação de digestores de alta carga com dois estágios pode aumentar a estabilidade operacional, reduzindo problemas de formação de espuma, melhorando as condições ambientais para os microrganismos acidogênicos e metanogênicos,

reduzindo o volume útil do sistema bem como os custos operacionais da sua operação. Um maior volume de biogás pode ser recuperado pelos sistemas de dois estágios, comparando-se com os de um estágio, o que pode compensar, por exemplo, na energia necessária para manter um processo de digestão termofílica (GHOSH et al., 1995).

Segundo Van Ginkel e Logan (2005), dependendo do substrato aplicado ao sistema de dois estágios, cerca de 15% da energia pode ser recuperada no primeiro estágio na forma de  $H_2$  com TDH inferiores à 4 dias. Os autores ressaltam ainda que o efluente do primeiro estágio apresenta ainda 80 a 90% da DQO inicial na forma de AOV e de compostos orgânicos de pequena cadeia carbônica. Desta forma as maiores eficiências dos sistemas de dois estágios referem-se, sobretudo ao favorecimento da cinética das reações bioquímicas no segundo estágio visto que o substrato estará mais disponível para os organismos metanogênicos.

A digestão anaeróbia de dois estágios tem sido reportada como uma biotecnologia viável para a coprodução de hidrogênio e metano além de aumentar a eficiência global do processo, em termos das eficiências de biodegradação. Além disso, o enriquecimento de diferentes grupos microbianos em cada reator pode aumentar a conversão de substratos, a redução da DQO e a recuperação de energia (THOMPSON, 2008). A acidificação controlada no primeiro digestor ajuda a manter uma composição constante que alimenta o digestor metanogênico subsequente evitando assim a sobrecarga ou inibição da atividade da biomassa metanogênica (DEMIREL; YENIGUN, 2002; SCHIEVANO et al., 2012).

O uso de um sistema de reatores de múltiplos estágios pode integrar a fermentação ácida (acidogênese), a produção de etanol e butanol (solventogênese) seguido pela produção de metano (metanogênese) facilitada pelo uso de bactérias do gênero clostridium. Silva et al. (2015) obtiveram um arranjo microbiano adequado para a produção de ácidos e solventes durante o tratamento de efluente sintético à base de sacarose suplementado com agente alcalino bicarbonato de sódio.

## 2.5 DIGESTÃO ANAERÓBIA DE LODO SECUNDÁRIO DE ETE

A DA é comumente implementada no tratamento de lodo secundário (LS) com intuito de estabilizar os sólidos e reaproveitar a energia do biogás resultante. A DA de LS proporciona a redução dos

custos da ETE e é considerada referência e parte essencial da ETE moderna (JENICEK et al., 2013; MAO et al., 2015).

Embora a DA se enquadre como uma das mais antigas técnicas desenvolvidas dentro do gerenciamento do lodo, grandes progressos quanto ao entendimento do controle operacional do processo, a configuração e o dimensionamento dos reatores e a valorização dos subprodutos do processo já foram realizados (DE LA RUBIA et al., 2013). Devido à ênfase na conservação e recuperação de energia e na conveniência de se obter um uso benéfico do biossólido residual, a DA continua a dominar os processos de estabilização de lodos. Além disso, a digestão anaeróbia de lodos de esgotos pode em muitos casos, produzir gases suficientes para suprir a demanda de energia do processo e assim valorizar esse resíduo orgânico (DEUBLEIN; STEINHAUSER, 2008).

As principais vantagens e desvantagens da DA de LS quando comparada a outros métodos de estabilização deste resíduo são (JENICEK et al., 2012):

- Produção de biogás: a energia consumida para promover o aquecimento do substrato e manter os sistemas de agitação e bombeamento funcionais corresponde em até 30% da energia produzida pelo digestor por meio da queima do biogás. A energia excedente pode ser usada para gerar eletricidade e/ou aquecimento para outras unidades da ETE;
- Redução da massa e do volume de lodo: a destruição dos sólidos que alimentam o digestor é normalmente entre 25-50% e pode resultar na redução dos custos da disposição final desse resíduo;
- Estabilização: o lodo estabilizado apresenta odor menos nocivo e menor potencial de putrefação. Contem ainda nutrientes tais como, nitrogênio e fósforo assim como material orgânico que pode melhorar a fertilidade e textura de um solo;
- Higienização: a inativação e a redução da concentração de microrganismos promove a qualidade microbiológica do lodo digerido, especialmente quando a DA é conduzida em condições termofílicas.

No Brasil, a NBR 12.209/2011 (ABNT, 2011) admite para digestores sem controle de temperatura, remoções de 30 a 40% dos sólidos voláteis presentes no lodo. Este valor tem sido reportado como praticável pelas experiências de DA de lodos (primários, secundários ou a mistura deles) no país (SILVA; VON SPERLING; OLIVEIRA FILHO, 2007; BATISTA, 2015).

Na Tabela 2- 7 são descritos resumidamente algumas características ambientais e condições operacionais que influenciam as reações biológicas na DA de lodos secundários.

Tabela 2- 7 Fatores ambientais e condições operacionais ótimas e extremas para a ocorrência da digestão anaeróbia de LS.

<i>Variável</i>	<i>Ótimo</i>	<i>Extremo</i>
pH	6,8 – 7,4	6,3 – 7,9
Potencial redox (mV)	-400 a -480	-490 a -550
AOV (mg/l de ácido acético)	48 a 480	> 2.100
Alcalinidade total (mg/L CaCO <sub>3</sub> )	1.300 – 3.000	1.000 – 5.000
COV aplicada (kgSV/m <sup>3</sup> .d)		
Mesofílico	0,8 – 2,0	0,4 – 6,4
Termofílico	1,5 – 5,0	1,0 – 7,5
Temperatura (°C)		
Mesofílico	35	40
Termofílico	55	57
TDH (dias)		
1 estágio	25	7 – 30
Fermentador + Metanogênico	3 +17	1+15
Composição do biogás (%)		
CH <sub>4</sub>	65 – 70	60 – 75
CO <sub>2</sub>	30 – 35	25 – 40

Fonte: Adaptado de Khanal (2008) e Apples et al. (2008).

Como visto anteriormente, digestores anaeróbios podem apresentar um ou mais estágios e normalmente desenvolvem reações bioquímicas nas faixas de temperatura mesofílica ou termofílica. A escolha da configuração do digestor normalmente é realizada com base nas características do substrato a ser degradado, visto que posteriormente o processo será conduzido com base nas cargas orgânicas a serem aplicadas, nos tempos de detenção hidráulica, no rendimento em biogás e na qualidade do lodo digerido. Desta forma, a seguir serão apresentadas e caracterizadas algumas configurações de digestores anaeróbios empregados para a estabilização de LS desenvolvidos na presente pesquisa.

### **2.5.1 Digestão anaeróbia mesofílica e termofílica de LS em reator de único estágio e alta carga de sólidos**

A DA mesofílica há muito tempo é predominante no tratamento de LS, principalmente em virtude do maior uso de processos e operações unitárias nesta faixa de temperatura, no contexto da indústria do tratamento das águas residuárias. Outras razões associadas são a menor necessidade de aquecimento do reator e a maior estabilidade operacional. Entretanto, a digestão anaeróbia termofílica sempre apresentou um grande valor na estabilização de resíduos orgânicos como o LS. Na Europa, excluindo-se o período entre os anos de 2005 e 2007 quando um grande número de digestores mesofílicos foi instalado, cerca de 30 a 40% dos digestores anaeróbios instalados anualmente apresentaram temperatura operacional termofílica (DE BAERE; MATTHEUWS, 2012).

A aplicação de processos mesofílicos e termofílicos em estágio único utilizam somente um reator para as fases de acidogênese e metanogênese o que reduz a demanda por área superficial para sua implantação. A DA mesofílica proporciona a recuperação de biogás e adequado nível de estabilização do LS. Entretanto o acúmulo de AOV é incipiente neste caso o que pode limitar a produção de biogás. Por sua vez, o processo termofílico acelera as reações de fermentação e aumenta a concentração de AOV no meio reacional, viabilizando uma boa estabilidade operacional quando controlado adequadamente (SONG; KWON; WOO, 2004; HAO; WANG, 2015). Entretanto, altas concentrações de AOV fortemente odorantes podem ser detectadas no lodo digerido quando o processo de DA apresenta instabilidades operacionais (WEF, 1987; DICHTL, 1997). Um metabolismo estável e controlado favorece, portanto a copresença de bactérias fermentativas e

as arqueas metanogênicas em sintrofia garantindo a degradação do LS à  $\text{CH}_4$  e  $\text{CO}_2$ . Desta forma, o controle da estabilidade do processo de DA de LS em 1 estágio deve ser preciso e constante para evitar a inibição de um ou mais grupos microbianos.

A inibição pela amônia livre ( $\text{NH}_3$ ) é mais comum em processos termofílicos que nos processos mesofílicos. A concentração da  $\text{NH}_3$  é função de outras três variáveis: pH, temperatura e amônia total. Sabendo-se que o  $\text{pK}_a$  da amônia é inversamente proporcional à temperatura (Equação 10), uma elevação no pH pode resultar em maior toxicidade pelo  $\text{NH}_3$  devido ao deslocamento do equilíbrio químico com a amônia ionizada ( $\text{NH}_4^+$ ). A consequente instabilidade do processo normalmente conduz ao acúmulo de AOV os quais resultam na redução do pH, reequilibrando o sistema  $\text{NH}_4^+/\text{NH}_3$  no digestor. A interação entre  $\text{NH}_3$ , AOV e pH pode conduzir a DA a um “estado estacionário inibido” no qual o processo de digestão do substrato avança porém com menor produtividade de biogás (APPELS et al., 2008; CHEN; CHENG; CREAMER, 2008).

$$\text{NH}_3 = \frac{\text{T-NH}_3}{1 + \frac{\text{H}^+}{\text{k}_a}} \quad (10)$$

onde,  $[\text{T-NH}_3]$  é a concentração total de amônia e  $\text{k}_a$  é constante de dissociação ( $38,3 \times 10^{-10}$  a  $55^\circ\text{C}$ )

O controle da velocidade e da eficiência da DA na estabilização de LS depende de diversos fatores do processo: a temperatura operacional, a presença de substâncias tóxicas no lodo, o pH e alcalinidade do reator, o TDH e a COV aplicadas. O uso de digestores de estágio único para o tratamento de LS deve considerar um equilíbrio dos fatores ambientais para viabilizar termodinamicamente as reações bioquímicas das 4 etapas do metabolismo anaeróbio (Figura 2- 3). Em relação ao pH, por exemplo, cada grupo de microrganismo apresenta um pH ótimo que maximiza as cinéticas das reações (METCALF; EDDY, 2014; CECCHI et al., 2005):

- Metanogênicos: pH 7 – 8 ideal, pH 6,5 – 8,5 operacional
- Fermentativos: pH 5 – 7 ideal
- Hidrolíticos: pH 5 – 7 ideal

A Tabela 2- 8 apresenta um panorama de aplicações da DA de LS em reator de estágio único.

Tabela 2- 8 Pesquisas sobre o uso da digestão anaeróbia em único estágio para tratamento de lodos de ETE.

Vol. <sup>1</sup>	COV	TDH	ST	SV %	Rem. SV	SGP	SMP	Ref. <sup>3</sup>
<i>Operação em temperatura mesofílica</i>								
7	0,7	20	22	63	37	0,27	0,17	[1]
7	1,4	10	22	63	33	0,26	0,16	[1]
7	2,8	8	50	56	30	0,26	0,17	[1]
7	3,9	5	29	63	36	0,21	0,12	[2]
7	10	3	47	66	18	0,13	0,06	[2]
6	4	30	200	57	38	0,36	0,24	[3]
6	5	20	200	57	32	0,30	0,19	[3]
6	8,5	12	200	57	27	0,26	0,17	[3]
1300	2,2	20	58	80	36	0,33	0,20	[4]
2200 <sup>2</sup>	1	22	27	66	15	0,18	0,11	[5]
<i>Operação em temperatura termofílica</i>								
7	1,2	10	29	63	29	0,10	0,05	[2]
7	2,5	10	47	66	31	0,18	0,09	[2]
7	1	15	22	63	43	0,26	0,16	[1]
7	1,8	8	22	63	42	0,44	0,22	[1]
7	3,7	8	50	56	38	0,30	0,21	[1]
1300	2,3	20	58	80	48	0,45	0,28	[4]
2	1,4	20	90	75	48	0,56	0,33	[6]
2	3,0	9	100	75	36	0,44	0,27	[6]

<sup>1</sup>Vol.: volume do reator (L); COV: carga orgânica volumétrica (kgSV/m<sup>3</sup>.d); TDH: tempo de detenção hidráulica (dia); ST: concentração de ST do substrato (g/Kg ou g/L); SV%: fração orgânica do ST (%); Rem. SV: Eficiência de remoção de SV (%); SGP: produção específica de biogás (m<sup>3</sup>/KgSV<sub>adicionado</sub>); SMP: produção específica de metano (m<sup>3</sup>CH<sub>4</sub>/KgSV<sub>adicionado</sub>).

<sup>2</sup> Volume em metros cúbicos (m<sup>3</sup>).

<sup>3</sup>Referências:[1] Braguglia et al. (2015) [2] Gianico et al. (2015) [3] Dai et al. (2013) [4] Bolzonella et al. (2012) [5] Bolzonella et al. (2005) [6] Nges e Liu (2010).

## 2.5.2 Digestão anaeróbia termofílica de LS em reator de duplo estágio e alta carga de sólidos

O processo de DA com 2 estágios para o tratamento de LS apresenta uma grande vantagem visto que a hidrólise do floco de lodo

ativado é limitante ao metabolismo anaeróbio. Assim, a separação de fases otimiza as reações hidrolíticas e fermentativas viabilizando a cinética de degradação dos demais grupos microbianos (RUBIO-LOZA; NOYOLA, 2010). Esta configuração apresenta um importante interesse na estabilização de LS visto que este resíduo apresenta relativamente baixa biodegradabilidade especialmente quando produzido em processos de lodo ativado de alto TRS (como os reatores a lodo ativado de aeração prolongada) (MAO et al., 2105).

A otimização das etapas da hidrólise e acidogênese proporcionadas pela configuração de 2 estágios permite a melhora da solubilização do lodo secundário e o incremento na produção de AOV favorecendo a fase metanogênica. Analisando-se a Figura 2- 2b é possível observar as rotas metabólicas da degradação do substrato orgânico na ausência de microrganismos metanogênicos, isto é, a simulação do reator hidrolítico-acidogênico. A separação das fases é, portanto, o mecanismo fundamental para processos de DA em dois estágios para viabilizar principalmente a produção de AOV, H<sub>2</sub> e CO<sub>2</sub> no primeiro estágio e CH<sub>4</sub> e CO<sub>2</sub> no segundo estágio (DEMIREL; YENIGÜN, 2002).

Carboidratos, lipídios e proteínas são os principais constituintes do lodo secundário. No primeiro estágio, os carboidratos são fácil e rapidamente hidrolisados e convertidos em açúcares mais simples e subsequentemente fermentados em AOV. As proteínas são hidrolisadas em aminoácidos e posteriormente degradadas em AOV e H<sub>2</sub>. A forma predominante dependerá da presença da enzima hidrogenase (para formação de hidrogênio) ou da atividade dos microrganismos metanogênicos no reator. No caso dos lipídios, os triglicerídeos são hidrolisados em ácidos orgânicos de longa cadeia e posteriormente convertidos em acetato e propionato (MIRON et al., 2000). É importante ressaltar que estas reações também ocorrem em reatores de estágio único apresentando, porém, menores rendimentos cinéticos.

A segunda fase é dedicada à acetogênese e à metanogênese, fases cujas velocidades de reação são mais lentas que por conseguinte demandam maiores valores de TDH em relação à primeira fase. No segundo estágio, a velocidade limitante será determinada pelo crescimento da biomassa metanogênica (CECCHI et al., 2005; APPLES et al., 2008). Com maiores tempos de detenção hidráulica, o reator de 2º estágio degrada maior quantidade de AOV liberando maior quantidade de CO<sub>2</sub> que fornece alcalinidade parcial ao sistema (alcalinidade ao bicarbonato, HCO<sub>3</sub><sup>-</sup>). Este sistema eleva a capacidade tampão do reator e mantém o seu pH na ordem de 7,5 a 8,0.

Ainda no segundo estágio a amônia pode se tornar um fator de redução da produção de biogás e de metano. Em condição termofílica, concentrações superiores a 700mg/L são apontadas como inibentes da atividade dos microrganismos metanogênicos (YENIGÜN; DEMIREL, 2013).

Um importante aspecto relacionado ao processo de DA termofílico em 2 estágios refere-se à qualidade microbiológica do lodo digerido. Processos termofílicos podem ser enquadrados como geradores de lodos classe A pela norma norte americana EPA 40 CFR Parte 503 (EPA, 1992). Entretanto, o processo realizado em estágio único é considerado potencialmente instável e, portanto, não se inclui como uma alternativa tecnológica de produção de lodo classe A por esta norma (CHEUNBARN; PAGILLA, 2000). A legislação europeia (Diretiva 86/278/EEC) por sua vez não faz exigências quanto à qualidade microbiológica para o reúso agrícola do lodo digerido, estabelecendo limites apenas para a concentração de metais pesados.

A Tabela 2- 9 exhibe um panorama de aplicações da tecnologia anaeróbia em lodos de esgotos sanitários e outros resíduos orgânicos em digestão simples ou codigestão sob temperatura termofílica.

Tabela 2- 9 Pesquisas sobre o uso da digestão anaeróbia termofílica em dois estágios para tratamento de lodos de ETE e outros resíduos orgânicos.

Substrato	Vol. <sup>1</sup>	COV	TDH	Rem. SV	SGP	SMP	Ref. <sup>7</sup>
LP+LS	3,7+5,0	9,7+2,0	3+13	17/31	0,14	0,07	[1]
LP+LS	3,7+5,0	9,7+2,0	3+10	18/32	0,09	0,05	[1]
LS	200+1300	15,0+2,3	2+18	48/55	0,49	0,31	[2]
LS <sup>2</sup>	3+12	9,0+1,7	3+12	13/50	0,13	0,09	[3]
LS <sup>2</sup>	5+14	4,5+1,8	5,5+15,5	58 <sup>3</sup>	0,43	0,27	[4]
LP+LS <sup>4</sup>	7,5+42	5,3+1,0	5+25	25/32	0,33	0,22	[5]
LP+LS	7,5+42	8,7+1,3	3+17	21/31	0,28	0,19	[5]
LP+LS	7,5+42	12,8+2,2	2+10	26/35	0,30	0,20	[5]
FORSU <sup>5</sup>	200+380	18,4+4,8	3,3+12,6	43/52	0,71	0,47	[6]
DS <sup>6</sup> +FORSU	2+15	11,2+1,1	3+22	48/60	0,68	0,46	[7]

<sup>1</sup> Vol.: volume do reatores 1ª fase+2ª fase (L); COV: carga orgânica volumétrica (kgSV/m<sup>3</sup>.d); TDH: tempo de detenção hidráulica (dia); Rem. SV (2ª fase/global): Eficiência de remoção de SV (%); SGP: produção específica de biogás 2ª fase (m<sup>3</sup>/KgSV<sub>adicionado</sub>); SMP: produção específica de metano 2ª fase (m<sup>3</sup>CH<sub>4</sub>/KgSV<sub>adicionado</sub>).

<sup>2</sup> 1ª fase termofílica e 2ª fase mesofílica.

<sup>3</sup> Eficiência global (1ª fase+2ª fase).

<sup>4</sup> Temperatura mesofílica para ambas as fases.

<sup>5</sup> FORSU: Fração orgânica dos resíduos sólidos urbanos.

<sup>6</sup> DS: Dejetos suínos.

<sup>7</sup> Referências: [1] Rubio-Loza e Noyola (2010) [2] Bolzonella et al. (2012) [3] Wu et al. (2015) [4] Song et al. (2004) [5] Maspolim et al. (2015) [6] Micolucci et al. (2014) [7] Schievano et al. (2012).

### 2.5.3 Reaproveitamento energético do biogás

Segundo Deublein e Steinhauser (2008), a energia consumida por uma planta de biogás, nas etapas de aquecimento do substrato, agitadores, bombeamento, entre outras, corresponde entre 20 e 30% da energia produzida pela planta por meio da queima do biogás.

O metano puro, nas condições normais de temperatura e pressão (CNTP), possui poder calorífico inferior (PCI) de aproximadamente 8.116 kcal/Nm<sup>3</sup>. O biogás com 65% de CH<sub>4</sub> possui PCI de aproximadamente 5.400 kcal/m<sup>3</sup>, uma vez que apenas a porção de metano irá queimar. Para fins comparativos, 1,0 m<sup>3</sup> de biogás com 65% de metano equivale a 0,6 m<sup>3</sup> de gás natural; 0,882 litros de propano; 0,789 litros de butano; 0,628 litros de gasolina; 0,575 litros de óleo combustível; 0,455 kg de carvão betuminoso ou 1,602 kg de lenha seca (ROSS; DRAKE; WALSH, 1996).

No Brasil, por conta da matriz energética estar fundamentada na energia hídrica, não houve incentivo no desenvolvimento de novas formas de energia elétrica. Além disto, o próprio setor privado manifestou interesse limitado em tais investimentos oriundos de fontes diversas das tradicionais por conta de uma série de particularidades como: o elevado custo do capital nacional; limitada capacidade para o desenvolvimento de projetos de financiamento externo; limitadas fontes de pesquisas tecnológicas; e restrições por barreiras regulatórias, principalmente no caso das fontes renováveis, pois estas geralmente transitam por diversos âmbitos da administração pública (MMA, 2010).

Nos casos em que há cogeração de energia elétrica e térmica utilizando-se um sistema combinado de geração de calor e energia (*combined heat and power* - CHP), o biogás produzido pode ser utilizado internamente na ETE como fonte de calor e energia elétrica. O gerador produz a energia elétrica enquanto que o líquido de resfriamento proveniente dos trocadores de calor do motor assim como os gases com alta temperatura podem ser utilizados para o aquecimento do lodo ou do digestor. Nos casos em que a produção de energia elétrica é superior à energia requerida para a manutenção da ETE, o excedente pode ainda ser comercializado.

A valorização do biogás produzido nos processos de AD (apresentando cerca de 65% de CH<sub>4</sub>, 35% de CO<sub>2</sub> e demais gases traços como H<sub>2</sub>S, H<sub>2</sub> e N<sub>2</sub>) é energeticamente eficiente e ecológico devido à baixa emissão de micropoluentes tóxicos. O uso de uma unidade CHP oferece entre 33% e 40% de eficiência elétrica e 45% e 50% de eficiência térmica. Diferentemente dos incineradores, as emissões de compostos orgânicos voláteis como as dioxinas e os siloxanos são bastante limitadas já que 99% destes compostos são oxidados durante a combustão (APPELS et al., 2011).

Alternativamente, o biogás pode ser enriquecido (*gas upgrading*) e usado na rede de abastecimento de gás natural domiciliar ou como combustível veicular. Padrões de qualidade para a inserção do biogás enriquecido na rede pública de gás já foram estabelecidos em países como Alemanha, Suécia e Suíça. O upgrading do biogás é alcançado através do uso de tecnologias para a remoção de contaminantes, tais como: CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>S e gases traços (derivados halogenados dos hidrocarbonetos, siloxanos, oxigênio, nitrogênio). O biogás resultante deve conter mais que 95% de CH<sub>4</sub> para satisfazer os requisitos de qualidade para diferentes usos (MAO et al., 2015).

#### **2.5.4 Tendência de desidratação do lodo digerido**

O gerenciamento adequado do lodo de ETE apresenta como resultado a obtenção de uma reduzida quantidade desse resíduo para a disposição final. O lodo residual pós-processos de estabilização e desidratação apresenta baixa quantidade de SV e alta quantidade de matéria seca. Uma elevada eficiência na etapa de desidratação através do mínimo uso de condicionante é também característica de um apropriado manejo do lodo (MIKKELSEN; KEIDING, 2002).

De acordo com Smollen (1986a) um processo de desidratação mecânica frequentemente não consegue reduzir, por exemplo, a umidade do lodo de 85% 55% mesmo com a adição de condicionantes químicos. Consequentemente, os custos de manutenção da ETE relacionados aos investimentos em aditivos químicos para aprimorar a etapa de desidratação do lodo são agravados. Normalmente esses problemas são mais aparentes quando a estação de tratamento do lodo já está em funcionamento, isto é, quando o lodo residual submetido à desidratação não responde ao tratamento como esperado. A autora ressalta que a maior causa deste problema é a falta de entendimento do sistema umidade-sólido existente no lodo.

A eficiência da desidratação mecânica depende principalmente das características de desidratação do lodo. Entre os fatores que afetam a desidratação do lodo encontram-se: o conteúdo de celulose, o valor do pH, a carga das partículas sólidas, o conteúdo orgânico, a concentração dos sólidos, o conteúdo de óleos e graxas e algumas características reológicas do lodo (coeficiente de compressibilidade e resistência mecânica das partículas, densidade e tamanho dos flocos) (LO; LAI; CHEN, 2001).

Recentemente, pesquisas tem mostrado que a dureza da água também é importante na análise da desidratação de lodos visto que íons de cálcio e magnésio elevam compactação dos flocos de lodo, reduzindo sua porosidade devido à desintegração das partículas e elevando sua filtrabilidade. Por outro lado, a alta condutividade elétrica devido à íons monovalentes como o sódio reduzem a desidratabilidade dos lodos, tal como observado em alguns países da Europa devido à intrusão de água marinha durante o inverno (CHRISTENSEN et al., 2015).

Os métodos de caracterização da tendência de desidratabilidade do lodo mais conceituados em literatura são a avaliação da resistência específica à filtração (*specific resistance to filtration* – SRF) e do tempo de sucção capilar (*capillary suction time* – CST).

Na medição do SRF uma amostra de lodo é desidratada em um típico aparato experimental de filtração a vácuo. O resultado obtido no teste SRF se estrutura na modelagem do fenômeno de filtração, levando-se em consideração 3 fundamentos associados à dinâmica dos fluidos (SMOLLEN, 1986a):

- A permeabilidade consiste em uma propriedade dos corpos de permitirem, com maior ou menor facilidade, o escoamento de água através dos seus poros (Lei de Darcy);
- A pressão utilizada para filtração à vácuo não exerce influência no volume ocupado pela torta de lodo desidratada (a torta de lodo é incompressível);
- O meio de filtração utilizado apresenta resistência à filtração desprezível.

O valor obtido para o SRF pode então ser calculado a partir da Equação 11:

$$R = \frac{2PA^2}{\mu C} b \quad (11)$$

onde  $\mu$  é a viscosidade do líquido permeado ( $N.s/m^2$ ),  $R$  é a resistência específica da torta de lodo à filtração, SRF ( $m/kg$ ),  $C$  é a concentração

TS do lodo após filtração ( $\text{kg/m}^3$ ),  $P$  é a pressão parcial aplicada ( $\text{N/m}^2$ ),  $A$  a área do filtro ( $\text{m}^2$ );  $b$  é a inclinação da reta obtida com os valores de  $t/V$  em função de  $V$ , onde  $V$  é o volume do líquido permeado ( $\text{m}^3$ ) no tempo  $t$ . Um lodo é considerado filtrável quando o valor da sua resistência específica é inferior a cerca  $5 \times 10^2$  m/kg (IRSA-CNR, 2006).

A tendência de desidratação do lodo pode também ser medida através do teste CST. O princípio de funcionamento consiste em medir o tempo necessário para que o líquido permeado de uma amostra de lodo escoe por capilaridade entre dois círculos concêntricos sobre um papel filtro. A velocidade do escoamento é determinada pelas propriedades do filtro de papel, a viscosidade do líquido permeado e a filtrabilidade do lodo. O tempo necessário para o escoamento do líquido é medido em segundos e define o valor do CST (segundos). Valores de CST entre 59 e 300 segundos são tipicamente determinados para lodos de ETE (IRSA – CNR, 2006).

O CST pode ser medido por diversos instrumentos automáticos disponíveis no mercado. Estes aparelhos registram os resultados por meio de cronômetro digital eletrônico. Eletrodos são utilizados para registro do fluxo ou escoamento do permeado. O cronômetro é ativado quando o filtrado atinge um primeiro eletrodo e pára quando o filtrado atinge o segundo eletrodo. A Tabela 2- 10 apresenta alguns valores típicos de CST e SRF para lodos biológicos e lodos digeridos em reatores anaeróbios.

Tabela 2- 10 Valores típicos de CST e SRF para lodos bruto e digerido.

<i>Tipo de lodo</i>	<i>SRF</i>	<i>CST</i>
	$\times 10^{12}$ m/kg	s
LP	44	70
LS	5	8
LP digerido anaeróbio	36	270
LP+LS digerido anaeróbio	267	470

Fonte: Adaptado de Smollen (1986a).

O efeito da digestão anaeróbia na tendência de desidratação do lodo não apresenta uma avaliação conclusiva. Enquanto diversos estudos observam uma melhor desidratação do lodo após processo de digestão anaeróbia, outros autores ressaltam porém que a filtrabilidade do lodo é deteriorada com o processo de DA (SMOLLEN, 1986a; SMOLLEN, 1986b). Segundo Lawler et al. (1986) a tendência de desidratação do lodo é influenciada pelo desempenho dos reatores

anaeróbios em degradar o substrato particulado orgânico: quando o processo anaeróbio é estável, os sólidos orgânicos de diferentes tamanhos são convertidos à biogás melhorando a filtrabilidade do lodo digerido, entretanto, pequenos sólidos orgânicos são criados quando o processo biológico apresenta instabilidades operacionais, elevando assim a área superficial do resíduo digerido o que prejudica a sua filtrabilidade.

Segundo Christensen et al. (2015) lodos pós DA apresentam menor concentração de substâncias poliméricas extracelulares (EPS) que influenciam a formação de agregados biológicos tais como os biofilmes. Com menor concentração de EPS, o lodo digerido apresenta maior capacidade de deformação e desintegração dos flocos e por consequência menor eficiência de desidratação. Em uma análise de estratificação dos EPS, Yu et al. (2008) observaram a influência positiva das proteínas e dos polissacarídeos na desidratação do lodo biológico embora a maior quantidade destas substâncias seja removida dissolvida no líquido decantado ainda durante o tratamento da fase líquida das águas residuárias (decantadores secundários).

### **2.5.5 Adaptação meso-termofílica da biomassa anaeróbia**

Como visto anteriormente, a DA necessita de um equilíbrio de crescimento entre as diversas populações microbianas envolvidas no processo. O maior problema durante o *start-up* dos digestores termofílicos é a baixa presença natural da população microbiana adaptada à esta temperatura. Este problema pode ser resolvido com o uso de um inóculo termofílico proveniente de outro processo de DA. No entanto, a inoculação é frequentemente mencionada como uma estratégia delicada visto que as condições de crescimento aplicadas ao inóculo muitas vezes não são correspondentes com as condições operacionais utilizadas no sistema inoculado (por exemplo, tipo de substrato, TDH e COV aplicada) dificultando o *start-up* do novo processo (ZHANG; NOIKE, 1994).

Normalmente, a DA termofílica é desenvolvida a partir da adaptação de um sistema mesofílico para altas temperaturas. A troca da temperatura permite a seleção das subpopulações de bactérias e arqueas metanogênicas, naturalmente existentes em baixas concentrações no sistema mesofílico. A adaptação meso-termofílica da biomassa anaeróbia pode requerer portanto, um longo período de aclimação e ainda passar por problemas relativos à redução do pH e baixas produtividades de metano (VAN LIER et al., 1993).

Segundo Bouskova et al. (2005) e Palatsi et al. (2009) a obtenção de uma cultura bacteriana termofílica pode ocorrer por aumento direto ou indireto da temperatura operacional, como segue:

- *single-step* ou *straight temperature increase* ou aumento direto;
- *step-wise* ou *multi-step temperature increase* ou aumento gradual.

O aumento direto (*single-step*) se caracteriza pelo aumento linear de 35 °C para 55 °C, juntamente com uma redução inicial da carga orgânica volumétrica aplicada, Atingida a nova temperatura, um aumento gradual da COV é realizado na medida em que a estabilidade do processo é observada (CECCHI et al., 1993; AHRING et al., 2002).

O aumento gradual é baseado em um lento e gradativo aumento da temperatura com redução (ou não) da COV aplicada, no intuito de se alcançar uma condição estável em cada temperatura intermediária. Esta estratégia em geral quer maiores tempos de transição entre as temperaturas quando comparado ao aumento direto (PALATSI et al., 2009; BOUSKOVA et al., 2005).

A adaptação da biomassa mesofílica para as condições termofílicas é realizada segundo experiências prévias das estratégias citadas. Para Bouskova et al. (2005) é incipiente a quantidade de estudos que compararam as diferentes estratégias de conversão da temperatura e uma pré-avaliação de ambas pode levar ao desenvolvimento do tempo de adaptação ótimo e mais curto que leve à operação termofílica. Encontra-se no Apêndice 1 informações de estudos encontrados na literatura com dados reportados acerca das estratégias de adaptação meso-termofílica adotada para digestores anaeróbios de resíduos orgânicos.

### **2.5.6 Monitoramento e controle do processo de DA**

Como visto anteriormente, a escolha correta da configuração dos digestores permite alcançar menores instabilidades operacionais ao longo do processo de DA do lodo secundário. Paralelamente, a manutenção das variáveis de controle da DA dentro da faixa ideal de operação (Tabela 2- 7) permite o desenvolvimento equilibrado das reações bioquímicas pelos diversos grupos microbianos. Chenicharo et al. (1999) distinguem três tipos de monitoramento de um digestor anaeróbio:

- Monitoramento da eficiência do digestor – eficiências de remoção dos sólidos em suspensão, dos sólidos orgânicos e monitoramento da qualidade microbiológica;
- Monitoramento da estabilidade do digestor – avaliação do equilíbrio das reações metabólicas anaeróbias;
- Monitoramento da quantidade e qualidade do lodo – avaliação quantitativa e qualitativa do lodo no sistema de tratamento. Ressalta-se que no caso da DA de LS em reatores do tipo CSTR este monitoramento se enquadra nos dois grupos anteriores visto que este tipo de reator não retém biomassa e o substrato a ser tratado já é o lodo de esgoto.

A medida da estabilidade do digestor frequentemente é avaliada através do monitoramento das variáveis AOV, pH, alcalinidade parcial e total,  $\text{NH}_3$ ,  $\% \text{CH}_4$ ,  $\% \text{CO}_2$  e produção de biogás. A necessidade do monitoramento adequado e do controle cuidadoso de um digestor de LS não se limita apenas na garantia de uma eficiente estabilização da fração orgânica desse lodo e consequente produção estável de biogás. O controle do processo deve ainda prever perturbações no processo biológico e evitar potenciais falhas do sistema. Uma alteração nos parâmetros operacionais do digestor ou nas características do substrato podem desencadear alterações na sua estabilidade (LABATUT e GOOCH, 2012). O programa de monitoramento e detecção de falhas no processo de DA tem se tornado uma importante ferramenta na engenharia visto que ele pode garantir o sucesso operacional do projeto assim como elevar a produtividade do digestor.

Muitas variáveis medidas nos processos biológicos normalmente apresentam elevada correlação entre si e estão sujeitas a erros de interpretação quando analisadas de forma independente isto é, informações importantes na gestão do processo podem ser extraídas na análise comportamental das variáveis em relação à uma outra variável (exemplos:  $\text{NH}_3$ -pH-Temperatura; AOV-pH-alcalinidade parcial) (WISE; GALLAGHER, 1996; YOO et al., 2004).

O controle do processo através da estatística multivariada (*multivariate statistics process control – MSPC*) foi introduzido na indústria do tratamento das águas residuárias no ano 1990 e se apresenta como um conjunto de métodos para a detecção de padrões e correlações entre variáveis.

Os gráficos de controle de Shewhart foram desenvolvidos nos anos 20 por Walter Shewhart e se apresentam como uma representação gráfica de cada resultado de uma variável ao longo do tempo. Limites

superiores (LS) e inferiores (LI) de controle são estabelecidos para proporcionar a interpretação dos resultados que variam em torno da linha central (LC) que representa o valor médio da variável analisada. Um ponto fora dos limites do controle é interpretado como evidência de que o processo está fora de controle (MONTGOMERY, 2009).

O gráfico de controle de Hotelling  $T^2$  é a versão multivariada da estatística t-Student, baseado em estimativas amostrais da matriz de covariância. Nesta versão, a estabilidade e o controle do sistema biológico são definidos pelo vetor do valor médio de todas as variáveis medidas. A estatística de  $T^2$  mede portanto a distância de Mahalanobis, que corresponde à diferença quadrada entre vetor das observações ( $x$ ) e o vetor das médias das variáveis ( $\mu_0$ ) multiplicados pelo inverso da matriz de covariância amostral ( $S$ ) (WILLIAMS et al., 2006; MONTGOMERY, 2009).

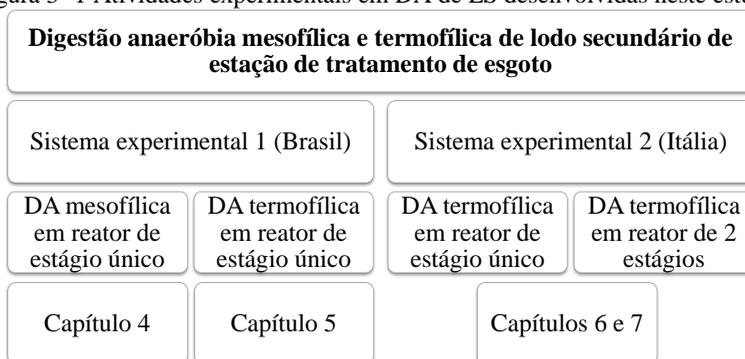
A análise de componentes principais (ACP) é uma ferramenta multivariada utilizada na avaliação do desempenho de digestores anaeróbios. A ACP tem sido aplicada para destacar períodos de instabilidade do processo assim como caracterizar padrões de resultados ou diferenciar experimentações em função da qualidade do substrato utilizado (HANSSON; NORDBERG; MATHISEN, 2003; REED et al., 2011). Através da ACP é possível reduzir a dimensionalidade do problema em questão mantendo-se a variabilidade dos dados. Desta forma a ACP se torna muito útil pois pode se integrar ainda ao desenvolvimento de métodos de análise univariado (como os gráficos de Shewhart) (ECKART; YOUNG, 1936; JACKSON, 1993).

### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

#### 3.1 ESTUDOS DESENVOLVIDOS SOBRE A DIGESTÃO ANAERÓBIA DE LODO SECUNDÁRIO DE ETE

Este capítulo contempla a descrição dos materiais e métodos utilizados e desenvolvidos ao longo das pesquisas. Os estudos de DA executados nesta tese contemplaram a realização de atividades em dois sistemas experimentais, denominados sistemas experimentais 1 e 2 (Figura 3- 1).

Figura 3- 1 Atividades experimentais em DA de LS desenvolvidas neste estudo



Fonte: Desenvolvido pelo autor.

Os trabalhos realizados no sistema experimental 1 consideraram a estabilização de lodo secundário em temperaturas mesofílica e termofílica utilizando reator de estágio único e alta carga de sólidos. No sistema experimental 2 foram realizados experimentos de estabilização anaeróbica de LS apenas em temperatura termofílica, utilizando-se ainda a configuração de reatores de dois estágios. Os testes realizados contemplaram portanto, as duas configurações típicas de reatores anaeróbios para tratamento de lodo em escala industrial (um e dois estágios + alta carga de sólidos), além do uso de temperaturas operacionais tradicionalmente utilizadas em digestores de lodo em escala real (mesofílica – 35°C e termofílica – 55°C).

Os resultados obtidos das pesquisas realizadas foram agrupados em quatro artigos científicos conforme descrição abaixo:

Sistema experimental 1:

- Artigo 1 (Capítulo 4): Análise comparativa dos efeitos da carga orgânica e do tempo de detenção hidráulica na

digestão anaeróbia mesofílica de lodo adensado de estação de tratamento de esgoto;

- Artigo 2 (Capítulo 5): Desempenho e balanço térmico de processo anaeróbio termofílico em reator de estágio único para tratamento de lodo biológico excedente aeróbio: influência do TDH e do regime de agitação;

Sistema experimental 2:

- Artigo 3 (Capítulo 6): Desempenho e aspectos energéticos da digestão anaeróbia termofílica de lodo secundário excedente em reatores de um e dois estágios (Performance and energy aspects of single and two phase thermophilic anaerobic digestion of waste activated sludge);
- Artigo 4 (Capítulo 7): Estatística multivariada para estudo de processo de digestão anaeróbia de lodo secundário excedente em reatores de um e dois estágios (Multivariate statistical analysis to study single and two stage thermophilic anaerobic digestion process of waste activated sludge).

### 3.2 DESCRIÇÃO DO SISTEMA EXPERIMENTAL 1

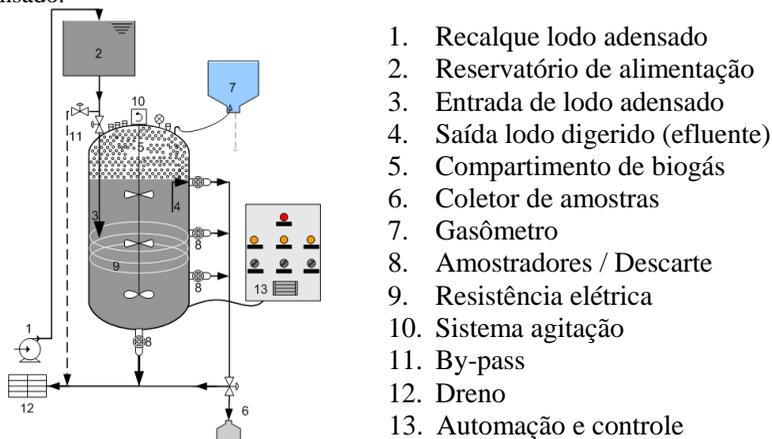
O sistema experimental 1 foi instalado nas dependências da Estação de Tratamento de Esgotos Insular, de propriedade da Companhia Catarinense de Águas e Saneamento (CASAN), em Florianópolis, Santa Catarina, Brasil. A ETE Insular possui sistema de tratamento de esgotos do tipo lodo ativado de aeração prolongada e atende um equivalente populacional de aproximadamente 140.000 habitantes. Irregularidades operacionais e de desempenho do processo tem sido detectadas nas etapas de tratamento do esgoto e de gerenciamento do lodo nesta ETE. As características das variáveis de mensuração apresentaram não conformidade com os padrões de desempenho legislativos avaliados, fato que fomenta a iniciativa de promover o gerenciamento do lodo utilizando-se processos anaeróbios (TCE, 2004).

O reator apresentou volume total e útil de 115L e 100L, respectivamente, construído em aço inoxidável, medindo 0,4 m de diâmetro e 1,0m de altura. Uma resistência elétrica do tipo baioneta, 10kW de potência, localizada na região central interior do digestor e uma sonda de temperatura do tipo PT-100 controlavam a temperatura interna do reator. O sistema de mistura era constituído de um agitador de eixo vertical com motor elétrico trifásico WEG de potência 0,36kW, acionado por moto-reductor WEG CFW10 ajustado a velocidade de

rotação de 60 RPM. Um painel de comando agregado à estrutura do digestor continha o relé de estado sólido, o controlador de temperatura (TCM 45, Contemp), o inversor de frequência, contadores, conversores de sinal das termo-resistências para medição de temperatura e demais instrumentos de controle e segurança.

A representação esquemática do digestor de lodo utilizado na presente pesquisa pode ser visualizada na Figura 3- 2.

Figura 3- 2 Representação esquemática do sistema piloto de DA de lodo adensado.



Fonte: Desenvolvido pelo autor.

A alimentação do reator ocorreu por meio de sistema automatizado de recalque de lodo por acionamento de bomba parafuso regulado por temporizador. Periodicamente, a vazão do bombeamento foi calibrada em função do temporizador e das cargas de lodo aplicadas no sistema. A fim de reduzir a eventual formação de rota preferencial ou curto circuito no momento da alimentação do sistema, os dispositivos de entrada de lodo adensado e de saída de lodo digerido foram instalados com diferença de cota de 0,2m.

A medição da produção do biogás ocorreu por gasômetro através do princípio de deslocamento de líquido. O biogás produzido era conduzido por sistema de mangueiras ao gasômetro (dois reservatórios de 20L cada), exercendo pressão sobre a água no seu interior que era deslocada e quantificada. O gasômetro permitiu a medição da produção do biogás, assim como o controle da pressão da coluna de líquido dentro do digestor (cerca 0,2 m.c.a.).

### 3.2.1 Operação do sistema experimental 1

A digestão anaeróbia do lodo secundário no sistema experimental 1 ocorreu sob condições de temperatura operacional mesofílica e termofílica em reator de 1 estágio.

Variações na carga orgânica volumétrica (COV) podem ser efetuadas com incrementos da concentração dos sólidos orgânicos (concentração de SV no lodo,  $S_o$  – em kgSV/m<sup>3</sup>), ou com elevações da vazão (Q – em m<sup>3</sup>/d), ou carga hidráulica afluyente ao reator (litro ou kg de lodo alimentado diariamente, Equação 12). Este procedimento de mudança da COV é vantajoso quando o substrato apresenta concentração de sólido muito variável ao longo do experimento (MAHMOUD et al., 2003).

$$\text{COV} \left( \frac{\text{kgSV}}{\text{m}^3 \cdot \text{d}} \right) = \frac{S_o \times Q}{V} \quad (12)$$

onde V é o volume útil do reator (m<sup>3</sup>).

Inicialmente o digestor apresentou temperatura operacional de 35°C. O *start-up* do digestor piloto ocorreu com uso de inóculo anaeróbio proveniente de reator anaeróbio de fluxo ascendente e manta de lodo (UASB) com atividade metanogênica específica de 0,02 gDQO-CH<sub>4</sub>/gSSV.d (LEITE, 2011).

O sistema de agitação apresentou um período de intermitência de 2 horas previamente à alimentação do reator. Este procedimento viabilizava a sedimentação dos sólidos e a decantação do efluente. Evitou-se desta forma a mistura do lodo digerido clarificado com os sólidos do substrato alimentado no momento da saída do efluente.

#### *Operação sob condição de temperatura mesofílica*

Foram testadas três estratégias operacionais no digestor mesofílico:

- Operação com elevação da COV aplicada, denominado OP I;
- Operação com redução do TDH aplicado denominado OP II e;
- Operação com TDH fixo, denominado OP III.

Ao longo da OP I o digestor anaeróbio funcionou com cargas orgânicas volumétricas variando entre 0,5 e 4,5 kgSV/m<sup>3</sup>.d. Visto que os ajustes da COV foram realizados através da vazão afluyente ao reator, o

TDH operacional também sofreu alteração. A concentração de sólidos do substrato foi controlada neste período, apresentando valor médio de 3,3% ST, com 71% de fração orgânica (SV). A alimentação do digestor foi em modalidade semicontínua: 1 vez por dia, 3 vezes por semana ao longo do período operacional das menores COV aplicadas (0,5 a 1,5 kgSV/m<sup>3</sup>.d) e, diariamente, para os demais períodos.

O TDH foi gradualmente reduzido ao longo da OP II. Esta redução foi alcançada através de mudanças nas vazões de LS afluente. Nesta fase, o sistema de alimentação e recalque de LS foi implantado diretamente na tubulação usada para a condução do lodo, entre os adensadores e as centrífugas. Assim, o digestor foi alimentado com o LS produzido diariamente na ETE (não houve controle da concentração de sólidos no substrato). Esta estratégia resultou na aplicação de COV variável dada as variações das concentrações de ST e da relação SV/ST do substrato, particularmente associadas às oscilações nas velocidades e eficiências de sedimentação nos adensadores gravitacionais.

A operação do digestor ocorreu com TDH de aproximadamente sete dias ao longo da OP III. Neste período o processo de DA do LS foi desenvolvido no intuito de preparar o digestor para a troca de temperatura operacional (mesofílico para termofílico). Neste sentido, a operação do digestor visou o fortalecimento das condições ambientais propícias ao desenvolvimento da biomassa anaeróbia, para reduzir os efeitos negativos do aumento da temperatura (CECCHI et al., 1993; CHAN, 2012). Segundo Metcalf e Eddy (2014) o TDH de 5 a 10 dias é compatível com o funcionamento de digestores anaeróbios de lodo de um estágio, operados sob temperatura mesofílica.

A Tabela 3- 1 resume as condições operacionais desenvolvidas ao longo das OP II e III. A COV aplicada variou entre 0,8 e 1,4 kgSV/m<sup>3</sup>.d durante a OP II e foi de 1,9 ao longo da OP III.

Tabela 3- 1 Condições operacionais e características do LS ao longo da OP II e OP III.

TDH Dias	Q L/d	ST	SV/ST %	Carga orgânica kgSV/d
		(média ±desvio padrão) kg/m <sup>3</sup>		
15	7	17,07±2,7	69	0,08
10	10	22,01±3,9	74	0,16
7	14	15,38±3,9	77	0,17
5	20	10,44±2,1	73	0,15
7	14	14,18±5,8	72	0,14
7 (OP III)	14	19,32±6,5	71	0,19

Fonte: Desenvolvido pelo autor.

### *Transição da temperatura mesofílica para termofílica*

Uma vez que o digestor de LS apresentou reduzida variação nas variáveis que definem a estabilidade operacional (pH, alcalinidade parcial e total, amônia e composição de CH<sub>4</sub> no biogás), a temperatura operacional foi elevada a 55°C, através do ajuste do *set point* localizado no painel de controle do sistema (mudança direta da temperatura).

A alimentação do reator foi suspensa 5 dias antes e foi reativada nas condições típicas 7 dias após a elevação da temperatura. Esta estratégia implica na redução da acidogênese do substrato, cuja cinética das reações é intensificada a 55°C. Sem o substrato, evita-se a excessiva síntese bacteriana de ácidos orgânicos e, por consequência, o consumo de alcalinidade e a redução do pH (CECCHI et al., 2005; CAVINATO et al., 2010).

O reator foi monitorado diariamente ao longo de 20 dias após a troca da temperatura, para avaliação da adaptação da biomassa mesofílica às condições termofílicas. O monitoramento consistiu na análise laboratorial das variáveis típicas que definem a estabilidade do processo anaeróbio: amônia, composição do biogás em metano e gás carbônico, ácidos orgânicos voláteis, pH e alcalinidade (total e parcial) (item 2.5.6).

### *Operação sob condição de temperatura termofílica*

A operação do digestor piloto de lodo a 55 °C seguiu as estratégias de redução do TDH e consequente elevação da COV aplicada, similares àquelas realizadas em condições mesofílicas. O digestor operou com TDH de 13, 9, 6 e 5 dias, enquanto que as COV aplicadas variaram entre 1,3, 1,6, 2,2 e 2,9 kgSV/m<sup>3</sup>.d, respectivamente. A referida estratégia, objetivou verificar o potencial da biomassa termofílica em converter os sólidos orgânicos do LS em biogás, em tempos de detenção inferiores aos valores típicos para a operação de digestores termofílicos de lodo de ETE (10 a 15 dias) (DE LA RUBIA et al., 2013, METCALF e EDDY, 2014). Desta forma, os resultados do processo mesofílico e termofílico aplicados para estabilização do LS produzido na ETE Insular, foram comparáveis quanto à estabilidade operacional, à redução da massa de sólidos voláteis do lodo e ao rendimento na produção de biogás.

O desempenho do digestor termofílico foi ainda avaliado por meio de balanço de massa de sólidos (ST e SV), a fim de analisar o fluxo dos sólidos ao longo do tratamento anaeróbio, a conversão dos sólidos orgânicos em biogás e a produção de lodo digerido. Um balanço de nutrientes (N e P), avaliou a distribuição do nitrogênio e do fósforo no lodo secundário adensado e no lodo digerido e a eficiência de amonificação do sistema. Foi ainda realizado um balanço de energia considerando os requisitos energéticos para o desenvolvimento do processo em 55°C.

### 3.3 DESCRIÇÃO DO SISTEMA EXPERIMENTAL 2

O sistema experimental 2 foi instalado nas dependências da Estação de Tratamento de Treviso - Impianto Depurazione di Treviso, de propriedade da Sociedade “Alto Trevigiano Servizi S.r.l.”, na cidade de Treviso, região do Vêneto, Itália. A ETE possui um sistema de tratamento de esgotos do tipo lodos ativados com remoção biológica de nutrientes (*biological nutrients removal* – BNR, modificado tipo Johannesburg), com capacidade suporte de 70.000 habitantes. Além do tratamento da água residuária, a estação Treviso compreende as seguintes linhas de tratamento: linha lodo (adensamento estático e dinâmico e digestor anaeróbio mesofílico), linha lodo primário (gradeamento, remoção de areia e tanque de acúmulo), linha FORSU (trituração, remoção de metais e misturador), linha biogás e produção de energia (gasômetro, unidade de CHP, *flare*).

O lodo secundário usado como substrato era proveniente da unidade de adensamento por gravidade da Estação de Treviso, apresentando um conteúdo de sólidos entre 3 a 4% (ST). O LS era então encaminhado e armazenado em um tanque sedimentador de 1m<sup>3</sup>, o qual favorecia a remoção adicional da umidade deste resíduo. O LS alimentado nos reatores apresentou, portanto, menor percentual de umidade e maior concentração de sólidos (6% ST).

#### 3.3.1 Operação do sistema experimental 2

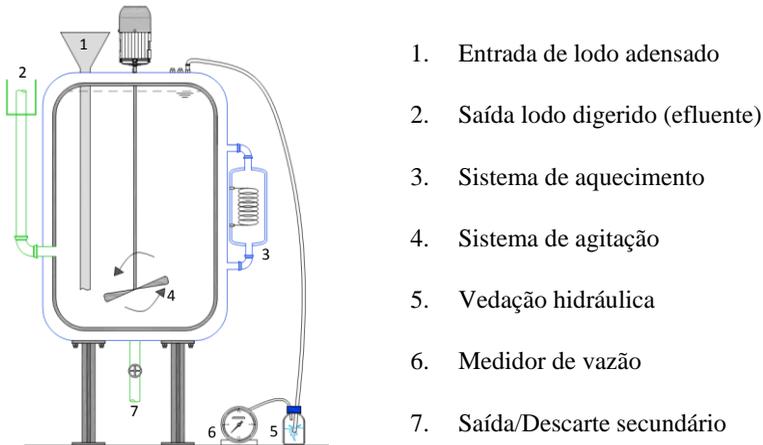
##### *Operação digestão anaeróbia (DA) de estágio único*

O experimento de DA de LS foi inicialmente conduzido em reator de um estágio e alta carga de sólidos. Para tal foi utilizado um reator CSTR em escala piloto com volume útil de 150L. Sobre o reator foi instalado um motor de 1 Kw para permitir a rotação de um eixo

vertical a 30 RPM e garantir a mistura completa, a fim de maximizar a uniformidade do meio reacional no reator e evitar fenômenos de estratificações. A alimentação de LS foi realizada por um tubo-dispositivo instalado no reator, cuja extremidade era localizada no fundo do digester. A saída de lodo digerido ocorreu por uma tubulação de extravasamento que mantinha constante o volume útil do reator após cada alimentação (Figura 3- 3).

Uma válvula ligada ao *headspace* do reator foi utilizada para a amostragem do biogás. O biogás produzido era enviado ao dispositivo de vedação hidráulica, que mantinha a pressão interna cerca de 0,1m de coluna de água. A quantificação do biogás produzido foi realizada através de medidor de vazão volumétrica Ritter, Modelo TG03/5 (calibrado para vazões ~ 6L/h).

Figura 3- 3 Reator utilizado no experimento termofílico de estágio único.



Fonte: Desenvolvido pelo autor.

O aquecimento ocorreu pelo uso de um circuito termo-hidráulico em contato externo com as paredes do digester, controlado por uma sonda termostática do tipo PT-100. O reator foi isolado termicamente para reduzir a propagação térmica, especialmente por radiação.

Ao longo da operação com reator de estágio único, a estabilização do LS foi testada com regime com carga aplicada de 2,0 kgSV/m<sup>3</sup>.d e TDH de 20 dias, tempo mínimo recomendado pela Diretiva 86/278/CEE para estabilização de lodo por processo anaeróbio termofílico para fins de reutilização na agricultura. A alimentação do reator foi manual, em

modalidade semicontínua: uma vez por dia, 5 dias na semana. O experimento foi desenvolvido por 4 meses (aproximadamente 6 TDH).

O reator foi avaliado quanto as variáveis de estabilidade operacional, produção e composição do biogás, qualidade química e microbiológica do lodo digerido, balanço de sólidos, nutrientes e de energia.

### *Operação DA de dois estágios*

Um reator CSTR de 230 L foi utilizado como reator metanogênico ao longo da operação de dois estágios. Este reator apresentou características e aspectos construtivos similares àqueles descritos para o digestor de estágio único.

O digestor de 150 L usado no experimento anterior foi utilizado como o primeiro estágio ou reator hidrolítico-fermentativo no sistema de 2 estágios. O volume útil do reator de 150 L foi transferido para o reator de 230 L, servindo-o como inóculo termofílico, dispensando portanto longos períodos de aclimação e *start-up* do reator metanogênico. O volume útil do reator metanogênico foi completo com 80 L adicionais de lodo digerido acumulados e armazenados a 55°C, ao longo da experimento anterior. O reator hidrolítico-fermentativo foi inoculado com o próprio LS, a fim de promover o desenvolvimento das bactérias hidrolíticas e fermentativas já adaptadas e existentes no substrato.

O período de experimentação foi de aproximadamente 90 dias (4 TDH), durante os quais foram desenvolvidos no sistema de tratamento de dois estágios condições operacionais que permitiram o alcance e a manutenção de um estado estacionário em ambos reatores. A Tabela 3-2 resume as condições operacionais dimensionadas neste sistema. Verifica-se que o TDH global (20 dias) e a COV do reator metanogênico (2,2 kgSV/m<sup>3</sup>.d) foram iguais aos valores utilizados no experimento anterior para cada variável. Desta forma, os resultados obtidos nos experimentos de estabilização do LS no reator de único estágio e no sistema de dois estágios, são completamente comparáveis. Esta estratégia é interessante para avaliar o desempenho do processo biológico, em função da configuração adotada para a montagem dos reatores (BOLZONELLA et al., 2012).

Tabela 3- 2 Condições operacionais desenvolvidas no sistema de dois estágios e alta carga de sólidos.

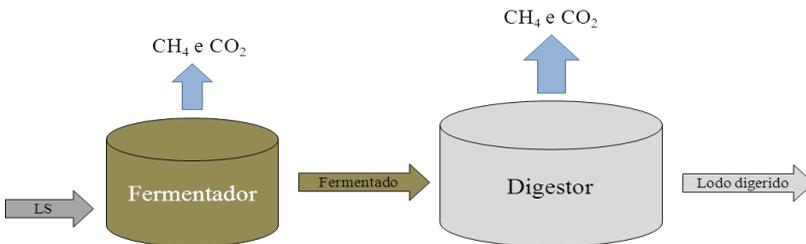
Reator	Volume útil	TDH	COV	Q
1ª estágio – reator hidrolítico e fermentativo	L	Dia	kgSV/m <sup>3</sup> .d	L/d
	150	2,2	15	57
2ª estágio – reator metanogênico	230	17,7	2,2	13

Fonte: Desenvolvido pelo autor.

A escolha de aplicar um TDH baixo e uma carga orgânica alta no primeiro estágio, justificou-se pela necessidade de conversão de materiais particulados em materiais dissolvidos e pela produção de AOV, isto é, à restrição das arqueas metanogênicas e o benefício das bactérias hidrolíticas e acidogênicas, cujas reações metabólicas seguem cinética de primeira ordem. O emprego de baixo tempo de detenção hidráulica favorece o *wash-out* dos microrganismos produtores de metano, visto que estes possuem cinética de crescimento mais lenta. Além disso, a aplicação de baixo TDH limita o acúmulo de amônia no meio reacional (GOSH, 1987; CHERNICHARO, 1997; METCALF; EDDY, 2014; APPELS et al., 2008).

A alimentação de ambos os reatores foi manual, em modalidade semicontínua: uma vez por dia, 5 dias na semana. O fluxo de massa na saída do reator fermentador foi dosado no reator metanogênico de modo a manter o TDH calculado (Tabela 3- 2). A representação esquemática do processo de dois estágios pode ser visualizada na Figura 3- 4.

Figura 3- 4 Representação esquemática do sistema de dois estágios para tratamento anaeróbico de LS.



Fonte: Desenvolvido pelo autor.

### 3.4 DESCRIÇÕES METODOLÓGICAS E ANALÍTICAS

Os sistemas experimentais 1 e 2 foram monitorados quanto ao substrato utilizado (lodo secundário) e aos subprodutos da digestão anaeróbia (lodo digerido, biogás e fermentado) seguindo em geral recomendações analíticas Standard Methods - SM (APHA, 2005). Nos Capítulos 4, 5, e 6, encontram-se as descrições metodológicas das análises laboratoriais realizadas para a obtenção dos respectivos resultados. A Tabela 3- 3 apresenta a referência metodológica das variáveis monitoradas e mencionadas em cada capítulo.

Tabela 3- 3 Referência metodológica do monitoramento das variáveis.

<i>Variáveis analisadas</i>	<i>Referência metodológica</i>	<i>Capítulo</i>			
		4	5	6	7
<i>Análises físico-químicas</i>					
pH	-	○	○	○	○
DQO	SM 5220D	○	○	○	○
DQO solúvel	SM 5220D		○	○	○
Alcalinidade total (pH até 4,0)	SM 2320B	○	○	○	○
Alcalinidade parcial (pH até 6,0)	SM 2320B		○	○	○
Nitrogênio total (NTK)	SM 4500 Norg B		○	○	○
Amônia (N-NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> )	SM 4500 NH <sub>3</sub> B		○	○	○
Fósforo total	SM 4500C		○	○	○
ST e SV	SM 2540	○	○	○	○
AOV	SM 5560C		○		
	SM 6610B		○	○	○
<i>Indicadores patogênicos</i>					
Coliformes totais	SM 9223B		○	○	
Escherichia coli	IRSA-CNR		○ <sup>1</sup>	○	
Salmonella spp.	IRSA-CNR			○	
<i>Metais e contaminantes orgânicos</i>					
HPA	US EPA, 8260 C			○	
Substâncias voláteis	US EPA, 5021 A			○	
Metais pesados	SM 3114C				
	SM 3120B			○	
	SM 3120D				
<i>Filtrabilidade do lodo<sup>2</sup></i>					
CST	SM 2710G			○	
SRF	IRSA-CNR			○	
<i>Caracterização microbiológica</i>					
FISH	Amman (1995)	○	○		

<sup>1</sup> Foi realizada a análise de coliformes termotolerantes para o artigo 2.

<sup>2</sup> Testes realizados em triplicata para posterior aplicação de testes de inferência estatística.

Fonte: Desenvolvido pelo autor.

### 3.5 ANÁLISE DESCRITIVA DOS DADOS

Os resultados das variáveis analisadas foram inicialmente tabulados e organizados em matrizes, utilizando-se o software Excel 2007. Os dados tabelados foram então tratados com diferentes métodos estatísticos, para explicar a frequência da ocorrência de eventos e possibilitar a síntese e a interpretação das observações.

A Tabela 3- 4 apresenta uma breve descrição das análises estatísticas realizadas nos artigos 1 a 4.

Tabela 3- 4 Resumo das análises estatísticas realizadas neste estudo.

<i>Tipo de análise</i>	<i>Descrição</i>	<i>Capítulo</i>			
		4	5	6	7
Estatística descritiva	Média aritmética, variância, desvio padrão, análise de distribuição dos dados.	○	○	○	○
Inferência estatística	Testes de hipóteses e significância, teste T, Distribuição t de Student, valor-p, normalização.	○	○	○	○
	Análise de variância, regressão linear e correlação de Pearson.	○			○
Análise multivariada	Componentes principais, Análise de Cluster (Análise de agrupamento), cartas de controle de Shewhart e Hotelling T <sup>2</sup> .				○

Fonte: Desenvolvido pelo autor.

#### **4 ANÁLISE COMPARATIVA DOS EFEITOS DA CARGA ORGÂNICA E DO TEMPO DE DETENÇÃO HIDRÁULICA NA DIGESTÃO ANAERÓBIA MESOFÍLICA DE LODO ADENSADO DE ESTAÇÃO DE TRATAMENTO DE ESGOTO.<sup>1</sup>**

*Comparison of organic loading rate and hydraulic retention time effects on the mesophilic anaerobic digestion of thickened waste activated sludge.*

##### **Introdução**

O principal subproduto do tratamento biológico de efluentes é o lodo secundário residual ou de descarte. A produção desse resíduo está associada ao atendimento da população por sistemas de tratamento de esgotos. Tem-se buscado, portanto, estratégias para o gerenciamento eficiente do lodo residual ainda na estação de tratamento de esgoto (ETE).

Em função da necessidade de um destino sustentável aos lodos produzidos em ETE, deve-se buscar e pesquisar métodos para o seu gerenciamento. A digestão anaeróbia (DA) é um processo apropriado para o tratamento de lodos previamente à sua disposição final, sendo conhecida como a mais importante e antiga técnica de estabilização de lodo biológico secundário (METCALF; EDDY, 2014), resultando na redução dos sólidos voláteis (SV) e produção de biogás, o que reflete em menores custos de disposição final.

Os processos convencionais de digestão anaeróbia ocorrem na faixa mesofílica de temperatura, pois a grande maioria dos microrganismos anaeróbios cresce melhor em temperaturas que variam entre 20°C e 40°C (GAVALA et al., 2003). Segundo Dohányos e Záborská (2001) a eficiência de destruição da matéria orgânica normalmente se situa entre 25-50% (em SV) em reatores operados em temperaturas mesofílicas com tempo de detenção hidráulica (TDH) entre 10-20 dias.

A hidrólise pode ser considerada a etapa limitante do processo anaeróbio visto à dificuldade de hidrolisar substratos com altos teores de sólidos. Em lodos previamente adensados, esta etapa é ainda mais significativa, visto que a concentração de sólidos no lodo varia de 0,5%

---

<sup>1</sup> Este capítulo da tese foi publicado: Wanderli Leite, Eric Maffazzioli, Lorena Guimarães, Anigeli Dal Mago, Paulo Belli Filho. Análise comparativa dos efeitos da carga orgânica e do tempo de detenção hidráulica na digestão anaeróbia mesofílica de lodo adensado de estação de tratamento de esgoto. **Eng Sanit Ambiental**, v.20, n.4, out/dez, p. 581-588, 2015.

antes do adensamento a até 4,0% após o adensamento (METCALF; EDDY, 2014), garantindo maior agregação e compactação das partículas, o que pode inviabilizar ou diminuir a biodisponibilização dos compostos orgânicos aos microrganismos anaeróbios (APPLES et al., 2008).

No intuito de verificar a capacidade suporte do digestor, variações na carga orgânica volumétrica (COV) podem ser efetuadas com incrementos na concentração afluyente ou com a elevações da vazão de carregamento de um lodo com concentração constante (MAHMOUD, et al., 2003). Considerando-se as dificuldades de controle da concentração afluyente em digestores anaeróbios de lodo, sujeitos à eficiência da sedimentação nos decantadores secundários e adensadores, um controle do TDH através de mudanças na vazão torna-se mais fácil e atrativo financeiramente e desta forma é possível manter o sistema em funcionamento operando com COV variável.

O tratamento de lodo biológico secundário em sistemas de digestão anaeróbia com controle da COV e do TDH tem sido amplamente discutido (BOLZONELLA et al., 2005; NGES; LIU, 2010; LEE; RITTMANN, 2011; WEI et al., 2011). Existe pouca informação, porém, quanto a uma investigação que teste as duas estratégias operacionais seguidamente, adaptando-se às variações de concentração de sólidos do lodo bruto afluyente e à vazão aplicada ao reator. Este artigo apresenta e compara o desempenho de um digestor anaeróbio piloto, em temperatura mesofílica, operado inicialmente com incrementos graduais da carga orgânica aplicada e, em seguida, com a redução gradativa do tempo de detenção hidráulica, com vistas à adequação da operação do digestor quanto à produção de lodo em uma ETE municipal. Os resultados dos regimes operacionais testados são comparados em termos do percentual de metano no biogás, remoção de sólidos e matéria orgânica e população microbiana.

## **Metodologia**

O lodo biológico secundário previamente adensado (AD) foi obtido da maior estação de tratamento de esgotos da cidade de Florianópolis, Santa Catarina, Brasil, que funciona com sistema de lodos ativados de aeração prolongada com tanques de desnitrificação. A Tabela 4- 1 mostra as principais características do lodo utilizado.

A digestão anaeróbia mesofílica do AD foi investigada usando um digestor de um estágio e alta carga com controle de temperatura e agitação com volume útil de 100L. O AD foi armazenado em um

reservatório a partir do qual era bombeado para o digestor conforme o acionamento do temporizador (Figura 4- 1).

Tabela 4- 1 Principais características do lodo secundário residual utilizado.

Variável	Valor
Temperatura (°C)	20,1 ± 0,1
Sólidos totais (g/L)	33,0 ± 0,8
Sólidos voláteis (g/L)	23,5 ± 2,1
SV/ST (%)	71±1,0
Umidade (%)	97,6 ± 0,1
DQO (g/L)	31,5 ± 0,6
pH	6,6 ± 0,2

Fonte: Desenvolvido pelo autor.

A cada alimentação, um volume de AD foi adicionado no digestor. Simultaneamente, e por efeito de pressão hidrostática, um volume de lodo digerido (DIG) era removido. Os volumes de lodo afluyente foram determinados de acordo com a estratégia operacional adotada (Tabela 4- 2).

Tabela 4- 2 Resumo das estratégias operacionais aplicadas no digestor de lodo.

Estratégia operacional (OP)	COV	Q	TDH	Período operacional
	kgSV/m <sup>3</sup> .d	L/d	Dia	Dia
OP I - Incremento da COV	0,5	2,0	50	1 – 42
	1,0	4,0	25	43 – 63
	1,5	6,0	16,5	64 – 79
	2,5	11,0	9,0	80 – 110
	3,5	15,0	6,5	111 – 138
	4,5	19,0	5,2	139 – 155
		<i>Sem operação</i>		156 – 165
	2,0	9,0	11	166 – 183
	<i>Sem operação</i>			52
OP II - Redução do TDH	0,8	7,0	15	181 – 202
	1,6	10,0	10	203 – 293
	1,7	14,0	7	294 – 332
	1,5	20,0	5	333 – 374
	1,4	14,0	7	375 – 395
OP III - TDH constante	1,9	14,0	7	396 – 602

Fonte: Desenvolvido pelo autor.

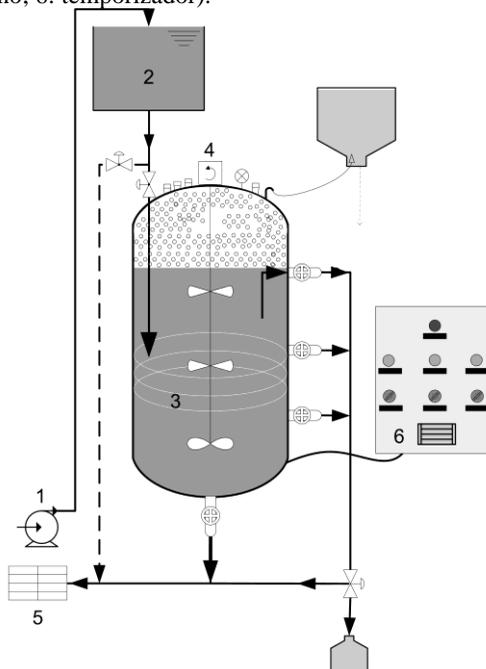
Durante o período operacional com carga orgânica volumétrica constante (OP I) a vazão afluyente foi ajustada constantemente para contemplar operações com cargas de 0,5 kgSV/m<sup>3</sup>.d a 4,5 kgSV/m<sup>3</sup>.d. O lodo adensado usado no período de investigação com o tempo de detenção hidráulica constante (OP II e OP III) apresentou concentração de sólidos variável (entre 0,4% e 4,3% ST). Para estas operações o TDH variou entre 15 e 5 dias, valores típicos para digestores anaeróbios de lodo de alta carga (MALINA JR; POHLAND, 1992).

As concentrações de metano e dióxido de carbono foram continuamente medidas usando um analisador de gás portátil (GEM 2000). A temperatura foi controlada em 35 °C. A determinação das concentrações de sólidos totais (ST) e sólidos voláteis (SV), demanda química de oxigênio total (DQO) seguiram metodologias analíticas presentes no Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater (APHA, 2005). A produção de biogás durante a operação I foi monitorada por medidor volumétrico de gás. O potencial hidrogeniônico (pH) foi medido por pHmetro portátil (Hanna Sensor Check HI991003) e a alcalinidade total por titulação ácida.

Pesquisas anteriores categorizam diferentes variáveis para a execução das mudanças na alimentação de digestores anaeróbios, entre elas a produção de gás metano, o comportamento do pH do digestor, a redução de SV e a demanda química de oxigênio (SONG; KWON; WOO, 2004; NGES; LIU, 2010; RUBIO-LOZA; NOYOLA, 2010; LEE; RITTMANN, 2011; WEI et al., 2011). Nesta pesquisa as variações na COV e no TDH ocorreram quando a eficiência de remoção de SV registrou um valor igual ou superior a 50% em pelo menos três análises consecutivas.

A avaliação de microrganismos foi realizada pela técnica de Hibridização *in situ* fluorescente (FISH) com o objetivo de confirmar a presença de arqueas, os quais são atuantes no processo de degradação de matéria orgânica com a produção de metano como subproduto no reator. Amostras de DIG foram coletadas do digestor na OPIII, fixadas com paraformaldeído 4% e hibridizadas com a sonda ARC 915, a qual possui a sequência (5' - 3') GTGCTCCCCCGCCAATTCCT.

Figura 4- 1 Representação esquemática do digestor anaeróbio de lodo (1: recalque de lodo bruto, 2: reservatório, 3: sistema de aquecimento, 4: sistema de agitação, 5: dreno; 6: temporizador).



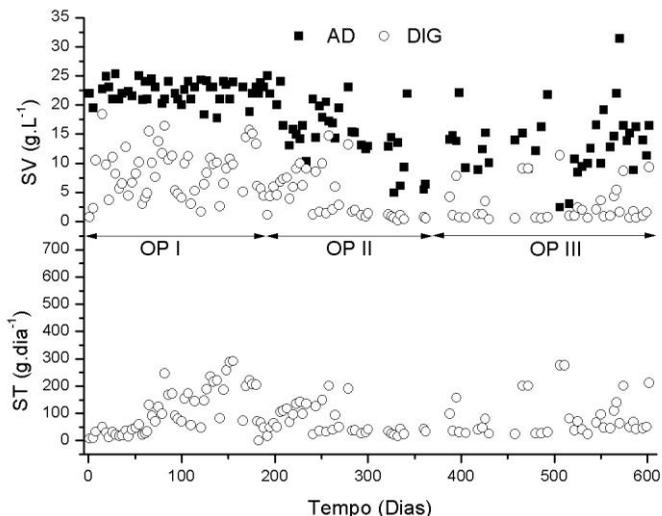
Fonte: Desenvolvido pelo autor.

## Resultados e Discussão

### *Desempenho do digestor: produção de biogás e redução de SV*

As menores concentrações de SV no lodo digerido (DIG) foram obtidas para a operação do digestor com TDH constante (10 e 7 dias – OP II e 7 dias – OP III), como se visualiza na (Figura 4- 2). As maiores eficiências de remoção de SV (média de 70% e 89%) ocorreram ainda para os menores TDH aplicados (sete e cinco dias respectivamente) o que segundo Rubal, Cortacans Torre e Del Castillo González (2012) torna-se uma evidência importante, especialmente para grandes ETE's nas quais a construção de um digestor de lodo com elevado TDH é inviável devido à inexistência de área disponível.

Figura 4- 2 Dinâmica das concentrações de SV e ST afluente e efluente.

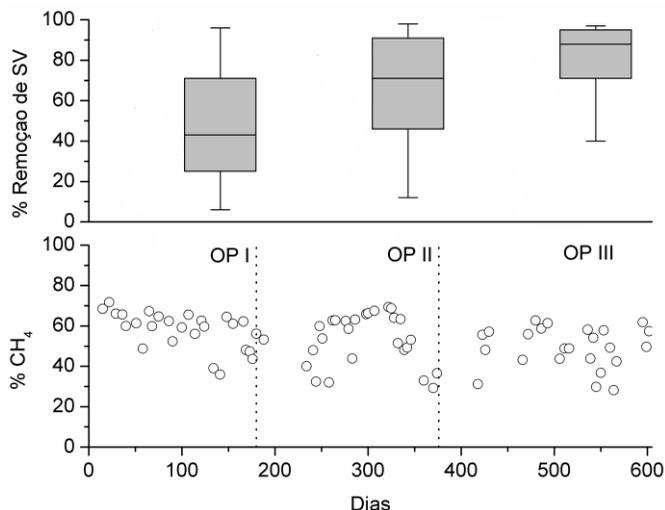


Fonte: Desenvolvido pelo autor.

A Figura 4- 3 mostra a eficiência de remoção de SV para as estratégias operacionais testadas assim como a qualidade do biogás (CH<sub>4</sub>) obtido pela fermentação anaeróbia ao longo dos períodos operacionais testados (Tabela 4- 2). A operação com oTDH constante favoreceu as remoções de SV com valores medianos de 76,5 % e 89 % para OP II e OP III, respectivamente, superiores à OP I com 44,5 % e a valores típicos de digestores anaeróbios de lodo que variam de 27 a 43,5% (SONG; KWON; WOO, 2004; NGES; LIU, 2010; BOLZONELLA et al., 2005; GE; JENSEN. BATSTONE, 2011).

Durante a operação I (COV constante incremento 0,5 a 4,5 kgSV/m<sup>3</sup>.d) a cada incremento na COV aplicada uma quantidade maior de substrato (lodo secundário residual) era adicionada ao digestor acarretando em períodos de adaptação à nova carga levando às variações nas eficiências. Além disso, Griffin et al. (1998) ressaltam que a partida é geralmente considerada a etapa mais crítica da operação de digestores anaeróbios, apresentando instabilidades e importantes diferenças nas taxas hidrolíticas, acidogênicas e metanogênicas, que resultam em variações nas eficiências de remoção da matéria orgânica.

Figura 4- 3 Diagrama de caixas para eficiência da remoção de SV e concentração de metano no biogás para o período experimental.



Fonte: Desenvolvido pelo autor.

A concentração do gás metano presente no biogás foi medida ao longo de todo o experimento. Foram observadas reduções nas concentrações de CH<sub>4</sub> nos momentos de ajuste nos parâmetros operacionais (para cada incremento na carga orgânica volumétrica ou para cada redução nos tempos de detenção hidráulica), comportamento também verificado para a remoção de SV, como mencionado anteriormente. Diversos autores (PARKING; OWEN, 1986; SPEECE, 1996; SPINOSA; VESILIND, 2003) apontam a redução da produção de CH<sub>4</sub> como uma evidência para o desequilíbrio do processo anaeróbio.

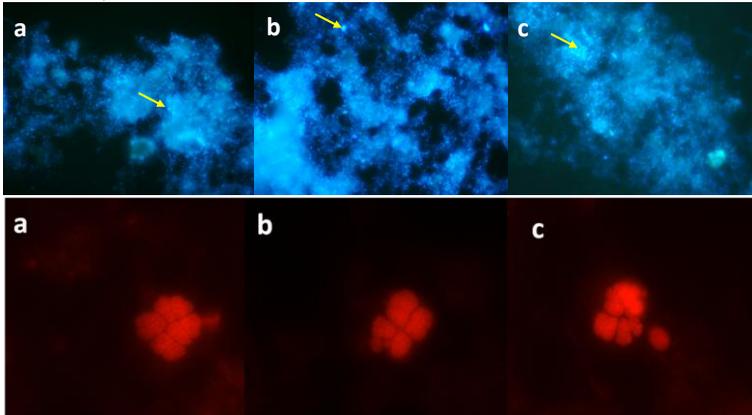
Ao longo da OP I as COV aplicadas de 2,5 e 3,5 kgSV/m<sup>3</sup>.d resultaram na menor variação de metano com  $59,8 \pm 1,6$  % e  $54,3 \pm 1,5$  %, respectivamente. Na OP II a redução do TDH até 7 dias aumentou a concentração de metano no biogás obtendo-se uma média de  $64 \pm 6$  % de CH<sub>4</sub>. Por outro lado, ao reduzir o TDH para 5 dias, a composição do biogás em CH<sub>4</sub> obteve média inferior ( $44 \pm 12$  %). O retorno do TDH para 7 dias (OP III) não resultou em uma produção de CH<sub>4</sub> igual àquela antes testada (média de  $50 \pm 10$  %).

Entre os 333° e 395° dias operacionais o biogás produzido no apresentou baixa composição de metano como mencionado anteriormente. Torna-se evidente, portanto que a eficiência média de

destruição dos SV durante a OP II e OP III (Figura 4-3) foi favorecida por fatores externos a atividade biológica, tal como a sedimentação dos sólidos dentro do reator previamente à etapa de sua alimentação.

Microorganismos do Domínio Arquea (Figura 4- 4) foram encontrados em todas as amostras mensais da OP III (o que relativamente indica uma condição ainda favorável para a ocorrência da metanogênese. Embora o aumento do metabolismo não interfira no percentual de  $\text{CH}_4$ , um desequilíbrio entre a abundância das populações de microorganismos pode ter reduzido a metanogênese no reator

Figura 4- 4 Células hibridizadas para análise de Arqueas, OP III. a) Arqueas positivas após 40 dias operacionais; b) Positivas após 90 dias operacionais; c) Positivas após 150 dias operacionais (imagens na parte superior apresentam coloração com DAPI: setas indicam o zoom no grupo morfológico destacado na parte inferior).



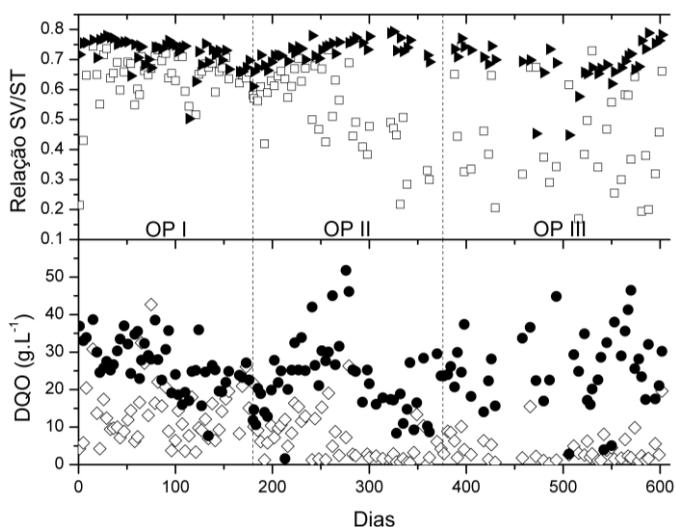
Fonte: Desenvolvido pelo autor.

A digestão anaeróbia de lodos de ETE submetidos a temperatura mesofílica e TDH entre 10 e 20 dias resulta na redução de 30 a 40 % da quantidade de sólidos voláteis do lodo bruto afluente (OROPEZA et al., 2000; RUBIO-LOZA; NOYOLA, 2010; GE; JENSEN; BATSTONE, 2011). Como se observa na Figura 4- 5, a relação SV/ST, que avalia a estabilidade do lodo efluente do digestor (METCALF; EDDY, 2014), foi diferenciada para as estratégias operacionais desenvolvidas haja visto as diferenças das eficiências de degradação da matéria orgânica, conforme visualizado na Figura 4- 3.

O período de funcionamento com TDH constante obteve os menores registros da relação SV/ST para o lodo digerido efluente,

principalmente na OP II com TDH de 7 dias ( $0,41 \pm 0,1$ ) e com TDH de 5 dias ( $0,35 \pm 0,1$ ). Considerando que o lodo bruto adensado apresentou em média  $SV/ST = 0,71$  ao longo das operações OP II e OP III, as relações  $SV/ST$  obtida para os lodos digeridos mencionados comprovam o elevado grau de estabilidade deste resíduo. Por outro lado, esta relação foi superior a 0,6 para todas as cargas orgânicas aplicadas em OP I, o que mostra que a operação com TDH constante formou um efluente mais mineralizado que aquela com COV constante.

Figura 4- 5 Conteúdo orgânico dos lodos adensado e digerido, quanto à relação  $SV/ST$  e a DQO (AD: marcadores escuros ( $\bullet$  e  $\blacktriangleright$ ); DIG: marcadores claros ( $\square$  e  $\diamond$ )).



Fonte: Desenvolvido pelo autor.

Foi verificado que a demanda química de oxigênio apresentou comportamento semelhante à relação  $SV/ST$ , isto é, o lodo digerido efluente apresentou na OP I a maior quantidade de matéria orgânica em sua constituição e isto elevou a DQO. Eficiências de remoção de DQO para digestores anaeróbios de lodos biológicos em mesofilia situam-se em 50 % (DE LA RUBIA et al., 2002; BOLZONELLA et al., 2005). Neste trabalho a média de remoção da DQO para a operação do digestor com COV constante foi 45% menor em relação à operação com TDH constante – OP II e OP III (77%).

A OP I contemplou o período de *start-up* do digestor o que pode ter levado à maior dispersão de resultados para a remoção de SV e para a DQO. Para Najafpour et al. (2006) esta situação é um sinal de insuficiência na quantidade de biomassa microbiana acumulada no digestor, de modo a suportar o incremento de carga orgânica.

### *Análise estatística e determinação da melhor condição operacional*

Para assegurar que as médias amostrais dos resultados de DQO, ST, SV e CH<sub>4</sub> para OP I, OP II e OP III nas amostras do lodo digerido efluente compunham conjunto de dados distintos, as mesmas foram testadas frente à análise de variância multivariada e comparação múltipla de médias - teste de Tukey (Tabela 4- 3). Os dados utilizados foram previamente normalizados para a análise estatística (transformação Box Cox –  $\lambda$  ótimo) (MONTGOMERY; RUNGER; HUBELE, 2006). A operação com COV constante e TDH constante apresentaram valor de p menor que 0,05, indicando que estes interferiram nos resultados das variáveis escolhidas para a análise.

Tabela 4- 3 Análise de variância e teste de Tukey para variáveis de desempenho do digestor piloto.

Variável	F <sup>1</sup>	GL <sup>2</sup>	p	Grupo Tukey ( $\alpha = 0,05$ )	Média
DQO (g·L <sup>-1</sup> )	10,57	11	<0,001	<b>OP II – 5 dias</b>	4,33
				OP II – 15 dias	7,08
				OP II – 10 dias	9,11
ST (g·L <sup>-1</sup> )	8,75	11	<0,001	<b>OP II – 5 dias</b>	1,70
				OP III – 7 dias	5,73
				OP II – 15 dias	7,78
SV (g·L <sup>-1</sup> )	9,06	11	<0,001	<b>OP III – 7 dias</b>	2,89
				OP II – 15 dias	4,66
				OP I – 1,0 kgSV/m <sup>3</sup> .d	7,80
CH <sub>4</sub> (%)	4,99	11	<0,001	OP I – 1,5 kgSV/m <sup>3</sup> .d	63,92
				<b>OP II – 7 dias</b>	64,39
				<b>OP I – 0,5 kgSV/m<sup>3</sup>.d</b>	66,37

<sup>1</sup> Estatística F; <sup>2</sup> Graus de liberdade.

Fonte: Desenvolvido pelo autor.

O teste de Tukey realizado para os dados das 4 variáveis escolhidas mostrou que o funcionamento do digestor piloto de lodo

apresentou diferença significativa entre OP I, OP II e OPIII, sendo que a operação do digestor com TDH constante resultou em um melhor desempenho do sistema em relação à operação com COV constante. Além disso, o teste indicou que quanto menor este tempo melhor os resultados obtidos, sugerindo que a eficiência do processo é otimizada em digestores de alta carga com operação em baixos tempos de detenção hidráulica (< 10 dias).

As médias analíticas obtidas evidenciaram a redução da massa de sólidos totais e voláteis e a maior composição de CH<sub>4</sub> no biogás e são condizentes com a operação de digestores mesofílicos de lodo operados com TDH inferiores a 10 dias (WANG et al., 1997; MATA-ALVAREZ; MACÉ; LLABRÉS, 2000; ATHANASOULIA; MELIDIS; AIVASIDIS, 2012; CHEN et al., 2012).

As operações OP I, OP II e OP III foram sequenciais, fato que prejudicou a OP I, pois esta apresentou mais sólidos que não sedimentavam e que foram gradativamente lavados do sistema. Ademais, a forma operacional executada nos experimentos permitiu a decantação antes da coleta das amostras do efluente, resultando em acúmulo de sólidos no reator. Desta forma, os resultados da eficiência de remoção de sólidos aqui apresentados devem ser relativizados para esta condição, a fim de evitar a incidência de falhas na interpretação dos dados em uma análise conjunta do balanço de massas de sólidos e o desempenho do processo.

## Conclusões

Os resultados obtidos neste estudo mostraram que a operação com tempo de detenção hidráulica constante pode favorecer a redução da massa de sólidos e melhorar a qualidade do efluente em termos da concentração de ST, SV e DQO, comparado ao desempenho do digestor anaeróbico de lodo operado com carga orgânica volumétrica pré-estabelecida. Com o TDH pré-estabelecido, a operação do sistema é mais simplificada, porém, está sujeita ao conteúdo de sólidos do afluente. No desempenho do digestor piloto com TDH constante (OP II e OP III), com os menores TDHs (7 e 5 dias), a fração orgânica do lodo biológico residual foi degradada com eficiência acima de 80% (considerando o fluxo de massa lodo adensado afluente e lodo digerido efluente) produzindo biogás com conteúdo de CH<sub>4</sub> entre 44% e 64%. Com o aumento da COV, o desempenho do digestor foi satisfatório sendo que as menores cargas aplicadas (0,5 e 1,0 kgSV/m<sup>3</sup>.) apresentaram estatisticamente os melhores resultados e a COV 4,5 foi

limitante ao processo anaeróbio. Quanto à relação SV/ST, os melhores valores obtidos ocorreram com TDH de 7 dias (OP II) na qual o lodo efluente ao digestor apresentou reduzido conteúdo orgânico (inferior a 45 %).

## 5 DESEMPENHO E BALANÇO TÉRMICO DE PROCESSO ANAERÓBIO TERMOFÍLICO EM REATOR DE ESTÁGIO ÚNICO PARA TRATAMENTO DE LODO BIOLÓGICO EXCEDENTE AERÓBIO: INFLUÊNCIA DO TDH E DO REGIME DE AGITAÇÃO.<sup>2</sup>

*Performance and feasibility analyses of single stage thermophilic anaerobic process to treat waste activated sludge: influence of HRT and mixing conditions.*

### 1. Introdução

A digestão anaeróbia (DA) é uma tecnologia muito utilizada para o tratamento do lodo residual de estação de tratamento de esgoto (ETE), pois oferece a vantagem da rápida estabilização da matéria orgânica, a redução do volume do lodo e a geração de energia a partir do biogás resultante do processo. O processo de DA pode ser realizado em três faixas de temperatura, psicrófila (10°C a 30°C), mesófila (20°C a 50°C) e termófila (35°C a 75°C) (METCALF; EDDY, 2014). Entretanto, a maioria das aplicações de DA em escala industrial para o tratamento de lodo de ETE são operados em mesofilia em virtude dos aspectos econômicos potencialmente mais vantajosos que incluem ainda a operação sem o controle da temperatura no caso de países de clima tropical (FORESTI; ZAIAT; VALLERO, 2006; DE BAERE; MATTHEEUS, 2012).

O uso da DA termófila é uma estratégia operacional que permite o aumento da carga orgânica volumétrica aplicada (COV) e da produtividade do metano, além de propiciar maiores eficiências de higienização do lodo, aspecto importante para o reúso ou a disposição final do lodo digerido (CONAMA, 2006; APPELS et al., 2008). Devido à falta de disponibilidade de grandes volumes de inóculos termofílicos, um processo de adaptação da biomassa mesófila para condição termófila se torna conveniente para o *start-up* do digestor (ORTEGA; BARRINGTON; GUIOT, 2008; SUN et al., 2015).

Duas estratégias têm sido utilizadas para a transformação da DA mesófila em termófila: a mudança direta (*one step*) ou a mudança gradual (*step-wise*) da temperatura (BOUSKOVA et al., 2005; DE LA

---

<sup>2</sup> Este capítulo da tese será submetido à Brazilian Journal of Chemical Engineering: W.R.M. Leite, B.S. Magnus, A. Dal Mago, D. Franco, P. Belli Filho. Em redação.

RUBIA et al., 2013). A mudança direta da temperatura normalmente é realizada com suplementação nutricional e de alcalinidade ao bicarbonato como medida preventiva para evitar colapso do reator em maior temperatura, pela aceleração das reações de hidrólise e, conseqüentemente, aumento da produção de ácidos voláteis (DÖLL; FORESTI, 2010).

Em estado estacionário, os digestores termofílicos elevam as cinéticas das reações anaeróbias o que permite a utilização de baixos tempos de detenção hidráulica (TDH), diminuindo assim os custos de capital e de instalação dos reatores (BUHR; ANDREWS, 1977; METCALF; EDDY, 2014). Entretanto, o uso de baixos TDH pode implicar no *wash-out* de microrganismos metanogênicos que crescem em velocidades mais lentas e são removidos do processo, causando prejuízos na produção de metano, degradação do substrato e na qualidade do lodo digerido. Diversos estudos em reatores de escala laboratorial já verificaram a produtividade de metano superior a 0,2 m<sup>3</sup>/kgSV<sub>adicionado</sub> no reator, com TDH entre 8 e 9 dias, mas, em ambos os casos, a produtividade do metano não foi acompanhada pelo aumento da eficiência de remoção da carga orgânica (NGES; LIU, 2010; BRAGUGLIA et al., 2015). Em outras investigações, porém, a produtividade de metano foi inferior a 0,10 m<sup>3</sup>/kgSV, com TDH operacional de 10 dias (GIANICO et al., 2015) e neste caso a composição de CH<sub>4</sub> no biogás foi sempre inferior a 53%.

Nos estudos acima citados, todos os reatores apresentaram sistema de agitação contínua durante a carga de sólidos. A condição de agitação intermitente, isto é, prévia estratificação dos sólidos e a formação de depósitos no fundo do digestor, pode se tornar uma alternativa para reter os sólidos no reator por um período superior ao tempo de detenção hidráulica vigente. Esta estratégia operacional permite um maior tempo de estabilização anaeróbia de uma parcela dos sólidos orgânicos além da conversão do substrato a biogás e da retenção da biomassa metanogênica dentro do reator (KAPARAJU; ANGELIDAKI, 2007; KAPARAJU et al., 2008).

Neste trabalho a análise da influência do tempo de detenção hidráulica na estabilização de lodo biológico excedente de ETE foi proposta utilizando digestor operado com agitação intermitente durante a alimentação. O processo de digestão anaeróbia foi conduzido com baixos TDH (5 a 13 dias), a fim de proporcionar o aumento na carga orgânica volumétrica, a partir do aumento da vazão de lodo afluente ao reator.

O objetivo desta pesquisa foi investigar a conversão da

temperatura mesofílica para termofílica em um reator anaeróbio e seu desempenho no tratamento de lodo biológico aeróbio excedente de estação de tratamento de esgoto. Além disso, a viabilidade de implementação desta tecnologia foi avaliada em relação ao balanço energético e uma análise de custos, considerando um cenário de instalação de um reator termofílico em escala real, tecnologia ainda pouco usada em países de clima tropical, como no Brasil.

## **2. Materiais e métodos**

### **2.1 Configurações do reator**

Um reator em escala piloto do tipo CSTR (completed stirred tank reactor) com capacidade útil de 110 L foi utilizado para a estabilização anaeróbia do lodo adensado. Um misturador de eixo vertical com três hélices realizava a agitação do meio reacional com ação de um motor trifásico (380V) regulado por inversor de frequência. A temperatura do digestor foi controlada de forma automática, por meio de sonda de temperatura PT-100, que regulava o aquecimento no digestor através do acionamento de uma resistência elétrica. A agitação do reator apresentou um período de intermitência de 2 horas previamente à alimentação do reator. Este procedimento viabilizava a sedimentação dos sólidos e a decantação do lodo efluente digerido (KAPARAJU et al., 2008).

### **2.2 Características do substrato**

A Tabela 5- 1 apresenta as características do lodo utilizado como substrato para alimentar o digestor ao longo do estudo. Após a etapa de adensamento por gravidade o lodo (adensado) apresentou concentração média de 2,1% em sólidos totais, dos quais 70% eram sólidos voláteis. A relação DQO/SV foi 1,60 diversamente do valor típico de 1,4. Esta diferença pode estar associada à presença de sólidos inertes no reator de lodo ativado no tratamento da fase líquida dos esgotos, fortemente influenciado pelo alto tempo de retenção de sólidos (TRS) (20 dias) neste reator (BATSTONE et al., 2002; BATSTONE; BALTHES; BARR, 2010). A relação DQO:N:P presente no substrato é 67:4:1, claramente inferior ao típico 300:5:1 considerado mais adequado para o crescimento bacteriano e produção de biogás (MALINA JR.; POHLAND, 1992; ANNACHATRE, 1996).

Tabela 5- 1 Características do lodo usado como substrato neste estudo.

Variáveis analisadas	Valor médio	Desvio padrão
DQO (g O <sub>2</sub> /L)	23,4	2,0
ST (g/L)	20,8	1,9
SV (g/L)	14,7	1,0
P-Total (mg/L)	351,1	45,4
NTK (mg/L)	1.278	24,7
Amônia (mg N-NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> /L)	130,7	17,9
Alcalinidade total (mg CaCO <sub>3</sub> /L)	1.037	152,1
Alcalinidade parcial (mg CaCO <sub>3</sub> /L)	667	158,7
Coliformes totais (UFC/gST) <sup>1</sup>	10 <sup>8</sup>	10 <sup>7</sup>
Coliformes termotolerantes (UFC/gST) <sup>1</sup>	10 <sup>6</sup>	10 <sup>5</sup>

<sup>1</sup> Unidades na base  $\log_{10}$

Fonte: Desenvolvido pelo autor.

## 2.2 Condições experimentais

O funcionamento do reator seguiu 3 condições operacionais. O período 1 (P1) antecedeu a troca da temperatura operacional. Durante o P1, o reator foi operado em regime mesofílico – 35°C com tempo de detenção hidráulica de 7 dias e carga orgânica aplicada de 1,9 kgSV/m<sup>3</sup>.d. Foi realizada uma suplementação gradual com solução 6N de NaHCO<sub>3</sub> misturado ao substrato para elevar o pH e a alcalinidade no reator. Este procedimento foi realizado no intuito de fortalecer as condições ambientais do sistema previamente à mudança da temperatura, prevenindo a inibição da atividade da biomassa ou o azedamento do digestor (CHEN, 1987; CECCHI et al., 1993; CHAN; CHONG; LAW, 2012). A alimentação do digestor foi interrompida no sétimo dia de operação P1 e o ajuste da temperatura ocorreu no 11º dia operacional.

Durante o período 2 (P2) o reator em regime de temperatura termofílica – 55°C foi monitorado diariamente. O digestor permaneceu sem alimentação e esta foi reativada quando o sistema apresentou indício de atividade metanogênica (biogás com composição em CH<sub>4</sub> superior a 40%).

No período 3 (P3), o reator termofílico operou em condição de estado estacionário com redução gradual do TDH aplicado. O TDH variou entre 13 e 5 dias (Tabela 3- 1). Em todos os períodos operacionais a alimentação do digestor ocorreu em modalidade semicontínua: uma vez por dia, 7 vezes em uma semana, através de bombeamento automático controlado por temporizador.

### 2.3 Métodos analíticos

Durante os períodos P1 e P3 as amostras do substrato e do lodo digerido foram coletadas 2 vezes por semana para caracterização e para o monitoramento do digestor. A estabilidade do digestor foi avaliada em termos de pH, alcalinidade total e parcial, ácidos orgânicos voláteis (AOV) totais e individuais (C<sub>2</sub>-C<sub>5</sub>) e amônia. O lodo adensado e o lodo digerido foram monitorados em relação às concentrações da demanda química de oxigênio (DQO), nitrogênio total Kjeldahl (NTK) e fósforo total (P-total). Durante o período P2 amostras do digestor foram coletadas diariamente para monitorar os efeitos da troca da temperatura na estabilidade do sistema. Todas as determinações físico-químicas seguiram metodologia estabelecida em Standard Methods (APHA, 2005). Os AOV foram determinados por cromatografia líquida de alta performance (HPLC) utilizando um cromatógrafo modelo Dionex Ultimate 3000 equipado com coluna Acclaim AO (5 µm, 4,0 x 150 mm) com detector de condutividade de íons (LEITE et al., 2013). As amostras foram previamente filtradas em membrana 0,45µm de acetato celulose.

A produção de biogás foi medida por gasômetro através do princípio de deslocamento de líquido. A composição do biogás (CH<sub>4</sub> e CO<sub>2</sub>) foi medida utilizando-se um analisador portátil de biogás com detector infravermelho (modelo GEM 2000, Landtec). O biogás produzido foi expresso em volume, mas também em produções específicas: por volume de reator (GPR) e por carga orgânica aplicada (SGP).

A qualidade microbiológica do lodo afluente e efluente ao digestor foi determinada através da concentração de bactérias do gênero coliformes totais e coliformes termotolerantes, de acordo com metodologia Standard Methods (APHA, 2005).

### 2.4 Análise da estrutura da comunidade microbiana

Amostras do lodo de fundo ao longo do período P3 foram coletadas mensalmente para a caracterização da microbiota usando ensaios de hibridização *in situ* de fluorescência – FISH (AMANN,1995). As células foram hibridizadas com oligonucleotídeos fluorescentes específicos para todas as Arqueas (ARC 915, sequência GTGCTCCCCCGCCAATTCT).

## 2.5 Balanço energético e considerações econômicas

Foram realizadas determinações dos requisitos energéticos do digestor termofílico de lodo funcionando em regime estacionário (período P3). As estimativas foram realizadas para a produção de lodo em uma ETE que atende 140.000 habitantes equivalente (HE). Foram considerados os seguintes parâmetros e valores: calor específico do lodo de 1 kcal/kg°C, temperatura do lodo de 20°C, o poder calorífico do biogás de 5.500 kcal/m<sup>3</sup>, rendimento térmico e elétrico de uma unidade de produção combinada de calor e energia (CHP) de 50% e 40% respectivamente e o rendimento térmico de uma caldeira de 90% (ZUPANIC; ROS, 2003; METCALF; EDDY, 2014). O cálculo teórico do balanço energético considerou a energia térmica para aquecer o lodo e as perdas por propagação do calor como as únicas formas de requisito de energia térmica.

A vazão de lodo a ser tratada ( $Q_{\text{lodo}}$ ) foi determinada conforme (Eq.1) e o volume do digestor ( $V_d$ ) foi determinado conforme o tempo de detenção hidráulica operacional (Eq. 2), o qual variou entre 1820 m<sup>3</sup> e 700 m<sup>3</sup> para a operação entre TDH de 13 dias e 5 dias. A carga diária de sólidos voláteis ( $SV_{\text{adicionado}}$ ) a ser tratada no digestor e a produção de biogás ( $P_{\text{biogás}}$ ) foram determinados conforme (Eq. 3) e (Eq. 4) respectivamente.

$$Q_{\text{lodo}} \left( \frac{\text{m}^3}{\text{d}} \right) = P_{\text{lodo}} \times HE / ST \quad (1)$$

$$V_d \text{ (m}^3\text{)} = Q_{\text{lodo}} \times TDH \quad (2)$$

$$SV_{\text{adicionado}} \left( \frac{\text{kgSV}}{\text{d}} \right) = P_{\text{lodo}} \times \frac{SV}{ST} \times HE \quad (3)$$

$$P_{\text{biogás}} \text{ (m}^3\text{/d)} = SV_{\text{adicionado}} \times SGP \quad (4)$$

Onde  $P_{\text{lodo}}$  é a produção per capita de lodo; HE é o equivalente populacional da ETE; ST é a concentração de sólidos; SV/ST é fração orgânica dos sólidos totais.

A quantidade teórica de calor (Heat) e de energia elétrica (Energy) produzida em uma unidade CHP a partir do biogás, foi determinada através da Eq.(5). Foi adotado o poder calorífico inferior do biogás (PCI) de 5.500 Kcal/m<sup>3</sup>, o rendimento térmico ( $n_{\text{térmico}}$ ) de 50% e elétrico de 40% ( $n_{\text{elétrico}}$ ). A conversão energética através da queima direta do biogás em caldeira também foi avaliada ( $n_{\text{caldeira}}=90\%$ ).

$$\text{Heat ou Energy} \frac{\text{Kcal}}{d} = P_{\text{biogas}} \times \text{PCI} \times n_{\text{calor ou elétrico}}$$

(5)

As perdas de energia calorífica foram estimadas com base nas dimensões do digestor. As estimativas consideraram a produção específica de biogás determinados experimentalmente em cada TDH aplicado. O balanço energético foi ainda estimado para diferentes concentrações de sólidos no substrato para verificar a influência da capacidade de adensamento do lodo no balanço térmico e nos custos associados. A estimativa de determinação do tempo de retorno do investimento (payback time) foi realizada com base em estudos similares com biogás produzido da DA de lodos e demais resíduos orgânicos (BOLZONELLA et al., 2007; CAVINATO et al., 2010; GIANICO et al., 2015).

### 3. Resultados e discussão

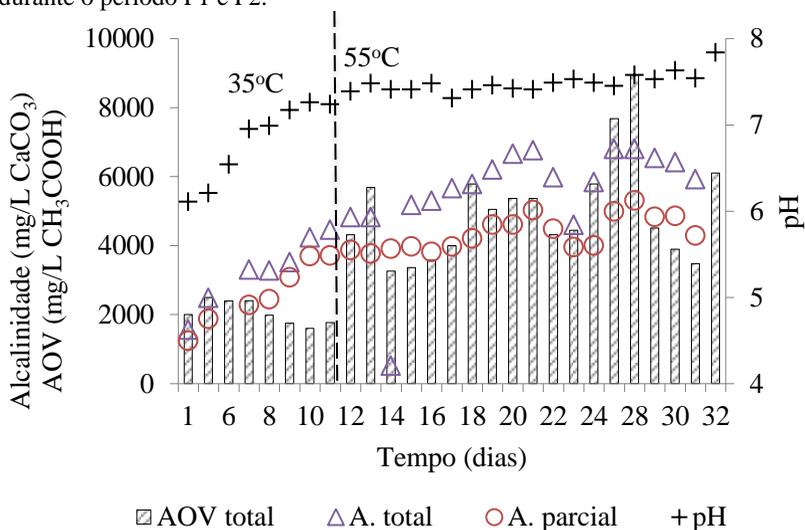
#### 3.1 Comportamento do digestor na temperatura mesofílica (período P1)

O funcionamento do digestor previamente à mudança de temperatura foi em regime de temperatura mesofílica. A Figura 5- 1 apresenta os resultados do monitoramento da alcalinidade total (A. total), alcalinidade parcial (A. parcial), pH e dos ácidos orgânicos voláteis totais (AOV). O digestor apresentou elevada concentração de alcalinidade total e parcial ( $3262 \pm 997$  e  $2618 \pm 925$ ) relacionada principalmente à suplementação de íons bicarbonatos através da solução de NaHCO<sub>3</sub> adicionada no digestor neste período. Este procedimento elevou o pH que variou de 6,11 a 7,26. A concentração de AOV apresentou dois perfis distintos neste período: enquanto alimentado (dias 1 a 6, COV de 1,9 kgSV/m<sup>3</sup>.d, TDH de 7 dias) a concentração de ácidos orgânicos totais (equivalente a ácido acético) foi  $2324 \pm 221$  mg/L. Após a supressão da carga de substrato (dias 7 a 11), os ácidos formados

foram degradados a biogás resultando na diminuição da concentração de AOV ( $1774 + 160$  mg/L).

Enquanto alimentado (dias 1 a 6), a produção diária de biogás por metro cúbico de digestor foi  $0,21 \pm 0,1 \text{ m}^3$ . Após a interrupção da alimentação, esta produção foi reduzida para  $0,16 \pm 0,1 \text{ m}^3_{\text{biogás}}/\text{m}^3_{\text{reator}} \cdot \text{d}$ . A ampla variação demonstra que a suspensão da alimentação reduziu em 24% a produtividade de biogás (produzido a partir da conversão dos AOV já acumulados no digestor). A composição do biogás apresentou média de  $61 \pm 2,5\%$  de  $\text{CH}_4$  e  $37 \pm 1,7\%$  de  $\text{CO}_2$  durante o período P1, demonstrando que a atividade dos microrganismos metanogênicos não foi prejudicada pela interrupção da alimentação (entre dias 7 e 11).

Figura 5- 1 Monitoramento da alcalinidade, ácidos orgânicos voláteis e pH durante o período P1 e P2.



Fonte: Desenvolvido pelo autor.

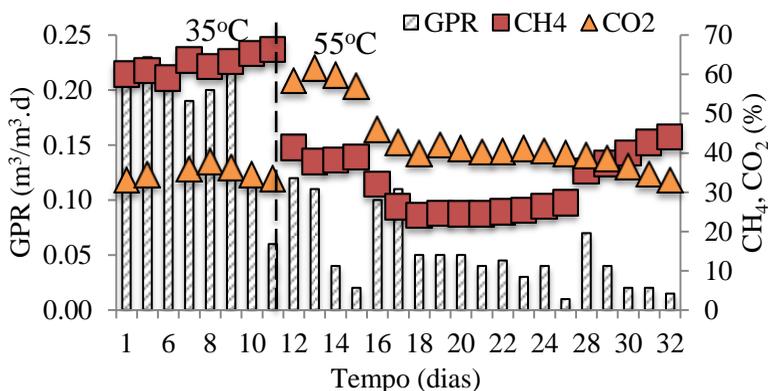
### 3.2 Conversão da temperatura (período P2)

O aumento imediato da temperatura no 11<sup>o</sup> dia operacional influenciou a produção de ácidos orgânicos voláteis (Figura 5- 1) cujas concentrações aumentaram ao longo das duas primeiras semanas após a troca da temperatura (média de 4345 e 6421 mg/L, equivalentes a ácido acético). A maior quantidade de AOV no digestor resultou em elevação da concentração da alcalinidade total. Como a capacidade de tamponamento dos AOV ocorre em pH menor que 5,0 esta alcalinidade

apresenta baixa importância para o processo. Por outro lado, a capacidade tampão representada pela alcalinidade parcial foi mantida próximo aos 3.000 mg CaCO<sub>3</sub>/L ainda como efeito da suplementação com solução de NaHCO<sub>3</sub> durante o período P1 mas também pelo aumento da quantidade de ácido carbônico no meio reacional em equilíbrio com a parcela de CO<sub>2</sub> na fase gasosa (CHERNICHARO, 1997; BATSTONE et al., 2002).

A Figura 5- 2 apresenta o monitoramento da produção específica e da composição do biogás. A produção de biogás foi mínima após a troca da temperatura (média de 0,05 m<sup>3</sup>/m<sup>3</sup><sub>reator</sub>.d) bem como a sua composição em CH<sub>4</sub> (média de 26%). Estes resultados evidenciaram a perda temporária da condição ideal para a atividade dos microrganismos metanogênicos a partir do momento da troca da temperatura e que seria conveniente aguardar a adaptação e o crescimento das bactérias e arqueas metanogênicas adaptadas ao novo regime térmico.

Figura 5- 2 Produção e composição do biogás durante o período P1 e P2.



Fonte: Desenvolvido pelo autor.

A composição do biogás em CH<sub>4</sub> foi monitorada diariamente ao longo da P2 para avaliar a adaptação e o crescimento dos microrganismos metanogênicos termofílicos. De acordo com a Figura 5-2, o aumento da temperatura provocou desequilíbrio no metabolismo da comunidade microbiana existente no reator. Especificamente, as cinéticas dos microrganismos fermentativos foram favorecidas resultando na maior produção de dióxido de carbono durante os primeiros dias após a troca da temperatura. A elevação da pressão parcial do CO<sub>2</sub> no biogás elevou também o pH do sistema, conforme

verificado na Figura 5- 1 (VINDIS et al., 2009). Uma elevação na concentração de  $\text{CH}_4$  no biogás foi verificada 17 dias após a conversão da temperatura (Figura 5- 2). O percentual de metano subiu de 29% para 35% e finalmente 36% durante três dias consecutivos (27º e 29º dias, Figura 5- 2). Embora relativamente moderado, este aumento na concentração de  $\text{CH}_4$  no biogás foi utilizado como pressuposto para a retomada da alimentação do digestor.

O tempo de recuperação do processo biológico após o aumento direto da temperatura obtido neste estudo (18 dias) foi superior aquele observado por Ortega, Barrington e Guiot (2008) operando digestor para tratamento da fração orgânica de resíduos sólidos urbanos (FORSU) cuja alimentação foi reestabelecida 7 dias após a troca direta da temperatura. O reator permaneceu, porém, 13 dias em mesofilia sem alimentação, totalizando 20 dias. Bouskova et al. (2005) obtiveram um novo regime de estado estacionário termofílico 28 dias após a conversão direta da temperatura de um digestor de lodo de ETE. Os autores observaram ainda um pequeno aumento da produção de biogás e da concentração de  $\text{CH}_4$  no biogás 17 dias após a troca da temperatura, o que corresponde propriamente com o tempo de recuperação do processo biológico obtido na presente pesquisa.

### 3.3 Desempenho do processo de digestão anaeróbia em temperatura termofílica (período P3)

A Tabela 5- 2 apresenta os valores médios obtidos para as características do lodo digerido efluente. A redução gradual do TDH aumentou proporcionalmente o fluxo de massa de entrada e saída no digestor e por consequência elevou a concentração média dos sólidos efluentes. Especificamente, operando com 6 dias de TDH o lodo digerido apresentou o menor conteúdo de matéria orgânica (SV/ST cerca de 30%). As concentrações de amônia foram crescentes na medida em que o TDH reduziu. A elevação da amônia está relacionada especialmente à degradação das proteínas e ureia existentes no substrato (KOBAYASHI et al., 2009). Com exceção da operação com TDH de 5 dias, as demais condições operacionais superaram o valor de 700 mg  $\text{N-NH}_4^+$ /L indicado como valor máximo para evitar processos de inibição (ANGELIDAKI; AHRING, 1993; YENIGUN; DEMIREL, 2013). Embora a amônia livre ( $\text{NH}_3$ ) seja tóxica à microbiota anaeróbia, a DA em questão não apresentou indícios de inibição pelo  $\text{NH}_3$ . A alcalinidade total do sistema representou o balanço entre amônia, o sistema carbonato e a concentração de AOV. O pH do processo

apresentou baixa variação ao longo do experimento dado a solubilidade do CO<sub>2</sub> na fase líquida do meio reacional.

Tabela 5- 2 Produção de biogás e características do lodo digerido efluente do digestor termofílico.

	TDH = 13 d	TDH = 9 d	TDH = 6 d	TDH = 5 d
<i>Lodo digerido</i>				
pH	7,2 ± 0,1	7,2 ± 0,1	7,1 ± 0,1	7,0 ± 0,2
DQO (gO <sub>2</sub> /L)	6,3 ± 2,3	4,1 ± 1,6	6,6 ± 3,7	16,4 ± 6,6
ST (g/L)	6,4 ± 2,5	5,0 ± 1,0	7,3 ± 3,5	12,9 ± 6,3
SV (g/L)	3,8 ± 1,7	2,4 ± 0,7	2,2 ± 6,5	7,7 ± 4,2
P total (mg/L)	208 ± 35	164 ± 25	247 ± 61	250 ± 46,1
NTK (mg/L)	800 ± 78	780 ± 99	702 ± 63,5	840 ± 183
Amônia (mg NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> /L)	543 ± 209	635 ± 64	690 ± 195	475 ± 80
<i>AOV total</i>				
(mgAOV/L)	1450 ± 56	1457 ± 286	2934 ± 560	3605 ± 942
<i>Alcalinidade total</i>				
(mg CaCO <sub>3</sub> /L)	2530 ± 135	2011 ± 244	2151 ± 227	2651 ± 800
<i>Alcalinidade parcial</i>				
(mg CaCO <sub>3</sub> /L)	2215 ± 125	1811 ± 235	1811 ± 202	1686 ± 447
<i>Produtividade biogás</i>				
GPR (m <sup>3</sup> /m <sup>3</sup> .d)	0,31 ± 0,05	0,35 ± 0,04	0,33 ± 0,06	0,29 ± 0,07
SGP (m <sup>3</sup> /kgSV <sub>adic</sub> )	0,24 ± 0,03	0,22 ± 0,02	0,15 ± 0,03	0,10 ± 0,03
CH <sub>4</sub> (%)	64 ± 2	64 ± 2	65 ± 1	60 ± 6

Fonte: Desenvolvido pelo autor.

A concentração de AOV foi crescente com a redução do TDH aplicado. O período experimental com TDH de 5 dias apresentou a maior concentração de ácidos orgânicos voláteis totais (soma dos ácidos acético, propiônico e butírico), a qual foi 2,5 maior que aquela obtida durante a operação com TDH de 13 dias. De fato, com a redução do

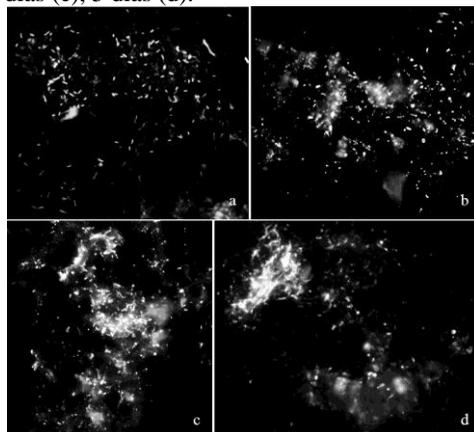
TDH a carga orgânica sofreu aumentos progressivos devido a maior transferência de massa de sólidos para o digestor ( $1,31 \pm 0,15$ ,  $1,63 \pm 0,25$ ,  $2,23 \pm 0,53$  e  $2,86 \pm 0,24$  kgSV/m<sup>3</sup>.d respectivamente para TDH de 13, 9, 6 e 5 dias). Assim, a combinação da maior disponibilidade de substrato e os baixos tempos de detenção aplicados favoreceu a cinética de formação do AOV, principal subproduto da fermentação do substrato orgânico (MIRON et al., 2000; DAMASCENO et al., 2007).

De acordo com os dados presentes na Tabela 5- 2, o digestor termofílico apresentou média de produção de biogás superior a  $0,20$  m<sup>3</sup>/kgSV<sub>adicionado</sub> para a operação com até 9 dias de TDH. Para tempos de detenção inferiores, o valor médio do SGP observado variou entre  $0,15$  e  $0,10$  m<sup>3</sup>/kgSV. Considerando apenas o lodo efluente, a média de remoção dos sólidos voláteis presentes no substrato foi 74%, 84%, 85% e 48% para 13, 9, 6 e 5 dias de TDH operacional. Uma avaliação mais precisa pode ser obtida considerando-se a fração do fluxo de massa que sedimentou no fundo do digestor nos momentos de interrupção da agitação (discussão posterior).

A redução do TDH favorece o *wash-out* de microrganismos especialmente os metanogênicos, dada a sua lenta cinética de crescimento celular (SIEGRIST et al., 2002). A média da concentração de CH<sub>4</sub> no biogás foi estatisticamente igual para os dois maiores TDH aplicado (64%, p-value > 0,05) e similar aos valores obtidos nas demais condições operacionais. Desta forma a redução do tempo de detenção hidráulica não influenciou a composição de CH<sub>4</sub> no biogás. De fato, foi observada a presença de arqueas em amostras do lodo de fundo coletado ao longo de todos os TDH aplicado o que sugere a presença de arqueas metanogênicos neste lodo (Figura 5- 3). Diante disto, fica evidente que a compensação do *wash out* de microrganismos metanogênicos foi obtida pela atividade biológica ocorrida na fração de sólidos sedimentados e retidos no digestor (KAPARAJU et al., 2008; KARIM et al., 2005).

As produções específicas de metano (SMP) foram  $0,15$  e  $0,14$  m<sup>3</sup>/kgSV<sub>adicionado</sub> para a operação do digestor com TDH de 13 e 9 dias respectivamente. Estes resultados são correspondentes aos de Braguglia et al. (2015) na DA termofílica de lodo biológico excedente operando reatores do tipo CSTR com TDH de 10 d e COV de  $1,0$  kgSV/m<sup>3</sup>.d e superiores aos obtidos por Gianico et al. (2015) com condição operacional similar (TDH de 10 d e carga aplicada de  $1,2$  kgSV/m<sup>3</sup>.d).

Figura 5- 3 Células hibridizadas (pontos brancos) indicando a presença de arqueas ao longo da operação do digestor anaeróbico em diferentes TDH: 13 dias (a), 9 dias (b), 6 dias (c), 5 dias (d).



Fonte: Desenvolvido pelo autor.

O processo anaeróbico termofílico reduziu  $3\text{-log}_{10}$  e  $1\text{-log}_{10}$  unidades formadoras de colônia (UFC) de coliformes totais e coliformes termotolerantes respectivamente, a cada 1 grama de ST da amostra de lodo digerido. Desta forma, o lodo digerido apresentou característica microbiológica compatível com um lodo classe B, mais restrito para reúso agrícola (CONAMA, 2006). Todavia, ressalta-se que as análises de coliformes ocorreram para amostras de lodo digerido produzidos com TDH de 6 e 5 dias, inferior ao típico TDH de 10 a 15 dias para a operação de digestores anaeróbios de lodo em temperatura termofílica (APPELS et al., 2008).

### 3.4 Balanço de massas para o período de operação termofílico

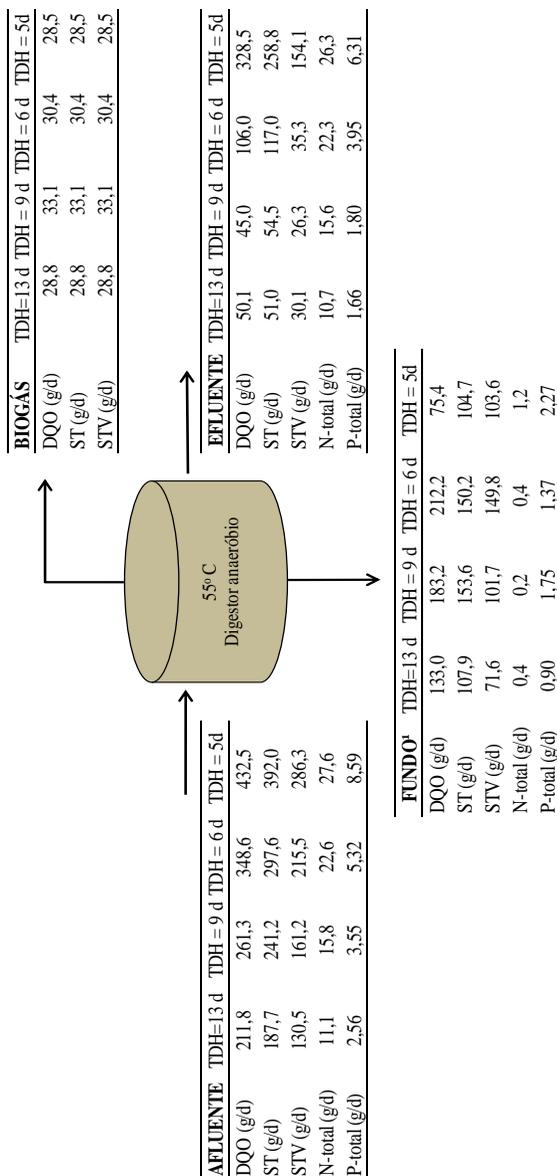
Balanços de massas para os sólidos, DQO, nitrogênio total (N-total, NTK+amônia) e fósforo total (P-total) foram calculados conforme os dados disponíveis na Tabela 5- 1 e Tabela 5- 2. Os resultados obtidos são apresentados na Figura 5- 4. Os fluxos de massa consideraram como input o lodo adensado afluyente ao digestor. Como output foram considerados o lodo efluente digerido, a conversão da matéria orgânica a biogás (quando aplicável) e o lodo de fundo sedimentado, determinado como o fluxo de massa residual para alcançar os 100% da carga afluyente ao digestor.

O balanço de massa demonstrou que os SV e a DQO foram parcialmente removidos através da formação de biogás, cujas eficiências médias foram proporcionais à diminuição do TDH aplicado (22%, 21%, 14% e 10% para os sólidos voláteis e 14%, 13%, 9% e 7% para a DQO ao longo da operação com TDH entre 13 e 5 dias). Em ambos os casos, as eficiências de conversão da matéria orgânica em biogás foram inferiores àquelas obtidas por outras pesquisas cujo processo de alimentação ocorreu com a agitação contínua (NGES; LIU, 2010; BOLZONELLA et al. 2012; BRAGUGLIA et al., 2015; GIANICO et al., 2015).

A agitação intermitente propiciou a sedimentação mínima de 50% da carga de ST e SV afluentes para as operações com até 6 dias de TDH. Em relação à DQO, este valor alcançou até mesmo 70% para a operação com TDH de 9 dias. As partículas de sólidos de maior densidade tenderam a sedimentar no período de interrupção da agitação (2h antes da alimentação). Desta forma, o acúmulo de sólidos no fundo do digester elevou o TRS favorecendo a retenção de biomassa, fato que justifica a produção de biogás e a sua alta composição em metano mesmo quando o digester funcionou com baixos tempos de detenção hidráulica (Tabela 5- 2). A alta relação SV/ST no lodo de fundo (superior a 60% para todas as condições operacionais) reforça a evidência da presença de biomassa anaeróbia que complementou as produtividades de biogás ao longo dos experimentos (KAPARAJU; ANGELIDAKI, 2007).

Em relação ao nitrogênio (N total), enquanto que a forma orgânica foi predominante no lodo adensado afluente, a forma amoniacal ( $N-NH_4^+$ ) correspondeu ao mínimo de 40% do N total durante as operações entre 13 e 6 dias de TDH. Desta forma, considerando apenas a amônia solúvel presente no lodo afluente e o lodo efluente digerido, a amonificação do sistema foi 40%, 45%, 50% e 36% para a operação do digester entre 13 e 5 dias. As maiores amonificações estão relacionadas aos menores TDH aplicados dado que esta condição favoreceu as reações de hidrólise do processo biológico e assim a maior conversão do nitrogênio orgânico ao nitrogênio inorgânico. O fluxo de massa para o P total revelou a retenção de 30% a 50% deste nutriente no lodo de fundo o que pode se tornar um atrativo para o reaproveitamento agrônômico deste lodo.

Figura 5- 4 Balanço de massas para sólidos, DQO e nutrientes



\* Obtido por diferença considerando que  $\sum_{\text{afluente}} = \sum_{\text{efluente}} + \text{Acumulado no fundo}$

Fonte: Desenvolvido pelo autor.

### 3.5 Estimativa dos requisitos energéticos do digestor termofílico

Os requisitos térmicos e as análises de balanço de energia foram realizados para uma hipotética ETE com capacidade de atendimento (HE) de 140.000 habitantes (a mesma da ETE escala real fonte de substrato desta pesquisa).

A Tabela 5- 3 apresenta os requisitos e rendimentos energéticos para o digestor termofílico de estágio único. Devido a maior produção de biogás, obteve-se maior produção de energia elétrica no digestor de lodo operando com TDH de 13 dias (3,0 MWh/d). O fator de conversão de biogás em energia elétrica é aproximadamente 2.5 KWh/m<sup>3</sup> biogás, similar ao valor assumido para unidades CHP com máximo 40% de eficiência (DEUBLEIN; STEINHAUSER, 2008).

A conversão da energia química do biogás em energia térmica com o digestor operando com TDH de 13 dias é cerca de 8% superior àquele produzido com TDH de 9 dias, 38% e 58% superior àqueles produzidos com TDH de 6 e 5 dias respectivamente. Notadamente, porém, a estimativa do balanço térmico do digestor termofílico, diferença entre a energia térmica produzida e os requisitos térmicos do sistema (aquecimento do lodo e perdas por propagação térmica), foi negativo em ambas as tecnologias de conversão energética do biogás. Este resultado é associado à baixa concentração de sólidos no lodo que demanda maior energia térmica para aquecimento à temperatura operacional. A temperatura adicional necessária para manter a temperatura operacional de 55°C considerando as perdas pela parede do digestor foi calculada (°C/d): 3,3, 2,6, 2,0 e 1,8 para a operação com os tempos de detenção hidráulica de 13, 9, 6 e 5 dias. Claramente, quanto maior o TDH, maior o volume do reator e conseqüentemente maior a temperatura adicional estimada para compensar as perdas naturais pelas paredes do reator.

Tabela 5- 3 Requisitos e balanço térmico<sup>2</sup> para digestor termofílico de estágio único.

TDH (dias)	Energia térmica produzida (Kcal/d)		Demanda térmica (Kcal/d)	PI <sup>1</sup> (KW)	Energia elétrica (MWh/d)
	CHP	Caldeira	Total		
13	3.234.000	5.821.200	13.412.692	125	3.0
9	2.964.500	5.336.100	13.159.908	115	2.8
6	2.021.250	3.638.250	12.944.390	78	1.9
5	1.347.500	2.425.500	12.864.916	52	1.3

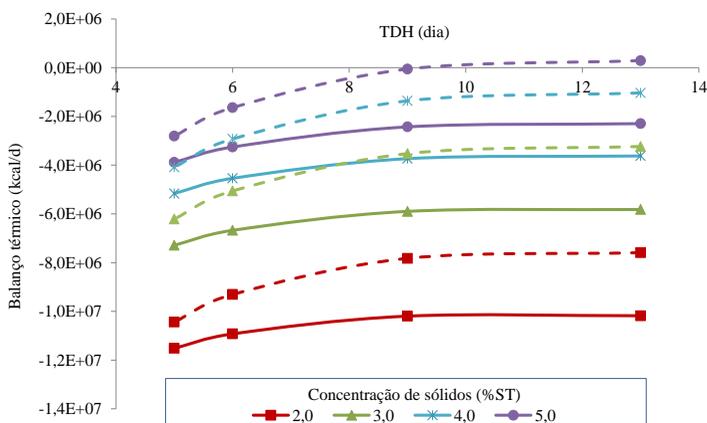
<sup>1</sup> Potência instalada;

<sup>2</sup> Balanço térmico=(Energia térmica produzida – Demanda térmica)

Fonte: Desenvolvido pelo autor.

A Figura 5- 5 apresenta os resultados para o balanço térmico do reator dimensionado para tratar o lodo usado como substrato neste estudo (aproximadamente 2% ST, Tabela 5- 1), considerando ainda maiores concentrações de ST no intuito de analisar a influência da concentração de sólidos e por consequência a eficiência da unidade de adensamento do lodo no balanço térmico do reator.

Figura 5- 5 Balanço térmico em função do tempo de detenção hidráulica e da concentração de sólidos no substrato (cogeração: linha sólida; caldeira: linha tracejada).



Fonte: Desenvolvido pelo autor.

Baixos TDH resultaram em maiores fluxos de carga orgânica ao reator (Figura 5- 4) e prejudicam a produção de biogás (Tabela 5- 2). Desta forma os resultados da Figura 5- 5 sugerem que quanto maior o percentual de sólidos totais no lodo adensado mais favorável é balanço térmico. O modelo obtido ressalta a necessidade de aumento da concentração do lodo (cerca de 5% em ST) para se alcançar a autossuficiência energética do digestor termofílico operando com TDH mínimo de 9 dias, convertendo-se a energia do biogás em uma caldeira térmica. Esta evidência está de acordo com os resultados referidos em diversos estudos de DA aplicada para o tratamento de lodo secundário excedente (MATA-ALVAREZ; MACÉ; LLABRÉS, 2000; BOLZONELLA et al., 2005). Um aprimoramento da gestão da etapa de adensamento gravitacional pode incidir em aumento na qualidade das características do lodo adensado e assim favorecer o balanço térmico (METCALF; EDDY, 2014).

De acordo com Pilli et al. (2015), porém, quando o lodo apresenta  $ST > 3,0\%$  a produtividade energética pode ser limitada devido a menor degradação dos sólidos e conseqüente menor produção de metano. Desta forma, o pré-tratamento do lodo para elevar a sua biodegradabilidade pode favorecer o processo biológico e o balanço energético (BRAGUGLIA et al., 2014, 2015). O uso da configuração de dois estágios ou fases, isto é, reator hidrolítico-fermentativo seguido de digestor metanogênico também beneficia a DA quando baixos TDH ou altas COV são planejados para o tratamento (GOSH, 1987; DEMIREL; YENIGUN, 2002; BOLZONELLA et al., 2012).

### 3.6 Considerações econômicas

Para a análise econômica desenvolvida neste trabalho (ETE de 140.000 HE) foram considerados dois cenários. O primeiro cenário retrata a atual situação da ETE em que o gerenciamento do lodo envolve as etapas de adensamento estático (gravidade, 2 %ST), adensamento mecanizado (centrifuga, 25% ST) e disposição do lodo em aterro sanitário (R\$125,26/m<sup>3</sup> lodo) (FORNARI FILHO, 2010). No segundo cenário, um digestor anaeróbio termofílico de estágio único operando com TDH de 9 dias (ver Tabela 5- 2, Tabela 5- 3 e Figura 5- 4) foi adicionado antes da etapa de centrifugação. Os custos de investimento do digestor foram fixados em R\$1.026,00/m<sup>3</sup> reator.

Os custos anuais da disposição final do lodo sem o digestor termofílico foram estimados em R\$ 1.279.135,00. Com a implementação do digestor anaeróbio, cerca de 1.500 toneladas de lodo

deixariam de ser dispostas no aterro sanitário (transformados em biogás) reduzindo em aproximadamente 15% os custos anuais da disposição final do lodo tratado em digestor anaeróbio (efluente + lodo de fundo). O investimento calculado para a implementação do digestor termofílico de único estágio foi de R\$ 3.577.383,00. Os custos com a aquisição da caldeira térmica e demais materiais hidráulicos foram estimados como 10% dos custos de implementação do digestor (BOLZONELLA et al., 2007). Face aos dados obtidos, o tempo de retorno para recuperação do investimento do digestor termofílico de lodo (2 %ST, TDH 9 dias) foi de 19 anos. Ressalta-se que conforme os dados da Tabela 5- 3 e a Figura 5- 5 o reator não apresenta balanço térmico positivo com esta concentração de sólidos no substrato sendo necessária a compra de energia elétrica ou térmica das concessionárias para manter a temperatura operacional do digestor.

#### 4. Conclusões

O tempo necessário para o restabelecimento da metanogênese, após o aumento direto da temperatura do reator anaeróbio escala piloto, usado para tratamento de lodo biológico excedente de ETE, foi de 18 dias.

Quanto ao desempenho do digestor termofílico, a redução do TDH prejudicou a produção específica de biogás que foi inferior a 0,16 m<sup>3</sup>/kgSV<sub>adicionado</sub> para os menores TDH (6 e 5 dias). Similarmente, a redução do TDH prejudicou a remoção de sólidos voláteis.

O percentual de metano no biogás ao longo de todo o experimento foi superior a 60%, visto a presença de microrganismos metanogênicos retidos no lodo de fundo. A interrupção da agitação por 2h, previamente à alimentação do digestor, possibilitou a compensação do *wash-out* de destes microrganismos, mesmo com a aplicação de baixos tempos de detenção hidráulica. A sedimentação de sólidos totais no digestor variou entre 27% e 64%.

O balanço energético proposto resultou em autossuficiência energética apenas para o aproveitamento térmico do biogás em um cenário de maior concentração de sólidos no substrato (mínimo 5% ST).



## 6 PERFORMANCE AND ENERGY ASPECTS OF SINGLE AND TWO PHASE THERMOPHILIC ANAEROBIC DIGESTION OF WASTE ACTIVATED SLUDGE.<sup>3</sup>

*Desempenho e aspectos energéticos da digestão anaeróbia de lodo secundário de ETE em reator de estágio único e de dois estágios*

### 1. Introduction

Wastewater treatment plants (WWTPs) generate large amounts of residual sludge: between 25% and 50% of the influent chemical oxygen demand (COD) is converted into primary or secondary sludge (waste activated sludge, WAS) during the treatment process. Adequate management of sludge is a challenge for the majority of WWTPs due to the cost involved, which reach approximately 40% of all operational input (TURONSKIY; MATHAI, 2006) therefore treatment and disposal of this residual sludge is receiving increasing attention.

Anaerobic digestion (AD) of WAS is widely considered the most important and appropriate method for sludge treatment before its final disposal. The AD of WAS enhances the value of this organic residue while the produced biogas can cover part of the energy requirements of the activated sludge process (CHEN; CHENG; CREAMER, 2008; DUAN et al., 2012).

It is reported that the initial hydrolysis of particulate organic matter to soluble substances is the rate-limiting step of anaerobic digestion of WAS (GE; JENSEN; BATSTONE, 2011; SCHIEVANO et al., 2014).

The phase separation of hydrolysis/fermentation from methanogenesis in different reaction environments may lead to a larger biogas yield and optimize the overall reaction rate, with regard to stability and substrate degradation efficiencies in both reactors (VIÉITEZ; GHOSH, 1999; LUO et al., 2011) The application of a hydrolysis step before methanisation in a two phase anaerobic digestion process relies as a biological pretreatment method of WAS and has been widely tested in lab and pilot tests (DEMIRER; OTHMAN, 2008; BOLZONELLA et al., 2012; MASPOLIM et al., 2014).

---

<sup>3</sup> Este capítulo da tese foi publicado: W.R.M. Leite, M. Gottardo, P. Pavan, P. Belli Filho, D. Bolzonella. Performance and energy aspects of single and two phase thermophilic anaerobic digestion of waste activated sludge. **Renewable Energy**, Fevereiro, p.1324–1331, 2016.

It was demonstrated that the use of thermophilic processes improve the conversion capability of sludge into biogas in anaerobic digesters (WILSON et al., 2008).

When applying thermophilic or extreme thermophilic processes the energy balance of the system should be analyzed to verify the possibility to guarantee at least self-sustaining WAS digestion. Previous studies demonstrated the possibility to apply temperature phased systems able to satisfy the request of the energy balance also at temperate latitudes (BOLZONELLA et al., 2007; FERRER; VAZQUEZ; FONT, 2011).

Most of sewage wastes contain valuable nutrients that could be reused for agricultural purposes. Current European legislation requires the use of a process to stabilize sludge before land application and also establishes limits regarding the content of heavy metals. However new rules which provides stricter parameters for the content of pathogenic microorganisms and introduces the concept of advanced and conventional treatments have been promoted by the European Union. The use of digestate in agriculture, especially in open fields, should meet agronomic standards, but mainly it must consider the concerns of the population regarding the health problems and annoyance that it may cause, particularly because of specific emissions of a variety of toxic compounds and considerable inputs of organic micro-pollutants (BRÄNDLI et al., 2007; ORZI et al., 2010).

Additionally, digesters should be designed and operated not only for sludge stabilization, but to improve subsequent dewaterability given the consequences on the digestate handling. Thus, operating variables of digesters including hydraulic retention time (HRT), temperature, and the influent solids concentration influence dewatering of the digestate, so that, carefully-controlled laboratory tests are necessary for its determination (LAWLER et al., 1986).

This paper presents the results of a pilot scale study where both single phase and two phase thermophilic anaerobic digestion configurations for stabilizing WAS were tested.

A new approach in investigating this topic is proposed considering a very high solid concentration in the feed applied to both experiments operated at the same HRT conditions when only secondary biological sludge is treated. The system's performance and also digestate quality were evaluated for both cases as well as a relationship between the configuration of the process and the specific gas yields.

## 2. Materials and methods

### 2.1 Substrate and inoculum

The substrate used in this study consisted of municipal WAS originated from a 70,000 PE wastewater treatment plant that treats 19,000m<sup>3</sup>/d of municipal wastewater adopting the BNR (Johannesburg scheme) process. The plant is located in Treviso (northern Italy). The solid retention time and food to microorganism ratio applied in the activated sludge process were 15 days and 0.15 kg COD/kg MLVSS.d respectively. Average characteristics of WAS after gravity thickening were those shown in Table 6- 1.

Table 6- 1 Feed characteristics (thickened sludge).

		Average	Standard	Minimum	Maximum
pH	-	6.7	0.2	6.5	7.9
TS	g/kg	62.4	12.4	24.9	90.6
TVS/TS	g/kg	43.2	8.2	19.1	63.4
TVS	%	68.2	3.0	62.5	76.7
COD	g/kg	48.2	7.9	34.6	60.8
TKN	g/kg	3.14	0.71	2.09	4.75
TP	g/kg	0.90	0.40	0.023	1.3

Source: the author

The single phase reactor was seeded using the anaerobic sludge originated from a 2,200 m<sup>3</sup> anaerobic digester located also in this plant, which treats WAS and separately collected biowaste at a working temperature of 35°C. Biomass acclimation to thermophilic conditions occurred towards a single step temperature conversion as suggested by Cecchi et al. (1993).

### 2.2 Experimental setup

AD tests were carried out at pilot-scale in thermophilic conditions and consisted of a first AD trial (run 1) in single phase and a second AD trial in which a second reactor (fermenter) was added for the pre-treatment and enhanced hydrolysis of the WAS before its treatment in the thermophilic methanogenic digester. The pilot-scale anaerobic digester (methanogenic phase) operated as the single phase reactor in run 1 and as fermenter phase during run 2. It was a 0.15 m<sup>3</sup> continuous stirred reactor (CSTR) of working volume. A 0.23 m<sup>3</sup> CSTR reactor was used as the methanogenic phase during run 2. Both reactors had an

external water jacket for temperature control through a PT-100 based thermostat.

Regarding the operational conditions the methanogenic reactor operated with a HRT of 20 days in run 1 and 18 days in run 2 and an OLR of 2.2 kgTVS per m<sup>3</sup> of reactor per day, while the fermenter reactor used in run 2 operated with a HRT of 2 days and a OLR of 15 kgTVS per m<sup>3</sup> of reactor per day. After the startup period in thermophilic conditions (7 weeks), the single phase reactor was operated along 13 weeks under steady state conditions. Data from the 2-phase system represent 12 weeks on steady state conditions.

### 2.3 Analytical methods

Samples were collected three times weekly from all reactors to monitor stability parameters, as pH, volatile fatty acids (VFAs) content and speciation, total and partial alkalinity, ammonia, total solids (TS) and volatile solids (TVS). Once a week substrate and effluents were monitored in terms of COD, total nitrogen (TKN) and total phosphorus (TP) on previously dry samples. All analyses were carried out in accordance to the Standard Methods (APHA, 2005), while VFA were determined by GC in a Carlo Erba gas-chromatograph equipped with a flame ionization detector (200°C). The temperature during the analysis started from 80°C and reached 200°C through two steps at 140 and 160°C with a rate of 10°C/min. The analyzed samples were centrifuged and filtrated on a 0.45 µm membrane.

Daily produced biogas was measured with two flowmeters (Ritter Company, drum-type wet-test volumetric gas meters), fitted on the reactors. Biogas composition was determined by a GC equipped with a HP-Molesieve column (30 m x 0.3 mm x 0.25 µm film thickness) employing thermal conductivity detection (TCD). Gas composition was also defined using a portable infrared gas analyzer (GA 2000, Geotechnical Instruments).

The heavy metals content were determined by Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectroscopy (ICP-OES). Volatile organic compounds (VOCs), polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) were analyzed according to US EPA 5021 A (US EPA, 1996) and US EPA 8260 C (US EPA, 2006) respectively.

Processes' hygienization performances were evaluated in regard to the microbial quality of digestates determined by monitoring total coliforms, *Escherichia Coli* and *Salmonellae* spp. considering the IRSA-CNR methods for sludge sampling (IRSA-CNR, 2006).

As the anaerobic digestion is widely used for sludge stabilization in wastewater treatment it is important to control the effects of this process on dewaterability characteristics. We therefore followed filterability trends of the raw and conditioned digestate. Tests were determined using a capillary suction time (CST) instrument (Model 319, Triton, UK) (APHA, 2005) and the specific resistance to filtration test (SRF) according to IRSA-CNR (2006). All tests were conducted in triplicate. Student's t-tests were performed at 95% confidence level in order to analyze differences between means (Statistica software, StatSoft, USA).

#### *2.4 Heat requirements and energy balances*

In order to estimate heat balances for the AD systems, operating in a hypothetical WWTP with a size of 100,000 PE was considered. A specific heat request of 1kcal/kg°C, a temperature of the sludge of 10 °C, a combustion heat for biogas of 5,500 kcal/m<sup>3</sup>, a thermal and electrical yields of the heat and power co-generation unit (CHP) of 50% and 40%, respectively, were used. To define the heating request for sludge flow the sludge production was set at 60 g dry matter per person equivalent per day. Total heat losses were estimated considering the dimensions of the reactors and the typical construction specifications. Specific yields were determined from data obtained experimentally. Results were also analyzed and compared to other similar studies so to define energetic and economic feasibility of the proposed approach.

Calculations and equations used to estimate heat losses and the economic assessment followed the method described in Appendix 2.

### **3. Results and discussion**

#### *3.1 Substrate characteristics*

The average characteristics of the WAS used as feed to both single stage digester and the fermenter reactor of the 2-phase system are shown in Table 6- 1. After the static (gravity) thickening the WAS reached an average concentration of 6.2%, expressed as TS, while TVS formed 68% of total solids. These results are higher than concentrations observed in full-scale plants where dynamic thickening is applied (BOLZONELLA et al., 2005; 2012). The COD:TVS ratio was 1.2 rather than a typically 1.4 and can be ascribed to the relatively low F/M ratio in the activated sludge process which indicates that WAS was stabilized in the BNR process due to the high SRT in the process (15 days).

The concentrations of nitrogen (as TKN) and phosphorus (as TP)

were 3.1 gN/kg and 0.9 gP/kg respectively. The chemical oxygen demand:nitrogen:phosphorus (COD:N:P) ratio was about 49:3:1 (300:18:6) clearly lower than a typical 300:5:1 for optimal bacterial growth and gas production (ANNACHHATRE, 1996).

The most significant observation of this study was the relatively high solids content of waste activated sludge fed to the anaerobic digester: the average concentration of TS in the fed sludge was 6.2%. In this way the volatile solids concentration was around 4.3%: as a consequence, the OLR applied for both methanogenic digesters was some  $2.2 \pm 0.5$  kgTVS/m<sup>3</sup> per day and  $14.5 \pm 1.7$  kgTVS/m<sup>3</sup> per day for the fermenter reactor.

### 3.2 Effluent characteristics

Table 6- 2 shows the effluent characteristics, stability parameters and yield of single stage and 2-phase AD systems. The average solid content were 56 and 42 gTS per kg for single and 2-phase digestates respectively. However the level of volatile solids was higher for the 2-phase digestate (62% while it was 50% in the single-stage digestate). Ammonium concentrations had similar values for both digesters (around 1,400 mgNH<sub>4</sub><sup>+</sup>/l,  $p > 0.05$ ) and were related to the ammonia-nitrogen produced during the anaerobic degradation of amino acids and proteins from the cells of the WAS. Even though free ammonia (FA) is toxic to methanogenic bacteria, no traces of ammonia toxicity were observed during the experimentation. Total and partial alkalinity were higher in the 2-phase digester (one-tailed t-test,  $p$ -value  $< 0.05$  for both cases) and this was supported also by the higher ammonification rate in this reactor (further discussed).

Total VFA:SCOD ratio was high in the fermentate during the 2-phase AD and revealed that 90% of all soluble COD were volatile fatty acids (determined as sum of the acids from C2 – acetic to C7 – heptanoic). The digesters, however, presented both similar and low values of VFA:SCOD ratio ( $p > 0.05$ ) since the anaerobic microorganisms were able to convert VFA at a high efficiency.

According to the data presented in Table 6- 2, the yields of the single stage anaerobic digester regarding biogas production rate, GPR, was in the range  $0.5 \pm 0.1$  m<sup>3</sup><sub>biogas</sub>/m<sup>3</sup><sub>reactor</sub>day, while the specific gas production, SGP per kg of volatile solids added to the reactor were in the range  $0.21 \pm 0.04$  m<sup>3</sup><sub>biogas</sub>. The average TVS removal was 34% instead of the typical 48-55% observed in digesters treating mixed sludges BOLZONELLA et al., 2012). Once the WAS was subjected to a pretreatment in the first reactor where the volatile solids were

hydrolyzed and metabolized to organic acids, the biogas production by methanogens in the 2-phase system was strongly facilitated. In fact, the specific methane production (SMP) was higher in the 2-phase digester ( $0.17 \pm 0.02 \text{ m}^3 \text{CH}_4/\text{kgTVS}_{\text{fed}}$  versus  $0.13 \pm 0.03 \text{ m}^3 \text{CH}_4/\text{kgTVS}_{\text{fed}}$  in the single-stage digester). Moreover, this digester presented GPR values of  $0.55 \pm 0.05 \text{ m}^3 \text{biogas}/\text{m}^3 \text{reactor day}$ , a SGP of  $0.25 \pm 0.03 \text{ m}^3 \text{biogas}/\text{kgTVS}_{\text{fed}}$  and a TVS removal efficiency of 38%.

Table 6- 2 Effluent characteristics, stability parameters and yields for both experiments.

Average values	Single phase <sup>1</sup>	2-phase fermenter <sup>2</sup>	2-phase digester <sup>2</sup>
<i>Effluent characteristics</i>			
pH	8.2±0.1 <sup>a</sup>	6.8±0.1	8.2±0.1 <sup>e</sup>
P-Alkalinity (mgCaCO <sub>3</sub> /L)	3,049±421 <sup>a</sup>	655±74	3,603±222 <sup>e</sup>
T-Alkalinity (mgCaCO <sub>3</sub> /L)	5,295±692 <sup>a</sup>	4,029±193	5,634±161 <sup>e</sup>
Ammonia (mgNH <sub>4</sub> <sup>+</sup> /L)	1,433±247 <sup>a</sup>	1,199±51	1,490±76 <sup>e</sup>
Total VFA (mgCOD/L)	1,023±543 <sup>a</sup>	11,478±1431	849±128 <sup>e</sup>
TS (g/kg)	56.3±8.4 <sup>b</sup>	52.4±5.6	42.8±1.2 <sup>f</sup>
TVS(g/kg)	28.5±3.3 <sup>b</sup>	33.4±5.7	26.5±1.6 <sup>f</sup>
TVS/TS (%)	50.7±5.8	63.7±3.9	62±0.03
TP (g/kgTS)	16.1±3.5	17.6±0.5	21±0.2
TKN (g/kgTS)	31.7±9.7 <sup>c</sup>	37.8±2.7	36.4±0.7 <sup>g</sup>
COD (gO <sub>2</sub> /kgTS)	605±67 <sup>c</sup>	596±136	639±94 <sup>g</sup>
Soluble COD (mgO <sub>2</sub> /L)	5,169±1,176 <sup>c</sup>	10,758±382	5,413±805
<i>Yields</i>			
Biogas (m <sup>3</sup> /d)	0.07±0.01 <sup>d</sup>	0.13±0.02	0.13±0.01 <sup>h</sup>
GPR (m <sup>3</sup> /m <sup>3</sup> d)	0.50±0.1	0.87±0.13	0.55±0.05
SGP (m <sup>3</sup> /kgTVS <sub>fed</sub> )	0.21±0.04	0.05±0.01	0.25±0.03
SGP (m <sup>3</sup> /kgCOD <sub>fed</sub> )	0.22±0.02	0.06±0.01	0.25±0.01
TVS reduction (%)	34±3.5	22±4.6	38±2.7
CH <sub>4</sub> content (%) <sup>d</sup>	62±5	35±3	69±2 <sup>h</sup>

<sup>1</sup>Single phase valid N: <sup>a</sup>36; <sup>b</sup> 26; <sup>c</sup> 14; <sup>d</sup> 38.

<sup>2</sup>2-phase valid N: <sup>e</sup> 16; <sup>f</sup> 19; <sup>g</sup> 4; <sup>h</sup> 21.

Source: the author

### 3.3 Single stage system versus two stage experiments

The fermenter reactor of the 2-phase system operated with a hydraulic retention time of 2 days and an average OLR of 15 kgTVS/m<sup>3</sup>d approximately. Table 6- 2 presents the characteristics of the effluent fermentate. Despite the adverse conditions for methanogens it was observed a partial methanogenic activity in the fermenter reactor which resulted in a methane content around 33% in the biogas produced by the first-stage reactor. The operative conditions above mentioned, although adverse to methanogens, did not stop the methane generation: the alkalinity resulting from the WAS fermentation allowed to buffer the acidity from high VFA concentration in this reactor (11 gCOD/l) maintaining the pH value (6.8) in the range commonly known to proceed the methanogenesis step. A small COD:N (15.3:1) ratio in the feed and the high OLR applied facilitated such a high ammonia release which in its deprotonated form contributed to increase the buffer capacity in this reactor. The methane content in the biogas produced in the single stage and in the 2-phase methanogenic reactors was 62% and 69% respectively. Additionally, no hydrogen partial pressure was found in all anaerobic reactors.

Comparing the results of the single stage and two stage systems it is evident from the data reported in Table 6- 2 that there was a slight increase in terms of volatile solids removal, rising from 34%±3.5 to 38%±2.7 respectively. As a consequence, the average (global) specific biogas production for the 2-phase system was 0.31 m<sup>3</sup>/kgTVS<sub>fed</sub>, statistically different (p<0.01) and greater than the one observed in the single stage system (0.21 m<sup>3</sup>/kgTVS).

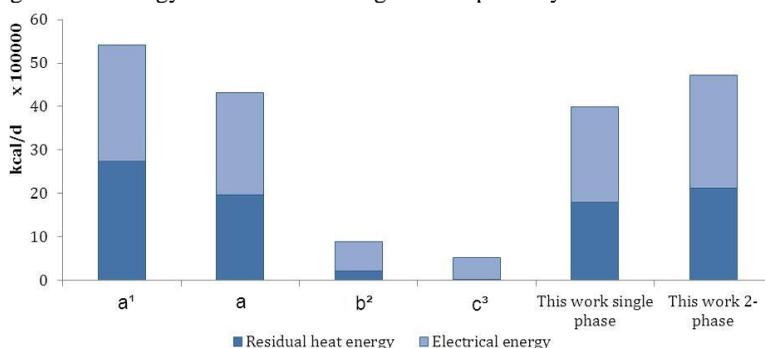
### 3.4 Energy assessment

The heat requirements and energy balance analyses were performed for a WWTP of 100,000 PE. It was set a working volume of 2,000 m<sup>3</sup> for both single stage and 2-phase configuration. In the 2-phase system volumes of 255 m<sup>3</sup> for the fermenter and 1,745 m<sup>3</sup> for the methanogenic reactor were considered.

Figure 6- 1 shows the energy balance for the single stage and 2-phase systems. Because of the enhanced biogas production there was a higher electrical energy production of 0.4 MWh/day for the 2-phase system. Further, it was observed that the 2-phase system produced 15%

more total energy than the single stage system. In the meantime, energy losses from the 2-phase reactors walls were 14% greater than that in the single stage reactor because of the larger surface of the two reactors. However, despite the lower energy production for the single stage system and the higher heat losses for the 2-phase system, in all cases the energy balance was positive as confirmed by the difference between the potential heat energy production and the total energy requirements (residual heat energy). This results can be ascribed to the use of concentrated sludge (6% TS) as reported in previous studies (BOLZONELLA et al., 2007).

Figure 6- 1 Energy balance for the single and 2-phase systems.



<sup>1</sup> De La Rubia et al. (2005); <sup>2</sup> Liao; Li, (2015); <sup>3</sup> Bolzonella et al. (2005).

Source: the author

Traditionally, mesophilic anaerobic digestion is more widely used compared to thermophilic systems due, amongst other reasons, to the energy demand and feasibility (GAVALA; YENAL; SKIADAS, 2003). However, according to Figure 6- 1, residual heat and electrical energy availability were often higher when compared with data from mesophilic digestion of WAS in literature. Indeed, mesophilic anaerobic sludge digestion can still achieve higher biogas productivity and then might represent an alternative to enhance the energy recovery from the sludge treatment when, for instance, a more efficient dynamic dewatering is intended to rise solids loading (NGES; LIU, 2010) or whenever sludge pretreatments are used to increase sludge biodegradability (BRAGUGLIA et al., 2014; 2015).

The main outcomes of the energy balance performed in this study and compared to other single phase anaerobic WAS cases are detailed in Table 6- 3. As expected the 2-phase system had the highest total heat

consumption because of the larger heat losses from the walls of the reactors as described above.

Data obtained in the current case highlight the advantage of AD when performed in higher temperature. Estimations from Bolzonella et al. (2005) resulted in poor energy feasibility in the full scale mesophilic anaerobic digestion of WAS produced at the same WWTP in study, whereas the process was performed with similar operational conditions (OLR: 1.0 kgTVS/m<sup>3</sup>.d; HRT: 22 days).

Table 6- 3 Main outcomes of energy balance carried out on the current single and 2-phase system and other AD studies.

RT <sup>1</sup>	GPR <sup>2</sup>	HFS <sup>3</sup>	HLD <sup>4</sup>	THC <sup>5</sup>	PP <sup>6</sup>	IRE <sup>7,8</sup>	Reference
Meso	0.60	1,852	578,055	579,907	3.09	178,265	De la Rubia et al. (2005) (a)
Thermo	0.53	3,333	954,501	957,835	2.73	157,043	De la Rubia et al. (2005) (a)
Meso	0.15	2,364	596,878	599,241	0.77	44,213	Bolzonella et al. (2005) (c)
Meso	0.11	1,667	578,055	579,722	0.57	32,717	Liao and Li, (2015) (b)
Thermo	0.50	4,500	954,501	959,001	2.56	147,375	This work single phase
Thermo	0.59	4,330	1.113,431	1.117,761	3.0	173,903	This work 2-phase <sup>9</sup>

<sup>1</sup> Range of temperature (mesophilic or thermophilic);

<sup>2</sup> Gas production rate (m<sup>3</sup>/m<sup>3</sup>.d).

<sup>3</sup> Heat feeding sludge (Kcal/d).

<sup>4</sup> Heat losses digester (Kcal/d).

<sup>5</sup> Total heat consumption (Kcal/d).

<sup>6</sup> Power production (MWh/d).

<sup>7</sup> Increased revenues from electricity (€/year).

<sup>8</sup> Electricity cost adopted (€/MWh): 160 (no incentives).

<sup>9</sup> Calculations were carried out according to the approach presented in the section 'Apêndice 2'.

### 3.4 Economics of the single and two-phase processes

Anaerobic digestion of WAS may guarantee, besides the complete energetic sustainability of the process, revenues from sale of electricity generated and savings from the reduced of excess sludge. In the previous scenario, revenues were 15% higher in the thermophilic 2-phase system, which clearly can justify and support the preference of this reactor configuration regarding the production of renewable energy. Profits originated from current single stage system (147,375 €/year, Table 6- 3) were similar to those reported by De la Rubia et al. (2005) and higher than those achieved in mesophilic full scale system (BOLZONELLA, et al., 2005).

In order to define the economic convenience for the implementation of a hydrolytic reactor the payback period for the investment (capital cost) was calculated.

In our simulation, the payback period was defined as the time to recovery the amount invested to implement a hydrolytic reactor to improve sludge treatment, so a 2-phase AD system in the current WWTP (100,000 PE) would be performed. The single phase AD reactor was calculated based on data used in the energetic balance, i.e., 2000 m<sup>3</sup> of volume to treat an organic load of 4,500 kgTVS/d. Moreover, the hydrolytic reactor volume was set at 312 m<sup>3</sup> according to the operational HRT of 2.7 days and 17.3 days for the hydrolytic and methanogenic reactors respectively. The calculated investment for the hydrolytic reactor was determined in 234,000 euros (750 euros/m<sup>3</sup> reactor). Also the expenses for the adoption of necessary heat exchange, pumps and pipes were determined totaling 270,600 euros (BOLZONELLA, et al., 2007). Further, it was considered a dewatered excess digestate (25% on TS) as output from the sludge treatment line and the cost of 100 euros per ton for sludge final disposal.

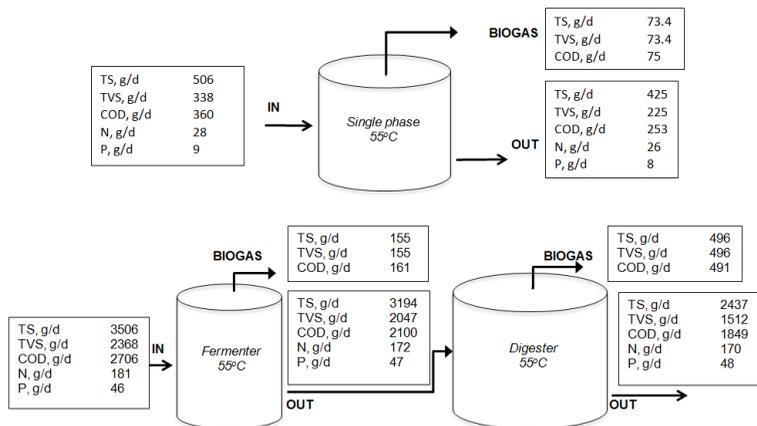
The savings obtained from the 2-phase system in respect to the single phase AD process were 95,451 euros per year. About 35% of the profits was related to the increment of the sale of electric power (33,458 euros/year) while the latest 65% came from the reduction on sludge final disposal (approximately 620 ton/year). Further, since energy balance in this scenario was also positive none costs with external energy were demanded for heating proposes. In this way the payback period to recover the investment of the realization of the hydrolytic reactor was about 3 years.

### *3.5 Mass balance for both single and 2-phase systems*

According to data reported in Table 6- 1 and Table 6- 2, the mass balances of the single main compounds were calculated. Figure 6- 2

shows the mass balances of the 2 experimental trials for the parameter total and volatile solids, COD, total nitrogen and total phosphorous.

Figure 6- 2 Mass balances for the single (above) and 2-phase (under) anaerobic systems.



Source: the author

The mass balances demonstrated that TS and TVS were only partially removed through biogas formation (22% and 28% for single phase and 2-phase systems respectively) while the remaining fraction was removed in the digestate and also transformed into soluble organic compounds (BOLZONELLA et., 2007). Regarding the COD, its conversion to biogas was similar to the TVS conversion and consistent with biogas production, ranging around 20% for both systems. The 2-phase system increased about 6% the organic solids conversion yield to biogas probably because submitting the WAS to a previous fermentation before the digester have favored the hydrolysis of solids which is well known as limiting step in the overall anaerobic digestion process, particularly regarding the high OLR applied in this reactor (15 kgTVS/m<sup>3</sup>.d).

As for nutrients, nitrogen and phosphorous were just hydrolyzed: nitrogen was almost present as organic nitrogen in the influent WAS while ammonia nitrogen accounted for 45% and 48% of total nitrogen in the single phase and 2-phase effluents, respectively. In the fermentate, 39% of nitrogen was ammonia. In this way, considering the influent and digestates, the ammonia enhancement (ammonification) was around 43% and 47% for the single and 2-phase systems respectively. The

higher ammonification process in the two-phase system is related to the fermenter reactor where the lowest pH value and higher applied OLR increased the hydrolysis step permitting a higher conversion of organic nitrogen into inorganic nitrogen.

Regarding the nutrients management, the high ammonification of the 2-phase system can represent one major drawback when considering the impact on the wastewater treatment process deriving from the recirculation of reject water (HENZE, 1991). The use of an external carbon source to reduce nitrogen loads considering the integration of the sludge and wastewater treatment lines is then mandatory. An alternative solution would represent the use of fermentate WAS to increase the COD/N ratio of the digestate supernatant sent to the denitrification step (PANG et al., 2015). Considering the hypothetical WWTP used in the energy balance above, and setting the methane production from the single and 2-phase systems at the same level ( $620\text{m}^3$ ), a residual 17% of fermentate could be mixed with the digestate ammoniacal enriched supernatant, rising the COD/N ratio from 3.5 to 5.0 quite adequate for the denitrification regardless that one resulted by the inputs of COD and  $\text{NH}_4^+$  from the wastewater.

### 3.6 Digestate quality: pathogenic indicators

The average content of pathogens in the different types of sludge used in this study is shown in Table 6- 4. In raw sludge, the content of total coliforms and *E. coli* presented average values of  $1.3 \times 10^5$  and  $3.0 \times 10^3$  colony-forming units (CFU) per gram respectively. In the digestate coming from the single phase reactor, counts for total coliforms reported a  $4\text{-log}_{10}$  reduction while *E. coli* were not detected, presenting a final log-unit removal rate  $\geq 3\text{-log}_{10}$  units on average. Similar results were reported in investigations using thermophilic AD process in order to accomplish WAS stabilization and hygienization (LEVANTESI et al., 2015). In the same way, total coliform and *E. coli* were not detected in the 2-phase digestate, with averages of log-unit removal rates  $\geq 5\text{-log}_{10}$  and  $\geq 3\text{-log}_{10}$  units respectively. For all different types of sludge, *Salmonellae* spp. was not detected.

Regarding the content of *E. coli*, the results were similar with those found by Da Ros et al. (2014) for the same WAS used in the current study. Moreover, the results for the digestates are in accordance with Iranpour and Cox (2007) and Lloret et al. (2013a) who never detected *E. coli* in the effluent sludge of a thermophilic anaerobic digestion unit. High concentrations of *E.coli* have been found in the WAS used as feed of AD process ( $\text{log}_{10}$  values ranging between  $10^3$  –

10<sup>6</sup>) but the thermophilic digestion greatly enhanced *E.coli* removal to even non-detectable level (LEVANTESI et al., 2015; ASTALS et al., 2012). This feature can represent an advantage since fecal coliforms are intended to be an indicator of fecal contamination, mainly of *E. coli*, which represents a part of the group of fecal coliforms, despite they have been also considered poor indicators for the removal of enteric viruses in WWTP (MAYNARD; OUKI; WILLIAMS, 1999).

Table 6- 4 Concentrations of organic micropollutants, heavy metals and pathogens in the feed sludge and digestates.

Parameter	Unit	Feed sludge	Digestate single phase	Digestate 2-phase	Directive 86/278/EEC
VOCs	mg/kg	<d.l. <sup>1</sup>	<d.l.	<d.l.	NA <sup>2</sup>
Total PAH	mg/kgTS	3.64±0.01	2.9±0.3	3.4±0.2	NA
Cd	mg/kgTS	1.56±0.25	< d.l.	<d.l	20 – 40
As	mg/kgTS	8.12±0.3	7.4±2.6	8.4±1.7	NA
Hg	mg/kgTS	<d.l.	<d.l.	<d.l.	16 – 25
Pb	mg/kgTS	335±100	87.7±52	108.4±78	750 – 1200
Cr	mg/kgTS	41.4±0.2	28±3.1	32.5±1.7	NA
Ni	mg/kgTS	30.3±0.2	24.6±1.1	28.9±3.4	NA
Zn	mg/kgTS	1485±97	1001±38	1185±238	2500 – 4000
Total coliforms	CFU/g	1.3 x 10 <sup>5</sup>	1.0 x 10 <sup>1</sup>	<d.l	NA
<i>E. coli</i>	CFU/g	3.0 x 10 <sup>3</sup>	<d.l.	<d.l.	NA
<i>Salmonellae</i> spp.	CFU/g	<d.l.	<d.l.	<d.l.	NA

<sup>1</sup> below the detection limit.

<sup>2</sup> Not available, the parameter is not referenced in this legislation.

Source: the author

Concerning the detection of *Salmonellae* spp. the data are comparable to those of Da Ros et al. (2014) who never detected *Salmonellae* spp. neither in the raw WAS nor in the thermophilic digestates, although concentrations of *Salmonellae* spp. in raw WAS has been reported up to 10<sup>2</sup> units (LEVANTESI et al., 2015) Results are also in accordance with Lloret et al. (2013a; 2013b) who did not find *Salmonellae* spp. after a thermophilic AD process. Thermophilic anaerobic digestion in single phase or 2-phase configurations met the requirements established for the use of sludge for agriculture, subject to

the Directive 86/278/EEC regulations, which has no limits related to pathogens, although European countries are allowed to include them in their national regulations (PASCUAL-BENITO et al., 2015).

### *3.7 Digestate quality: metals and organic contaminants*

Amounts of polycyclic aromatic hydrocarbons can be originated either by naturally forests fires and microbiological synthesis or from industrial and domestic waste and are considered as a priority carcinogen pollutant with respect to the public health risk (BERSET; HOLZER, 1999). The results obtained for all sludges showed that the sum concentration of total PAH ranged between 2.90 e 3.64 mg/kgTS (Table 6- 4) and were in accordance with those reported by others authors considering the presence of PAH in sewage sludge (BERSET; HOLZER, 1999; PÉREZ; GUILLAMÓN; BARCELÓ, 2001). Low concentrations of PAH were observed in the digestates despite the degradation of organic material during the AD processes, but it was not clear the impact of digestion (for both single and 2-phase processes) on the fate of PAHs (BENABDALLAH EL-HADJ; DOSTA; MATA-ALVAREZ, 2006). As expected, concentrations were slightly higher in the 2-phase system when the removal of organic matter was higher but never at critical level. For example, observed concentrations never exceeded the values mentioned in the 3rd draft of the sludge directive (6 mg/kgTS) (EEC, 2000) for sludge use on land. In addition, volatile organic compounds (VOC) were always lower than quantification limits for all sludge samples.

Not only PAH but also heavy metals concentrations can be problematic for sludge reuse. Only if heavy metals content meets the regulatory requirements digestate can be used as soil fertilizer (BOŻYM, 2015). Table 6- 4 summarizes the concentrations of heavy metals found in the waste activated sludge and both single and 2-phase digestates. The most abundant metals in the effluents were zinc (ranged from 1001 to 1485 mg/kgTS), then lead (from 87 to 335 mg/kgTS), chrome (from 28 to 41 mg/kgTS), nickel (from 24 to 30 mg/kgTS), arsenic (from 7.4 to 8.4 mg/kgTS) and finally cadmium found at levels up to 3.6 mg/kgTS in the WAS. Comparing the heavy metals concentration of effluents with the limits of Directive 86/278/EEC (EEC, 2000) the limits for reuse of these digestates in agriculture were totally respected.

Contents levels of Zn, Cr and Ni were consistent with those derived from thermophilic AD of municipal sludge (DABROWSKA; ROSINSKA, 2012). Furthermore, Westerhoff et al. (2015) ranked these

metals on the top order of concentrations in their studies. Zinc and nickel are among the most important heavy metals in an AD process due their role on enzymatic structures of acetogenic bacteria besides their influence in the growth of methane producers and sulfate reducing bacteria (DIEKERT; WEBER; THAUER, 1980; OLESZKIEWICZ; SHARMA, 1990). Chrome concentrations on the digestates (32 – 41 mg/kgTS) were lower than their half maximal inhibitory concentration considering methane production from VFA which is around 250 mg/L (LIN; CHEN, 1999).

Comparing the concentration of heavy metals presented in the influent WAS and in the digestates, their relative contents, on dry mass basis, were respected but they did not increase as expected during the biological treatment due the decomposition of biodegradable organic matter by anaerobic microorganisms. According to Oleszkiewicz and Sharma (1990) free metal species are bioavailable but soluble complexes or metals precipitated by sulfide, carbonate, and phosphate are often not bioavailable. The authors also highlight the presence of high quantities of solids (likewise in the feed sludge used in this case, see Table 6- 1) offers strong abiotic protection from increased metal concentration. Therefore, a more specific analysis of heavy metals distribution, considering also the fermenter reactor on a mass balance approach for the 2-phase system would complement the interpretation of heavy metals dynamics during the AD of WAS.

### 3.8 Dewatering tests

Sludge dewatering has a preeminent importance in WWTP operations since it reduces the sludge volume and as a consequence the cost of transporting to its final destination and disposal. Dewatering properties of the feed sludge and digestates and optimal dose of cationic polymer conditioning (Hidrofloc C 675-Hydrodepur) were evaluated by CST and SRF tests. The polymer dosage performed were (measured in g/kgTS): 5.9, 6.75 and 8.8 for the single stage digestate and 5.0 and 8.7 for the 2-phase digestate.

The WAS used as feed was readily filtered without conditioning; in particular its CST value was  $139 \pm 6$  s and SRF value was  $1.64 \times 10^8$  m/kg ( $\pm 4.74 \times 10^7$ ).

Dewatering tests performed on the single stage digestate showed that the higher the dosage of conditioning polymer the lower were CST and SRF results. Particularly, the greater reduction for the CST (37%) was obtained increasing the dosage from 5.9 g/kgTS to 6.75 g/kgTS. However, among all conditioning dosage tested, 6.9 g/kgTS was

considered the most convenient as it contained fewer mass of conditioning polymer than that one which has been conventionally used for the management in the WWTP studied (around 8 g/kgTS). Furthermore, the results obtained with that dosage did not differ significantly ( $p>0.05$ ) with those obtained with the dosage of 8.9 g/kgTS which would represent the best choice for both CST and SRF results.

The 2-phase digestate showed better filtration performances. Filtration tests were successfully performed even without polymer conditioning, and values of  $1602\pm 242$  s and  $1.51 \times 10^9$  m/kg ( $\pm 0.07 \times 10^9$ ) for CST and SRF respectively were obtained. In this way, the 2-phase anaerobic digestion presented a better dewatering trend compared to the single phase experiment. In fact, this improvement is largely due to the TS content on this digestate (Table 6- 2). While the single phase digestate presented an average TS concentration of 5.6%, the 2-phase digestate presented an average TS concentration of 4.2%: this enhanced solids filterability and consequently the overall dewatering bias.

The trends were similar also when the CST is expressed against the TS content. Considering the tests carried out with polymer conditioning, CST:TS ratios were approximately 16:1 for the single phase digestates, 22:1 for the 2-phase digestates and 37:1 for the 2-phase digestate without conditioning. A clear dependence of CST on the solids concentration in the sludge sample is observed where the higher the solids concentration the higher the CST value.

Nevertheless the AD process had a negative effect on filterability of sludge as reported by various authors (SMOLLEN, 1986; YAN et al., 1987; DA ROS et al., 2014). The use of a fermenter reactor before the digester improved the stability variables, the yields (Table 6- 2) and as a consequence the effluent dewatering of the 2-phase system. These features are in accordance with Lawer et al. (1986) who reported that dewatering is more related to digester operating variables than the process itself, i.e., when digestion works well particles of all sizes of the sludge are destroyed improving in dewatering, however when the process does not work well small particles are created with a consequent gain in specific surface area, worsening in dewatering.

#### **4. Conclusions**

The study reported in this paper considered the results of pilot-scale experiments on single and 2-phase anaerobic digestion of waste activated sludge at high rate (6.2% dry matter in the feed and organic loading rate around  $2 \text{ kgTVS/m}^3 \cdot \text{d}$ ). Both single and 2-phase digesters

were conducted at the same OLR and HRT in order to permit the comparison of the results.

The 2-phase anaerobic system showed clear increases in terms of organic matter removal and biogas production compared to the single stage system. Particularly, the volatile solids removal rose from approximately 34% in the single stage system to 38% in the 2-phase system. Hence, the global specific biogas production increased 32%, moving from 0.21 to 0.31 m<sup>3</sup>/kgTVS respectively for the single and 2-phase systems. Therefore, the fermenter reactor was necessary to exceed single stage yields. Besides, this reactor was useful to control the ammonia in the 2-phase digester (1.4 gNH<sub>4</sub><sup>+</sup>/l) and as a consequence its alkalinity (5.6 gCaCO<sub>3</sub>/l) despite the high rate organic loading rate performed (15kgTVS/m<sup>3</sup>.d).

Heat requirements in thermophilic sludge digestion were substantially higher than heat losses even for sludge temperature of 10°C. The estimated sludge heat requirement represented less than 1% of all the digester heat demands. The heat produced from biogas in a CHP unit satisfied all the digester heat requirements besides producing an important surplus as renewable electrical power (2.5 to 3.0 MWh/d). The introduction of a hydrolytic reactor can be paid back in some 3 years.

Both single and 2-phase digestates met well the European requirements established to the use of sludge in agriculture regarding pathogens, metals and organic contaminants. Moreover, a negative effect on WAS filterability was observed, where the digestate after the single stage AD presented the poorest dewatering trend while the filterability of the 2-phase digestate was also reachable without chemical conditioning. This improvement was largely on account of the lower solids content on this digestate (4.2% TS).

## 7 MULTIVARIATE STATISTICAL ANALYSIS TO STUDY SINGLE AND TWO STAGE THERMOPHILIC ANAEROBIC DIGESTION PROCESS OF WASTE ACTIVATED SLUDGE<sup>4</sup>

*Análise estatística multivariada aplicada ao estudo do processo de digestão anaeróbia termofílica de lodo secundário aeróbio em reator de estágio único e dois estágios.*

### 1. Introduction

The most widely process to reduce the amount of sludge in wastewater treatment plants is anaerobic digestion (AD), which realize sludge stabilization by converting a part of its organic matter into biogas. According to the type of substrate and the thermal regime, AD process can be performed in a single and/or two system phases. In the single phase, the biological steps (hydrolysis, acidogenesis, acetogenesis and methanogenesis) occur in the same reactor at the same time. Instead, in the two phase's system, the steps occur in two different reactors connected in series: in the first reactor hydrolysis and acidogenesis steps, and in the second phase, acetogenic and methanogenic bacteria concludes the anaerobic digestion process. Several studies (VIEITEZ; GHOSH, 1999; MATA-ALVAREZ; MACÉ; LLABRÉS, 2000) showed with this last reactor configuration, that the yields of degradation of organic matter and biogas production are higher than single phase; nevertheless, currently the two phase configuration is less used, mainly supported by higher energy demand and investment costs (DE BAERE; MATTHEEUWS, 2012). A possibility to reduce this gap is to work with a high organic loading rate (OLR), but this may result problems of instability in the process. Indeed, process failures can occur when the methanogenic bacteria are unable to convert byproducts of the fermentation step fast enough, which then leads to a buildup of volatile fatty acids (VFA) and a corresponding drop of partial alkalinity and in the long run of the pH, inhibiting the methanogens further and eventually leading to a collapse of the process (REED et al., 2011).

In a recent study, Leite et al. (2015) tested a thermophilic AD process of WAS with a high OLR (2 kgCOD/m<sup>3</sup>.d) using a single phase

---

<sup>4</sup> Este capítulo da tese foi submetido à publicação: M. Gottardo, W.R.M. Leite, P. Belli Filho, D. Bolzonella, P. Pavan. Multivariate statistical analysis to study single and two stage thermophilic anaerobic digestion process of waste activated sludge. Biochemical Engineering Journal, submetido.

and two phases configuration. Both systems attested the capacity to maintain the stability when treating the high load of WAS fed. Moreover, the 2-phase anaerobic system showed clear increases in terms of organic matter removal and biogas production compared to the single stage system.

Operating in extreme conditions requires a more accurate monitoring process in order to prevent digester disturbances and potential system failure. The aim of any process manager is identify the system set up that ensures higher process stability gathering the best yields as possible, keeping process variability lower and around some desired levels. Since variability can only be described in statistical terms, statistical process control (SPC) plays a central role (TAYLOR, 1988). According to Yoo et al. (2004) process monitoring and fault detection in biological process are very important tasks in process system engineering since they aim to ensure the success of the planned operations and to improve the productivity. In addition, authors emphasize that many variables are measured in such process and often data sets are highly correlated and are subject to considerable misleading in a non-statistical data mining. Further, Wise and Gallagher (1996) stated that important information lies not only in any individual variable but also in how the variables change with respect to one another, i.e., how these variables co-vary between each one. According to Rosen and Olson (1998) multivariate analysis is a method to detect patterns and correlations in large datasets. It has been used for a long time in the chemical processing, but was only introduced into the industrial wastewater treatment plants in the late 1990s.

Considering the aforementioned, outcomes of a multivariate statistical analysis applied in the same data set used by Leite et al. (2015) aiming to compare findings obtained in both studies considering however, different methods for data mining (descriptive statistics and multivariate exploration of data) were described. For this purpose, two multivariate techniques were carried out: cluster analysis (CA) and multivariate statistical process control (MSPC).

CA stands as a multivariate method that classifies cases of a normal distribution based on partitioning a collection of data points into a number of subgroups, where the cases inside a cluster (one subgroup) show a certain degree of closeness or similarity between them (HARTIGAN; WONG, 1979).

The MSPC methods namely Hotelling  $T^2$  control chart and Shewhart control chart combined with principal component analysis (PCA) models were used to evaluate the variability and detect non-

random behavior of AD processes. Either a real instability condition or its onset can be predicted by the presence of outliers or non-random behavior during a process. Accordingly, process monitoring by Hotelling  $T^2$  and Shewhart control chart allows greater care in deciding the status of a process than through no statistical analysis (JACKSON, 1993; MCGREGOR; KOURTI, 1995; COROMINAS et al., 2011).

## 2. Methods

### 2.1 Experimental set up

Two thermophilic (55 °C) continuous stirred-tank reactors (CSTR) were initiated with the same digested sewage sludge as inoculum. Reactors were operated semi-continuously with feeding once a day, five times per week. The single phase digester of WAS presented 0.15 m<sup>3</sup> of working volume while the digester of fermented WAS had 0.23 m<sup>3</sup>. Regarding the hydraulic retention time (HRT), the experiment with WAS was carried out with 20 days HRT whereas this is assumed to be an adequate time to fulfill biological sludge stabilization. In the meantime for the AD of fermented WAS an HRT of 18 days was chosen since the substrate used in this experiment had been handled through a fermentation step with HRT of 2 days and then, the entire HRT remained 20 days as well.

In order to ensure comparable the specific loading of substrate, both digesters were fed with the same OLR, around 2 kgCOD/m<sup>3</sup>.d. Further, considering the substrate used, a high rate of solids was accomplished due to a gravity based thickening step which produced WAS with concentration up to 7% expressed as total solids (TS), i.e. a very high solids level despite the merely dewatering process used.

### 2.2 Analytical methods

Substrates and digestates of both reactors were monitored three times a week in terms of total and volatile solids (VS), soluble (sCOD) and total chemical oxygen demand (COD), total nitrogen (TN) and total phosphorus (TP). Process stability parameters, namely pH, VFA, free ammonia (NH<sub>3</sub>), total (T.ALK) and partial alkalinity (P.ALK) were checked daily. All the analyses, except for VFA and NH<sub>3</sub>, were carried out in accordance with the Standard Methods (APHA, 2005).

NH<sub>3</sub> was determined from the equilibrium relationship with N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup> (AMM) in soluble in the aqueous fraction (Anthonisen et al. 1976). VFA content was monitored using a gas chromatograph (GC) (Carlo Erba instruments) with hydrogen as gas carrier, equipped with a

Fused Silica Capillary Column (Supelco Nukol TM, 15 m x 0.53 mm x 0.5 $\mu$ m film thickness) and with a flame ionization detector (200 oC ). The temperature during the analysis started from 80 oC and reaches 200 °C through two other steps at 140 °C and 160 °C, with a rate of 10 °C/min. Samples were centrifuged and filtrated on a 0.45  $\mu$ m membrane prior analysis.

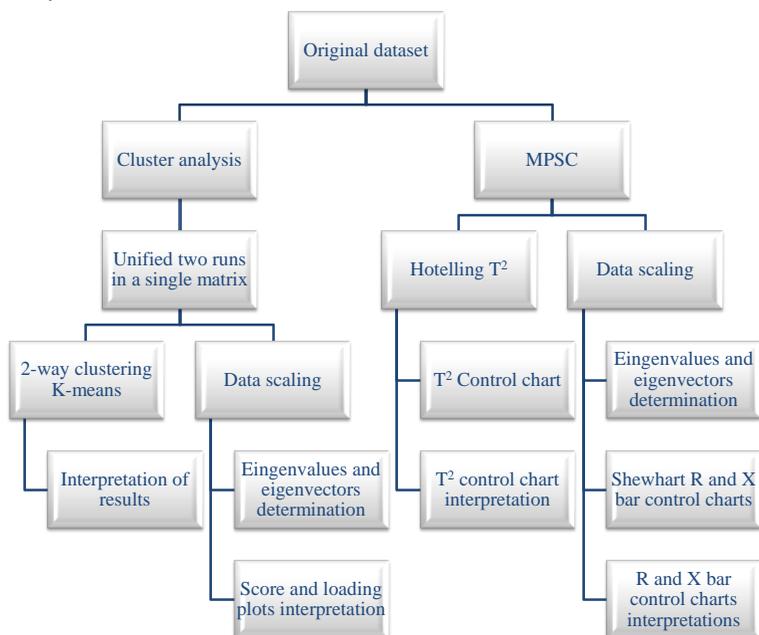
Biogas production was measured with two flowmeters (Ritter Company, drum-type wet-test volumetric gas meters), fitted on the reactors. The specific methane production (SMP) was determined using the methane concentration in biogas which was measured by a GC equipped with a HP-Molesieve column (30 m x 0.3 mm x 0.25  $\mu$ m film thickness) employing thermal conductivity detection (TCD).

### 2.3 Data analysis

Descriptive statistics and exploratory data analysis (parametric correlation and independent two-sample t-test, 95% confidence interval) were performed using the open-source program R (The R Foundation for Statistical Computing, version 3.1.3). Datasets for both experiments comprised results of analytical procedures performed three times per week (Monday, Wednesday and Friday) along 12 weeks of pseudo-stable period, corresponding more than 4 HRT of monitoring. Normal distribution was checked by Shapiro–Wilk test in order to ensure the applicability of statistical hypotheses testing throughout the study. Data were considered normally distributed whenever the probability of the Shapiro variance estimator was higher than a confidence level related to the acceptance of null hypothesis (variances are normally distributed) (SHAPIRO; WILK, 1965).

The overall stability study process was made up of several subordinate process stages as depicted in Figure 7- 1

Figure 7- 1 Overall stability study process based on multivariate statistical analysis.



Source: the author

### 2.3.1 Cluster analysis

Clustering analysis was performed throughout K-means and PCA approaches. The implementation of the K-means algorithm consists of two phases: primarily, defining  $k$  centroids, one for each cluster is required. The choice of these objects followed rules to maximize the initial cluster distances. The next phase concerns to associate observations to the nearest centroid. Euclidean distance was considered to determine the distance between data points and the centroids (NAZEER; SEBASTIAN, 2009; JAIN, 2010). Clustering results can be validated by visual analysis without applying any formal procedure criteria (PHAM et al., 2004).

According to Costa, Alves and Ferreira (2009) PCA is intended as a worthwhile chemometric technique when an effective reduction of the multidimensional space into few components is achieved, maintaining data variability. PCA provides an approximation of a dataset bringing back two matrices in reply: the matrix of scores and the matrix of loadings. In summary, these matrices capture the essential data

patterns of the original dataset. Plotting the columns of the scores matrix gives a graph named score plot, where the relationship between observations is displayed and so clusters can be identified. Plotting the columns of the loading matrix returns another graph named loading plot, where the relationship between variables is showed. In this way, the power importance analysis of variables to identify clusters is accomplished.

Both Kaiser & Guttam criteria (or average eigenvalue criterion – AEC) of eigenvalues greater than eigenvalues mean as well as scree plot inspection was done to retain the number of principal components (PC) (JACKSON, 1993; TODESCHINI, 1997).

### 2.3.2 Multivariate Statistical Process Control (MSPC) chart

Statistical process control chart is defined as a group of methods that evaluate whether a singular process remains efficient and not susceptible to specific problems which could change and jeopardize the entire course of the process (MASTRANGELO; MONTGOMERY, 1995; MASON; TRACY; YOUNG, 1996; WOODALL; MONTGOMERY, 1999). In the face of an accepting region limited by an upper (UCL) and a low (LCL) control limit, a control statistic ought to be calculated and tested to accept or reject the null hypothesis ( $H_0$ : the process is in control) with a certain probability to come into a type I error. Upper warning control limits (UWL) are also used to increase the sensitivity of the control chart.

In order to set up the control chart, data sets of the two runs were divided in 10 rational subgroups of size 2 in such a way that maximized the chances for shifts in the process average to occur between weeks instead of within-weeks variability.

The Hotelling  $T^2$  is the more widely used multivariate control statistic representing the squared distance between the vector of observations  $x$  and the variables average vector  $\mu_0$  multiplied by the inverse of sample covariance matrix. This kind of control chart is a directionally invariant control chart (MONTGOMERY, 2009). For this reason, Shewhart control chart were also used to supplement the analysis of process control because this chart can detect an out of control condition not only when the sample mean (mean of each week) overstep the control line, that is  $3\sigma$  from mean (Basic Rules) but also when smaller control limits are supposed to be reached (e.g. Western Electric Rules or WECO Rules). These rules in fact are used to describe an out-of-control condition whenever  $k$  of  $n$  successive points fall beyond one-, two-, or three-sigma limits, where  $2 \leq k \leq n$  verifying not only if control

limits were exceeded but also the presence of non-random data distribution (KLEIN, 2000). A non-random distribution may indicate that process variability is not linked to the process itself but to external causes. Since Shewhart control chart is a univariate chart, dimensionality reduction before developing chart was required. This was accomplished with PCA conducted on the standardized matrix of variables (zero mean and unit variance).

UCL, LCL and UWL for all charts were determined according to Montgomery (2009) using 99% and 95% confidential levels for  $T^2$  limits calculations and the two and three-sigma upper and lower control limits for Shewhart charts.

### 3. Results

The average characteristics and standard deviation (SD) of WAS and fermented WAS are shown in (Table 7- 1). Complex particulate substrates present in the WAS are primarily converted into lower molecular weight dissolved compounds mediated by hydrolytic exoenzymes that are excreted by fermentative bacteria. As a direct effect, sCOD of fermented WAS was higher in respect to the one presented in WAS. Although a more soluble substrate was achieved anaerobically through acid fermentation, pH of both substrates was quite similar. In the fermented WAS pH was supported mainly by the alkalinity produced by biological process, i.e., bicarbonate ion ( $\text{HCO}_3^-$ ) and  $\text{NH}_3$  released in the fermentation step.

Table 7- 1 Physic-chemical characteristics for both substrates used.

Variable	Unit	WAS		Fermented WAS	
		Average	S.D.	Average	S.D.
TS	g/kg <sub>wet mass</sub>	62.4	12.4	52.4	5.6
TVS/TS	%	68.2	3	63.7	3.9
COD	g O <sub>2</sub> /kgTS	772	144	596	136
sCOD	g O <sub>2</sub> /L	BDL <sup>1</sup>	-	10.76	0.38
TN	g/kgTS	47.4	6.0	37.8	2.7
TP	g/kgTS	15.3	1.4	17.6	0.5
pH	-	6.7	0.2	6.8	0.1
P.ALK	mg CaCO <sub>3</sub> /L	477	170	655	74
T.ALK	mg CaCO <sub>3</sub> /L	872	218	4,029	193
VFA	mgCOD/L	BDL <sup>2</sup>	-	11,478	1,431
AMM	g N-NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> /L	0.13	0.04	1.19	0.05

<sup>1</sup> below instrument detection limit (50mgO<sub>2</sub>/L);

<sup>2</sup> below instrument detection (150mgCOD/L)

Source: the author

Five key parameters - pH, partial alkalinity (P.ALK), free ammonia (NH<sub>3</sub>), volatile fatty acids (VFA) and specific methane production (SMP) were used to the statistical study of the AD of WAS and fermented WAS processes. Mean values and respective standard deviations and Shapiro – Wilks results are presented in Table 7- 2.

Table 7- 2 Descriptive statistics for digestates from the AD of WAS and fermented WAS.

Var. <sup>1</sup>	AD of WAS			AD of fermented WAS		
	Mean ± SD	W	Shapiro P-value	Mean ± SD	W	Shapiro P-value
pH	8.2± 0.07	0.943	0.06	8.2 ±0.03	0.962	0.26
P.ALK	3,019 ± 147	0.960	0.22	3,594 ±162	0.941	0.06
NH <sub>3</sub>	775 ± 68	0.945	0.07	791 ±24	0.967	0.36
VFA	1,084± 96	0.964	0.29	849 ±50	0.952	0.13
SMP	0.127 ± 0.01	0.944	0.07	0.177 ±0.03	0.956	0.16

<sup>1</sup> Units: ALK.P (mgCaCO<sub>3</sub>/l), NH<sub>3</sub> (mgN-NH<sub>3</sub>/l), VFA (mgCOD/l), SMP (m<sup>3</sup>CH<sub>4</sub>/kgCOD<sub>fed</sub>).

Source: the author

Regarding normality distribution, none of the key-parameters presented Shapiro p-value < 0.05 (at 95% confidence level) so H<sub>0</sub> was accepted for all cases (Table 7- 2). Hence, sample values are distributed as a casual normal variable and assure the multivariate data exploration to describe the behavior the quality characteristics in study.

Parametric correlation matrices for the digestates qualities of both experiments are presented in Table 7- 3. Data mining from correlation matrices revealed a strong correlation between quality parameters from each experiment (all coefficients were significantly correlated). In this regard, two interesting correlated structures can be evidenced. The first one concerned the stability of some quality parameters, as P.ALK, pH and VFA. Results pointed pH was strongly positive affected by alkalinity and negatively affected by VFA in both experiments. More attention however is given to the correlation between P.ALK – pH which was stronger in the AD of fermented WAS than in the other experiment probably related to the higher pH and lower concentration of

VFA in this case. The second correlated structure comprised the free ammonia and the specific methane production (NH<sub>3</sub>–SMP). In this case correlation factors were positive and quite similar to both experiments, suggesting that free ammonia apparently did not inhibit methanogenesis but also enhanced favorable conditions to the biological process performances.

Table 7- 3 Parametric correlation matrices of digestates qualities of the two experiments (bold correlations are significant at  $p < 0.05$ ).

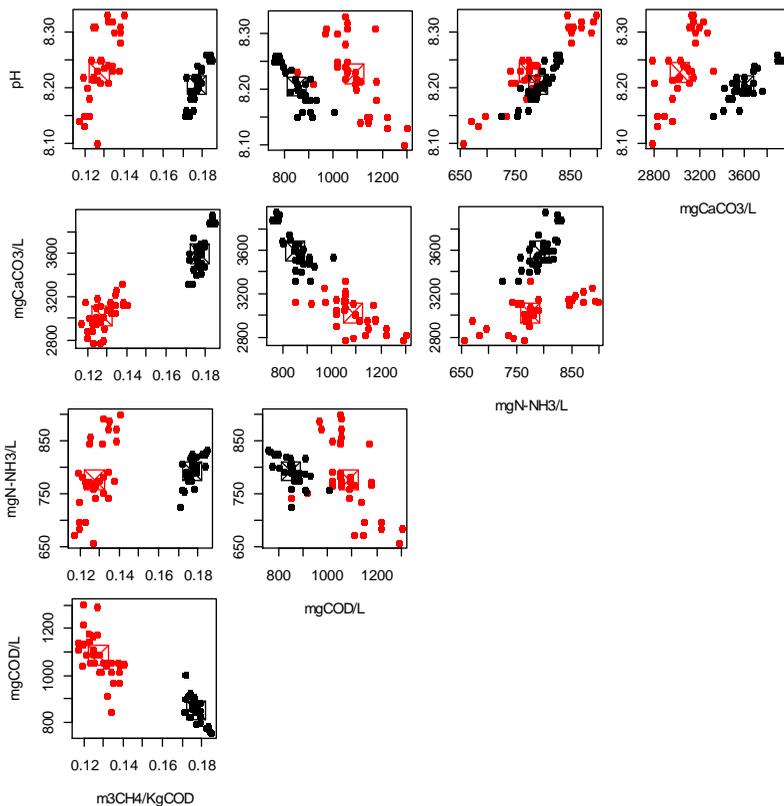
	pH	P.ALK	NH <sub>3</sub>	VFA	SMP	
pH		<b>0.82</b>	<b>0.86</b>	<b>-0.80</b>	<b>0.84</b>	AD of fermented WAS
P.ALK	<b>0.73</b>		<b>0.72</b>	<b>-0.70</b>	<b>0.71</b>	
NH <sub>3</sub>	<b>0.95</b>	<b>0.74</b>		<b>-0.60</b>	<b>0.70</b>	
VFA	<b>-0.63</b>	<b>-0.63</b>	<b>-0.54</b>		<b>-0.76</b>	
SMP	<b>0.72</b>	<b>0.66</b>	<b>0.70</b>	<b>-0.65</b>		
AD of WAS						

Source: the author

### 3.1 Cluster analysis

Datasets of the two runs were unified in a single matrix considering the five key-parameters above cited. K-means partitive algorithm was used to divide the global dataset into 2 clusters trying to minimize distances within and maximize distances between clusters (VESANTO; ALHONIEMI, 2000). Results showed that the two clusters clearly represented the two AD experiments (Figure 7- 2).

Figure 7- 2 Results of the partitive K-means clustering of dataset, cluster 1 (black): AD of fermented sludge; cluster 2 (red): AD of unpre-treated sludge (different marker refers to centroid).



Source: the author

By observing how the plotted points were fitted in Figure 7- 2, points plotted in red were more scattered over graph area presenting a greater distance from their centroids. Conversely, from the AD of fermented WAS, data evenly scattered closer to their centroids. Hence, it was possible to accurately identify a higher variability of data from the AD of WAS in respect to the other experiment. Moreover, t-tests applied to compare means for each variable demonstrated that SMP, P.ALK and VFA data were in descending order more significant to optimally individualize experiments in two different clusters (Table 7-4).

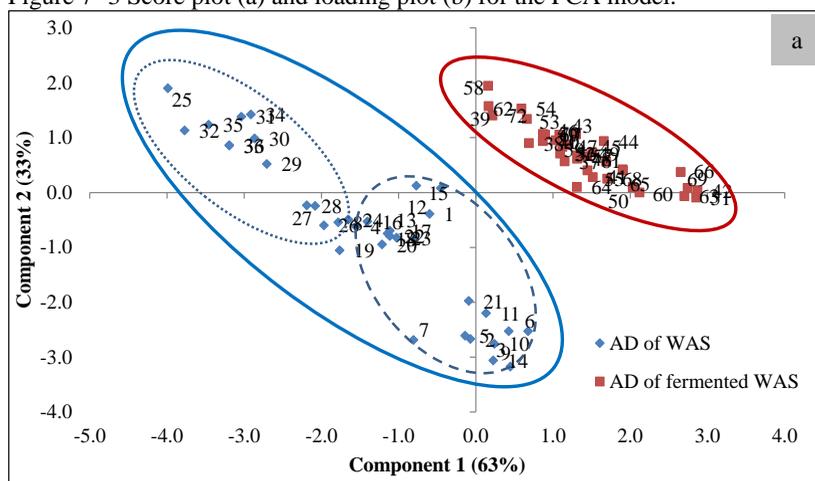
Table 7- 4 Statistical significance tests applied to variables of each experiment ( $\alpha=95\%$ ).

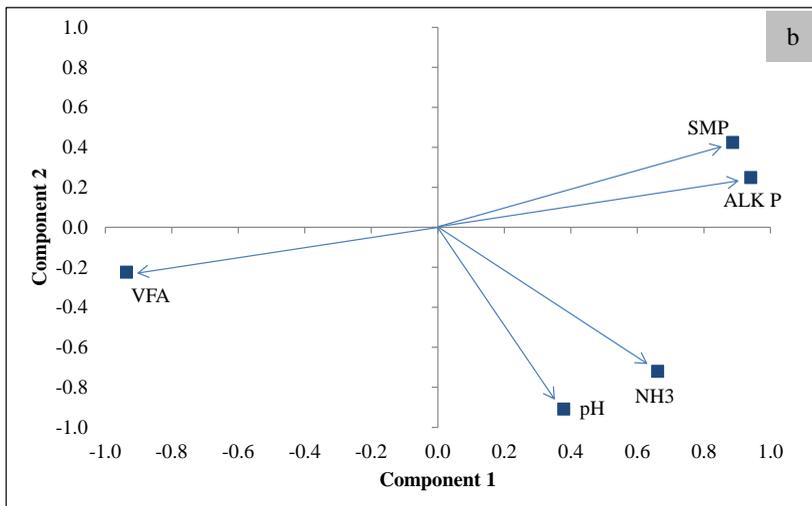
Variable	t – value	p - value
pH	1.84	0.07
Partial alkalinity (P.ALK)	15.72	< 0.05
Free ammonia (NH <sub>3</sub> )	1.33	0.18
Volatile fatty acids (VFA)	12.97	< 0.05
Specific methane potential (SMP)	39.31	< 0.05

Source: the author

PCA was applied to reduce the multidimensional space into few components and thus study the relationship between objects in the modeled space formed by principal components, saving data variability. Figure 7- 3 shows the score and loading plots formed by the first and second PC (explained variances were designated in parenthesis).

Figure 7- 3 Score plot (a) and loading plot (b) for the PCA model.





Source: the author

It is remarkable that the two runs were arranged in the score plot in two different clusters, thus PCA confirmed the K-means results. Both PC were needed to distinguish scores for both experiments. Additionally, scores were descriptive of the stability condition trend of anaerobic reactors. When the AD of fermented WAS was applied to the PCA model, scores were projected nearer each other, reflecting in less variability of quality parameters used to monitor this process. On the other hand, scores of the AD of WAS gathered a very large area on the score plot related to less similarity between them and therefore a higher variability in the entire process. Indeed, considering scores on a time series of reactors monitoring, early scores from the AD of WAS can be reasonable explained by PC 1 (dashed circle) while forthcoming scores obtained along the process moved away from their previous condition (evidenced by dotted circle area), where PC 2 was needed to distinguish the two experiments. The deviations of the scores from one side towards the other side on score plot highlight a shift on the variability pattern, described at the beginning by higher concentrations of free ammonia, pH, partial alkalinity and methane yields and by high concentrations of VFA for the latest scores (Figure 7- 3b).

In sum, both K-means partitive algorithm and the PCA revealed some important differences between the two considered experiments. Particularly, the AD of fermented WAS pointed out a higher SMP and higher partial alkalinity concentration and conversely a small

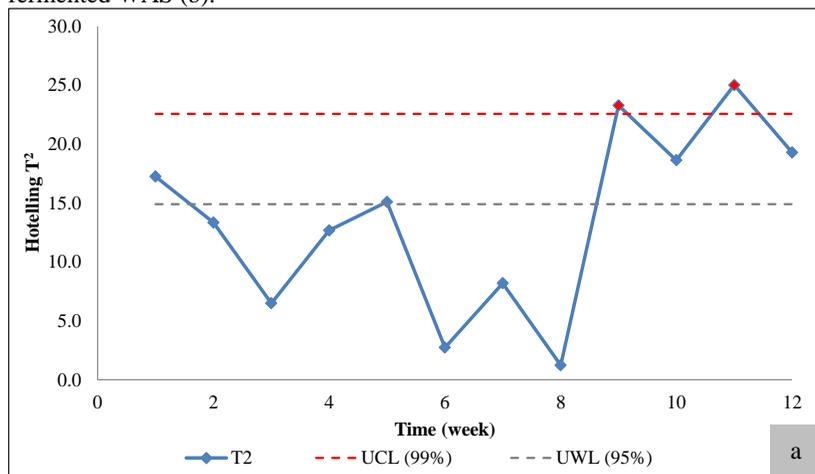
concentration of VFA. Therefore these results showed a better capacity of this digester to convert the COD fed into methane and at same time maintained a strong buffer capacity. These outcomes confirm the better performance of the AD of fermented WAS compared with the AD of WAS.

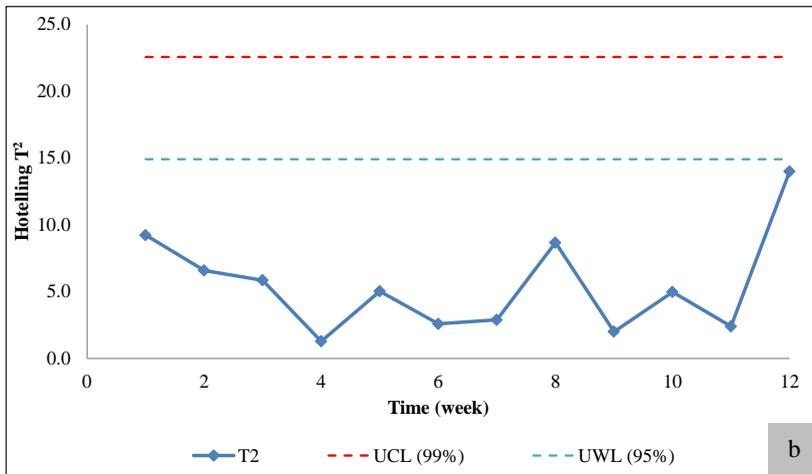
Clustering analysis and PCA showed an outstanding output about the variability of experiments. Furthermore, PCA pointed out a possible non-random distribution in data during the AD of WAS. As noted above, the presence of a non-random distribution could indicate that the variability of the process would be attributable to external reasons and, in this case, the process would be defined out of control. In order to analyze the variability and abnormal distributions of variables and thus to check whether the processes were in control or out of control, a more detailed analysis using MSPC methods was performed.

### 3.2 Multivariate statistical process monitoring

Figure 7- 4 shows the Hotelling's  $T^2$  scores for both experiments. Confidence levels of 99% and 95% were used for UCL and UWL calculations respectively.

Figure 7- 4 Hotelling  $T^2$  scores for the anaerobic digestion of WAS (a) and fermented WAS (b).



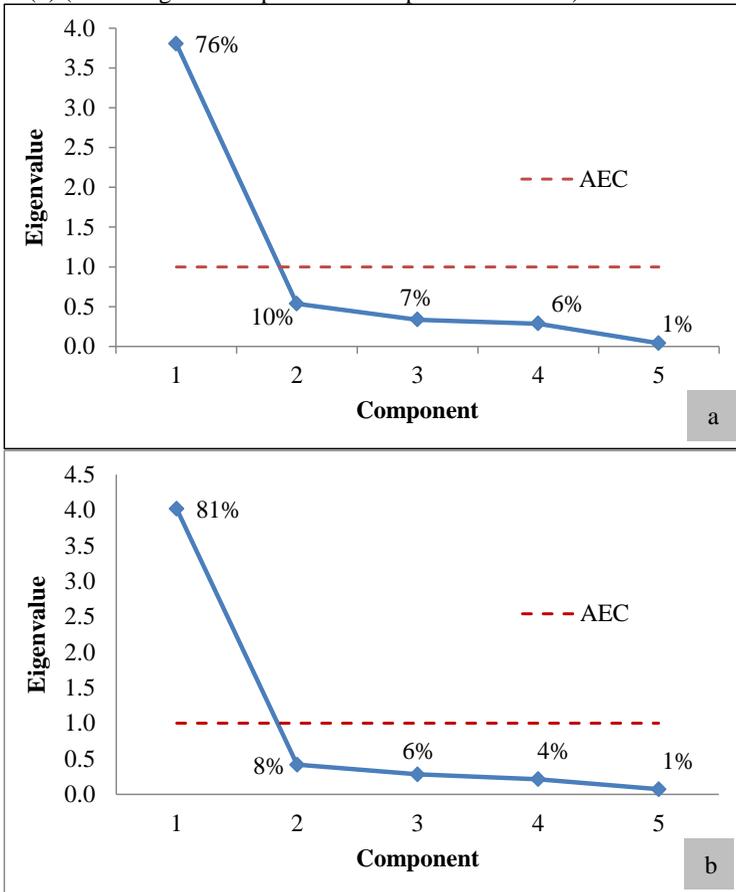


Source: the author

The unique signals of out of control depicted by Hotelling's control chart occurred during the AD of WAS, while none of the  $T^2$  statistics exceed the control limit in the digestion of fermented WAS (Figure 7- 4 a). Despite data from the AD of WAS resulted in a heterogeneous stability trend settled during the entire period, the out of control scheme detailed in the Hotelling  $T^2$  control chart was not assigned to the natural stability behavior but actually could represent a transition of stability tendency moving toward an improper condition, clearly defined in the last four weeks of monitoring.

A unique PC gathered almost 80% of total variability for both datasets (Figure 7- 5). A second PC was further investigated however their associated eigenvalue remained under the threshold limit in compliance with the rules above cited. In addition, residuals scores related to the distance between the original and the transformed PCA for both datasets revealed small values and were always lower than their UCL demonstrating that the projection models were valid (MACGREGOR; KOURTI, 1995).

Figure 7- 5 Scree plot for PCA models related to AD of WAS (a) and fermented WAS (b) (Percentages correspond to the explained variance).



Source: the author

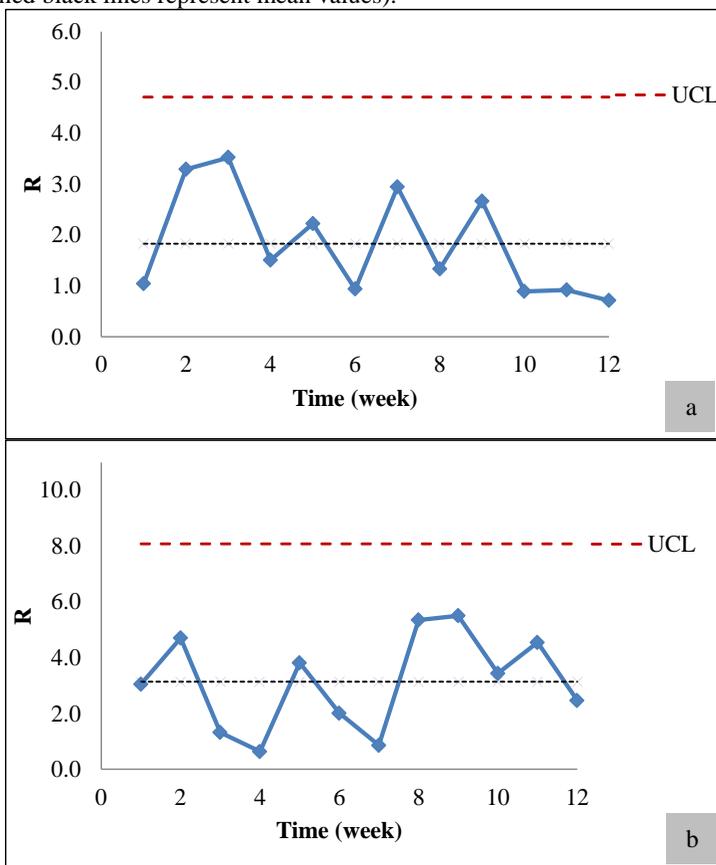
X-bar Shewhart control chart was studied primarily by Range (R) chart (Figure 7- 6) since the R is remarkable to determine three sigma control limits, two sigma warning limits and sigma limits in the X-bar chart: their usage is advisable whenever the process variability (R) is in control.

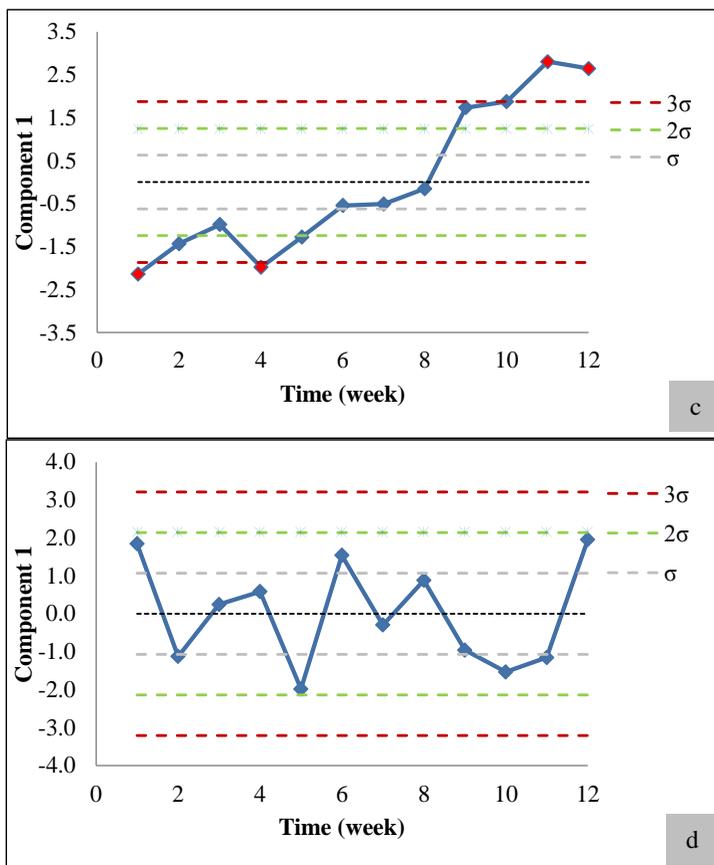
Regarding the AD of fermented WAS, when sample averages were plotted on the X-bar control chart, no indication of an out of control condition was observed. Thus, since both the X-bar and R charts

exhibited control, we conclude that this process was in control during the period investigated.

The R chart indicated that process variability was in control for the AD of WAS (Figure 7- 6 a). However, when examining the displayed result, it is noticeable that the instantaneous process variability for the preliminary data (first 6 weeks) presented a higher deviation in respect to the latest weeks. Therefore, since the within-weeks variability was higher in this period, the digester was managed out of a stable condition. That is, the homogeneity of process performance has been scarce for the first study-specific data.

Figure 7- 6 Range control charts and X-bar control charts for the PCA model applied to the AD digestion of WAS (a and c) and fermented WAS (b and d) (dashed black lines represent mean values).





Source: the author

The X-bar chart showed out of control schemes (Figure 7- 6 c), according to both basic and WECO rules, for the AD of WAS, likewise attested in Figure 7- 4 a by the Hotelling  $T^2$  control chart. A continuous movement in one direction indicated that the process control changed accordingly with the variability of the investigated parameters, depicted by the strength of PCA loadings. Considering that the loading values for the first PC with regard to pH, P.ALK,  $\text{NH}_3$  and SMP were high and negative (-0.93, -0.86, -0.91 and -0.85, respectively) while the loading value for VFA was high and positive (0.78) the process therefore had its control changed towards higher concentrations of VFA as seen also by the PCA results (Figure 7- 3). This outcome suggest that during the monitoring course, a transition period was experienced in which the

stability condition of this specific digester after 12 weeks changed evenly much from its initial condition. Results highlight therefore that quality parameters presented an unstable dynamic behaviour along time. Since process was out of control at the stated levels, the determination of new limits and center lines on the R chart and new limits on the X-bar chart should be done whether monitoring of future process performance would be of interest to avoid the occurrence of false alarms in this system (MONTGOMERY, 2009).

In a previous study, authors demonstrated the advantages of the AD of fermented sludge in respect the AD of WAS regarding the efficiency of organic waste stabilization and stable biogas production (LEITE et al., 2015). Results however did not consider the synergic effect of the analyzed variables, instead, each one was analyzed individually to support the conclusions of the study. Obviously, the current study met the main outcomes of the previous one in respect to the digesters performance. Unlike in the earlier research however, high data variability was evidenced by K-means and PCA analyses followed by the confirmation of a non-random pattern and an out of control scheme in the AD of WAS through the use of MSPC methods. These results together with those seen in Leite et al. (2015) emphasize that the extent of a proper system operation and careful process control and monitoring are not only necessary to ensure the stabilization efficiency and the biogas yield but also to prevent digester upset and potential system failures. In brief, the statistical approach in the current investigation showed with high confidence level a real non-random distribution on data from the AD of WAS which might predict an unstable condition and further loss of control in the long haul.

#### **4. Conclusions**

Cluster analysis and PCA attested a better capacity of the AD of fermented WAS to convert sludge into methane. Besides, PCA suggested a non-random distribution in data from the AD of WAS. In this way, Hotelling  $T^2$  and Shewhart control charts revealed a transition period in which the stability pattern of this experiment changed strongly. Higher data variability and a clear out of control scheme were detected, supporting that quality parameters of this digester resulted in an unstable dynamic behaviour along time.

## 8 ANÁLISE INTEGRADORA

Quando operado com COV fixa (OP I), foi necessário o controle dos sólidos do substrato afluente ao reator de estágio único operado em temperatura mesofílica. Neste período a eficiência de remoção da carga orgânica (SV), considerando apenas o lodo digerido efluente foi 44%. O biogás produzido apresentou máxima composição de CH<sub>4</sub> (66%) para a menor COV aplicada (0,5 kgSV/m<sup>3</sup>.d). O lodo digerido efluente apresentou ainda elevado conteúdo orgânico (relação SV/ST maior que 60%).

Quando operado com TDH constante (OP II e OP III), a alimentação do reator de estágio único operado em temperatura mesofílica foi simplificada, pois dispensou o controle dos sólidos do lodo adensado que apresentou concentração média de 2% (ST). Consequentemente, foram obtidas menores COV aplicadas nesta operação. Enquanto que na OP I o digestor foi conduzido com COV de 2,5 kg SV/m<sup>3</sup>.d e um TDH de 9 dias, na OP II a COV aplicada com um TDH similar (10 dias) foi de 1,6 kgSV/m<sup>3</sup>.d.

Durante a operação com TDH constante, o digestor de estágio único operado em temperatura mesofílica obteve maior degradação dos SV do lodo (eficiência superior a 70% considerando apenas o lodo digerido). O biogás obteve maior composição em CH<sub>4</sub> ao longo da OP II com TDH de 7 dias, a qual resultou em um lodo digerido mais mineralizado em relação à OP I.

O lodo adensado apresentou viabilidade de ser estabilizado por processo anaeróbico mesofílico, com maior vantagem quando operado com TDH constante. O reator foi então submetido à troca direta da temperatura para atestar a estabilização anaeróbia deste lodo em temperatura termofílica.

Em temperatura termofílica, o reator de estágio único foi conduzido com redução gradual do TDH (13, 9, 6 e 5 dias), similarmente como realizado na OP II do artigo 1. O lodo usado como substrato apresentou concentração média de 2% ST. A degradação dos SV foi superior em relação ao experimento em temperatura mesofílica, exceto para a operação com TDH de 5 dias, na qual foi obtida a menor eficiência (48%). Em 55°C a eficiência do reator em degradar os SV operando com TDH de 6 dias foi 85% (considerando afluente-efluente) enquanto que em temperatura mesofílica este valor foi de 70%. Considerando o balanço de massas, a eficiência real do digestor foi 22% e 10% para TDH entre 13 e 5 dias respectivamente. A composição de CH<sub>4</sub> no biogás variou entre 64% e 65% com TDH operacional de até 6

dias, similar à operação OP II, influenciado pela presença de organismos metanogênicos no lodo de fundo, visto o regime de agitação intermitente.

A temperatura termofílica resultou em um lodo mais mineralizado que o lodo digerido efluente do reator mesofílico. A fração orgânica nos sólidos do lodo digerido efluente foi inferior a 60% e mínima para a operação com TDH de 6 dias. Porém este resíduo apresentou elevada quantidade de ácidos orgânicos voláteis que não foram convertidos à metano e gás carbônico. A produção específica de biogás decresceu com a redução do TDH (0,24; 0,22 0,15 e 0,10  $\text{m}^3/\text{kgSV}_{\text{adicinado}}$  para TDH de 13, 9, 6 e 5 dias). O balanço térmico estimado para este sistema não indicou sua autossuficiência térmica. Dada às constatações, e a fim de alcançar maiores produtividades de biogás a partir tratamento do lodo, foram realizados outros dois estudos de digestão anaeróbia em reatores operados em temperatura termofílica, sob agitação contínua e alimentados com lodo de maior concentração de sólidos (6,2% ST). Os estudos foram conduzidos inicialmente em reator de estágio único e depois em reator de dois estágios.

O reator de estágio único operando em temperatura termofílica, alimentado com lodo com alta concentração de sólidos, apresentou eficiência de degradação de sólidos orgânicos superior ao experimento realizado com lodo de baixa concentração de sólidos (34% contra o valor máximo de 22%, quando o reator foi operado com TDH de 13 dias). A eficiência de degradação dos sólidos foi ainda maior no experimento com reator de dois estágios (38%). A maior conversão de sólidos voláteis em biogás foi obtida para o tratamento do lodo em sistema de reator de 2 estágios (28%), seguido pelo reator anaeróbio de estágio único alimentado com lodo de alta concentração (22%) e finalmente pelo digestor de lodo pouco concentrado (máximo de 21%). Desta forma, comparando-se os experimentos em temperatura termofílica, o digestor de 2 estágios apresentou lodo digerido com menos compostos orgânicos solubilizados, enquanto que o digestor de lodo com baixa concentração de sólidos, apresentou as maiores concentrações de AOV. Todavia, ressalta-se que o monitoramento multivariado indicou que o digestor de estágio único apresentou comportamento instável ao longo do tratamento do lodo de alta concentração de sólidos, exibindo tendência de acúmulo de ácidos orgânicos voláteis e, conseqüentemente, perda do processo biológico a longo prazo.

A maior produção específica de biogás foi obtida no sistema termofílico de 2 estágios (0,31  $\text{m}^3/\text{kgSV}_{\text{adicinado}}$ ). Nestas condições,

além de permitir a geração de energia elétrica, o processo de digestão anaeróbia se tornou termicamente autossuficiente, tal como o processo desenvolvido em reator de estágio único alimentado com lodo concentrado. O baixo valor de SGP com TDH abaixo de 13 dias prejudicou o balanço térmico do digestor termofílico do lodo com 2% ST. Ademais, a alta umidade deste lodo (três vezes maior que a umidade do lodo mais concentrado) exige elevada transferência de calor para aquecê-lo à temperatura termofílica. Estimativas realizadas neste cenário, apontaram que o lodo adensado deve apresentar concentração mínima de 5% ST e TDH operacional de 13 dias para possibilitar um balanço térmico positivo.

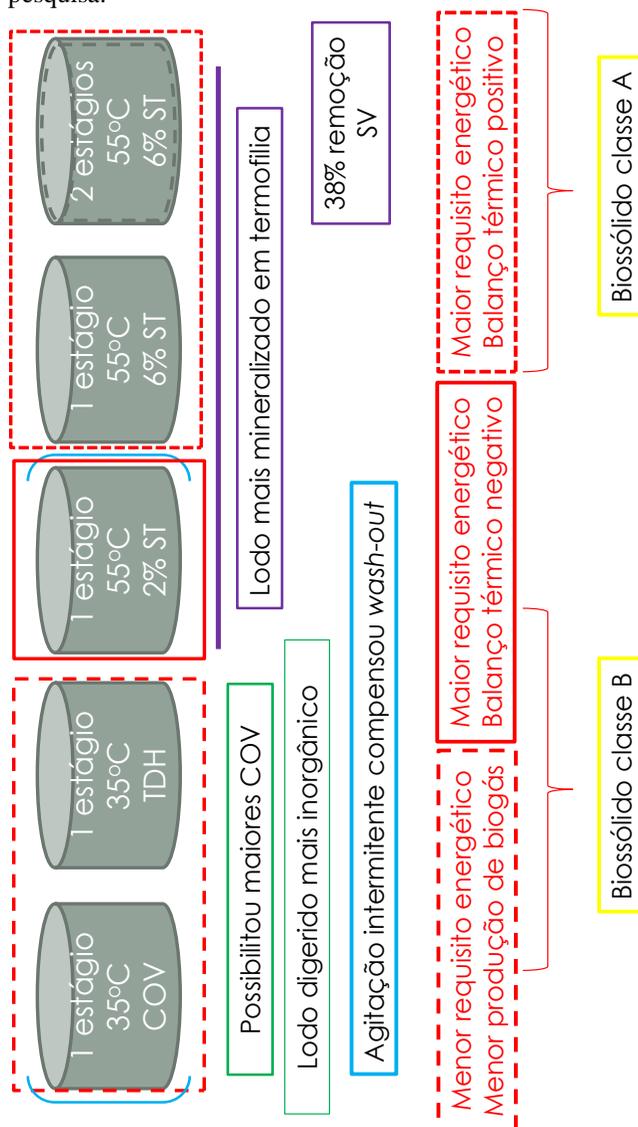
A inativação de coliformes totais no lodo de baixa concentração de sólidos, usando reator de estágio único sob temperatura termofílica, foi de  $3\text{-log}_{10}$  unidades, valor similar àquele obtido na digestão anaeróbia de lodo de alta concentração de sólidos em reator de estágio único ( $4\text{-log}_{10}$  unidades). A diferença da qualidade microbiológica entre os lodos digeridos está relacionada à concentração de patógenos no lodo adensado das estações de tratamento de esgotos estudadas. O lodo produzido na ETE brasileira apresentou concentração de coliformes totais cerca de 1000 vezes maior que aquela encontrada no lodo adensado da ETE italiana. Salienta-se ainda, a influência negativa do baixo valor do TDH operacional na inativação de patógenos, no experimento com lodo de baixa concentração de sólidos.

Assim, a operação de digestores de lodo de estágio único ou dois estágios é favorecida pela alta concentração de sólidos no lodo, isto é, pela eficiência da etapa prévia de adensamento estático. O sistema de 2 estágios proporciona uma operação mais estável, com produção de lodo digerido mais estabilizado, de alto valor agrônômico, além da maior produção de biogás. Em sistema de 1 estágio, ambas temperaturas mesofílica e termofílicas proporcionam a estabilização dos sólidos orgânicos. Uma análise das opções para descarte final do lodo, ou seu potencial reúso, além da análise do balanço energético, podem ser úteis para a tomada de decisão pela faixa de temperatura operacional do reator.

A Tabela 8- 1 e a Figura 8- 1 apresentam de forma integrada um resumo dos principais resultados obtidos nesta pesquisa.



Figura 8- 1 Representação esquemática dos resultados obtidos nesta pesquisa.



Fonte: Desenvolvido pelo autor.



## 9 CONCLUSÕES E RECOMENDAÇÕES

### ❖ Quanto aos resultados obtidos no âmbito do objetivo 1:

Os resultados obtidos comprovaram a viabilidade do controle da carga orgânica volumétrica, através de mudanças na vazão afluyente em digestores para o tratamento de lodo com baixa concentração de sólidos. As COV aplicadas variaram entre 0,5 e 4,5 kgSV/m<sup>3</sup>. Porém, a estratégia demanda controle da concentração de sólidos do substrato e se limita pela redução do tempo de detenção hidráulica aplicada. A operação com COV de até 1,0 kgSV/m<sup>3</sup>.d resultou nas maiores eficiências de conversão do lodo a biogás.

O uso de TDH pré-estabelecido se apresentou como alternativa mais simplificada do processo de digestão anaeróbia. Considerando o fluxo de entrada de lodo afluyente e saída de lodo digerido efluente, a operação com TDH entre 5 e 7 dias apresentou eficiências de remoção de SV superiores a 70%.

### ❖ Quanto aos resultados obtidos no âmbito do objetivo 2:

A recuperação da fase metanogênica após o aumento direto da temperatura mesofílica para termofílica ocorreu após 18 dias. Os efeitos negativos da fermentação ácida durante o *start-up* do reator termofílico, foram reduzidos pela suplementação alcalina no sistema.

A redução do TDH influenciou negativamente a degradação dos sólidos voláteis e por consequência a produção de biogás. A produção de biogás foi mínima para os menores TDH aplicados, entretanto a concentração de metano foi sempre superior a 60%.

A agitação intermitente favoreceu a retenção de biomassa metanogênica no reator anaeróbio e compensou a perda dos microrganismos por *wash-out*, mesmo quando o sistema operou com baixos TDH.

O digestor termofílico não apresentou autossuficiência energética para o lodo produzido na estação de tratamento de esgoto (2% ST). As simulações do balanço energético do reator foram positivos apenas para o aproveitamento térmico do biogás em um cenário de maior concentração de sólidos no substrato (mínimo de 5% ST).

### ❖ Quanto aos resultados obtidos no âmbito do objetivo 3:

Maior eficiência na remoção da matéria orgânica e na produção de biogás, foi obtida na digestão anaeróbia de lodo com alta concentração de sólidos utilizando sistema de reatores de dois estágios. O reator hidrolítico foi fundamental para fornecer alcalinidade e evitar a inibição do reator metanogênico pela amônia.

O sistema de reatores de 2 estágios apresentou o maior potencial de geração de energia térmica e elétrica a partir do biogás gerado da degradação anaeróbia do lodo. Os requisitos energéticos para aquecimento do lodo e as perdas por propagação térmica, foram satisfeitos para ambos os reatores. O balanço energético e a análise de custo foram favorecidos pela alta concentração de sólidos no lodo. Comparando os estudos, o calor necessário para aquecer o lodo com 6% de sólidos (experimento termofílico realizado na Itália) é cerca de 3 vezes menor que para aquecer o lodo com 2% de sólidos (experimento termofílico realizado no Brasil).

Os lodos digeridos apresentaram característica compatível com biossólido classe A de acordo com as legislação européia e brasileira. A desidratabilidade do lodo foi prejudicada pelo processo anaeróbio, principalmente quando realizada em reator de estágio único.

❖ Quanto aos resultados obtidos no âmbito do objetivo 4:

A análise de componentes principais e a análise de agrupamento através do algoritmo K-means, indicaram uma maior produção de metano a partir da digestão anaeróbia termofílica de lodo fermentado. A partir dos dados da digestão do lodo, foi verificada uma indicação de distúrbio no reator, dada a observação de uma distribuição não aleatória nos dados monitorados.

Os gráfico de controle de Hotelling  $T^2$  e de Shewhart utilizando 5 variáveis, evidenciaram pontos fora dos limites de controle do processo. A análise multivariada indicou que o digestor de lodo de estágio único apresentou alta variabilidade nos dados monitorados. Foi possível identificar uma tendência ao acúmulo de ácidos orgânicos neste reator, o que poderia representar uma futura inibição do processo biológico, e por consequência, a perda da sua eficiência no tratamento do lodo.

Assim, diante dos resultados obtidos, conclui-se que a digestão anaeróbia em temperatura termofílica desenvolvida em reatores de 2 estágios aprimora o tratamento de lodo secundário de ETE. Os benefícios econômicos (reaproveitamento energético do metano, balanço energético positivo) e ambientais (lodo higienizado, menor

massa de lodo digerido efluente para disposição final em aterro) são maximizados com esta configuração. Vale a pena ressaltar a necessidade de se alimentar o digester com lodo de alta concentração de sólidos (superior a 5% ST).

Tendo em vista as constatações efetuadas na presente pesquisa, sugerem-se algumas recomendações para trabalhos futuros:

- Determinar a influência da concentração de sólidos na constante de hidrólise e na cinética de produção de metano dos reatores metanogênicos;
- Determinar a qualidade microbiológica e de metais pesados do lodo digerido e do lodo de fundo;
- Investigar a produção de hidrogênio a partir da fermentação do lodo nos reatores de estágio único e dois estágios, quando operados com baixos TDH operacionais;
- Computar os requisitos energéticos do sistema de mistura e bombeamento de lodo nos cálculos do balanço energético;
- Computar os custos operacionais (pessoal, manutenção, reparos e garantias) e a depreciação da unidade CHP na análise econômica;
- Identificar, através do uso de técnicas moleculares, as bactérias acidogênicas e Archeas metanogênicas no lodo de fundo e no lodo digerido;
- Avaliar o reúso de ácidos orgânicos voláteis na etapa de desnitrificação do tratamento da fase líquida dos esgotos.



## 10 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **Elaboração de projetos hidráulico-sanitários de estações de tratamento de esgotos sanitários**, ABNT/NBR 12.209, 2011.

ABBASI, T.; TAUSEEF, S. M.; ABBASI, S. A. A Brief History of Anaerobic Digestion and “Biogas”. In: **Biogas Energy**. Springer New York, p. 11-23, 2012.

AHRING, B.K.et al. State of the art and future perspectives of thermophilic anaerobic digestion. **Water Science and Technology**, n. 45, v. 10, p. 293-298, 2002.

AISSE, M.M. et al. Análise da economicidade do emprego de tanques sépticos como solução para a gestão dos esgotos sanitários de pequenas comunidades. **Revista DAE**, maio/agosto, p. 58–70, 2015.

AMMAN, R.I. In situ identification of microorganisms by whole cell hybridization with RNA-targeted nucleic acid probes. In: Ackermans, A.D.L., van Elsas, J.D., de Bruijn, F.J. (Eds.), **Molecular Microbial Ecology Manual**. Kluwer Academic Publications, Dordrecht, Holland, 1995.

ANDREOLI, C. V.; VON SPERLING, M.; FERNANDES, F. Princípios do tratamento biológico de águas residuárias; **Lodo de esgotos: tratamento e disposição final**. 1ª ed., Belo Horizonte: Departamento de Engenharia Sanitária e Ambiental–UFMG, Companhia de Saneamento do Paraná, 484p., 2001.

ANDREOLI, C.V. et al. In: Digestão de resíduos orgânicos e aproveitamento do biogás. **Secagem e higienização de lodos com aproveitamento do biogás**. Rio de Janeiro: ABES, RiMA, p. 121-165, 2003.

ANGELIDAKI, I. et al. Defining the biomethane potential (BMP) of solid organic wastes and energy crops: a proposed protocol for batch assays. **Water Science and Technology**, n. 59, v.5, 2009.

ANGELIDAKI, I.; AHRING, B. K. Thermophilic anaerobic digestion

of livestock waste: the effect of ammonia. **Applied Microbiology and biotechnology**, v. 38, n. 4, p. 560-564, 1993.

ANNACHHATRE, A. P. Anaerobic treatment of industrial wastewaters. **Resources, conservation and recycling**, v. 16, n. 1, p. 161-166, 1996.

ANTHONISEN, A. C. et al. Inhibition of nitrification by ammonia and nitrous acid. **Journal of Water Pollution Control Federation**, 48, p. 835 – 849, 1976.

APHA; AWWA; WPCF. **Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater**. 21<sup>a</sup> ed. Washington D.C., 2005.

APPELS, L. et al. Anaerobic digestion in global bio-energy production: potential and research challenges. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, n. 15, p. 4295–4301, 2011.

APPELS, L. et al. Principles and potential of the anaerobic digestion of waste-activated sludge. **Progress in energy and combustion science**, v. 34, n. 6, p. 755-781, 2008.

ARTHURSON, V. Proper sanitization of sewage sludge: a critical issue for a sustainable society. **Applied and Environmental Microbiology**, v.74, n. 17, p. 5267–5275, 2008.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 12209. **Elaboração de projetos hidráulico-sanitários de estações de tratamento de esgotos sanitários**, 53p., 2011.

ASTALS, S. et al. Balancing hygienization and anaerobic digestion of raw sewage sludge, **Water Research**, n. 46, p. 6218 – 6227, 2012.

ATHANASOULIA, P.; MELIDIS, P. e AIVASIDIS, A. Anaerobic waste activated sludge co-digestion with olive mill wastewater. **Water Science and Technology**, v.65, n.12, p. 2251 – 57, 2012.

AYOL, A.; DENTEL, S. K.; FILIBELI, A. Dual polymer conditioning of water treatment residuals. **Journal of Environmental Engineering**, v.131, p. 1132 – 1138, 2005.

BATISTA, L. F. Lodos gerados nas estações de tratamento de esgotos no Distrito Federal: um estudo de sua aptidão para o condicionamento, utilização e disposição final. **Dissertação** (Mestrado em Tecnologia Ambiental e Recursos Hídricos). Programa de Pós-Graduação em Tecnologia Ambiental e Recursos Hídricos, Universidade de Brasília. 197p., 2015.

BATSTONE, D. J. et al. The IWA Anaerobic Digestion Model No 1 (ADM1). **Water Science & Technology**, v. 45, n. 10, p. 65-73, 2002.

BATSTONE, D. J.; BALTHES, C.; BARR, K.. Model assisted startup of anaerobic digesters fed with thermally hydrolyzed activated sludge. **Water Science & Technology**, v. 62, n. 7, p. 1661-1666, 2010.

BELLI FILHO, P. Stockage et odeurs des déjections animales: cas du lisier de porc. **Thèse de Doctorat**. Université de Rennes I. France, 250 p., 1995.

BENABDALLAH EL-HADJ, T.; DOSTA, J.; MATA-ALVAREZ, J. Biodegradation of PAH and DEHP micro-pollutants in mesophilic and thermophilic anaerobic sewage sludge digestion, **Water Science & Technology**, v. 53, n. 8, p. 99 – 107, 2006.

BERSET, J.D; HOLZER, R. Quantitative determination of polycyclic aromatic hydrocarbons, polychlorinated biphenyls and organochlorine pesticides in sewage sludges using supercritical fluid extraction and mass spectrometric detection, **J. Chromatogr. A**, n. 852, p. 545 – 558, 1999.

BETTIOL, W,; CAMARGO, O. A. **Impacto ambiental do uso agrícola do lodo de esgoto**. Jaguariúna: Embrapa Meio Ambiente, 2000.

BIANCHINI et al. Sewage sludge drying process integration with a waste-to-energy power plant. **Waste Management**, n. 42 p. 159–165, 2015.

BITTENCOURT, S. et al. Sewage sludge usage in agriculture: a case study of its destination in the Curitiba Metropolitan Region, Paraná, Brazil. **Water Air Soil Pollut.**, p. 225–2074 , 2014.

BOEHLER, M; SIEGRIST, H. Potential of activated sludge disintegration. **Water Science & Technology**, v. 53, n. 12, p. 207 – 216, 2006.

BÖHM. N.; KULICKE, W. -M. Optimization of the use of polyelectrolytes for dewatering industrial sludges of various origins. **Colloid & Polymer Science**, v.275, n.1, p. 73 – 81, 1997.

BOLZONELLA, D. et al. High rate mesophilic, thermophilic, and temperature phased anaerobic digestion of waste activated sludge: A pilot scale study. **Waste Management**, v. 32, n. 6, p. 1196-1201, 2012.

BOLZONELLA, D. et al. Mesophilic anaerobic digestion of waste activated sludge: influence of the solid retention time in the wastewater treatment process. **Process Biochemistry**, v. 40, n. 3, p. 1453-1460, 2005.

BOLZONELLA, D. et al. Two-phase anaerobic digestion of waste activated sludge: effect of an extreme thermophilic prefermentation. **Industrial & Engineering Chemistry Research**, v. 46, n. 21, p. 6650-6655, 2007.

BOUŠKOVÁ, A. et al. Strategies for changing temperature from mesophilic to thermophilic conditions in anaerobic CSTR reactors treating sewage sludge. **Water Research**, v. 39, n. 8, p. 1481-1488, 2005.

BOŽYM, M. et al. An analysis of metal concentrations in food wastes for biogas production, **Renew. Energy**, v.77, p. 467 – 472, 2015.

BRAGUGLIA, C. M. et al. Advanced anaerobic processes to enhance waste activated sludge stabilization. **Water Science & Technology**, v. 69, n. 8, p. 1728 – 1734, 2014.

BRAGUGLIA, C. M. et al. Quality assessment of digested sludges produced by advanced stabilization processes. **Environmental Science and Pollution Research**, v. 22, n. 10, p. 7216-7235, 2014.

BRAGUGLIA, C.M. et al. The impact of sludge pre-treatments on mesophilic and thermophilic anaerobic digestion efficiency: Role of the organic load. **Chemical Engineering Journal**, v. 270, p. 362-371, 2015.

BRÄNDLI, R.C. et al. Organic pollutants in compost and digestate. Part 1. Polychlorinated biphenyls, polycyclic aromatic hydrocarbons and molecular markers, **J. Environ. Monit.** v. 9, n. 5, p. 456 – 464, 2007.

BRASIL, Lei nº 9.605, de 12 de fevereiro de 1998. Dispõe sobre as sanções penais e administrativas derivadas de condutas e atividades lesivas ao meio ambiente, e dá outras providências. Disponível em: [http://www.planalto.gov.br/ccivil\\_03/LEIS/L9605.htm](http://www.planalto.gov.br/ccivil_03/LEIS/L9605.htm). Acesso em nov. 2015.

BUHR, H. O.; ANDREWS, J. F. The thermophilic anaerobic digestion process. **Water Research**, v. 11, n. 2, p. 129-143, 1977.

BURGER, G.; PARKER, W. Investigation of the impacts of thermal pretreatment on waste activated sludge and development of a pretreatment model. **Water Research**, v. 47, n. 14, p. 5245-5256, 2013.

CAVINATO, C. et al. Thermophilic anaerobic co-digestion of cattle manure with agro-wastes and energy crops: Comparison of pilot and full scale experiences. **Bioresource technology**, v. 101, n. 2, p. 545-550, 2010.

CAVINATO, C. et al. Mesophilic to thermophilic conditions in codigestion of sewage sludge and OFMSW: evolution of effluent stability using dynamic respirometric index (DRI) and biochemical methane potential. **Chemical Engineering Transactions**, v. 20, p. 175 – 180, 2010.

CECCHI, F. et al. **Digestione anaeróbica dela frazione organica dei rifiuti solidi. Aspetti fondamentali, progettuali, gestionali, di impatto ambientale ed integrazione com la depurazione delle acque reflue.** APAT–Manuali e linee guida 13, 2005.

CECCHI, F. et al. Digesting the organic fraction of municipal solid waste: moving from mesophilic (37°C) to thermophilic (55°C) conditions. **Waste Management & Research**, n.11, p. 403 – 414, 1993.

CHASRI, R. et al. Effect of organic loading rate on methane and volatile fatty acids productions from anaerobic treatment of palm oil mill effluent in UASB and UFAF reactors. **Songklanakarin J. Sci. Technol.** v. 29, p. 311 – 323, 2007.

CHAN, Y. J.; CHONG, M. F.; LAW, C. L. Start-up, steady state performance and kinetic evaluation of a thermophilic integrated anaerobic–aerobic bioreactor (IAAB). **Bioresource Technology**, v. 125, p. 145-157, 2012.

CHAO, I. R. S. Diagnóstico e otimização dos adensadores por gravidade”. In: Congresso Brasileiro de Engenharia Sanitária e Ambiental, Joinville. (21). **Anais eletrônico**, Rio de Janeiro: ABES. p.1–6, 2001.

CHEN, R. et al. Life Cycle and Economic Assessment of Anaerobic Co-digestion of Dairy Manure and Food Waste. **Industrial Biotechnology**, v. 11, n. 2, p. 127-139, 2015.

CHEN, Y. et al. Effects of organic loading rate on the performance of a pressurized anaerobic filter in two-phase anaerobic digestion. **Energies** n. 7, p. 736 – 750, 2014.

CHEN, Y. et al. Reactor performance and bacterial pathogen removal in response to sludge retention time in a mesophilic anaerobic digester treating sewage sludge. **Bioresource Technology**, n. 106, p. 20 – 26, 2012.

CHEN, Y.; CHENG, J.J.; CREAMER, K.S. Inhibition of anaerobic digestion process: a review, **Bioresour. Technol.** v. 99, p. 4044–4064, 2008.

CHERNICHARO, C. A. L. Princípios do Tratamento Biológico de Águas Residuárias; Reatores Anaeróbios. 2.ed. Belo Horizonte: Departamento de Engenharia Sanitária e Ambiental – Universidade Federal de Minas Gerais, 380 p., 1997.

CHEUNBARN, T.; PAGILLA, K. R. Anaerobic thermophilic / mesophilic dual-stage sludge treatment. **Journal of Environmental Engineering**, v. 126, n. 9, p. 796-801, 2000.

CHRISTENSEN, M. L. et al. Dewatering in biological wastewater treatment: a review. **Water Research**, 2015.

CIESLIK, B. M.; NAMIESNIK, J.; KONIECZKA, P. Review of sewage sludge management: standards, regulations and analytical methods. **Journal of Cleaner Production**, v. 90, p. 1 – 15, 2015.

CLIMENT, M. et al. Effects of thermal and mechanical pretreatments of secondary sludge on biogas production under thermophilic conditions. **Chemical Engineering Journal**, v. 133, n. 1, p. 335-342, 2007.

CONSELHO NACIONAL DE MEIO AMBIENTE. **Resolução** n. 375, de 29 de agosto de 2006. Define critérios e procedimentos, para o uso agrícola de lodos de esgoto gerados em estações de tratamento de esgoto sanitário e seus produtos derivados, e dá outras providências. 2006.

COROMINAS, L. et al. Performance evaluation of fault detection methods for wastewater treatment processes. **Biotechnology and Bioengineering**. v. 108, n. 2, p. 333-344, 2011.

COSTA, J. C.; ALVES, M. M.; FERREIRA, E. C. Principal component analysis and quantitative image analysis to predict effects of toxics in anaerobic granular sludge. **Bioresource Technology**, v. 100, p. 1180–1185, 2009.

CSIKOR Z. et al. Identification of factors contributing to degradation in autothermal thermophilic sludge digestion. **Water Science & Technology**, n.46, v. 10, p. 131-138, 2002.

DA ROS, C. et al. Winery waste recycling through anaerobic co-digestion with waste activated sludge, **Waste Manag.** v. 34, n. 11, p. 2028 – 2035, 2014.

DABROWSKA, L.; ROSINSKA, A. Change of PCBs and forms of heavy metals in sewage sludge during thermophilic anaerobic digestion. **Chemosphere**, v.88, n. 2, p. 168 – 173, 2014.

DAI et al. High-solids anaerobic co-digestion of sewage sludge and food waste in comparison with mono digestions: Stability and performance. **Waste Management**, v. 33, p. 308–316, 2013.

DAMASCENO, L. H. Soares et al. Effect of bicarbonate alkalinity on gravimetric solids analysis in anaerobic wastewater treatment. **Interciencia-Caracas**, v. 32, n. 9, p. 610-614, 2007.

DE BAERE, L.; MATTHEEUWS, B. Anaerobic Digestion of the Organic Fraction of Municipal Solid Waste in Europe: Status, Experience and Prospects. In: Thomè-Kozmiensky, K. J, Thiel, S., (Eds.), **Waste Management**, v. 3- Recycling and Recovering, p. 517–526. Neuruppin, Germany 2012.

DE LA RUBIA, et al. Anaerobic mesophilic and thermophilic municipal sludge digestion. **Chemical and Biochemical Engineering**, v. 3, n.16, p. 119–24, 2002.

DE LA RUBIA, M. A. et al. Temperature conversion (mesophilic to thermophilic) of municipal sludge digestion. **Environmental and Energy Engineering**, v. 51, n. 9, p. 2581-2586, 2005.

DE LA RUBIA, M. A. et al. Thermophilic anaerobic digestion of sewage sludge: focus on the influence of the start-up. A review. **Critical Reviews in Biotechnology**, v. 33, n. 4, p. 448-460, 2013.

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

DEMIREL, B.; YENIGÜN, O. Two-phase anaerobic digestion processes: a review. **Journal of Chemical Technology and Biotechnology**, v. 77, n. 7, p. 743-755, 2002.

DEMIRER, G.N.; OTHMAN, M. Two-Phase thermophilic acidification and mesophilic methanogenesis anaerobic digestion of waste-activated sludge, **Environ. Eng. Sci.** v. 25, n. 9, p. 1291 – 1300, 2008.

DEUBLEIN, D.; STEINHAUSER, A. **Biogas from waste and renewable resources: an introduction**. Wiley-VCH, Weinheim, 472p., 2008.

DICHTL, N. Thermophilic and mesophilic (two-stage) anaerobic digestion. **Water and Environment Journal**, v. 11, n. 2, p. 98-104, 1997.

DIEKERT, G.; WEBER, B.; THAUER, R.K. Nickel dependence of factor F430 content in *Methanobacterium thermoautotrophicum*. **Arch. Microbiol.** v. 127, p. 273 – 278, 1980.

DIEKERT, G.; WOHLFARTH, G. Metabolism of homoacetogens. **Antonie van Leeuwenhoek**, v. 66, n. 1-3, p. 209-221, 1994.

DOHÁNYOS, M.; ZÁBRANSKÁ, J. Anaerobic digestion. In: SPINOSA, L.; VESILIND P.A. (Eds). **Sludge into biosolids**, IWA Publishing, United Kingdom, p. 223-241, 2001.

DÖLL, M. M. R.; FORESTI, E. Efeito do bicarbonato de sódio no tratamento de vinhaça em AnSBBR operado a 55° e 35° C. **Eng. Sanit. Ambient**, v. 15, n. 3, p. 275-282, 2010.

DUAN, N. et al. High-solid anaerobic digestion of sewage sludge under mesophilic conditions: feasibility study, **Bioresour. Technol.** v. 104, p. 150 – 156, 2012.

EASTMAN, J. A.; FERGUSON, J. F. Solubilization of particulate organic carbon during the acid phase of anaerobic digestion. **J. WPCF**, v. 53, p. 352-366, 1981.

ECKART, C.; YOUNG, G. The approximation of one matrix by another of lower rank. **Psychometrika**, v. 1, n. 3, 1936.

EEC, Commission of the European Communities, **Working document on sludge 3rd draft**, Brussels, 2000.

FERNANDES, T. V. et al. Effects of thermo-chemical pre-treatment on anaerobic biodegradability and hydrolysis of lignocellulosic biomass. **Bioresource Technology**, v. 100, n. 9, p. 2575-2579, 2009.

FERRER, I.; VAZQUEZ, F.; FONT, X. Comparison of the mesophilic and thermophilic anaerobic sludge digestion from an energy perspective. **J. Residuals Sci. Technol.** v. 8, n. 2, p. 81 – 87, 2011.

FORESTI, E. Anaerobic treatment of domestic sewage: established technologies and perspectives. **Water Science & Technology**, v. 45, n.10, p.181 – 186, 2002.

FORESTI, E.; ZAIAT, M.; VALLERO, M. Anaerobic processes as the core technology for sustainable domestic wastewater treatment: Consolidated applications, new trends, perspectives, and challenges. **Reviews in Environmental Science and Bio/Technology**, n. 5, p. 3 – 19, 2006.

FORNARI FILHO, Pery. **coleta de lodo**. [mensagem pessoal]. Mensagem recebida por <[franciscojgpimentel@gmail.com](mailto:franciscojgpimentel@gmail.com)> 27 agosto 2010.

FYTILI, D.; ZABANIOTOU, A. Utilization of sewage sludge in EU application of old and new methods—A review. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, n.12, p.116–140, 2008.

GAVALA, H. N. et al. Mesophilic and thermophilic anaerobic digestion of primary and secondary sludge: effect of pre-treatment at elevated temperature. **Water Research**, n.37, p. 4561-4572, 2003.

GE, H.Q.; JENSEN, P.D.; BATSTONE, D.J. Temperature phased anaerobic digestion increases apparent hydrolysis rate for waste activated sludge, **Water Research**, n. 45, v.4, 1597 – 1606, 2011.

GERARDI, M. H. **The microbiology of anaerobic digesters**. John Wiley & Sons, Hoboken, New Jersey; 188p., 2003.

GHOSH, S. et al. Pilot-scale and full-scale 2-phase anaerobic-digestion of municipal sludge. **Water Environment Research**, n.67, p. 206-214, 1995.

GHOSH, S. Improved sludge gasification by two-phase anaerobic digestion. **Journal of Environmental Engineering**, v. 113, n. 6, p. 1265-1284, 1987.

GHOSH, S. **Kinetics of acid-phase fermentation in anaerobic digestion**. In: Biotechnol. Bioeng. Symp.:(United States). Inst. of Gas Tech., Chicago, IL, 1981.

GIANICO, A. et al. Innovative two-stage mesophilic/thermophilic anaerobic degradation of sonicated sludge: performances and energy balance. **Environmental Science and Pollution Research**, v. 22, n. 10, p. 7248-7256, 2015.

GRIFFIN, M. et al. Methanogenic population dynamics during start-up of anaerobic digesters treating municipal solid waste and biosolids. **Biotechnology and Bioengineering**, v. 57, n. 3, 1998.

GUO, J.; XU, Y. F. Review of enzymatic sludge hydrolysis. **Bioremediation & Biodegradation**, v. 2, p. 2-7, 2011.

HANSSON, M.; NORDBERG, A.; MATHISEN, B. On-line NIR monitoring during anaerobic treatment of municipal solid waste. **Water Science & Technology**, v. 48, n. 4, p. 9–13, 2003.

HAO, J.; WANG, H. Volatile fatty acids productions by mesophilic and thermophilic sludge fermentation: Biological responses to fermentation temperature. **Bioresource Technology**, v. 175, p. 367-373, 2015.

HENZE, M. Capabilities of biological nitrogen removal processes from wastewater, **Water Sci. Technol.** v. 23, p. 669 – 679, 1991.

HILL, T. L. **Free energy transduction in biology**, Academic Press, New York and London, 1977.

IRANPOUR, R.; COX, H.H. Evaluation of thermophilic anaerobic digestion processes for full-scale Class A biosolids disinfection at Hyperion Treatment Plant, **Biotechnol. Bioeng.** v. 97, n. 1, p. 19 – 39, 2007.

IRSA-CNR, **Metodi Analitici per i Fanghi, Quaderno 64**, Istituto di Ricerca Sulle Acque – Consiglio Nazionale delle Ricerche, Roma, 2006.

JACKSON J. E. **A User's Guide to Principal Components**. Publisher by John Wiley & Son. ISBN 0-471-62267-2, 1991.

JACKSON, D. A. Stopping rules in principal components analysis: a comparison of heuristical and statistical approaches. **Ecology**, v. 74, n. 8, p. 2204-2214, 1993.

JENICEK, P. et al. Energy self-sufficient sewage wastewater treatment plants: is optimized anaerobic sludge digestion the key? **Water Science & Technology**, v. 68, n. 8, p. 1739-1744, 2013.

JENICEK, P. et al. Potentials and limits of anaerobic digestion of sewage sludge: Energy self-sufficient municipal wastewater treatment plant? **Water Science & Technology**, v. 66, n. 6, p.1277 – 1281, 2012.

JORDÃO, E. P.; PESSOA, C. A. **Tratamento de esgotos domésticos**. ABES, 6<sup>a</sup> ed., Rio de Janeiro, 969p. 2011.

KAPARAJU, P. et al. Effects of mixing on methane production during thermophilic anaerobic digestion of manure: lab-scale and pilot-scale studies. **Bioresource Technology**, v. 99, n. 11, p. 4919-4928, 2008.

KAPARAJU, P.; ANGELIDAKI, I. Effect of temperature and active biogas process on passive separation of digested manure. **Bioresource Technology**, v. 99, n. 5, p. 1345-1352, 2008.

KARIM, K. et al. Anaerobic digestion of animal waste: Waste strength versus impact of mixing. **Bioresource Technology**, v. 96, n. 16, p. 1771-1781, 2005.

KHANAL, S. K. **Anaerobic biotechnology for bioenergy production: principles and application**. 308p, 2008.

KLEIN, M. Two alternatives to the Shewhart  $X^{-}$  control chart. **Journal of Quality Technology**, v. 32, n. 4, p. 427-431, 2000.

KOBAYASHI, T. et al. Upgrading of the anaerobic digestion of waste activated sludge by combining temperature-phased anaerobic digestion and intermediate ozonation. **Water Science & Technology**, v. 59, n. 1, p. 185 – 193, 2009.

KUMAR, K. J. et al. A review on production of biogas, fundamentals, applications & its recent enhancing techniques. **Chemical Engineering**, v. 57, p. 14073-14079, 2013.

LABATUT, R.A.; GOOCH, C.A. Monitoring of anaerobic digestion process to optimize performance and prevent system failure. **Proceedings** of the Got Manure? Enhancing Environmental and Economic Sustainability, p.209 – 225, 2012.

LAMEGO NETO, L. G.; COSTA, R. H. R. Tratamento de esgoto sanitário em reator híbrido em bateladas sequenciais: eficiência e

estabilidade na remoção de matéria orgânica e nutrientes (N, P). **Engenharia Sanitária e Ambiental**, v.16, n. 4, p. 411 – 420, 2011.

LAWLER, D. F. et al. Anaerobic digestion: effects on particle size and dewaterability. **Journal WPCF**, v. 58, n. 12, p. 1107 – 1117, 1986.

LE, N. T. et al. Improving sewage sludge ultrasonic pretreatment under pressure by changing initial pH. **Journal of Environmental Management**, v. 128, p. 548-554, 2013.

LEBLANC, R. J. et al. **Global atlas of excreta, wastewater sludge, and biosolids management: moving forward the sustainable and welcome uses of a global resource**. Un-habitat, 2009.

LEE, C. H.; LIU, J. C. Enhanced sludge dewatering by dual polyelectrolytes conditioning. **Water Research**, v.34, n.18, p. 4430–4436, 2000.

LEE, I.; RITTMANN, B. E. Effect of low solids retention time and focused pulsed pre-treatment on anaerobic digestion of waste activated sludge. **Bioresource Technology**, n. 102, p. 2542-2548, 2011.

LEITE, V. D. et al. Bioestabilização anaeróbia de resíduos sólidos orgânicos: aspectos quantitativos. **TECNO-LÓGICA**, v. 18, n. 2, p. 90 – 96, 2014.

LEITE, W. R. M. Digestão Anaeróbia mesofílica de lodo adensado de estação de tratamento de esgoto. **Dissertação** (mestrado). Programa de Pós-Graduação em Engenharia Ambiental. Universidade Federal de Santa Catarina, 2011.

LEITE, W. R. M. et al. Evaluation of operational stability of anaerobic sludge digester in terms of volatile fatty acids dynamics. In: **Proceedings of 13<sup>o</sup> World Anaerobic Congress**, Santiago de Compostela, Espanha, 2013.

LEITE, W.R.M. et al. D. High rate single and two-phase anaerobic sludge digestion: performance and effluent characteristics. In: **Proceedings of the 14th World Congress Anaerobic Digestion**, Viña del Mar, 2015.

LEVANTESI, C. et al. Hygienization performances of innovative sludge treatment solutions to assure safe land spreading, **Environ. Sci. Pollut. Res.** v. 22, p. 7237 – 7247, 2015.

LIAO, X.; LI, H. Biogas production from low-organic-content sludge using a high-solids anaerobic digester with improved agitation, **Appl. Energy**, v. 148, p. 252–259, 2015.

LIM, J. W.; WANG, J. Y. Enhanced hydrolysis and methane yield by applying microaeration pretreatment to the anaerobic co-digestion of brown water and food waste. **Waste Management**, n. 33, p. 813-819, 2013.

LIN, C-Y.; CHEN, C-C. Effect of heavy metals on the methanogenic UASB granule, **Water Res.** v. 33, n. 2, p. 409 – 416, 1999.

LLORET, E. et al. Semi full-scale thermophilic anaerobic digestion (TANd) for advanced treatment of sewage sludge: Stabilization process and pathogen reduction, **Chem. Eng. J.** v. 232, p. 42 – 50, 2013b.

LLORET, E. et al. Two-stage mesophilic anaerobic–thermophilic digestion for sludge sanitation to obtain advanced treated sludge, **Chem. Eng. J.** v. 230, p. 59 – 63, 2013a.

LO, I. M. C.; LAI, K. C. K.; CHEN, G. H. Salinity effect on mechanical dewatering of sludge with and without chemical conditioning. **Environmental Science & Technology**, v. 35, n. 23, p. 4691-4696, 2001.

LUO, G. et al. Enhancement of bioenergy production from organic wastes by two-stage anaerobic hydrogen and methane production process, **Bioresour. Technol.** v. 102, n. 18, p. 8700 – 8706, 2011.

MACGREGOR, J.F.; KOURTI, T. Statistical process control of multivariate processes, **Control Engineering Practice**, v. 3, n. 3, p.403-414, 1995.

MADIGAN, M. T.; MARTINKO, J. M.; PARKER. J. **Brock Biology of Microorganisms**. Pearson Education, ed. 10, 2003.

MAHMOUD, N. et al. Solids removal in upflow anaerobic reactors, a review, **Bioresource Technology**, v. 90, p. 1-9, 2003.

MALINA JR., J.; POHLAND, F. G. Design of anaerobic processes for treatment of industrial and municipal waste. In: **Water Quality Management Library**. v. 7, 213 p., 1992.

MALTA, T. S. Aplicação de lodos de estações de tratamento de esgotos na agricultura: estudo de caso do município de Rio das Ostras – RJ. **Dissertação** (Mestrado em Engenharia Sanitária e Saúde Pública) – Fundação Oswaldo Cruz / ENSP, Rio de Janeiro, 2001.

MANGIERI, V. R. L.; TAVARES FILHO, J. Disposição de resíduos sólidos no solo: efeito nos atributos físicos, químicos e na matéria orgânica. **Semina: Ciências Agrárias**, v.36, n.2, p. 747-764, 2015.

MAO, C. et al. Review on research achievements of biogas from anaerobic digestion. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, v. 45, p. 540-555, 2015.

MARIN, L. M. K. S. et al. Determinação da taxa de aplicação máxima anual de lodo de esgoto higienizado por processo alcalino em solos da região metropolitana de Curitiba. **Eng. Sanitária e Ambiental**, v.15, n. 2, p. 113 – 118, 2010.

MASON, R.; TRACY, N.; YOUNG, J. Monitoring a multivariate step process. **Journal of Quality Technology**, v. 28, p. 39 – 50, 1996.

MASPOLIM, Y. et al. Comparison of single-stage and two-phase anaerobic sludge digestion systems - Performance and microbial community dynamics, **Chemosphere**  
<http://dx.doi.org/10.1016/j.chemosphere.2014.07.028> (2014).

MASPOLIM, Y. et al. Determination of the archaeal and bacterial communities in two-phase and single-stage anaerobic systems by 454 pyrosequencing. **Journal of Environmental Sciences**, v. 36, p. 121-129, 2015.

MASTRANGELO, C.M.; MONTGOMERY, D.C. SPC with correlated observations for the chemical and process industries. **Quality and Reliability Engineering International**, v. 11, p. 79-89, 1995.

MATA-ALVAREZ, J. **Fundamentals of the anaerobic digestion process**. In: Mata-Alvarez, J. (Ed.), Biomethanization of the Organic Fraction of Municipal Solid Wastes. IWA Publishing Press, Cornwall, UK, p. 1–20, 2003.

MATA-ALVAREZ, J.; MACÉ, S.; LLABRÉS, P. Anaerobic digestion of organic solid wastes. An overview of research achievements and perspectives. **Bioresource technology**, v. 74, n. 1, p. 3-16, 2000.

MAYNARD, H.E.; OUKI, S.K.; WILLIAMS, S.C. Tertiary lagoons: a review of removal mechanisms and performance, **Water Res.** v. 33, n. 1, p. 1 – 13, 1999.

METCALF; EDDY. **Wastewater Engineering: Treatment and Resource Recovery**. 5.ed. New York: McGraw-Hill, 2048 p., 2014.

MICOLUCCI, F. et al. Automatic process control for stable bio-hythane production in two-phase thermophilic anaerobic digestion of food waste. **International Journal of Hydrogen Energy**, v. 39, n. 31, p. 17563-17572, 2014.

MIKKELSEN, L. H.; KEIDING, K. Physico-chemical characteristics of full scale sewage sludges with implications to dewatering. **Water Research**, v. 36, n. 10, p. 2451-2462, 2002.

MIRON, Y. et al. The role of sludge retention time in the hydrolysis and acidification of lipids, carbohydrates and proteins during digestion of primary sludge in CSTR systems. **Water Research**, v. 34, n. 5, p. 1705-1713, 2000.

MIZUNO, O.; LI, Y. Y.; NOIKE, T. The behavior of sulfate-reducing bacteria in acidogenic phase of anaerobic digestion. **Water Research**, v. 32, n. 5, p. 1626-1634, 1998.

MINISTÉRIO DO MEIO AMBIENTE. Estudo sobre o Potencial de Geração de Energia a partir de Resíduos de Saneamento (lixo, esgoto), visando incrementar o uso de biogás como fonte alternativa de energia renovável, **Produto 6 – Resumo Executivo**. Programa das Nações Unidas para o Desenvolvimento – PNUD, 2010.

MONTGOMERY, D.C.; RUNGER, G. C.; HUBELE, N. F. **Engineering Statistics**. 4 ed. New Jersey: John Wiley & Sons Inc, 512p, 2006.

MONTGOMERY, D.C. **Introduction to statistical quality control**. John Wiley & Sons, Inc.754p., 2009.

NAJAFPOUR, G.D. et al. High-rate anaerobic digestion of palm oil mill effluent in an upflow anaerobic sludge-fixed film bioreactor. **Process Biochemistry**, n. 41, p. 370–379, 2006.

NAZEER, K. A. A.; SEBASTIAN, M. P. Improving the accuracy and efficiency of the K-means clustering algorithm. **Proceedings** of the World Congress on Engineering, v. 1, London, U.K, 5p., 2009.

NGES, I. A.; LIU, J. Effects of solid retention time on anaerobic digestion of dewatered-sewage sludge in mesophilic and thermophilic conditions. **Renewable Energy**, v. 35, n. 10, p. 2200-2206, 2010.

NOVAES, L. F. et al. Effect of impeller type and agitation on the performance of pilot scale ASBR and AnSBBR applied to sanitary wastewater treatment. **Journal of Environmental Management**, v. 91, n. 8, p. 1647-1656, 2010.

OH, Y.-K.; PARK, S. Thermophilic biohydrogen production from glucose with trickling biofilter. **Biotechnology and Bioengineering**, v. 88, n. 6 p. 690 – 698, 2004.

OLES, J.; DICHTL, N.; NIEHOFF, H.-H. Full scale experience of two stage thermophilic mesophilic sludge digestion. **Water Science & Technology**, v. 36, n. 6, p. 449-456, 1997.

OLESZKIEWICZ, J.A.; SHARMA, V.K. Stimulation and inhibition of anaerobic processes by heavy metals - A review, **Biol. Wastes**, v. 31, p. 45 – 67, 1990.

OROPEZA, M. R. et al. Digestión anaerobia mesofílica y termofílica de lodos biológicos de desecho y lodos de tratamiento primario avanzado. In: Congreso Nacional de Ingeniería Sanitaria y Ciencias Ambientales, 12 **Memorias técnicas**, México, D.F: AIDIS, p. 1 – 15, 2000.

ORTEGA, L.; BARRINGTON, S. R.; GUIOT, S. R. Thermophilic adaptation of a mesophilic anaerobic sludge for food waste treatment. **Journal of Environmental Management**, v. 88, n. 3, p. 517-525, 2008.

ORZI, V. et al. Potential odour emission measurement in organic fraction of municipal solid waste during anaerobic digestion: relationship with process and biological stability parameters. **Bioresour. Technol.** v. 101, n. 19, p. 7330 – 7337, 2010.

PALATSI, J.; GIMENEZ, L. A.; FERRER, I.; FLOTATS, X. Start-up strategies of thermophilic anaerobic digestion of sewage sludge. **Water Science & Technology**, v. 59, n. 9, p. 1777 – 1784, 2009.

PANG, L. et al. Short-cut waste activated sludge fermentation and application of fermentation liquid to improve heterotrophic aerobic nitrogen removal by *Agrobacterium* sp. LAD9, **Chem. Eng. J.** v. 259, p. 911 – 917, 2015.

PARANJPE, A. et al. Current status and future challenges of two stage anaerobic digestion: a review. **International Journal of Current Research**, v. 4, n.07, p. 81 – 85, 2012.

PARKING, G. F.; OWEN, W. F. Fundamentals of anaerobic digestion. **Journal of Environmental Engineering**, v. 112, n. 5, p. 867-920, 1986.

PASCUAL-BENITO, M. et al. Effect of hygienization treatment on the recovery and/or regrowth of microbial indicators in sewage sludge, **J. Appl. Microbiol.** v. 118, n. 2, p. 412 – 418, 2015.

PAVLOSTATHIS, S. G.; GIRALDO-GOMEZ, E. Kinetics of anaerobic treatment: a critical review. **Critical Reviews in Environmental Control**, v.21, n. 5-6, p. 411–490, 1991.

PECCIA, J.; WESTERHOFF, P. We should expect more out of our sewage sludge. **Environmental Science and Technology**, n. 49, p. 8271–8276, 2015.

PÉREZ, S.; GUILLAMÓN, M.; BARCELÓ, D. Quantitative analysis of polycyclic aromatic hydrocarbons in sewage sludge from wastewater treatment plants. **J. Chromatogr. A.**, v. 938, p. 57 – 65, 2001.

PILLI, S. et al. Anaerobic digestion of thermal pre-treated sludge at different solids concentrations—Computation of mass-energy balance and greenhouse gas emissions. **Journal of Environmental Management**, v. 157, p. 250-261, 2015.

PINHO, S. C. et al. Influence of the agitation rate on the treatment of partially soluble wastewater in anaerobic sequencing batch biofilm reactor. **Water Research**, v. 38, n. 19, p. 4117-4124, 2004.

PIRES, A.M. **Uso agrícola do lodo de esgoto: aspectos legais**. Jaguariúna: Embrapa Meio Ambiente, 2006.

RAFIQUE, R. et al. Effect of thermal, chemical and thermo-chemical pre-treatments to enhance methane production. **Energy**, v. 35, n. 12, p. 4556-4561, 2010.

RAGSDALE, S. W.; PIERCE, E. Acetogenesis and the Wood–Ljungdahl pathway of CO<sub>2</sub> fixation. **Biochimica et Biophysica Acta (BBA)-Proteins and Proteomics**, v. 1784, n. 12, p. 1873-1898, 2008.

RAJESHWARI, K.V. et al. State-of-the-art of anaerobic digestion technology for industrial wastewater treatment. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, n. 4, p. 135-156, 2000.

RAMOS, D. T. Biorremediação ativa de águas subterrâneas em aquífero contaminado com biodiesel. **Tese** (Doutorado em Engenharia Ambiental). Programa de Pós-Graduação em Engenharia Ambiental, Universidade Federal de Santa Catarina, 263p., 2013.

RANI, R. Uma et al. Low temperature thermo-chemical pretreatment of dairy waste activated sludge for anaerobic digestion process. **Bioresource Technology**, v. 103, n. 1, p. 415-424, 2012.

RATUSZNEI, S. et al. Influence of agitation rate on the performance of a stirred anaerobic sequencing batch reactor containing immobilized biomass. **Water Science & Technology**, v. 44, n. 4, p. 305-312, 2001.

REED, J.P. et al. Performance parameter prediction for sewage sludge digesters using reflectance FT-NIR spectroscopy. **Water Research**, v. 45, n. 8, p. 2463-2472, 2011.

RIBAS, M. M. F.; MORAES, E. M.; FORESTI, E. Avaliação da acurácia de diversos métodos para determinação de ácidos graxos voláteis e alcalinidade a bicarbonato para monitoramento de reatores anaeróbios. **Engenharia Sanitária e Ambiental**, v.12, n.3, p. 240-246, 2007.

ROSA, A. P.; CHERNICHARO, A. A. L.; MELO, G. C. B. Contribuição para o aproveitamento energético do lodo de ETEs em processos térmicos. **Revista DAE**, Jan-Abr, p. 55 – 62, 2014.

ROSEN, C.; OLSSON, G. Disturbance detection in wastewater treatment systems. **Water Science & Technology**, v. 37, n. 12, p. 197–205, 1998.

ROSS, C. C.; DRAKE, T. J.; WALSH, J. L. **Handbook of biogas utilization**. 2.ed. Atlanta: U.S. Department of Energy, 2p. 1996.

RUBAL, J. S.; CORTACANS TORRE, J. A.; DEL CASTILLO GONZÁLEZ, I. Influence of temperature, agitation, sludge concentration and solids retention time on primary sludge fermentation. **International Journal of Chemical Engineering**, v. 2012, p. 1 – 8, 2012.

RUBIO-LOZA, L.A; NOYOLA A. Two-phase (acidogenic–methanogenic) anaerobic thermophilic/mesophilic digestion system for producing Class A biosolids from municipal sludge. **Bioresource Technology**, n.101, p.576–585, 2010.

RUFFINO, B. et al. Scale effect of anaerobic digestion tests in fed-batch and semi-continuous mode for the technical and economic feasibility of a full scale digester. **Bioresource technology**, v. 182, p. 302-313, 2015.

RULKENS, W. Sustainable sludge management-what are the challenges for the future?. **Water Science & Technology**, v. 49, n. 10, p. 11-19, 2004.

SALMINEN, E. A.; RINTALA, J. A. Semi-continuous anaerobic digestion of solid poultry slaughterhouse waste: effect of hydraulic retention time and loading. **Water Research**, v. 36, n. 13, p. 3175-3182, 2002.

SCALES, P. J.; LESTER, D.; DIXON, D. R. **Thickening**. In: SPINOSA, L.; VESILIND, P. A. Sludge into biosolids. UK: IWA Publishing, p. 223 – 241, 2001.

SCHIEVANO, A. et al. Can two-stage instead of one-stage anaerobic digestion really increase energy recovery from biomass?, **Appl. Energy** v. 124, p. 335 – 342, 2014.

SCHIEVANO, A. et al. Two-stage vs single-stage thermophilic anaerobic digestion: comparison of energy production and biodegradation efficiencies. **Environmental Science Technol.** n. 46, p. 8502 – 8510, 2012.

SCHINK, B. Energetics of syntrophic cooperation in methanogenic degradation. **Microbiology and Molecular Biology Reviews**, v. 61, n. 2, p. 262-280, 1997.

SHANA, A. et al. The impact of intermediate thermal hydrolysis on the degradation kinetics of carbohydrates in sewage sludge. **Bioresource Technology**, v. 137, p. 239-244, 2013.

SHAPIRO, S. S.; WILK M. B. An analysis of Variance test for Normality (Complete Samples) **BioMetrika**, v. 52, p. 591 – 611, 1965.

SIEGRIST, H. et al. Mathematical model for meso-and thermophilic anaerobic sewage sludge digestion. **Environmental Science & technology**, v. 36, n. 5, p. 1113-1123, 2002.

SIEGRIST, H.; RENGGLI, D.; GUJER, W. Mathematical modelling of anaerobic mesophilic sewage sludge treatment. **Water Science & Technology**, v. 27, n. 2, p. 25-36, 1993.

SILVA, A. J. et al. The influence of the buffering capacity on the production of organic acids and alcohols from wastewater in anaerobic reactor. **Applied Biochemistry and Biotechnology**, v. 175, n. 4, p. 2258-2265, 2015.

SILVA, A.V. A.; VON SPERLING, M.; OLIVEIRA FILHO, J. M. Avaliação das unidades de tratamento do lodo em uma ETE de lodos ativados convencional submetida a distintas estratégias operacionais. **Engenharia Sanitária e Ambiental**, v.12, n.2, p. 127–133, 2007.

SMOLLEN, M. Dewaterability of municipal sludge 1: a comparative study of specific resistance to filtration and capillary suction time as dewaterability parameters. **Water S. A.**, v. 12, n. 3, p. 127-132, 1986a.

SMOLLEN, M. Dewaterability of municipal sludges 2: sludge characterization and behavior in terms of SRF and CST parameters, **Water SA**, v. 12, n. 3, p. 133 – 138, 1986b.

SONG, Y. C.; KWON, S. J. WOO, J. H. Mesophilic and thermophilic temperature co-phase anaerobic digestion compared with single-stage mesophilic- and thermophilic digestion of sewage sludge. **Water Research**, n. 38, p.1653-1662, 2004.

SORENSEN, B. L.; SORENSEN, P. B. Structure compression in cake filtration. **Journal of Environmental Engineering**, v.123, p.345–353, 1997.

SPEECE R.E. **Anaerobic biotechnology for industrial wastewaters**. Tennessee: Archea Press, 416p., 1996.

SPINOSA, L.; VESILIND, P.A. **Sludge into biosolids: processing, disposal, utilization**.1 ed. London: IWA Publishing, 400p., 2001.

STAMS, A.J.M. Metabolic interactions between anaerobic bacteria in methanogenic environments. **Antonie van Leeuwenhoek**, v. 66, n. 1-3, p. 271-294, 1994.

STRYER, L. **Biochemistry**. W.H. Freeman and Company, New York, USA, 1988.

SUN, W. et al. From mesophilic to thermophilic digestion: the transitions of anaerobic bacterial, archaeal, and fungal community structures in sludge and manure samples. **Applied Microbiology and Biotechnology**, DOI 10.1007/s00253-015-6866-9, p. 1-12, 2015.

SURYAWANSHI, P. C.; CHAUDHARI, A. B.; KOTHARI, R. M. Mesophilic anaerobic digestion: first option for waste treatment in tropical regions, **Critical Reviews in Biotechnology**, v. 30, n. 4, p. 259–282, 2010.

TAKEMOTO, S. Y. Pré-tratamento de lodos biológicos gerados nos processos de lodos ativados para o aumento da sua biodegradabilidade através de hidrólises enzimáticas, térmicas e alcalinas. 2006. 242f. **Tese** (Doutorado em Engenharia Química) – Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2006.

TAYLOR, J. K. The role of statistics in quality assurance. **Fresenius Z. Anal Chem.**, v. 332, p. 722-725, 1988.

TCE. **Relatório de Auditoria Operacional** - Sistema de Tratamento de Esgoto Insular de Florianópolis, Companhia Catarinense de Águas e Saneamento – CASAN, Tribunal de Contas de Santa Catarina, Disponível em: [http://www.tce.sc.gov.br/sites/default/files/relatorio\\_auditoria\\_casan\\_1\\_c\\_decis\\_ao\\_0.pdf](http://www.tce.sc.gov.br/sites/default/files/relatorio_auditoria_casan_1_c_decis_ao_0.pdf). Acesso em: 11 nov. 2015.

TEDESCO, S.; BENYOUNIS, K. Y.; OLABI, A. G. Mechanical pretreatment effects on macroalgae-derived biogas production in co-digestion with sludge in Ireland. **Energy**, v. 61, p. 27-33, 2013.

THOMPSON, R. S. Hydrogen production by anaerobic fermentation using agricultural and food processing wastes utilizing a two-stage digestion system. **Dissertação** (Mestrado em Biological Engineering) - Utah State University, Utah, Logan, 2008.

TODESCHINI, R. Data correlation, number of significant principal components and shape of molecules. The K correlation index. **Anal. Chimica Acta**, v. 348, p. 419-430, 1997.

TROESCH, S. et al. Sludge drying reed beds: a full and pilot-scales study for activated sludge treatment. **Water Science & Technology**, v. 60, n. 5, p. 1145-1154, 2009.

TSUTIYA, M. T. **Alternativas de disposição final de biossólidos**. In: TSUTIYA, M. T.; COMPARINI, J. B.; SOBRINHO, P. A.; HESPANHOL, I.; CARVALHO, P. C. T.; MELFI, A. J.; MELO, W. J.; MARQUES, M. O. (Ed.). Biossólidos na agricultura. São Paulo: SABESP, p. 133-180, 2001.

TURONSKIY, I.S.; MATHAI, P.K. **Wastewater sludge processing**, Wiley Interscience, New Jersey, 2006.

US EPA, Method 5021 A: **Volatile organic compounds in various sample matrices using equilibrium headspace analysis**, United States Environmental Protection Agency, USA Environmental Research Laboratory, Duluth, MN, USA, 1996.

US EPA, Method 8260 C: **Volatile organic compounds by gas chromatography/ mass spectrometry (GC/MS)**, United States Environmental Protection Agency, Environmental Research Laboratory, Duluth, MN, USA, 2006.

US EPA. **Biosolids Technology Fact Sheet**, Gravity Thickening. United States Environmental Protection Agency, USA Environmental Research Laboratory, Duluth, MN, USA, 2003.

US EPA. **Control of pathogens and vector attraction in sewage sludge**, United States Environmental Protection Agency, EPA/625/R-92/013, Office of research and development, Washington, DC, USA, 1992.

VAN GINKEL, S. W.; LOGAN, B. Increased biological hydrogen production with reduced organic loading. **Water Research**, n.39, p. 3819 – 3826, 2005.

VAN LIER, J. B. et al. Temperature susceptibility of thermophilic methanogenic sludge: Implications for reactor start-up and operation. **Bioresource Technology**, n. 43, p. 227-235, 1993.

VANDEVIVERE P.; DE BAERE L.; VERSTRAETE W. **Types of anaerobic digesters for solid wastes**. In: Biomethanization of the organic fraction of municipal solid waste. IWA. 336p. 2002.

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

VESANTO, J.; ALHONIEMI, E. Clustering of the self-organizing map. **IEEE Transactions on Neural Networks**, v. 11, n. 3, 2000.

VIÉITEZ, E.R.; GHOSH, S. Biogasification of solid wastes by two-phase anaerobic fermentation. **Biomass and Bioenergy**, v. 16, p. 299-309, 1999.

VINDIS, P. et al. The impact of mesophilic and thermophilic anaerobic digestion on biogas production. **Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering**, v. 36, n. 2, p.192–198, 2009.

WANG, Q. et al. Degradation of volatile fatty acids in highly efficient anaerobic digestion. **Biomass and Bioenergy**, n.16, p. 407–416, 1999.

WANG, Q. et al. Studies on anaerobic digestion mechanism: influence of pretreatment temperature on biodegradation of waste activated sludge. **Environmental Technology**, v. 18, n. 10, p. 999 – 1008, 1997.

WANG, Z. et al. Digestion of thermally hydrolyzed sewage sludge by anaerobic sequencing batch reactor. **Journal of Hazardous Materials**, v. 162, n. 2, p. 799-803, 2009.

WEF. Manual of Practice 16. **Anaerobic Digestion**. Water Environment Federation, 2nd Edition, 1987.

WEF. Manual of Practice 11. **Operation of Municipal Wastewater Treatment Plants**, Water Environment Federation 3, 981p. 1996.

WEI, L.-L. et al. Extracellular biological organic matters in sewage sludge during mesophilic digestion at reduced hydraulic retention time. **Water Research**, n. 45, p. 1472-1480, 2011.

WESTERHOFF, P. et al. Characterization, recovery opportunities, and valuation of metals in municipal sludges from U.S. wastewater treatment plants nationwide, **Environ. Sci. Technol.** DOI: 10.1021/es505329q, 2015.

WESTERN ELECTRIC, **Statistical Quality Control Handbook**, Western Electric Corporation, Indianapolis, Ind., 1956.

WIEBE, W. J. et al. **Anaerobic respiration and fermentation**. In: The ecology of a salt marsh. Springer New York, p. 137-159, 1981.

WILLIAMS, J. D. et al. On the distribution of Hotelling's  $T^2$  statistics based on the successive differences covariance matrix estimator. **Journal of Quality Technology**, v. 38, n. 3, p. 217–229, 2006.

WILSON, C. A. et al. The effect of temperature on the performance and stability of thermophilic anaerobic digestion, **Water Sci. Technol.** v. 57, n. 2, p. 297 – 304, 2008.

WISE, B. M.; GALLAGHER, N. B. The process chemometrics approach to process monitoring and fault detection, **Journal of Process Control**, v. 6, n. 6, p. 329-348, 1996.

WOODALL, W. H., MONTGOMERY, D. C. Research issues and ideas in statistical process control. **Journal of Quality Technology.** v. 31, n. 4, p. 376-386, 1999.

WU, L.-J. et al. Upgrading of anaerobic digestion of waste activated sludge by temperature-phased process with recycle. **Energy**, v. 87, p. 381–389, 2015.

YAN, L. et al. Influence of digestion on sewage sludge stability and dewaterability, preliminary results. **Environ. Technol. Lett.** v. 8, p. 1 – 12, 1987.

YANG, G.; ZHANG, G.; WANG, H. Current state of sludge production, management, treatment and disposal in China. **Water Research**, n.78, p. 60 – 73, 2015.

YENİGÜN, O.; DEMİREL, B. Ammonia inhibition in anaerobic digestion: a review. **Process Biochemistry**, v. 48, n. 5, p. 901-911, 2013.

YOO, C. K. et al. Dynamic monitoring system for full-scale wastewater treatment plants. **Water Science & Technology**, v. 50, n.11, p. 163–171, 2004.

YU, G.-H. et al. Stratification structure of sludge flocs with implications to dewaterability. **Environmental Science and Technology**, v. 42, n. 21, p. 7944-7949, 2008.

ZABRANSKA, J. et al. Thermophilic process and enhancement of excess activated sludge degradability- Two ways of intensification of sludge treatment in Prague central wastewater treatment plant. **Water Science & Technology**, v. 41, p. 265-272, 2000.

ZEB, B. S.; MAHMOOD, Q.; PERVEZ, A. Characteristics and Performance of Anaerobic Wastewater Treatment (A Review). **Journal of the Chemical Society of Pakistan**, v. 35, n. 1, p. 217-232, 2013.

ZHANG, G.; WAN, T. Sludge Conditioning by Sonication and Sonication-Chemical Methods. **Procedia Environmental Sciences**, v. 16, p. 368-377, 2012.

ZHANG, T. C.; NOIKE, T. Influence of retention time on reactor performance and bacterial trophic populations in anaerobic digestion processes. **Water Research**, v. 28, n. 1, p. 27-36, 1994.

ZHOU, X. et al. A novel conditioning process for enhancing dewaterability of waste activated sludge by combination of zero-valent iron and persulfate. **Bioresource Technology**, n. 185, p. 416–420, 2015.

ZIEMINSKI, K.; FRAC, M. Methane fermentation process as anaerobic digestion of biomass: transformations, stages and microorganisms. **African Journal of Biotechnology**, v. 11, p. 4127 – 4139, 2012.

ZUPANČIČ, G. D.; ROŠ, M. Heat and energy requirements in thermophilic anaerobic sludge digestion. **Renewable Energy**, v. 28, n. 14, p. 2255-2267, 2003.

ZVERLOV, V. V. et al. Hydrolytic bacteria in mesophilic and thermophilic degradation of plant biomass. **Engineering in Life Sciences**, v. 10, n. 6, p. 528-536, 2010.



## APÊNDICE 1

Tabela com estratégias de adaptação meso-termofílica adotada para digestores anaeróbios de resíduos orgânicos.

Estratégia adotada	Condição experimental	Resumo do procedimento	Resultado	Referência
Step-wise	CSTR <sup>1</sup> ; 150L; substrato: lodo secundário	35°C → 43°C → 50°C → 55°C	Tempo de conversão: 308 dias.	Riau et al., 2007
Step-wise	CSTR; 150L substrato: lodo secundário	35°C → 43°C → 45°C → 50°C → 52°C → 55°C	Tempo total de conversão: 175 dias.	De La Rubia et al., 2005
Step-wise	CSTR; 4,5L substrato: lodo secundário	37°C → 42°C → 51°C → 55°C	Tempo total de conversão: 70 dias.	Bouskova et al., 2005
Step-wise	CSTR; 5L substrato: lodo secundário	35°C → 43°C → 50°C → 55°C	Tempo total de conversão: 29 dias.	Palatsi et al., 2009
Single step	CSTR; 3000L substrato: lodo secundário	37°C → 55°C; Prévia cessão da alimentação por 10 dias.	Tempo total de conversão: 10 dias; Reativação posterior da alimentação.	Cecchi et al., 1993
Single-step	Batch; 7,1L substrato: lodo secundário	38 °C → 55°C	Conversão direta da temperatura; Aumento da %CH <sub>4</sub> no biogás em 5 dias após a conversão.	Van Lier et al., 1992
Single-step	UASB; 23L substrato: óleo de palma	35 °C → 55°C	Conversão direta; COV <sup>2</sup> aplicada constante.	Chan et al., 2012
Single-step	Batch; 5,0L Substrato: FORSU	35 °C → 55°C	Conversão direta seguido de aumento da COV.	Ortega et al., 2008

<sup>1</sup>CSTR: Continuous stirred tank reactor; <sup>2</sup>COV: Carga orgânica volumétrica

Fonte: Desenvolvido pelo autor.



**APÊNDICE 2**

Detalhamento do balanço energético e cálculo de perdas de calor  
(Capítulo 5)

<b>Dados de entrada</b>	<b>Unidade</b>	<b>Valor</b>
Capacidade da ETE	HE	140.000
Produção per capita de lodo	gTS/HE.d	50
Carga de ST a tratar	KgTS/d	7000
Fração orgânica do lodo	SV/ST	70%
Carga de SV a tratar	KgTVS/d	4900
Concentração de sólidos no lodo	%ST	2,0
TDH operacional	Dia	9
Volume do reator	m <sup>3</sup>	3150
Vazão afluyente ao reator (Q)	m <sup>3</sup> /d	350
COV aplicada	KgSV/ m <sup>3</sup> .d	1,6
Temperatura ar (T <sub>ar</sub> )	°C	18
Temperatura do solo (T <sub>solo</sub> )	°C	20
SGP	m <sup>3</sup> /kgSV	0,22
Poder calorífico inferior biogás (PCI)	kcal/ m <sup>3</sup>	5500
Calor específico do lodo (C <sub>lodo</sub> )	kcal/kg°C	1
Efic. térmica caldeira	%	90
Efic. elétrica cogeração	%	40
Efic. térmica cogeração	%	50
Temperatura operacional (T <sub>op</sub> )	°C	55
Temperatura do lodo (T <sub>lodo</sub> )	°C	20
Coeficiente de troca térmica do teto (C <sub>teto</sub> )	kcal/m <sup>2</sup> .°C.d	15
Coeficiente de troca térmica parede (C <sub>externo</sub> )	kcal/m <sup>2</sup> .°C.d	11,3
Coeficiente de troca térmica parede enterrada (C <sub>enter</sub> )	kcal/m <sup>2</sup> .°C.d	33,9

## APÊNDICE 2 (continuação)

Dados de saída		Unidade	Valor
Biogás	Produção de biogás ( $Q_{gas}$ )	$m^3/d$	1078
		$m^3/h$	45
	Total <sup>1</sup>	kcal/d	5.929.000
	Térmica-caldeira	kcal/d	5.336.100
Energia produzida	Térmica-cogeração	kcal/d	2.964.500
	Elétrico-cogeração (Elétrico)	kcal/d	2.371.600
		MWh/ano	991
	Potência instalada (PI) <sup>2</sup>	kW	115
Aquecimento lodo (Calor) <sup>3</sup>	do Calor para 55°C	kcal/d	12.250.000
	Raio <sup>4</sup>	m	9
	Área da base ( $A_b$ )	$m^2$	248
Dimensões do reator	Área lateral ( $A_{lateral}$ )	$m^2$	709
	Área lateral externa ( $A_{ext}$ )	$m^2$	473
	Área lateral enterrada ( $A_{enter}$ )	$m^2$	236
	Teto	kcal/d	137.681
	Lateral externa	kcal/d	197.562
Perdas térmicas do reator <sup>5</sup>	Lateral enterrada	kcal/d	574.665
	Total perdas ( $T_{perda}$ )	kcal/d	909.908
	Temperatura equivalente perda <sup>6</sup> ( $T_{equivalente}$ )	$^{\circ}C/d$	2,6
Total térmico ( $T_{requ}$ )	Requisito Calor lodo + perdas	kcal/d	13.159.908
Balanço térmico	Caldeira	kcal/d	-7823808
	CHP	kcal/d	-10195408

$${}^1Total = Q_{gas} \times PCI;$$

$${}^2PI = Elétrico \frac{kcal}{s} \times 4,18;$$

$${}^3Calor = Q \times C_{lodo} \times (T_{op} - T_{lodo})$$

<sup>4</sup>Raio (reator forma cilíndrica, 1/3 da altura enterrado, relação

$$\text{diâmetro/altura:1,4) = } \frac{1,4 \times V_{digestor}}{2\pi};$$

$${}^5teto = C_{teto} \times A_b \times T_{op} - T_{ar}; \text{base} = C_{enter} \times A_b \times T_{op} - T_{solo};$$

$$\text{externo} = C_{externo} \times A_{externa} \times T_{op} - T_{ar};$$

$$\text{enterrado} = C_{enter} \times A_{enter} \times T_{op} - T_{solo};$$

$${}^6T_{equivalente} = \frac{T_{perda}}{(C_{lodo} \times Q)}$$

Fonte: Desenvolvido pelo autor.

### APÊNDICE 3

Detalhamento da análise econômica e de custos realizada (Capítulos 5).

<b>Informação</b>	<b>Unidade</b>	<b>Valor</b>
<b><i>Dados de entrada</i></b>		
Valor venda energia elétrica limpa	R\$/MWh	300
Custo disposição final do lodo	R\$/tonelada	125,16
Fator de custo de construção	R\$/m <sup>3</sup> reator	1026
Capacidade da ETE	HE	140.000
<b><i>Carga de sólidos a tratar</i></b>		
Lodo seco produzido	kgST/d	7.000
Lodo produzido, SV	kgSV/d	4.900
<b><i>Cenário 1 – sem o digestor</i></b>		
Vazão de lodo produzido na ETE	m <sup>3</sup> /d	350
Vazão de lodo após centrifuga (25%ST)	kg/d (úmido)	28.000
	tonelada/ano	10.220
<b><i>Cenário 2 – com digestor anaeróbio termofílico de estágio único</i></b>		
TDH do reator	Dias	9
Volume do digestor	m <sup>3</sup>	3.150
Produção de biogás	m <sup>3</sup> /d	1.078
Lodo residual efluente	kgST/d	5.985
Lodo residual efluente após centrifuga (25%ST)	kg/d (úmido)	23.942
	tonelada/ano	8.738,76
Lodo residual fundo após centrifuga (25% ST)	tonelada/ano	0,06
<b><i>Considerações econômicas</i></b>		
Energia elétrica a partir do biogás	MWh/ano	-
Receitas pela venda da energia	R\$/ano	-
Disposição final do lodo cenário 1	R\$/ano	1.279.135
Disposição final do lodo cenário 2	R\$/ano	1.093.750,20
Delta	R\$/ano	185.385,00
Custo do reator metanogênico	R\$	3.231.900,00
Custo do trocador de calor	R\$	20.266,67
Custo de bombas, tubulações, etc...	R\$	325.216,67
Total de custos	R\$	3.577.383,33
Tempo de retorno (payback)	anos	19,30

Fonte: Desenvolvido pelo autor.