



GABRIELA REZENDE DE SOUZA

**CÁPSULAS DE CAFÉ EXPRESSO COMO MATERIAL
SUPORTE EM REATOR ANAERÓBIO DE LEITO FIXO E
ESCOAMENTO ASCENDENTE**

**LAVRAS - MG
2018**

GABRIELA REZENDE DE SOUZA

**CÁPSULAS DE CAFÉ EXPRESSO COMO MATERIAL SUPORTE EM REATOR
ANAERÓBIO DE LEITO FIXO E ESCOAMENTO ASCENDENTE**

Dissertação apresentada à Universidade Federal de Lavras, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Recursos Hídricos em Sistemas Agrícolas, área de concentração em Saneamento Ambiental, para a obtenção do título de Mestre.

Prof. Dr. Luiz Fernando Coutinho de Oliveira
Orientador

**LAVRAS - MG
2018**

Ficha catalográfica elaborada pelo Sistema de Geração de Ficha Catalográfica da Biblioteca
Universitária da UFLA, com dados informados pelo(a) próprio(a) autor(a).

Souza, Gabriela Rezende de.

Cápsulas de café expresso como material suporte em reator anaeróbico de leito fixo e escoamento ascendente / Gabriela Rezende de Souza. - 2018.

92 p. : il.

Orientador(a): Luiz Fernando Coutinho de Oliveira.

Dissertação (mestrado acadêmico) - Universidade Federal de Lavras, 2018.

Bibliografia.

1. Filtro Anaeróbico - Biomassa. 2. Imobilização - Adesão microbiana. 3. Esgoto doméstico. I. Oliveira, Luiz Fernando Coutinho de. . II. Título.

GABRIELA REZENDE DE SOUZA

**CÁPSULAS DE CAFÉ EXPRESSO COMO MATERIAL SUPORTE EM REATOR
ANAERÓBIO DE LEITO FIXO E ESCOAMENTO ASCENDENTE**

**COFFEE CAPSULES USED AS SUPPORT MATERIAL IN UPFLOW ANAEROBIC
FIXED BED REACTORS**

Dissertação apresentada à Universidade Federal de Lavras, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Recursos Hídricos em Sistemas Agrícolas, área de concentração em Saneamento Ambiental, para a obtenção do título de Mestre.

APROVADA em 28/02/2018
Dr. Luiz Fernando Coutinho de Oliveira UFLA
Dr. Marcos Von Sperling UFMG
Dra. Fátima Resende Luiz Fia UFLA
Dra. Luciene Alves Batista Siniscalchi UFLA

Prof. Dr. Luiz Fernando Coutinho de Oliveira
Orientador

**LAVRAS - MG
2018**

*A minha mãe, Sebastiana, sempre meu maior exemplo e incentivo,
quem só soube ser amor.*

A minha irmã Simone, por todo apoio e cuidado desde a infância.

A esses meus dois anjos no céu, dedico.

“Metade de mim agora é assim

De um lado a poesia, o verbo, a saudade

Do outro a luta, a força e a coragem pra chegar no fim”

(O anjo mais velho – Teatro Mágico)

AGRADECIMENTOS

Antes de tudo e todos os dias agradeço a Deus, por me conceder força e dedicação, por todas as pessoas que colocou em meu caminho, pelo crescimento que tenho tido e pela caminhada ainda longa que tenho para realizar o desejo de ser professora.

À minha família, por todo amor e confiança que sempre tive. Meu pai, Quito, por não medir esforços junto de minha mãe, Tianinha (*in memoriam*), para que eu estivesse aqui. Às minhas “irmãs”, Sô e Ma (*in memoriam*), por todo amor e apoio que sempre deram em minha educação, almoços, incentivos, pousos. Aos meus sobrinhos Mayara, Matheus, Vitória e Álvaro, pela amizade e me inspirarem a ser exemplo para eles. Ao Edésio e Ademar, pelo apoio que dão a nossa família.

Ao meu orientador, Prof. Coutinho, que desde o início do curso de Engenharia Ambiental e Sanitária me acompanhou, e como orientador na pós-graduação acreditou em mim para que eu trabalhasse com o que tinha mais afinidade. Obrigada pela confiança que deposita em mim!

Ao Emaús, por se tornar mais uma família em Lavras, por ser meu refúgio e minha íntima ligação com Deus, por me fazer buscar forças onde achava que não tinha e por me presentear com os melhores amigos na fé. Em especial a Mari e Bruna por serem pra sempre meu apoio!

À Casa de Bamba, o melhor lar que eu poderia ter aqui: Maria, Dizanda (Ana Beatriz), Hérica, Thata, Yara e Marina, e todas que deixaram seu pedacinho por aqui. Obrigada pelos momentos de conversa, por me aguentarem quando estou brava e quando estou com o ego lá nas alturas, por me incentivarem e aumentarem ainda mais meu ego quando elogiam o que eu faço bem.

Ao Robin e a Bis, por (não sei ao certo quando, nem onde) se tornarem minha dupla dinâmica preferida de amigos, compartilharem tantas histórias, tanto amor, tantos cafés, tantos áudios intermináveis. Obrigada por me incentivarem sempre, por me acalmarem quando eu achava que não ia dar certo e por torcerem por mim!

Ao C-A-O-S, o apocalipse em forma de amizade, Ana, Bruna, Jess, Laís e Pena por terem feito do meu 2017 um ano cheio de surpresas boas, risadas, conselhos, choros e de uma amizade que parece ter vidas e que ainda vai durar vidas. E ainda ao Luke, Pets, Leo, Fernando, Rodolfo, Gui e Renan por completarem o caos.

Aos amigos da pós-graduação, especialmente Viniboy, Ronan, Ivan, Rafitcha, Flavinha e Thiago, pelas risadas, apertos, viagens, cervejas e estudos vividos juntos!

À Turma + Linda, que desde 2010/01, e com os agregados que foram surgindo no caminho, estiveram ao meu lado, nos momentos bons e ruins. Obrigada por toda amizade, cumplicidade e ensinamentos, esses 8 anos de UFLA não seriam tão maravilhosos sem vocês!

À Preserva Jr. que é a responsável pelo meu crescimento profissional, por eu entender onde eu deveria estar e qual é o meu propósito, por me fazer ser mais eco e menos ego. Obrigada por ainda se fazerem presentes nas minhas atividades e pelo orgulho de ser mais Preserva!

A Estephane, Matheus e Conrado, parceiros estagiários, por embarcarem nessa comigo e terem me ajudado de muito boa vontade com as análises. Grande parte disso é graças a vocês, estou devendo uma cerveja!

Aos professores do Núcleo de Engenharia Ambiental e Sanitária, por todo apoio e disponibilidade de sempre, desde a graduação. Em especial aos Profs. Ronaldo, Fátima e Luciene pela “co-orientação” nesta pesquisa.

Às técnicas do Núcleo de Engenharia Ambiental e Sanitária, Juliana e Shirley, pela dedicação e ajuda nos momentos de perrengue. Aos técnicos da ETE-UFLA, Aline, Aroldo, Tobias e Henrique, por todo apoio. A todos os colegas que tive oportunidade de trabalhar junto, pelas dicas e ensinamentos de laboratório.

Ao Programa de Pós-Graduação em Recursos Hídricos em Sistemas Agrícolas e ao Departamento de Engenharia (DEG) por permitir o desenvolvimento deste trabalho. Ao Laboratório de Microscopia Eletrônica e Análise Ultraestrutural da UFLA, bem como a Finep, Fapemig, CNPq e CAPES, pelo fornecimento dos equipamentos e suporte técnico nos experimentos de microscopia eletrônica.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) ao fomento concedido durante a pós-graduação contribuindo para o desenvolvimento desta pesquisa, e também durante a graduação por meio do Programa Ciência sem Fronteiras.

A todos que cruzaram meu caminho, aos tantos especiais que não sou capaz de citar aqui, cada um deixou um ensinamento, cada um deixou uma história que faz parte de mim.

RESUMO

O presente trabalho objetivou avaliar a utilização de cápsulas de café expresso como material suporte em reatores anaeróbios de leito fixo e escoamento ascendente, no tratamento de esgoto sanitário. Foram recolhidas cápsulas junto a usuários de máquinas de café expresso, obtendo-se cápsulas de alumínio e de plástico. Construiu-se três reatores (R1, R2 e R3) em tubos de PVC azul de DN 150 mm e 30 cm de altura, utilizando-se *Caps* de PVC branco no fundo e na parte superior dos tubos. Preencheu-se R1 com 170 cápsulas de alumínio amassadas manualmente; R2 com 40 cápsulas de plástico amassadas manualmente, 25 discos pretos e 15 brancos de plástico, os quais constituem o interior das mesmas; e R3 com 40 cápsulas de plástico, 25 discos pretos e 15 brancos de plástico. O esgoto sanitário foi proveniente do tratamento preliminar da Estação de Tratamento de Esgoto da UFLA (ETE – UFLA) e armazenado em uma bombona de 200 L, com a distribuição realizada por um reservatório de nível, a fim de se manter a altura constante no interior dos reatores. A entrada do esgoto, se deu pela parte inferior dos reatores, por meio de tubos de PVC de DN 20 mm e uma conexão em Tê de DN 20 mm no interior, para melhor distribuição do afluente. As cápsulas utilizadas foram caracterizadas quanto a massa específica aparente e volume de vazios nos reatores, bem como foram visualizadas em microscópio óptico. Para avaliação do desempenho dos reatores, foram monitoradas as variáveis temperatura, pH, DQO, ST, SVT, SST, nitrogênio total de Kjeldahl, fósforo total, alcalinidade e ácidos voláteis. A biomassa presente nos reatores foi quantificada com base nos sólidos voláteis, e submetida a análises microscópicas em microscópio eletrônico de varredura e de epifluorescência. Os testes estatísticos não paramétricos foram realizados por meio do *software Statistica 10*. Variações na COV aplicada aos reatores, devido a mudanças na operação da ETE – UFLA, implicaram na ocorrência de duas fases de operação do experimento, com COV média de 2,1 kg DQO m⁻³d⁻¹ e 4,0 kg DQO m⁻³d⁻¹. Os reatores operaram com temperatura média ambiente de 18,0 °C. Apesar das variações nas condições operacionais, o desempenho dos reatores não foi influenciado negativamente, uma vez que as médias de remoção de DQO foram superiores a 80% em ambas as fases. As eficiências de remoção de nutrientes também foram elevadas, considerando-se o tratamento anaeróbio, sendo a remoção de nitrogênio 30% em R1, 26% em R2 e 30% em R3 e de fósforo 54%, 55% e 54%, respectivamente. As características das cápsulas foram semelhantes a outros materiais já utilizados, e a pouca rugosidade de suas superfícies justificaram a utilização das mesmas amassadas em R1 e R2, uma vez que estes reatores apresentaram a maior quantidade de biomassa aderida e diversidade de microrganismos. Portanto, as cápsulas de café expresso se mostraram viáveis para utilização como material suporte, proporcionando boa adesão de microrganismos e elevadas eficiências de remoção de poluentes.

Palavras-chave: Filtro Anaeróbio. Biomassa. Imobilização. Adesão microbiana. Esgoto doméstico.

ABSTRACT

The present work aimed to evaluate the use of espresso coffee capsules as support material in upflow anaerobic fixed bed reactors, in the treatment of sanitary sewage. Capsules made of aluminum and plastic were collected with espresso machine users. Three reactors (R1, R2 and R3) were constructed in tubes of blue PVC with 30 cm height and 150 mm diameter. R1 was filled with 170 aluminum capsules smashed by hand; R2 filled with 40 plastic capsules smashed by hand and 40 plastic discs, that composes the capsules; and R3 filled with 40 plastic capsules and 40 discs. The inlet sewage was coming from the pre-treatment of the wastewater treatment plant of the Federal University of Lavras (ETE-UFLA). It was stored in a 200 L tank and distributed at the reactors bottom by a level reservoir, in order to maintain the height of wastewater in the reactors. The capsules were characterized by specific mass and porosity in the reactors, as were visualized by optic microscope. To evaluate the reactors performances, were analyzed: temperature, pH, COD, TS, TVS, TSS, nitrogen and phosphorus. The biomass grown in the reactors were quantified by the volatile solids and analyzed by scanning electronic microscope and epifluorescence microscope. The statistics tests were run in *Statistica 10*. Changes in the organic loading rates implied in two operational phases, one at a OLR of 2.1 kg COD m⁻³d⁻¹ and other at 4.0 kg COD m⁻³d⁻¹. The average temperature during the monitoring time was 18.0 °C. In spite of the operating conditions variations, the reactors had a good performance, presenting COD efficiency removals up to 80% in both phases. The nutrients removal were also high, with values of nitrogen removal of 30% in R1, 26% in R2 e 30% in R3 and of phosphorus 54%, 55% e 54%, respectively. The capsules characteristics were similar to other materials used as support, and the low roughness justified the use of smashed capsules in R1 and R2, since these reactors presented great quantity of adhered volatile solids and a diversity of microorganisms. Therefore, it is possible to utilize coffee capsules as support material in anaerobic reactors, providing good biomass adhesion and high pollutants removal efficiencies.

Keywords: Anaerobic Filter. Biomass. Immobilization. Microbial adhesion. Domestic sewage.

LISTA DE FIGURAS

| | |
|--|----|
| Figura 2.1 – Rotas metabólicas e grupos microbianos envolvidos na digestão anaeróbia. | 21 |
| Figura 2.2 – Classificação dos sistemas anaeróbios quanto ao tipo de crescimento. | 24 |
| Figura 2.3 – Esquema de um filtro anaeróbio de escoamento ascendente. | 25 |
| Figura 2.4 – Desenho esquemático de um biofilme. | 31 |
| Figura 3.1 – Fluxograma do sistema de tratamento experimental. | 40 |
| Figura 3.2 – Montagem dos reatores na ETE-UFLA: reservatório de esgoto (a), reservatório de nível (b) e reatores em PVC azul (c). | 40 |
| Figura 3.3 – Detalhe do dispositivo de entrada de esgoto nos reatores: flange de DN 20 mm instalado no fundo dos reatores (a) e conexão em Tê de DN 20 mm para melhor distribuição do efluente (b). | 41 |
| Figura 3.4 – Desenho esquemático dos reatores de leito fixo preenchidos com cápsulas de café. | 41 |
| Figura 3.5 – Cápsulas de café expresso utilizadas como material suporte no reator anaeróbio: cápsulas de alumínio (a) e cápsulas de plástico (b). | 42 |
| Figura 3.6 – Discos internos presentes nas cápsulas de plástico. | 42 |
| Figura 3.7 – Configuração dos reatores: R1 (a), R2 (b) e R3 (c). | 44 |
| Figura 4.1 – Superfícies das cápsulas e componentes observados em microscópio de luz básico com aumento de 7,5x: (a) superfície externa da cápsula de alumínio (b) interior da cápsula de alumínio (c) superfície externa da cápsula de plástico (d) interior da cápsula de plástico (e) superfície superior do disco preto (f) superfície inferior do disco preto (g) superfície superior do disco branco (h) superfície inferior do disco branco. | 53 |
| Figura 4.2 – Variação da temperatura ambiente (°C) ao longo do período de monitoramento. | 54 |
| Figura 4.3 – Variação da vazão (m ³ d ⁻¹) ao longo do período de monitoramento. | 55 |
| Figura 4.4 – Concentração de DQO (mg L ⁻¹) afluente aos reatores durante o período de monitoramento. | 56 |

| | |
|--|----|
| Figura 4.5 – Gráfico <i>Box Plot</i> da concentração de DQO (mg L^{-1}) no período anterior e posterior ao início da operação da EEE Veterinária. | 56 |
| Figura 4.6 – Variação temporal da COV aplicada aos reatores (a) e do pH afluente e efluente de cada reator (b). | 59 |
| Figura 4.7 – Variação temporal da AB e AVT..... | 59 |
| Figura 4.8 – Variação temporal da relação AI/AP e remoção de DQO. | 61 |
| Figura 4.9 – Variação temporal da concentração de DQO afluente e efluente dos reatores R1 (a), R2 (c) e R3 (e), e variação das eficiências de remoção de DQO em relação a COV aplicada em R1 (b), R2 (d) e R3 (f)..... | 64 |
| Figura 4.10 – Variação temporal da concentração de ST afluente e efluente em R1 (a), R2 (b), R3 (c) e eficiências de remoção de ST (d)..... | 66 |
| Figura 4.11 – Variação temporal da concentração de SVT afluente e efluente em R1 (a), R2 (b), R3 (c) e eficiências de remoção de SVT (d)..... | 67 |
| Figura 4.12 – Variação temporal da concentração de SST afluente e efluente dos reatores (a) e eficiências de remoção de SST (b). | 68 |
| Figura 4.13 – Variação temporal das concentrações afluente e efluente aos reatores de N (a) e P_T (b), e eficiências de remoção de N (c) e P_T (d)..... | 70 |
| Figura 4.14 – Biomassa aderida observada em cápsula de alumínio em R1 (a), cápsula de plástico amassada em R2 (b), cápsula de plástico em R3 (c) e disco de plástico em um aumento de 600x..... | 76 |
| Figura 4.15 – Adesão da biomassa e morfologias presentes em R1 em aumento de 4000x (a) e 7000x (b), em R2 em aumento de 4000x (c) e 7000x (d) e em R3 em aumento de 4000x (e) e 7000x (f). | 77 |
| Figura 4.16 – Morfologias características a <i>Methanosaeta</i> (a) e <i>Methanosarcina</i> (b) presentes nos materiais suporte. | 78 |
| Figura 4.17 – Autofluorescência observada no lodo intersticial dos reatores. | 79 |

LISTA DE TABELAS

| | |
|--|----|
| Tabela 2.1 – Vias metabólicas da metanogênese e arqueas associadas. | 23 |
| Tabela 2.2 – Materiais suporte utilizados na literatura, características operacionais e eficiência de remoção de DQO. | 30 |
| Quadro 3.1 – Variáveis físico-químicas, frequência e metodologia de análises. | 47 |
| Tabela 4.1 – Dimensões das cápsulas e discos utilizados como material suporte..... | 51 |
| Tabela 4.2 – Características dos reatores preenchidos com materiais suporte..... | 51 |
| Tabela 4.3 – Valores médios e desvio padrão de pH e das formas de alcalinidade afluyente e efluente dos reatores em cada fase operacional..... | 58 |
| Tabela 4.4 – Valores médios e desvio padrão das COV aplicadas e das concentrações afluyente e efluente de DQO, ST, SVT, SST e respectivas eficiências de remoção, para cada fase operacional. | 62 |
| Tabela 4.5 – Valores médios e desvio padrão de COV, pH, DQO, NTK e P_T , relação DQO:N:P e eficiências de remoção de N e P_T nos reatores durante todo período de monitoramento..... | 69 |
| Tabela 4.6 – Concentração de STA e SVA por massa de material suporte e volume útil dos reatores, e massa de biofilme aderido na forma de ST e SV..... | 73 |
| Tabela 4.7 – Concentração de STD e SVD por volume útil dos reatores e quantidade total de biomassa dispersa no interior dos reatores na forma de ST e SV..... | 74 |
| Tabela 4.8 – Massa de ST e SVT da biomassa inoculada no início do experimento e ao final da operação dos reatores..... | 74 |
| Tabela 1 – Valores de mediana das concentrações afluyente e efluente de pH, AB, AVT, AT e relação AI/P, em cada fase operacional..... | 90 |
| Tabela 2 – Valores de mediana das COVs e das concentrações afluyente e efluente de DQO, ST, SVT, SST e respectivas eficiências de remoção, para cada fase operacional. | 91 |
| Tabela 3 – Valores de mediana das concentrações afluyente e efluente de NTK e P_T , e respectivas eficiências de remoção..... | 92 |

LISTA DE SIGLAS

| | |
|----------------|--|
| AAV | Alcalinidade a ácidos voláteis |
| AB | Alcalinidade a bicarbonato |
| ABFSB | Biorreator Anaeróbio Contínuo de Leito Fixo Ordenado |
| ABS | Acrilonitrilo butadieno estireno |
| AI | Alcalinidade intermediária |
| AP | Alcalinidade parcial |
| AT | Alcalinidade total |
| AVT | Ácidos voláteis totais |
| COB | Carga orgânica biológica |
| CONAMA | Conselho Nacional do Meio Ambiente |
| COV | Carga orgânica volumétrica |
| D | Diâmetro |
| DN | Diâmetro nominal |
| DQO | Demanda química de oxigênio |
| EEE | Estação elevatória de esgoto |
| ETE | Estação de tratamento de esgoto |
| H | Altura |
| IQA | Índice de Qualidade de Águas |
| MEV | Microscopia eletrônica de varredura |
| MS | Material Suporte |
| NTK | Nitrogênio total de Kjeldahl |
| PC | Policarbonato |
| PE | Polietileno |
| PETG | Politereftalato de etileno glicol |
| pH | Potencial hidrogeniônico |
| PP | Polipropileno |
| P _T | Fósforo total |
| PTFE | Politetrafluoretileno |
| PU | Poliuretano |
| PVC | Policloreto de vinila |
| PVDF | Fluoreto de polivinilideno |

| | |
|------|---|
| SFT | Sólidos fixos totais |
| SSV | Sólidos suspensos voláteis |
| ST | Sólidos totais |
| STA | Sólidos totais aderidos |
| STD | Sólidos totais dispersos |
| SV | Sólidos voláteis |
| SVA | Sólidos voláteis aderidos |
| SVA | Sólidos voláteis aderidos |
| SVD | Sólidos voláteis dispersos |
| SVT | Sólidos voláteis totais |
| TDH | Tempo de detenção hidráulica |
| UASB | Reator anaeróbio de manta de lodo (Upflow anaerobic sludge blanket reactor) |
| UFLA | Universidade Federal de Lavras |

LISTA DE ABREVIATURAS

| | |
|-------------------------------|-----------------------|
| Ca | Cálcio |
| CaCO ₃ | Carbonato de cálcio |
| CH ₄ | Metano |
| CO ₂ | Gás carbônico |
| CO ₃ ⁻ | Carbonato |
| H ₂ | Gás hidrogênio |
| H ₂ S | Gás Sulfrídrico |
| HAc | Ácido acético |
| HCO ₃ ⁻ | Bicarbonato de cálcio |
| Mg | Magnésio |
| N | Nitrogênio |
| N ₂ | Gás nitrogênio |
| NH ₃ | Amônia |
| NO ₂ ⁻ | Nitrito |
| NO ₃ ⁻ | Nitrato |
| P | Fósforo |
| SO ₄ ²⁻ | Sulfato |

SUMÁRIO

| | | |
|--------------|--|----|
| 1 | INTRODUÇÃO | 16 |
| 2 | REVISÃO BIBLIOGRÁFICA | 19 |
| 2.1 | Processos Anaeróbios | 20 |
| 2.3 | Reator anaeróbio de leito fixo | 25 |
| 2.3.1 | Material Suporte na Imobilização da Biomassa | 27 |
| 2.3.2 | Adesão microbiana | 31 |
| 2.3.3 | Cápsulas de Café Expresso como Material Suporte | 34 |
| 2.4 | Fatores que influenciam no processo de digestão anaeróbia | 35 |
| 2.4.1 | Temperatura | 35 |
| 2.4.2 | Potencial Hidrogeniônico, Alcalinidade e Ácidos Voláteis | 36 |
| 2.4.3 | Disponibilidade de Nutrientes | 38 |
| 3 | MATERIAL E MÉTODOS | 39 |
| 3.1 | Localização e procedimento experimental | 39 |
| 3.2 | Material Suporte | 42 |
| 3.3 | Configuração dos reatores | 43 |
| 3.4 | Inoculação | 45 |
| 3.5 | Métodos Analíticos | 46 |
| 3.5.1 | Variáveis físico-químicas | 46 |
| 3.5.2 | Análise Estatística | 47 |
| 3.5.3 | Quantificação da Biomassa | 48 |
| 3.5.4 | Análises microbiológicas | 50 |
| 4 | RESULTADOS E DISCUSSÃO | 51 |
| 4.1 | Características dos materiais suporte | 51 |
| 4.2 | Condições Operacionais | 54 |
| 4.3 | Desempenho dos reatores anaeróbios de leito fixo | 57 |
| 4.4 | Remoção de nutrientes | 69 |
| 4.5 | Análises microbiológicas | 72 |
| 4.5.1 | Quantificação da Biomassa | 72 |
| 4.5.2 | Avaliação Microscópica | 75 |
| 5 | CONCLUSÃO | 80 |
| | REFERÊNCIAS | 82 |
| | APÊNDICE – Análise estatística | 90 |

1 INTRODUÇÃO

A qualidade dos recursos hídricos ainda é um grave problema enfrentado no Brasil. Dados de 118.457 coletas de qualidade de água realizadas entre 2001 e 2015 em 17 unidades federativas foram levantados para a confecção do Relatório sobre a Conjuntura dos Recursos Hídricos no Brasil. Dos 2700 pontos de monitoramento analisados, a maioria apresentou Índice de Qualidade das Águas (IQA) bom, porém, quando analisadas as áreas urbanizadas, os pontos classificados com qualidade ruim ou péssima crescem de 12,0 para 22,0% (AGÊNCIA NACIONAL DE ÁGUAS, 2017b).

A poluição das águas superficiais muito se deve aos despejos de efluentes líquidos domésticos e industriais diretamente nos corpos hídricos, sem qualquer tipo de tratamento. De acordo com o Atlas Esgotos: despoluição das bacias hidrográficas, menos da metade dos esgotos gerados no Brasil é coletada e tratada e do total de municípios, 70% não possuem estação de tratamento de esgotos (ANA, 2017a).

Dentre as tecnologias existentes para o tratamento biológico de efluentes domésticos e industriais, destaca-se o processo de digestão anaeróbia. O tratamento anaeróbio de esgotos é amplamente utilizado devido a diversos aspectos favoráveis, quando comparado à digestão aeróbia. Porém, a baixa velocidade de crescimento dos microrganismos anaeróbios foi por muito tempo um fator limitante na sua utilização, uma vez que eram necessários elevados tempos de detenção hidráulica, e consequentes elevados volumes de reação. Os reatores anaeróbios de alta taxa, surgiram, então, como uma alternativa à exigência de grandes volumes, pois promovem a retenção de biomassa ativa no interior do reator, mesmo operando com baixos tempos de detenção hidráulica, permitindo condições de adaptação a organismos com menores velocidades de crescimento.

Uma das alternativas para retenção da biomassa no interior dos reatores é a utilização de materiais suporte, empregados para favorecer a adesão dos microrganismos responsáveis pela degradação dos poluentes. Chernicharo (2016) destaca a capacidade de adesão das bactérias como um mecanismo de proteção às condições de instabilidade, já que há uma enorme diversidade de organismos, e sua sobrevivência e crescimento dependem de fatores como temperatura, disponibilidade de nutrientes e estratificação. Em reatores que utilizam material suporte, ainda ocorre a retenção intersticial de biomassa nos espaços porosos que se formam entre os suportes.

Além dos materiais suporte usualmente utilizados, como plásticos e brita, pesquisas têm aplicado materiais não inertes para adesão dos microrganismos. Dentre esses materiais, pode-se citar o bambu e as conchas de ostras, na busca da utilização de materiais mais econômicos e que ainda possam auxiliar no tratamento dos efluentes, com alteração de aspectos do meio, como, por exemplo, um incremento de alcalinidade.

O desenvolvimento de reatores anaeróbios de biomassa fixa foi possível por meio do melhor entendimento dos mecanismos de retenção da biomassa ativa dentro das unidades de tratamento. O filtro anaeróbio foi o primeiro reator de alta taxa proposto na literatura, e consiste em um reator anaeróbio de leito fixo, mais comumente de escoamento vertical ascendente, e tem sido utilizado no tratamento de diferentes tipos de efluentes domésticos e industriais.

Aliadas aos despejos domésticos e industriais, as inadequadas destinação e disposição final de resíduos sólidos também são responsáveis por impactos ambientais no solo, água e ar. O atual padrão econômico e social, em que são utilizados cada vez mais materiais descartáveis, contribui consideravelmente para esses impactos. Nesse contexto, estão inseridas as máquinas de café expresso que utilizam cápsulas na preparação da bebida.

A utilização de cápsulas na preparação de café tem se popularizado devido ao crescimento de pequenas marcas e menores preços de aquisição. Porém, sua popularização não tem sido acompanhada da reciclagem, contribuindo para a problemática dos resíduos sólidos. A reciclagem deste resíduo é dificultada pela mistura de componentes, ou seja, diferentes tipos de plásticos e alumínio, e também pelo resíduo de café que permanece no interior da cápsula, tornando inviável a reciclagem em plantas convencionais.

O desenvolvimento e aprimoramento de tecnologias de tratamento de resíduos, tanto sólidos quanto líquidos, são imprescindíveis no intuito de minimizar os impactos ambientais causados pelas atividades humanas. Além disso, é importante que se busquem alternativas cada vez mais econômicas, a fim de se promover o acesso de toda população ao saneamento e condições propícias para conservação e preservação dos recursos naturais.

Diante do exposto, surge a alternativa da utilização das cápsulas de café expresso como material suporte no tratamento de esgotos. Desse modo, neste trabalho, objetivou-se a avaliação das cápsulas de café expresso como material suporte na imobilização de biomassa em um reator anaeróbio de leito fixo e escoamento ascendente, no tratamento de esgoto sanitário, visando à destinação adequada e a agregação de valor ao resíduo, bem como novas alternativas de tratamento de esgotos. Tendo, ainda, como objetivos específicos:

- a) caracterização das cápsulas de café como suporte: diâmetro médio, massa específica aparente e volume de vazios;
- b) quantificação e caracterização da biomassa dispersa no interior dos reatores;
- c) quantificação e caracterização da biomassa aderida ao material suporte;
- d) avaliação da eficiência de remoção de matéria orgânica, nitrogênio e fósforo nos reatores;
- e) avaliação da influência da configuração das cápsulas no interior dos reatores no desempenho do processo de digestão.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

A legislação brasileira muito tem evoluído nas últimas décadas no que diz respeito ao saneamento básico e a qualidade dos recursos hídricos. No ano de 2005, foi publicada a Resolução CONAMA 357, a qual dispõe sobre a classificação dos corpos d'água, diretrizes ambientais para o seu enquadramento e ainda estabelece diretrizes iniciais sobre as condições e padrões de lançamento de efluentes (BRASIL, 2005).

A Lei Federal 11.445 de 2007 estabeleceu as diretrizes nacionais para o saneamento básico e para a política federal de saneamento básico (BRASIL, 2007). A lei definiu como princípios fundamentais da prestação dos serviços de saneamento: a universalização do acesso, integralidade, adequação operacional e econômica às realidades de cada região e eficiência e sustentabilidade econômicas. Em 2011, foi publicada a Resolução CONAMA 430, a qual complementa e altera a CONAMA 357 sobre as condições e padrões de lançamento de esgotos (BRASIL, 2011).

Embora tenha havido um melhor desenvolvimento do setor do saneamento, devido ao avanço das legislações aplicadas, ainda hoje, 38,6% dos esgotos gerados no território brasileiro não são coletados. O volume que não é encaminhado para rede coletora de esgotos possui os mais diversos destinos, como fossas negras, lançamento na rede coletora de águas pluviais, disposição direta no solo e nos corpos d'água. Porém, a existência de uma rede coletora de esgotos não garante sua adequada destinação, uma vez que 18,8% do volume coletado não é tratado, atingindo diretamente os corpos hídricos. Em termos de carga orgânica, das 9,1 mil toneladas geradas por dia no Brasil, apenas 39% é removida nas estações de tratamento de esgotos e entre os 100 municípios mais populosos, apenas 31 possuem tratamento capaz de remover mais de 60% da carga orgânica coletada (ANA, 2017a; ANA, 2017b).

Diante da deficiência no saneamento brasileiro, aliada aos riscos epidemiológicos e ao cenário socioeconômico de poucos investimentos nesse setor, faz-se necessária a implementação de sistemas simplificados de coleta e tratamento de esgotos. De acordo com Chernicharo (2016), sistemas simplificados devem aliar baixos custos de implementação e operação, simplicidade operacional, índices mínimos de mecanização e sustentabilidade como um todo. Dentro desta ótica estão os reatores anaeróbios e mais especificamente o reator anaeróbio de leito fixo, também conhecido como filtro anaeróbio, o qual é abordado neste trabalho.

2.1 Processos Anaeróbios

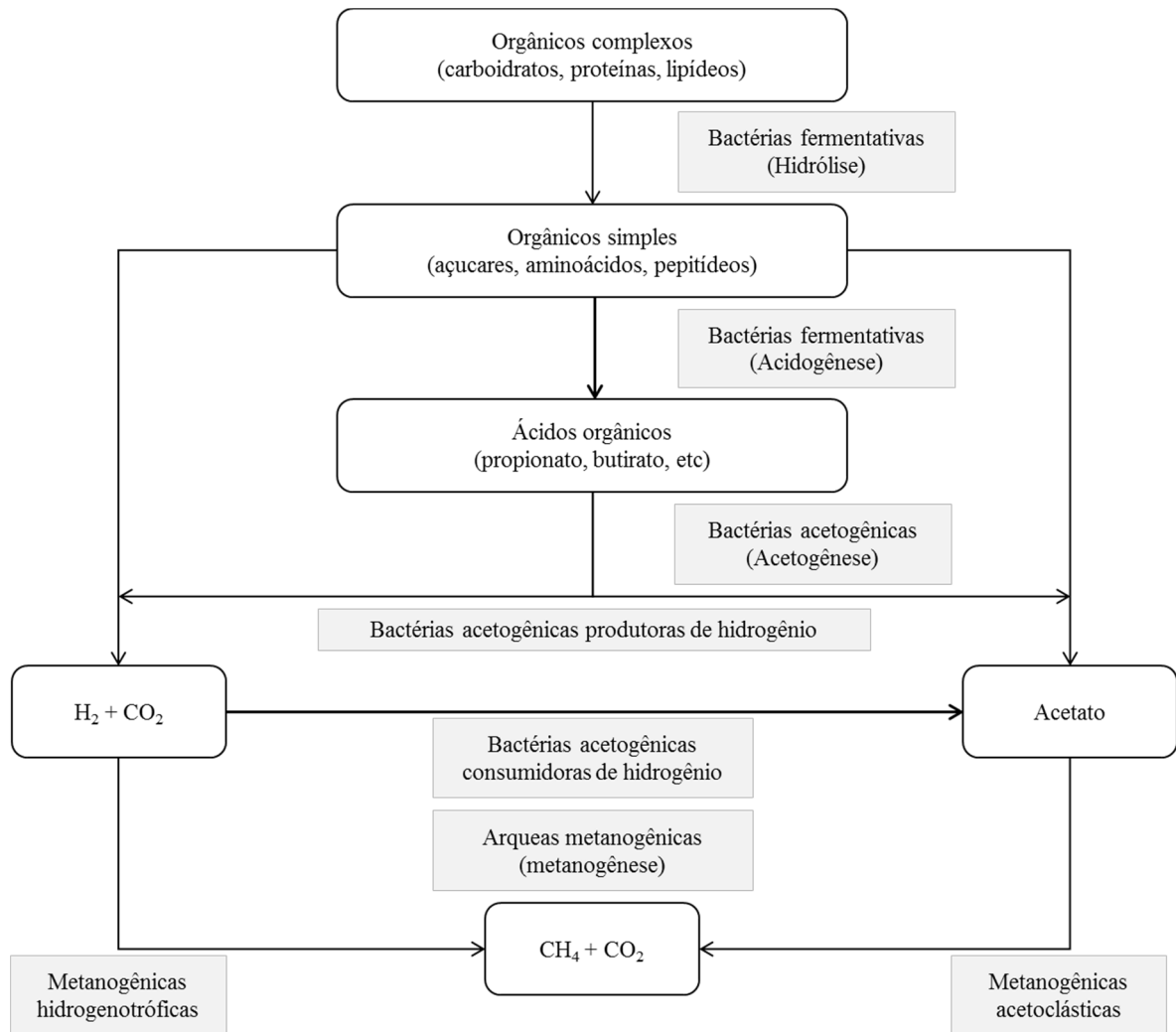
A digestão anaeróbia é um processo de decomposição da matéria orgânica, no qual diferentes populações de microrganismos desempenham funções específicas para formar metano e gás carbônico como principais produtos finais (CHEN; CHENG; CREAMER, 2008). A formação de metano (CH_4) ocorre de preferência em ambientes em que oxigênio, nitrato e sulfato não estejam prontamente disponíveis, ou seja, em ambientes onde os processos de fermentação e respiração com prótons ou bicarbonato (HCO_3^-) como acceptor de elétrons são possíveis (O'FLAHERTY; COLLINS; MAHONY, 2006).

Os principais microrganismos envolvidos no tratamento de esgotos são bactérias, arqueas, protozoários e fungos, sendo que os arranjos nos quais as células microbianas se apresentam, podem estar relacionadas às condições ambiente dos reatores (CHERNICHARO, 2016; VON SPERLING, 2016). Por envolver uma diversidade de microrganismos, o processo anaeróbio pode ser subdividido em diversas rotas metabólicas (FIGURA 2.1).

A digestão anaeróbia tem início com a hidrólise, em que compostos orgânicos complexos, como carboidratos, proteínas e lipídeos são convertidos em compostos mais simples, por meio das bactérias fermentativas hidrolíticas que excretam exoenzimas no meio. Em seguida, na etapa denominada acidogênese, os produtos da hidrólise são metabolizados por bactérias fermentativas acidogênicas, produzindo uma variedade de ácidos orgânicos, principalmente álcoois, cetonas, dióxido de carbono (CO_2) e gás hidrogênio (H_2) (FANG; LIU; ZHANG, 2002).

A etapa seguinte compreende a acetogênese, que ocorre pela ação de bactérias sintróficas acetogênicas. Essas bactérias são consideradas a ligação entre os estágios iniciais de fermentação e a fase metanogênica final, responsável pela efetiva remoção de matéria orgânica no processo de digestão anaeróbia. As bactérias sintróficas consomem os subprodutos da fermentação (butirato e propionato) e os convertem em precursores para a metanogênese (acetato, CO_2 e H_2). Porém, o aumento da concentração de acetato ocasiona diminuição no pH, o que pode inibir as reações de formação de butirato e propionato. Essas reações são facilitadas pela ação de organismos metanogênicos consumidores de acetato e H_2 , uma vez que a formação de acetato só ocorre caso as concentrações dos produtos (acetato e H_2) forem baixas. Dessa maneira, é essencial o equilíbrio entre essas populações de microrganismos (O'FLAHERTY; COLLINS; MAHONY, 2006; CHEN; CHENG; CREAMER, 2008).

Figura 2.1 – Rotas metabólicas e grupos microbianos envolvidos na digestão anaeróbia.



Fonte: Adaptado de Chernicharo (2016).

A metanogênese é a etapa final da digestão anaeróbia e responsável direta pela formação de CH_4 e CO_2 . Essa etapa é realizada pelas arqueas metanogênicas, pertencentes ao domínio *Archaea* e ao filo Euryarchaeota, um grupo especial de microrganismos anaeróbios obrigatórios e procariotos (MADIGAN; MARTINKO; PARKER, 2004; O'FLAHERTY; COLLINS; MAHONY, 2006). As arqueas metanogênicas apresentam uma grande variedade de tipos morfológicos e podem ser subdivididas em três grupos em função do substrato utilizado na formação dos produtos finais. As arqueas metanogênicas acetoclásticas convertem acetato em metano e as arqueas metanogênicas hidrogenotróficas utilizam CO_2 e H_2 na produção de metano. A formação de metano ainda pode ocorrer pela ação de arqueas metilotróficas que utilizam metilaminas, metanol e metanotiol, ou seja, compostos metilados como substrato (O'FLAHERTY; COLLINS; MAHONY, 2006; ABREU, 2007; CHERNICHARO, 2016).

As arqueas metanogênicas acetoclásticas são responsáveis por 70,0% da produção de metano durante a digestão anaeróbia do esgoto doméstico, e pertencem a dois gêneros principais, *Methanosarcina* e *Methanosaeta* (CHERNICHARO, 2016). As *Methanosaeta* desenvolvem-se na forma de bacilos longos formando filamentos e utilizam exclusivamente o acetato. Já as *Methanosarcinas* desenvolvem-se na forma de cocos grandes, com diâmetro da ordem de 2,0 μm , agrupados em pacotes, e utilizam CO_2 , H_2 , metanol, metilaminas e acetato como substratos (MADIGAN; MARTINKO; PARKER, 2004). Em concentrações de acetato abaixo de 59 mg L^{-1} há o predomínio de *Methanosaeta*, já em concentrações mais altas predomina a presença de *Methanosarcina*, o que comumente caracteriza os processos de partida de reatores anaeróbios ou baixas eficiências de tratamento (CHERNICHARO, 2016).

As arqueas metanogênicas hidrogenotróficas não são tão importantes na produção de metano, porém, desempenham função essencial, uma vez que promovem o equilíbrio entre as etapas de acidogênese e metanogênese, por meio do consumo de H_2 e CO_2 . Em reatores anaeróbios, os gêneros mais frequentemente isolados são *Methanobacterium*, *Methanospirillum*, *Methanobrevibacter* e *Methanocorpusculum* (CHERNICHARO, 2016). As células do gênero *Methanobrevibacter* apresentam a forma de bacilos curtos, com diâmetro da ordem de 1,0 μm . Já as *Methanospirillum* têm a morfologia de espirilos com diâmetro da ordem de 0,5 μm (MADIGAN; MARTINKO; PARKER, 2004).

Os principais substratos e produtos das reações de formação de metano são os ácidos voláteis intermediários, principalmente o acético e o propiônico. O equilíbrio entre os diversos grupos de microrganismos presentes e a produção e consumo de ácidos são importantes indicadores da eficiência do processo de digestão anaeróbia, uma vez que influenciam na termodinâmica das reações (ABREU, 2007; CHERNICHARO 2016). Na Tabela 2.1 são apresentadas as vias metabólicas da metanogênese e as arqueas metanogênicas associadas ao tipo de substrato utilizado para o crescimento e formação de metano.

Tabela 2.1 – Vias metabólicas da metanogênese e arqueas associadas.

| Via metabólica | Ordem | Reação | ΔG_0 (kJ mol ⁻¹ de CH ₄) |
|------------------|---|--|---|
| Acetoclástica | Methanosarcinales (<i>Methanosaeta</i> , <i>Methanosarcina</i>) | $\text{CH}_3\text{COOH} \rightarrow \text{CH}_4 + \text{CO}_2$ | -31,0 |
| Hidrogenotrófica | Methanosarcinales (<i>Methanosarcina</i>) | | |
| | Methanobacteriales | $4\text{H}_2 + \text{CO}_2 \rightarrow \text{CH}_4 + 2\text{H}_2\text{O}$ | -135,6 |
| | Methanococcales | $4\text{HCOOH} \rightarrow \text{CH}_4 + 3\text{CO}_2 + 2\text{H}_2\text{O}$ | -130,1 |
| | Methanomicrobiales Methanopyrales | | |
| Metilotrófica | Methanosarcinales (<i>Methanosarcina</i>) | $4\text{CH}_3\text{OH} \rightarrow 3\text{CH}_4 + \text{CO}_2 + 2\text{H}_2\text{O}$ | -104,9 |
| | | $4\text{CH}_3 + 2\text{H}_2\text{O} \rightarrow 3\text{CH}_4 + \text{CO}_2 + 4\text{NH}_3$ | -75,9 |

Fonte: Abreu (2007).

2.2 Aplicabilidade de Processos Anaeróbios no Tratamento de Esgotos

Embora o processo de digestão anaeróbio seja mais complexo que o aeróbio, sua utilização no tratamento de esgotos ganhou bastante importância, principalmente devido às seguintes vantagens (CHERNICHARO, 2016; SANT'ANNA JR., 2013):

- a) Baixa produção de lodo excedente no sistema, devido a maior conversão do material orgânico biodegradável em metano (de 50,0 a 70,0%), enquanto que nos processos aeróbios cerca de 30,0 a 40,0% são convertidos em biomassa microbiana;
- b) Baixo consumo de nutrientes, em função da menor produção de biomassa;
- c) Baixo consumo de energia, uma vez que dispensa a necessidade de aeração;
- d) Produção de metano, que pode ser convertido em energia;
- e) Tolerância a elevadas cargas orgânicas;
- f) Aplicabilidade em pequena e grande escala;
- g) Baixos custos de implementação e operação.

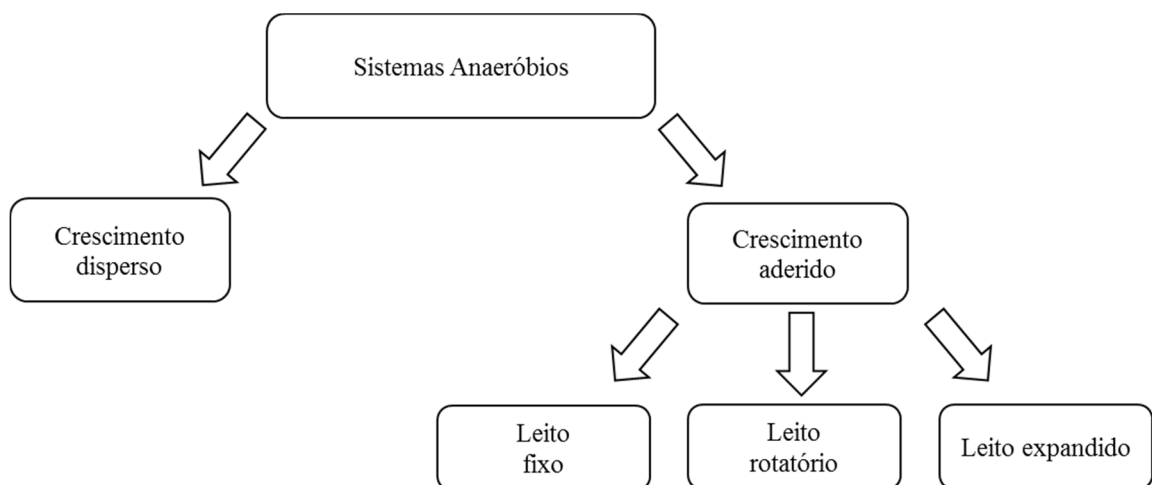
Porém, por muitos anos, a aplicação de processos anaeróbios se limitava ao tratamento de lodos e resíduos agrícolas em digestores convencionais e ao tratamento de efluentes líquidos

com elevada carga orgânica em lagoas anaeróbias e reatores com agitação (SANT'ANNA JR., 2013). Os microrganismos metanogênicos apresentam baixas taxas de crescimento, o que dificultava o tratamento de esgotos de baixa concentração. As arqueas do gênero *Methanosaeta* apresentam tempo de duplicação celular de 3,5 a 9 dias e as *Methanosarcina*, tempo de crescimento específico de 24 h (JETTEN; STAMS; ZEHNDER, 1992). Tal fato levava à necessidade de altos tempos de detenção hidráulica e dificuldade de controle do processo quando exposto a condições adversas.

Buscando-se reverter estes problemas e aprimorar os processos anaeróbios de tratamento de esgotos, foram desenvolvidos os sistemas de alta taxa, os quais tem a capacidade de reter grandes quantidades de biomassa ativa, mesmo com baixos tempos de detenção hidráulica, resultando em reatores mais compactos e mantendo-se o elevado grau de estabilização do lodo (CHERNICHARO, 2016). Ainda hoje, existem alguns desafios na aplicabilidade de reatores anaeróbios, como: sensibilidade da partida dos reatores à temperatura e choques de carga orgânica; arraste da biomassa; fraco desempenho a baixas temperaturas; necessidade de pós-tratamento, para alcançar os parâmetros de lançamento de matéria orgânica, nutrientes e patógenos; e purificação do biogás (CHONG et al., 2012).

Um dos mecanismos utilizados para a retenção dos microrganismos no interior do reator por mais tempo é a utilização de materiais para a adesão microbiana. Dessa forma, os sistemas anaeróbios de alta taxa podem ser classificados de acordo com o tipo de crescimento da biomassa, conforme a Figura 2.2.

Figura 2.2 – Classificação dos sistemas anaeróbios quanto ao tipo de crescimento.



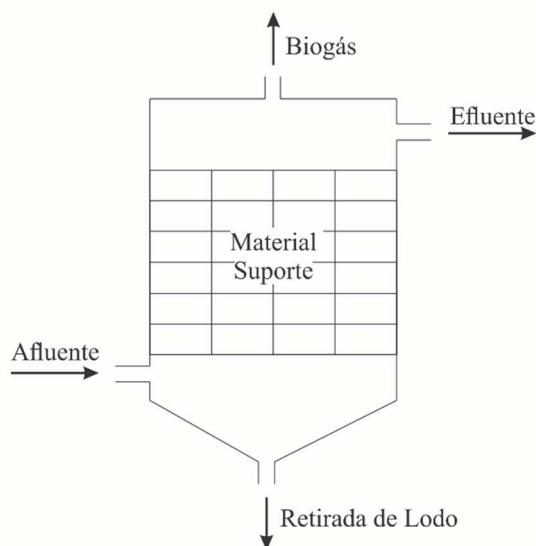
Fonte: Adaptado de Chernicharo (2016).

O desenvolvimento de sistemas de alta taxa permitiu que processos anaeróbios pudessem ser utilizados no tratamento de efluentes de baixa carga orgânica, como é o caso dos esgotos domésticos. Neste trabalho será abordado o reator anaeróbio de leito fixo, mais especificamente o reator conhecido como filtro anaeróbio.

2.3 Reator anaeróbio de leito fixo

O filtro anaeróbio, desenvolvido por Young e McCarty (1969), foi o primeiro reator anaeróbio de leito fixo proposto, o qual permite a adesão microbiana em um material suporte inerte e nos espaços intersticiais do leito, promovendo a retenção da biomassa no interior do reator. A configuração mais usual é de escoamento ascendente, em que o líquido e o gás passam pela camada de material suporte e são coletados na parte superior do reator (SANT'ANNA JR., 2013; CHERNICHARO, 2016). Desde a década de 80 vêm sendo conduzidos estudos sobre o desenvolvimento do biofilme anaeróbio em materiais suporte e a aplicação de novas configurações, a fim de melhorar o desempenho de tais reatores (MURRAY; BERG, 1981; DAHAB; YOUNG, 1982; WILKIE; COLLERAN, 1984; SHOW; TAY, 1999). Um esquema da configuração de um filtro anaeróbio de escoamento ascendente é ilustrado na Figura 2.3.

Figura 2.3 – Esquema de um filtro anaeróbio de escoamento ascendente.



Fonte: Adaptado de Araujo (2014).

Abreu e Zaiat (2008) operaram um reator de leito fixo e escoamento ascendente no tratamento de esgoto doméstico, preenchido com espuma de poliuretano em matrizes cúbicas

de 1,0 cm. Foram conduzidas três etapas exclusivamente anaeróbias, com tempo de detenção hidráulica (TDH) de 8, 6 e 10 h e uma última etapa anaeróbia-aeróbia com TDH de 12 h. Comparando-se apenas as etapas exclusivamente anaeróbias, a eficiência de remoção da demanda química de oxigênio (DQO) foi mais satisfatória no TDH mais elevado, assim como a remoção de sólidos suspensos voláteis (SSV), demonstrando a importância de um adequado TDH no desempenho do reator. A concentração de ácidos voláteis totais (AVT) também demonstrou a estabilidade do reator, uma vez que se manteve menor que a concentração afluente desde o primeiro dia de operação. Ao final do experimento, incluindo-se a etapa anaeróbia-aeróbia, a concentração de biomassa aderida ao suporte foi de 0,73 mg de SV g⁻¹ suporte ou concentração de 3,35 g de SV L⁻¹.

Bodkhe (2008) desenvolveu um filtro anaeróbio com tubos sedimentadores construídos em PVC, a fim de controlar a entrada de sólidos suspensos e evitar o entupimento do meio suporte. No referido trabalho, fragmentos de tijolos de barro, de diâmetro médio de 20 mm, foram utilizados como material suporte no tratamento de esgoto municipal, com DQO variando entre 350 e 450 mg L⁻¹. Trabalhando com um TDH de 12 h, alcançou-se eficiências de DQO de 89,0% e durante 600 dias de operação não foi observada colmatação do leito no reator.

Fia et al. (2012) utilizaram, no tratamento de água residuária de café, reatores anaeróbios de leito fixo e com escoamento ascendente, preenchidos com escória de alto-forno, espuma de poliuretano e brita como material suporte. Operando os sistemas a baixas cargas orgânicas volumétricas (0,81; 0,98 e 0,81 kg de DQO m⁻³ d⁻¹) na fase de partida do experimento, os autores obtiveram eficiências de remoção de DQO semelhantes para os três diferentes materiais suporte. Porém, quando operado a uma carga orgânica volumétrica (COV) de 4,41 kg de DQO m⁻³ d⁻¹ e TDH de 1,06 dias, o reator preenchido com espuma de poliuretano apresentou eficiência máxima de 92,0% de remoção de matéria orgânica. Neste trabalho, a espuma de poliuretano mostrou-se mais resistente a variações de carga orgânica e hidráulica, apresentando maior estabilidade em comparação aos dois outros sistemas.

Bouted e Ratanatamskul (2018) avaliaram os efeitos do TDH e da temperatura em filtros anaeróbios no tratamento de efluente de prédios comerciais com DQO média de 163,5 mg L⁻¹. Os filtros foram preenchidos com material plástico composto por polietileno, sendo que um dos filtros foi mantido a temperatura ambiente e os outros a temperatura de 35, 40 e 45 °C, variando-se o TDH em três fases experimentais de 9, 18 e 27 h. O melhor desempenho na remoção de matéria orgânica foi verificado no filtro operado a 35 °C e em TDH de 27 h, alcançando-se eficiência de remoção de DQO de 61,35% com menor gasto energético no aquecimento do

reator. Os autores ainda observaram o bom desenvolvimento de microrganismos anaeróbios, principalmente do gênero *Methanosaeta*.

Em relação a remoção de nutrientes, os sistemas anaeróbios apresentam baixa eficiência, uma vez que, nesses ambientes, não ocorre o processo de nitrificação. Nos processos anaeróbios, o principal efeito sobre o nitrogênio orgânico é a hidrólise à nitrogênio amoniacal, e a remoção dessas formas de nitrogênio do esgoto estão associadas à demanda para síntese celular e retenção de nitrogênio orgânico (FOCO; NOUR, 2014). A remoção de nitrogênio ainda pode ocorrer por meio do processo ANAMMOX que envolve a oxidação anaeróbia da amônia, removendo simultaneamente dois poluentes, a amônia (NH_3) e nitrito (NO_2^-), convertendo-os em gás nitrogênio (N_2), e ocorre em esgotos ricos em nitrogênio amoniacal (ZHANG et al., 2008).

Fia R. et al. (2010) operando filtros anaeróbios no tratamento de água residuária do café, com aplicação de elevada COV ($4,89 \text{ kg de DQO m}^{-3} \text{ d}^{-1}$), obtiveram uma eficiência de remoção de nitrogênio total de Kjeldahl (NTK) de 41,3% e remoção de fósforo total (P_T) de 20,4%. Segundo Luiz (2007), valores consideráveis de remoção de nitrogênio em filtros anaeróbios são devido a incorporação desse nutriente à biomassa em crescimento, e a remoção de fósforo ocorre devido aos processos de absorção pelos microrganismos, sedimentação, adsorção ao material suporte e precipitação.

2.3.1 Material Suporte na Imobilização da Biomassa

Uma infinidade de materiais suporte tem sido utilizada para imobilização da biomassa em reatores aeróbios e anaeróbios, buscando-se melhorar a eficiência de tratamento e a aplicação de suportes econômicos e viáveis (HU; GAGNON, 2006; GARCIA et al., 2008; YU et al., 2008; WOLFF; PAUL; COSTA, 2010; ALMEIDA; OLIVEIRA; CHERNICHARO, 2011; FIA et al., 2012). Os materiais suporte aplicados ao tratamento de efluentes em geral são inertes, como areia, brita, cerâmicas, anéis plásticos e esponjas, porém, pesquisas têm aplicado suportes não inertes para adesão dos microrganismos, como bambu e conchas de ostras (CAMARGO; NOUR, 2001; DUDA; OLIVEIRA, 2011; TONETTI et al., 2011; CRUZ et al., 2013; MAGRI et al., 2013; OLIVEIRA; BRUNO, 2013).

Cruz et al. (2013) operaram filtros anaeróbios preenchidos com cascas de coco verde no tratamento de esgoto doméstico. Além do desempenho dos reatores na remoção de matéria orgânica, também foi avaliada a resistência do material suporte a degradação química e biológica devida à interação com o esgoto. Trabalhando-se com um TDH de 9 h e temperatura

média de 25,4 °C, alcançou-se uma remoção média de DQO de 73,0%, com pH próximo a neutralidade e AT efluente superior a afluente, demonstrando que a utilização das cascas de coco não influenciou negativamente na capacidade de tamponamento do sistema. Como esperado, a remoção de nutrientes, fósforo e nitrogênio, foi insignificante. Apesar da porosidade do meio ter aumentando, provavelmente devido à degradação de compostos presentes nas cascas de coco, esse material se mostrou resistente a degradação biológica ao longo do tempo de operação.

Tonetti et al. (2011) utilizaram bambu como material suporte em filtro anaeróbio com TDH de 9 h, chegando-se a uma remoção de 76,0% de DQO. Os bambus utilizados possuíam diâmetro de 0,03 m e comprimento aproximado de 0,05 m, chegando-se a um volume de vazios no reator de 75,0%, superior à quando se utilizou brita, 55,0%, e inferior a anéis de Raschig em metal e de Pall, de 92,0 e 94,0%, respectivamente. A não utilização de inóculo no reator não alterou significativamente o tempo de partida do sistema, uma vez que o período de 4,4 meses foi similar a trabalhos em que se procedeu a inoculação do sistema.

López-López et al. (2013) avaliaram a utilização de *Tezontle*, uma rocha vulcânica, na imobilização da biomassa em um filtro anaeróbio de escoamento ascendente, tratando efluente doméstico. Os autores variaram as condições de temperatura e TDH a que os filtros eram submetidos a fim de se encontrar as condições ótimas de operação. A uma temperatura de 20,0 °C e TDH de 12 h, o filtro alcançou uma eficiência de remoção de DQO de 59,9%, sendo que as condições ótimas observadas foram de 35,0 °C e TDH de 24 h, superando-se 80,0% de remoção de DQO.

León-Becerril et al. (2016) operaram um filtro anaeróbio de escoamento ascendente preenchido com esferas de plástico com área superficial de 3600 m² m⁻³ e volume de vazios de 95%. Tratando-se água residuária de frigorífico (COV de 1,17 a 3,5 kg DQO m⁻³ d⁻¹) a temperatura de 37 °C e pH mantido a 7,0 por meio da adição de NaOH, os autores verificaram eficiência de remoção média de DQO de 84%. Destacou-se, ainda, a importância do período de adaptação da biomassa no reator, o que propiciou um curto período de partida e rápida estabilização do desempenho na remoção poluentes.

No que diz respeito a utilização de resíduos plásticos como suporte, Giustina, Miranda e Monteggia (2010) utilizaram tampas e gargalos de garrafa PET como suporte em um biofiltro aerado submerso (BAS) de três estágios, no tratamento de esgoto doméstico. Apesar das diferenças entre a adesão do biofilme aeróbio e anaeróbio e do metabolismo dos microrganismos, os autores relataram boa adesão microbiana ao suporte utilizado e valores de remoção de DQO superiores a 90%. Destaca-se o bom desempenho das tampas de PET na

adesão microbiana e a excelente alternativa de reuso do material, diminuindo a quantidade de resíduo gerado e o gasto energético na produção de novos materiais suporte (OLIVEIRA et al., 2014).

O arranjo do material suporte no interior dos reatores, e as configurações e condições de funcionamento também têm sido constantemente aprimoradas. O material suporte pode estar livre no interior do reator, reator de leito móvel ou expandido, ou empacotado, o chamado leito fixo (XIE et al., 2004; WOLFF; PAUL; COSTA, 2010; MOCKAITIS et al., 2014). As configurações do reator também podem variar de acordo com o escoamento do efluente (vertical ascendente ou descendente, horizontal) e ainda pode-se variar entre condições anaeróbias, anóxicas e aeróbias, a fim de se alcançar os objetivos finais de tratamento, como remoção de nutrientes (ALMEIDA; OLIVEIRA; CHERNICHARO, 2011; FOCO; LOPES; NOUR, 2015).

Mockaitis et al. (2014) utilizaram um biorreator anaeróbio contínuo de leito fixo ordenado (ABFSB) no tratamento de esgoto doméstico sintético. Em contraste aos reatores de leito fixo tradicionais, em que o material suporte preenche aleatoriamente o interior do reator, no biorreator estudado, foram utilizadas aparas de espuma de poliuretano ordenadas sistematicamente. Os resultados alcançados demonstraram a viabilidade e aplicabilidade dessa tecnologia, que tem como objetivo prevenir o entupimento nos espaços entre o suporte, evitando, assim curtos-circuitos e caminhos preferenciais.

Reatores anaeróbios de leito fixo e escoamento horizontal, preenchidos com bambu e fibras de coco, foram utilizados por Oliveira e Bruno (2013) no tratamento de água residuária do processamento de café. Os autores operaram os reatores horizontais em sequência, precedidos de um reator anaeróbio horizontal de manta de lodo, alcançando-se uma eficiência de remoção global do sistema de 85,0%, após 30 dias de operação. Mesmo operando a altas cargas orgânicas volumétricas, os reatores anaeróbios horizontais operados em série se mostraram resistentes a mudanças nas condições operacionais, devido à elevada biomassa ativa retida no reator de manta de lodo e aderida ao material suporte nos reatores de leito fixo.

Na Tabela 2.2 é apresentado um resumo de diversos materiais suporte utilizados na literatura, a área superficial específica do material, o tipo de esgoto tratado, as características operacionais do tratamento utilizado e a eficiência de remoção de DQO verificada.

Tabela 2.2 – Materiais suporte utilizados na literatura, características operacionais e eficiência de remoção de DQO.

| Autor/Ano | Material Suporte | Área (m ² m ⁻³) | Tipo de efluente | Tratamento | COV (kg de DQO m ⁻³ d ⁻¹) | TDH (h) | Temp. (°C) | Remoção de DQO (%) |
|--------------------------------------|----------------------------------|--|----------------------------------|---------------------------|--|---------|------------|--------------------|
| Han et al. (2013) | Partículas de cerâmica | - | Esgoto doméstico sintético | Anaeróbio | 4,8 | 24 | 18-21 | 47-76 |
| Ladu e Lü (2014) | Material não-tecido | 150 | Esgoto doméstico rural | Anaeróbio | 0,07-0,19 | 24-72 | 18-24 | 32-44 |
| López-López et al. (2013) | Rocha <i>Tezontle</i> | 390 | Esgoto doméstico | Anaeróbio | 0,8-1,40 | 12 | 20 | 59,9 |
| León-Becerril et al. (2016) | Esferas de plástico | 3600 | Efluente de frigorífico | Anaeróbio | 1,17 | 24 | 37 | 84 |
| Abreu e Zaiat (2008) | Espuma de poliuretano em cubos | - | Esgoto sanitário de universidade | Anaeróbio | 0,933 | 10 | 20 | 64 |
| Fia et al. (2012) | Escória de alto-forno | - | Água residuária de café | Anaeróbio | 1,57 | 37 | 6-33 | 58 |
| Cruz et al. (2013) | Cascas de coco | 89-100 | Esgoto doméstico | Anaeróbio | 2,95 | 9 | 25 | 73 |
| Tonetti et al. (2011) | Anéis de bambu | 91,8 | Esgoto sanitário de universidade | Anaeróbio | 2,19 | 9 | 24 | 76 |
| Mockaitis et al. (2014) | Fitas ordenadas de poliuretano | - | Esgoto doméstico sintético | Anaeróbio | 0,808 | 12 | - | 78 |
| Giustina, Miranda e Monteggia (2010) | Tampas e gargalos de garrafa PET | 150 | Esgoto doméstico | Anaeróbio-Anóxico-Aeróbio | 0,45-1,6 | 12,3 | - | 80 |

Fonte: Do autor (2018).

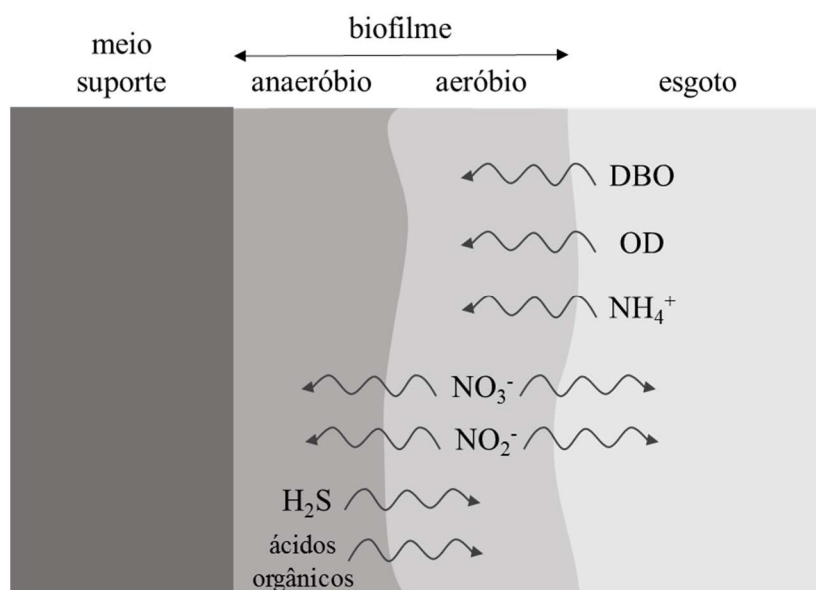
2.3.2 Adesão microbiana

A adesão dos microrganismos responsáveis pela digestão anaeróbia é uma estratégia de sobrevivência à instabilidade do ambiente em que estão inseridas. Além disso, possibilita a retenção de elevada concentração de biomassa no interior de reatores por longos períodos de tempo (CHERNICHARO, 2016). A imobilização da biomassa a superfícies é devida à capacidade de produção de polímeros extracelulares (*Exopolysaccharides* – EPS) pelos microrganismos, que permite a aderência físico-química das células à superfície do material suporte e entre si, formando uma comunidade estruturada.

O biofilme também representa um meio propício para a comunicação celular, o chamado *quorum sensing*, uma vez que a elevada densidade celular tem como consequência elevados níveis de subprodutos metabólicos e co-fatores microbianos excretados. O *quórum sensing* é um importante fator no desenvolvimento e/ou na dissolução de comunidades microbianas em biofilmes, sendo essencial para o equilíbrio e interação ecológicos das diversas espécies de microrganismos envolvidos na digestão anaeróbia (PARSEK; GREENBERG, 2005).

Os compostos necessários para o desenvolvimento dos microrganismos são adsorvidos à superfície do material suporte e, após isso, são transportados por difusão através do biofilme e metabolizados pelos microrganismos (VON SPERLING, 2016). Na Figura 2.4 é apresentado um desenho esquemático do biofilme e das trocas de substâncias por meio da difusão.

Figura 2.4 – Desenho esquemático de um biofilme.



Fonte: Von Sperling (2016).

As propriedades físico-químicas do material suporte influenciam diretamente na formação do biofilme e na retenção da biomassa no interior do reator (GARCIA et al., 2008; NGUYEN et al., 2016). A textura da superfície do suporte e sua porosidade tem um impacto significativo no desempenho do filtro anaeróbio, uma vez que materiais mais rugosos e porosos proporcionam melhor adesão dos microrganismos (HUYSMAN et al., 1983; SHOW; TAY, 1999). Breitenbücher et al. (1990) apontaram como características importantes do material, a capacidade de suportar o peso da biomassa aderida, elevada porosidade e área específica, apresentar formato que não propicie o encaixe ou sobreposição do material, ser quimicamente e biologicamente inerte, leve e de baixo custo.

Lima et al. (2005) monitoraram a formação do biofilme em um reator anaeróbio de leito fixo de escoamento horizontal, em escala piloto. Foi utilizado como material suporte espuma de poliuretano para o tratamento de efluente doméstico. Por meio de microscópio eletrônico de varredura (MEV), foi possível detectar uma grande variedade de microrganismos presentes no material suporte e ao longo do reator, incluindo bactérias acidogênicas, acetanogênicas e até mesmo arqueas metanogênicas. A diversidade de microrganismos encontrada foi um importante indicativo do fim do período de aclimação, confirmado pelo monitoramento da DQO, concentração de metano no biogás e concentração de ácidos voláteis.

Garcia et al. (2008) avaliaram a utilização de espuma de poliuretano (PU), carvão vegetal, pedra pomes sintética e polietileno de baixa densidade (PE) como materiais suporte em um reator anaeróbio em batelada tratando esgoto doméstico. Por meio de microscopia de contraste de fases e de fluorescência, foram encontradas uma variedade de morfologias nos suportes de PU, pedra pomes e PE. Embora o reator contendo carvão vegetal tenha apresentado maior concentração de sólidos voláteis aderidos ($79,0 \text{ mg L}^{-1}$), houve um predomínio de bactérias fototróficas que competiram com as arqueas metanogênicas por substrato, comprometendo sua performance.

Morfologias similares a *Methanosaeta* e *Methanosarcina*, cocos, filamentos e bacilos foram observadas por Fia F. et al. (2010) por meio de MEV, analisando-se a biomassa de filtros anaeróbios preenchidos com brita, escória de alto-forno e espuma de poliuretano. Em todos os reatores, houve predominância de *Methanosaeta* em relação à *Methanosarcina*, o que pôde ser explicado pela baixa concentração de acetato nos mesmos. Devido a maior porosidade, o que favorece a retenção e fixação da biomassa, a espuma de poliuretano mostrou-se mais eficiente, alcançando uma média de 80,0% de remoção de DQO e $1301,0 \text{ mg g}^{-1}$ de sólidos voláteis aderidos (SVA) (FIA F. et al., 2010).

Pereira, Campos e Monterani (2009) avaliaram, também por meio de MEV, a influência do pH, temperatura, acidez e alcalinidade no desenvolvimento da biomassa em um reator UASB operado na faixa de temperatura mesófila. As partículas de lodo analisadas apresentaram estrutura densa e granular, observando-se predominantemente morfologias bacterianas semelhantes à *Methanosarcina* e a presença de *Methanosaeta*, indicando a diversidade da biomassa e equilíbrio ecológico entre as arqueas metanogênicas. A predominância de *Methanosarcina* ocorreu em função de elevadas concentrações de AVT, porém, abaixo do valor limite de 150 mg de HAc L⁻¹. Além disso, observou-se que o desenvolvimento da biomassa não foi afetado negativamente pelo pH, acidez e alcalinidade, mesmo quando as relações AI/AP superaram o valor de 0,30 estabelecido por Ripley, Boyle e Converse (1986).

A escolha do material suporte pode influenciar na adesão de grupos específicos de microrganismos, como apontado por Habouzit et al. (2011), em que houve grande diferença entre a adesão de microrganismos do domínio *Bacteria* e *Archaea*, utilizando-se uma variedade de materiais suporte. No referido trabalho, a utilização de PVC como material suporte mostrou-se mais eficiente, uma vez que possuiu grande afinidade de adesão do domínio *Archaea*, limitante nas reações de degradação anaeróbia. De acordo com Gannoun et al. (2013), alterações em uma ou mais condições operacionais influenciam toda a comunidade microbiana, e em condições mesófilas e termófilas há o predomínio de bactérias fermentativas.

As arqueas metanogênicas, grupo essencial para o bom desempenho dos reatores anaeróbios, podem ser identificadas por meio da propriedade de autofluorescência que apresentam, devido à presença da coenzima F420 (FIA F. et al., 2010; LAMBRECHT et al., 2017). A coenzima F420 é responsável por doar elétrons no processo metabólico anaeróbio, tanto na rota de redução do CO₂, como na do acetato (FERRY, 2011). Lima et al. (2005) observaram a presença de bacilos e arqueas na forma de cocos, emitindo autofluorescência, nas fases mais avançadas de operação do reator. *Methanosarcina* também foram identificadas por Fia F. et al. (2010) devido a autofluorescência e ainda pela característica disposição cúbica dos cocos formando o arranjo sarcina.

As arqueas do gênero *Methanosarcina* são mais robustas e capazes de tolerar situações operacionais adversas, devido ao seu maior tamanho, forma de agregação e à capacidade de produzir metano por meio de várias rotas metabólicas. A presença desse gênero em grandes quantidades em reatores anaeróbios é essencial para que sejam alcançados menores períodos de partida, principalmente para esgotos de alta carga orgânica. Nguyen et al. (2016) avaliaram a adesão de *Methanosarcina barkeri* a diversos plásticos utilizados como suporte, tendo o PVC e o PTFE (politetrafluoretileno) apresentado melhores resultados de adesão. Por meio de MEV,

observou-se que nestes suportes havia maior presença de materiais poliméricos extracelulares, o que se relaciona a maior capacidade de adesão dos microrganismos. Além disso, os autores destacam a importância de se conhecer as propriedades físico-químicas do material suporte e dos microrganismos a serem aderidos, e ainda, do uso de suportes polares e hidrofóbicos.

2.3.3 Cápsulas de Café Expresso como Material Suporte

O mercado de cápsulas de café encontra-se em expansão desde 1998, quando esta tecnologia de preparação da bebida foi lançada pela empresa Keurig. Em 2014, as cápsulas representaram 0,6% das 908 mil toneladas de café consumidas no Brasil e estima-se, que até 2019, esta quantidade irá dobrar, chegando a 1,3% de 1,213 mil toneladas de café (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DAS INDÚSTRIAS DE CAFÉ, 2015; RELATÓRIO...,2016). Tal fato deve-se bastante ao crescimento de pequenas marcas no mercado brasileiro de cápsulas, devido à queda das patentes de grandes marcas (RELATÓRIO...,2015).

A geração de resíduo atrelado ao aumento do consumo de cápsulas de café é um assunto que vem sendo constantemente debatido, principalmente devido à dificuldade de reciclagem desses materiais. Somente no ano de 2014, o Brasil importou 440 milhões de cápsulas de café (MERGULHÃO, 2017). De acordo com Silva, Azevedo e Castro Junior (2017), dentre as cinco marcas de café expresso em dose única mais vendidas mundialmente, três utilizam cápsulas de plástico, uma utiliza cápsulas de alumínio e uma comercializa o café em sachês de filtro de papel, uma alternativa à geração de resíduos, uma vez que o filtro é biodegradável.

No sentido de diminuir os impactos causados pela geração de resíduos das cápsulas, as empresas têm buscado alternativas sustentáveis, que envolvem tanto a adoção de programas para a coleta e reciclagem dos materiais, quanto o desenvolvimento de novos produtos que possam ser descartados sem criarem impactos ambientais.

O grande desafio para a efetividade da reciclagem das cápsulas está na elevação da taxa real de reciclagem do resíduo, tanto por dificuldades na logística e da aplicação de novos materiais, mais adequados para a reciclagem (SILVA; AZEVEDO; CASTRO JUNIOR, 2017). Apesar de as cápsulas produzidas em alumínio serem mais facilmente recicladas e a produção de cápsulas biodegradáveis já ser uma realidade, como as produzidas a partir de resina de bambu e a base de milho, a preocupação com este resíduo ainda é importante (RELATÓRIO..., 2017).

Buscando diminuir o impacto gerado pela utilização de cápsulas na preparação do café, a utilização desse material como suporte para adesão de microrganismos no tratamento de esgotos surge como mais uma alternativa à destinação adequada desse resíduo.

2.4 Fatores que influenciam no processo de digestão anaeróbia

Devido à complexidade do processo anaeróbio de decomposição da matéria orgânica, as condições ambientais desempenham um importante papel no controle e eficiência desses sistemas de tratamento de esgotos. Os microrganismos metanogênicos são os mais susceptíveis a mudanças nas condições ambientais. Os fatores que mais influenciam o processo de digestão anaeróbia são a temperatura, pH, capacidade de tamponamento e produção de ácidos voláteis pelos sistemas de tratamento e a disponibilidade de nutrientes aos microrganismos responsáveis pela decomposição da matéria orgânica.

2.4.1 Temperatura

De acordo com Chong et al. (2012) a digestão anaeróbia pode ser classificada nas seguintes faixas de temperatura:

- a) Psicrófila: abaixo de 20 °C;
- b) Mesófila: entre 30,0 e 40,0 °C;
- c) Termófila: entre 55 e 58,0 °C;
- d) Termófila extrema: acima de 70 °C.

A formação de metano pode ser alcançada em uma faixa bem extensa de temperatura, que varia de 0 a 97,0 °C, porém, observa-se dois níveis ótimos de temperatura, entre 30,0 e 35,0 °C, na faixa mesófila, e entre 50,0 e 55,0 °C, na faixa termófila. A degradação anaeróbia tem sido amplamente aplicada na faixa mesófila, uma vez que não se necessita de incrementos energéticos (CHERNICHARO, 2016).

A operação de reatores anaeróbios na faixa psicrófila não é considerada viável, devido à baixa taxa de crescimento microbiano. Porém, segundo Lettinga, Rebac e Zeeman (2001), filtros anaeróbios operando entre 13,0 e 15,0 °C alcançaram eficiências de remoção de matéria orgânica de até 55,0% em um tempo de detenção hidráulica (TDH) de 6 h. Os reatores operando a temperaturas mais baixas são mais afetados por mudanças na carga orgânica aplicada e se recuperam mais dificilmente de alterações no sistema (Viraraghavan; Dickenson, 1991; Viraraghavan; Varadarajan, 1996).

Segundo Viraraghavan e Dickenson (1991), quando se trabalha com filtros anaeróbios a baixas temperaturas, o TDH é um parâmetro mais importante que a carga orgânica aplicada e a produção de sólidos voláteis é maior em temperaturas mais elevadas. Os mecanismos de adesão da biomassa podem permitir a aplicação de reatores anaeróbios a baixas temperaturas, uma vez que a biomassa imobilizada tende a ser mais resistente a variações de temperatura quando comparada a biomassa granular (BERGAMO et al., 2009).

Ladu e Lü (2014) avaliaram a influência da temperatura e do TDH na operação de filtro anaeróbio preenchido com material não-tecido, no tratamento de esgoto doméstico rural. Trabalhando-se com um elevado TDH, mesmo a uma temperatura de 18,0 °C, ou seja, na faixa psicrófila, o sistema alcançou uma eficiência de remoção de DQO de 44,0%. Porém, a temperaturas próximas a 30,0 °C, e operando o reator com recirculação do efluente, chegou-se a uma eficiência máxima de 81,0%.

Han et al. (2013) utilizaram partículas de cerâmica de barro como material suporte em filtro anaeróbio de escoamento ascendente, tratando efluente sintético. A temperatura variou entre 18,0 e 21,0 °C, e ainda que os microrganismos inoculados não fossem psicrófilos, a eficiência de remoção de DQO variou de 47,0 a 76,0%, alcançando a estabilidade rapidamente e demonstrando que a utilização do material suporte pode ter contribuído para este fato.

2.4.2 Potencial Hidrogeniônico, Alcalinidade e Ácidos Voláteis

Os processos anaeróbios de conversão da matéria orgânica em metano estão intimamente ligados a estes três fatores, uma vez que o potencial hidrogeniônico (pH) é afetado pela produção de ácidos orgânicos intermediários no processo e pelas relações de equilíbrio do CO₂. De acordo com Chernicharo (2016), o pH influencia no processo de forma direta, afetando a atividade de enzimas, alterando suas estruturas proteicas, ou indiretamente, afetando a toxicidade de diversos compostos.

Os organismos metanogênicos apresentam faixa de crescimento ótimo para o pH variando entre 6,6 e 7,4, enquanto que as bactérias produtoras de ácidos voláteis são ativas em uma faixa de pH mais baixo, entre 4,5 e 6,0. Desse modo, o pH no interior dos reatores deve ser mantido próximo a neutralidade, a fim de se impedir a predominância de bactérias produtoras de ácidos, uma vez que a metanogênese é limitante no processo de digestão anaeróbio. Quando há um desequilíbrio entre as populações desses microrganismos, ou são expostos a condições ambientais desfavoráveis, as arqueas metanogênicas não serão capazes de utilizar os ácidos voláteis intermediários que são produzidos pelas bactérias acidogênicas,

acarretando num consumo da alcalinidade no reator e queda no pH (CHEN; CHENG; CREAMER, 2008; CHERNICHARO 2016).

A capacidade da alcalinidade em neutralizar os ácidos gerados durante a degradação anaeróbia e também em tamponar o pH, na decorrência de um acúmulo de ácidos no sistema, é de essencial importância para o bom funcionamento do processo. A relação gás carbônico/alcalinidade é o principal fator de tamponamento, uma vez que o CO₂ e ácidos voláteis tendem a baixar o pH, enquanto cátions geradores de alcalinidade tendem a aumentar a alcalinidade e o pH do reator (FORESTI et al., 1999; CHERNICHARO, 2016).

Dessa forma, a relação entre a alcalinidade intermediária (AI), que representa a alcalinidade devida aos ácidos voláteis, e a alcalinidade parcial (AP), equivalente à alcalinidade bicarbonato, também é importante no desempenho do processo de digestão anaeróbio. Segundo Ripley, Boyle e Converse (1986), a relação AI/AP menor que 0,30 é um indicativo de estabilidade do sistema, ou seja, as etapas de digestão anaeróbia estão ocorrendo de forma adequada. Porém, de acordo com Zhao e Kugel (1996) a capacidade de tamponamento nos reatores é suficiente em valores de AI/AP até 0,40, ocorrendo pequenas variações de pH; em valores entre 0,40 e 0,80 a capacidade de tamponamento é deficiente e acima de 0,80 ocorrem grandes variações de pH, uma vez que não há tamponamento dos sistemas.

Fernandes e Oliveira (2006) utilizando reatores anaeróbios no tratamento de água residuária de suinocultura, verificaram a diminuição da concentração de AVT ao longo do sistema de tratamento e aumento da alcalinidade, indicando o tamponamento do sistema, o que impede o acúmulo de ácidos voláteis e a queda do pH. O mesmo foi relatado por Foco e Nour (2014), em que mesmo ocorrendo variações na concentração afluente de AVT, o tamponamento do sistema foi garantido por valores de alcalinidade total entre 261 e 293 mg de CaCO₃ L⁻¹ no filtro anaeróbio, ao longo das etapas do experimento.

Mockaitis et al. (2014) relataram pH médio de 6,97 e alcalinidade total (AT) de 226,6 mg de CaCO₃ L⁻¹, demonstrando a capacidade do reator em sempre produzir alcalinidade e manter o pH do meio próximo ao neutro. Mesmo em altas concentrações de ácidos voláteis, a atividade das arqueas metanogênicas não foi inibida e a eficiência média de remoção de matéria orgânica foi de 78,0%. Em processos de tratamento com biomassa aderida pode ocorrer elevado consumo da alcalinidade, devido à acumulação de carbonatos pouco solúveis no interior do biofilme (FOCO; NOUR, 2014). Além disso, baixas temperaturas podem afetar o consumo de acetato, H₂ e CO₂ pelas arqueas metanogênicas, provocando diminuições nos valores de pH e AT e o aumento de AVT no efluente do sistema de tratamento (FERNANDES e OLIVEIRA, 2006).

2.4.3 Disponibilidade de Nutrientes

O bom funcionamento dos processos biológicos de tratamento de esgotos exige a disponibilidade de nutrientes necessários ao crescimento dos microrganismos, sendo o carbono, nitrogênio e fósforo fatores importantes para o desenvolvimento da biomassa. Além da influência de fatores físicos, as condições nutricionais são importantes na seleção das espécies predominantes, uma vez que diferentes substratos e diferentes aceptores de elétrons irão proporcionar o crescimento de diferentes microrganismos (FLECK, 2003; CHERNICHARO, 2016).

Em geral, as características dos esgotos domésticos não apresentam limitações ao processo de digestão anaeróbia, pois estão presentes todos os nutrientes necessários e em concentrações adequadas para o crescimento microbiano. A principal fonte de nitrogênio para os microrganismos em condições anaeróbias são a amônia e o nitrogênio orgânico, já a necessidade nutricional de fósforo, em sua maioria, é suprida pela incorporação de ortofosfato inorgânico por meio da ação de enzimas fosfatases (CHERNICHARO, 2016).

O enxofre também é um macronutriente requerido pelos microrganismos metanogênicos, os quais utilizam sulfeto para a síntese de proteínas. O sulfeto é sintetizado a partir da redução do sulfato, pela ação de bactérias redutoras de sulfato, ou do enxofre orgânico. Porém, a redução de sulfato pode inibir o processo de digestão anaeróbia, tanto pela competição por substratos com os microrganismos metanogênicos, como pela toxicidade causada pelo sulfeto a diversos grupos de bactérias (CHEN; CHENG; CREAMER, 2008). No geral, os esgotos domésticos possuem concentrações suficientes de enxofre para o desenvolvimento microbiano, na forma de sulfato, sulfeto e enxofre orgânico, o que se comprova pela presença de gás sulfídrico (H_2S) no biogás e pela precipitação de sulfeto por metais pesados (CHERNICHARO, 2016).

Em geral, recomenda-se a relação entre as quantidades de carbono, nitrogênio e fósforo (DQO:N:P) de 300:5:1, para atender as necessidades nutricionais dos microrganismos anaeróbios, porém, Speece (1983) considerou suficiente a relação 500:5:1. Essa relação ainda pode variar de acordo com o efluente a ser tratado. Esgotos ricos em carboidratos exigem cerca de seis vezes mais nitrogênio, devido ao aumento da síntese de bactérias fermentativas, do que esgotos contendo proteínas e ácidos voláteis (FLECK, 2003; CHERNICHARO, 2016).

3 MATERIAL E MÉTODOS

3.1 Localização e procedimento experimental

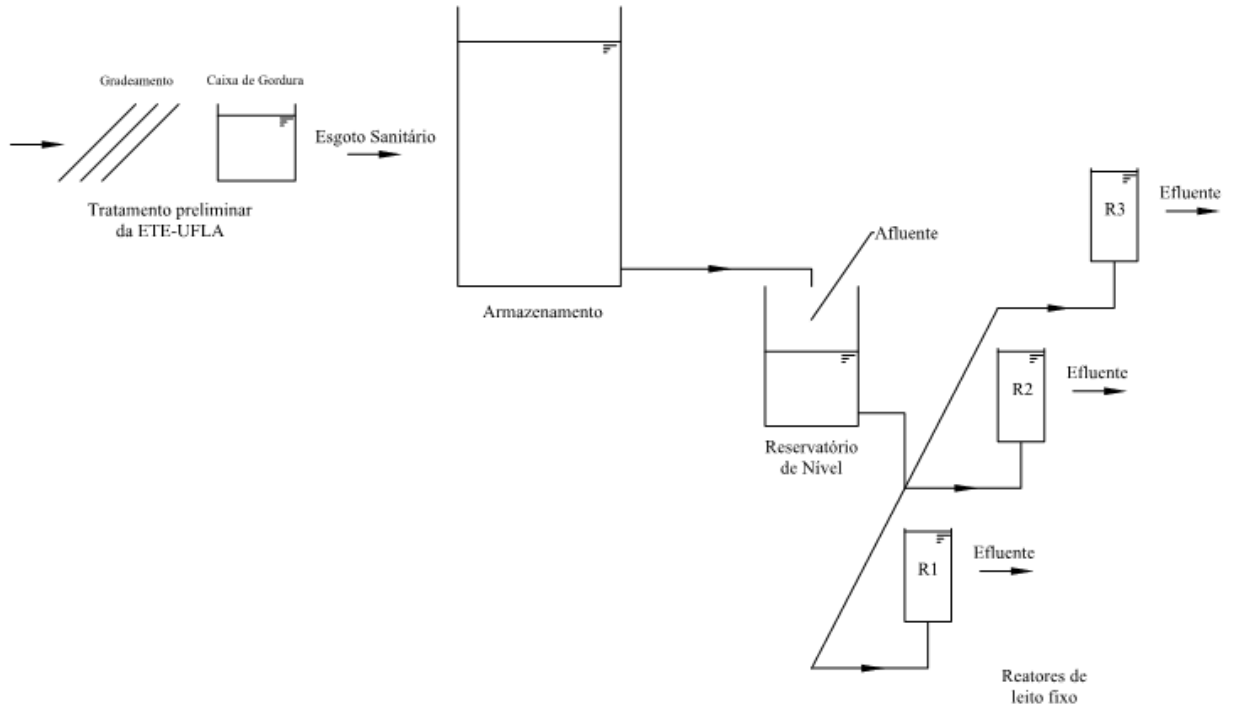
O experimento foi conduzido nas dependências da Estação de Tratamento de Esgoto da Universidade Federal de Lavras (ETE-UFLA), latitude 21°14' S, longitude 44°59' W, em Lavras, Minas Gerais, com 918 m de altitude média e clima Cwa, segundo a classificação de Köppen (DANTAS; CARVALHO; FERREIRA, 2007). A partida do sistema ocorreu no dia 18 de abril de 2017 e foi monitorado até o dia 01 de setembro de 2017, totalizando 137 dias de operação.

Foram construídos três reatores anaeróbios de leito fixo (R1, R2 e R3) em escala de bancada, de escoamento ascendente e alimentação contínua, preenchidos com o material suporte em diferentes configurações. O esgoto sanitário foi proveniente do tratamento preliminar, composto por gradeamento e caixa de gordura, da ETE-UFLA. O fluxograma do sistema de tratamento experimental é apresentado na Figura 3.1.

O esgoto foi armazenado em uma bombona de 200,0 L e a distribuição realizada por um reservatório equipado com uma boia de nível, a fim de se manter a altura do efluente a 29,0 cm no interior dos reatores (FIGURA 3.2). O reservatório era reabastecido no dia anterior à coleta para realização das análises laboratoriais, buscando-se evitar que processos de degradação iniciados nos reservatórios pudessem influenciar os resultados.

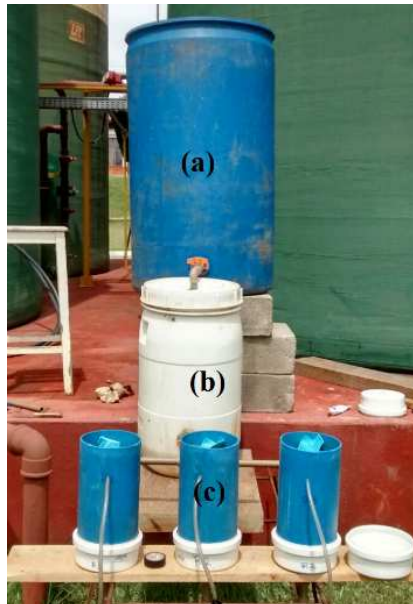
Os reatores foram construídos em tubos de PVC azul de DN 150 mm e 30 cm de altura, utilizando-se *Caps* de PVC branco no fundo e na parte superior dos tubos. O *Cap* inferior foi vedado com cola de PVC, silicone e massa epóxi, a fim de evitar vazamentos. A entrada do esgoto deu-se pela parte inferior, por meio de tubos de PVC de DN 20 mm e uma conexão em Tê de DN 20 mm no interior dos reatores, para melhor distribuição do afluente, como pode ser observado na Figura 3.3. O efluente tratado foi coletado na parte superior dos reatores por bombas peristálticas, que realizaram o bombeamento do mesmo a 2,0 cm abaixo do nível de esgoto, por meio de mangueiras de silicone de diâmetro 0,32 mm. Na Figura 3.4 é apresentado o desenho esquemático dos reatores.

Figura 3.1 – Fluxograma do sistema de tratamento experimental.



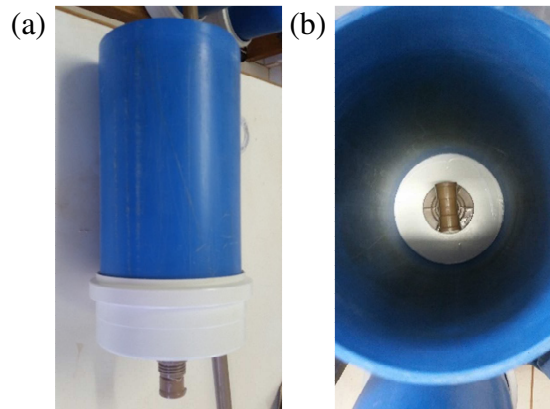
Fonte: Do autor (2018).

Figura 3.2 – Montagem dos reatores na ETE-UFLA: reservatório de esgoto (a), reservatório de nível (b) e reatores em PVC azul (c).



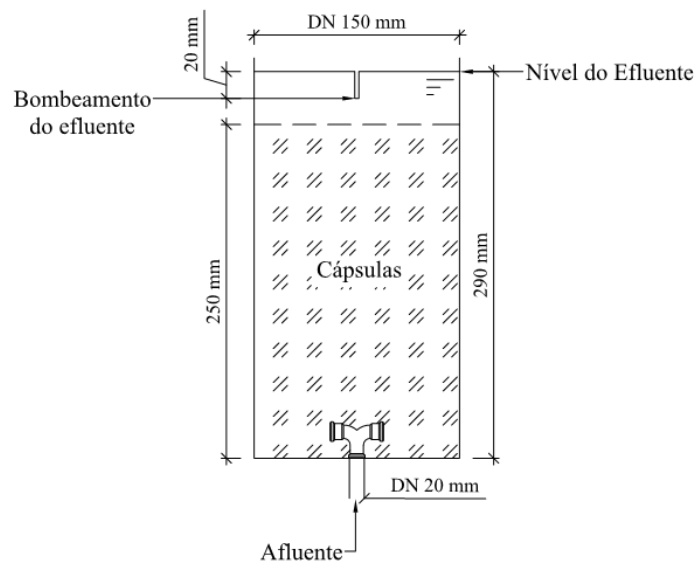
Fonte: Do autor (2018).

Figura 3.3 – Detalhe do dispositivo de entrada de esgoto nos reatores: flange de DN 20 mm instalado no fundo dos reatores (a) e conexão em Tê de DN 20 mm para melhor distribuição do efluente (b).



Fonte: Do autor (2018).

Figura 3.4 – Desenho esquemático dos reatores de leito fixo preenchidos com cápsulas de café.



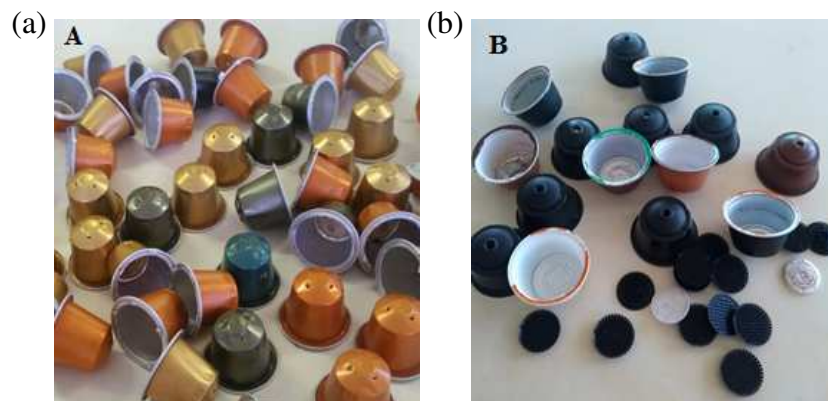
Fonte: Do autor (2018).

O volume total de cada reator foi de 4,4 L e a vazão regulada para se alcançar um tempo de detenção hidráulica (TDH) entre 8 e 12 h, considerando-se as variações causadas por fatores ambientais e de funcionamento no desempenho das bombas, tubulações e conexões. O TDH foi calculado levando-se em conta o volume de vazios de cada reator em relação ao material suporte utilizado. Ao final do experimento, as cápsulas foram retiradas para a avaliação da biomassa presente no reator, tanto da aderida ao material, como da biomassa livre no sistema.

3.2 Material Suporte

Como material suporte para preenchimento dos reatores, foram utilizados dois tipos de cápsulas de café expresso: de alumínio e de plástico (FIGURA 3.5). As cápsulas de plástico possuem pequenos discos em seu fundo (FIGURA 3.6), que são responsáveis por impedir que o pó de café escorra para a bebida pronta e por abrir o fundo das cápsulas com a pressão da água no interior da máquina, já as cápsulas de alumínio possuem um pequeno filtro de papel. Os discos de plástico variam de acordo com o sabor das cápsulas, tendo sido encontrados discos brancos, os quais possuem menos ranhuras, e discos pretos.

Figura 3.5 – Cápsulas de café expresso utilizadas como material suporte no reator anaeróbio: cápsulas de alumínio (a) e cápsulas de plástico (b).



Fonte: Do autor (2018).

Figura 3.6 – Discos internos presentes nas cápsulas de plástico.



Fonte: Do autor (2018).

A fim de se conhecer o diâmetro médio das cápsulas, foram realizadas três medidas de diâmetro com o auxílio de um paquímetro: na base da cápsula, no centro e próximo à borda. O procedimento foi repetido em três cápsulas de cada tipo e foi então calculado o diâmetro médio. O diâmetro dos discos também foi calculado realizando-se três medidas em três discos de cada

tipo, chegando-se a valores de diâmetro médio dos discos. Por meio do diâmetro médio e da altura das cápsulas, estimou-se a área superficial das mesmas, considerando a área lateral de um cilindro; e a área superficial dos discos foi estimada pela área do círculo.

As cápsulas, recolhidas junto a usuários de máquinas de café expresso, passaram pelo seguinte procedimento antes de serem utilizadas como material suporte:

- a) Foram abertas, retirando-se o material plástico de vedação superior;
- b) Retirou-se o pó de café presente no interior das cápsulas;
- c) Nas cápsulas de plástico, retirou-se o papel alumínio presente e os discos;
- d) Todas as cápsulas de alumínio, de plástico e os discos de plástico foram lavados com água corrente para remoção dos resíduos de café;
- e) As cápsulas de alumínio e parte das de plástico a serem utilizadas foram amassadas manualmente.

Optou-se pela utilização das cápsulas de alumínio amassadas, pelo fato de estas, visualmente, serem menos rugosas que as cápsulas de plástico. As cápsulas também foram observadas em microscópio de luz básico YS100 (Nikon).

3.3 Configuração dos reatores

As cápsulas e suas partes componentes foram dispostas aleatoriamente no interior dos reatores (FIGURA 3.7). No reator R1 foram utilizadas como material suporte 170 cápsulas de alumínio amassadas manualmente; em R2 foram utilizadas 40 cápsulas de plástico amassadas manualmente, 25 discos pretos e 15 brancos de plástico; e no R3, 40 cápsulas de plástico, 25 discos pretos e 15 brancos de plástico. Em cada reator foram utilizadas telas de plástico a altura de 25,0 cm a fim de impedir a flutuação do material suporte, coladas na parede do reator com massa epóxi.

Figura 3.7 – Configuração dos reatores: R1 (a), R2 (b) e R3 (c).



Fonte: Do autor (2018).

A massa total de material suporte (MS) no interior dos reatores foi medida em uma balança de precisão 0,001 kg, tarando-se a massa do reator e adicionando-se o MS. O volume de MS utilizado nos reatores foi calculado levando-se em consideração o princípio de Arquimedes: preencheu-se o reator com 3,5 L (V_1) de água e marcou-se a altura da água no seu interior; esvaziou-se o reator e preencheu-se com o MS; adicionou-se água até o nível marcado, anotando-se o volume de água que restou com auxílio de uma proveta de 500 mL (V_2), o qual correspondeu ao volume ocupado pelo MS. Repetiu-se o procedimento três vezes para cada reator com seu respectivo material suporte e calculou-se o volume de vazios (V_v) em cada reator (3.1).

$$V_v = \frac{V_1 - V_2}{V_1} \times 100 \quad (3.1)$$

em que:

- V_v : volume de vazios do material suporte nos reatores em porcentagem (%);
- V_1 : volume ocupado pelo líquido no interior do reator (mL);
- V_2 : volume ocupado pelo MS no reator (mL).

Também foi calculada a massa específica aparente do MS utilizado em cada reator pela equação 3.2.

$$D_{ap} = \frac{M}{V} \quad (3.2)$$

em que:

- D_{ap} : massa específica aparente do material suporte em cada reator (kg m^{-3});
- M : massa de material suporte utilizada em cada reator (g);
- V : volume ocupado pelo MS no reator (mL).

E ainda, calculou-se a área superficial específica do MS nos reatores pela equação 3.3, considerando-se a quantidade e a área superficial de cada material, uma vez que em R2 e R3, além das cápsulas, também foram utilizados os discos de plástico.

$$A_s = \frac{A_{MS} \times N}{V} \quad (3.3)$$

em que:

- A_s : área superficial específica do material suporte em cada reator ($\text{m}^2 \text{ m}^{-3}$);
- A_{MS} : área superficial do material suporte (m^2), referente à cápsula ou disco;
- N : quantidade de material suporte utilizada em cada reator;
- V : volume do reator (m^3).

3.4 Inoculação

Os reatores foram inoculados com lodo proveniente de reator UASB da ETE-UFLA. O volume de inóculo utilizado foi estipulado de acordo com Chernicharo (2016), que recomenda valores de carga orgânica biológica (COB) durante a partida entre 0,10 e 0,50 kg DQO kg^{-1} de SVT d^{-1} . A massa de microrganismos necessária para a inoculação dos reatores, foi calculada por meio da COB pela equação 3.4.

$$\text{COB} = \frac{Q \times S_0}{M} \quad (3.4)$$

em que:

- COB: carga orgânica biológica aplicada ao reator (kg de DQO kg⁻¹ de SVT d⁻¹);
- Q: vazão afluente de esgoto aos reatores (m³ d⁻¹);
- S₀: concentração de substrato afluente (kg de DQO m⁻³);
- M: massa de microrganismos presentes no reator (kg de SVT).

O teor de SVT do lodo do UASB foi analisado de acordo com a metodologia descrita pelo *Standard Methods for the Examination Water and Wastewater* (APHA; AWWA; WEF, 2005), no Laboratório de Águas Residuárias do Núcleo de Engenharia Ambiental e Sanitária da Universidade Federal de Lavras, encontrando-se uma concentração de 41465 mg de SVT L⁻¹. Dessa forma, adotando-se uma COB de 0,5 kg de DQO kg⁻¹ de SVT d⁻¹ para a partida dos reatores, uma vazão de 12,75 L d⁻¹ e sabendo-se que a S₀ analisada em períodos anteriores apresentou média de 900 mg DQO L⁻¹, chegou-se a um volume de inóculo de aproximadamente 500 mL em cada reator.

3.5 Métodos Analíticos

3.5.1 Variáveis físico-químicas

A fim de se avaliar o desempenho do sistema, no tratamento do esgoto sanitário, foram monitoradas as seguintes variáveis de qualidade: Temperatura, pH, Demanda Química de Oxigênio (DQO), Sólidos Totais (ST), Sólidos Voláteis Totais (SVT), Sólidos Fixos Totais (SFT), Sólidos Suspensos Totais (SST), Nitrogênio Total de Kjeldahl (NTK), Fósforo (P_T), Alcalinidade Total (AT), Alcalinidade Parcial (AP), Alcalinidade Intermediária (AI), Alcalinidade a Bicarbonato (AB), Alcalinidade a Ácidos Voláteis (AAV) e Ácidos Voláteis Totais (AVT). As análises foram realizadas no Laboratório de Águas Residuárias do Núcleo de Engenharia Ambiental e Sanitária da Universidade Federal de Lavras, a frequência e metodologias utilizadas estão apresentadas no Quadro 3.1.

Quadro 3.1 – Variáveis físico-químicas, frequência e metodologia de análises.

| Variável | Frequência de análise | Metodologia |
|---------------------------|-----------------------|---|
| DQO | 2 vezes por semana | Método de refluxo fechado titulométrico - <i>NBR 10357</i> (ABNT, 1988) |
| pH | 2 vezes por semana | Método eletrométrico - <i>Standard Methods for the Examination Water and Wastewater</i> (APHA; AWWA; WEF, 2005) |
| AAV, AVT, AT, AP, AI e AB | 2 vezes por semana | Método titulométrico proposto por Dilallo e Albertson (1961) e modificado por Ripley, Boyle e Converse (1986) |
| ST, SVT, SFT | 2 vezes por semana | Método gravimétrico - <i>Standard Methods for the Examination Water and Wastewater</i> (APHA; AWWA; WEF, 2005) |
| SST | a cada 15 dias | |
| NTK | a cada 15 dias | Método de Micro-Kjeldahl - <i>Standard Methods for the Examination Water and Wastewater</i> (APHA; AWWA; WEF, 2005) |
| P _T | a cada 15 dias | Método de digestão com ácido nítrico e sulfúrico colorimétrico - <i>Standard Methods for the Examination Water and Wastewater</i> (APHA; AWWA; WEF, 2005) |

Fonte: Do autor (2018).

3.5.2 Análise Estatística

A utilização de testes não-paramétricos tem sido mais indicada para a análise de dados ambientais, principalmente, de unidades de tratamento de esgotos, uma vez que esses dados dificilmente seguem a distribuição normal (OLIVEIRA, 2006; MATOS, 2015). Dessa maneira, aplicou-se os testes de *Mann-Whitney*, para comparação de duas amostras de dados independentes, e de *Kruskal-Wallis*, para comparação de agrupamentos, ambos com nível de significância de 5,0%. Ainda, para verificação da correlação entre duas variáveis, foi aplicado o teste de *Spearman*, com 5,0% de significância. As análises estatísticas foram realizadas no *software Statistica 10*. As tabelas comparativas dos dados analisados encontram-se no Apêndice deste trabalho.

3.5.3 Quantificação da Biomassa

A quantificação da biomassa dispersa e da biomassa aderida foi realizada indiretamente por meio do teor de sólidos voláteis, considerando-se sua concentração como uma medida indireta da biomassa presente nos reatores. A quantificação da biomassa aderida ao material suporte foi realizada adaptando-se o procedimento analítico proposto por Araújo Jr (2006), levando-se em conta os Sólidos Voláteis Aderidos (SVA):

- a) Foi coletada uma porção do material suporte e transferida para um béquer de 250 mL;
- b) O material suporte foi lavado com água destilada e com auxílio de uma escova para promover o desprendimento da biomassa;
- c) O líquido foi separado do suporte e transferido para uma cápsula de porcelana, previamente pesada (P_0). A porção de suporte foi transferida para um béquer.
- d) As cápsulas de porcelana contendo o líquido separado e béquer contendo o suporte foram levadas à estufa, ajustada para temperatura de 105 °C, por cerca de 24 h até atingirem peso constante;
- e) Decorrido o tempo de secagem, a cápsula de porcelana e os suportes foram pesados, obtendo-se as respectivas massas P_1 e P_{suporte} ;
- f) Após pesagem, a cápsula de porcelana foi transferida para a mufla, onde permaneceu por 30 min a temperatura de 550 °C;
- g) Finalmente, após a calcinação na mufla, a cápsula de porcelana, contendo o líquido separado, foi novamente pesada, obtendo-se o valor de P_2 .

Assim, calculou-se a massa de sólidos totais aderidos (STA) e sólidos voláteis aderidos (SVA) por massa de suporte, conforme as equações 3.5 e 3.6:

$$STA = \frac{P_1 - P_0}{P_{\text{suporte}}} \times 10^3 \quad (3.5)$$

$$SVA = \frac{P_1 - P_2}{P_{\text{suporte}}} \times 10^3 \quad (3.6)$$

em que:

- STA: concentração de sólidos totais aderidos por massa de material suporte (mg g^{-1});
- SVA: concentração de sólidos voláteis aderidos por massa de material suporte (g mg^{-1});
- P_0 : massa da cápsula de porcelana (g);
- P_1 : massa da cápsula de porcelana após passar pela estufa (g);
- P_{suporte} : massa do material suporte (g);
- P_2 : massa da cápsula de porcelana após passar pela mufla (g).

O lodo intersticial, presente no fundo dos reatores, foi analisado pela metodologia de SVT (APHA; AWWA; WEF, 2005), quantificando-se os sólidos totais dispersos (STD) e sólidos voláteis dispersos (SVD) no volume total dos reatores, levando-se em consideração o volume de vazios de cada reator. Calculou-se, então, a massa de STD e SVD, conforme apresentados nas equações 3.7 e 3.8:

$$\text{STD} = \frac{P_1 - P_0}{V_{\text{amostra}}} \times V_{\text{reator}} \times V_v \times 10^3 \quad (3.7)$$

$$\text{SVD} = \frac{P_2 - P_1}{V_{\text{amostra}}} \times V_{\text{reator}} \times V_v \times 10^3 \quad (3.8)$$

em que:

- STD: massa de sólidos totais dispersos no reator (g);
- SVD: massa de sólidos voláteis dispersos no reator (g);
- P_0 : massa da cápsula de porcelana pesada previamente (g);
- P_1 : massa da cápsula de porcelana com resíduo do lodo, após passar pela estufa a temperatura de 105°C , por 24 h (g);
- P_2 : massa da cápsula de porcelana com resíduo do lodo após passar pela mufla, a temperatura de 550°C , por 30 min;

- V_{amostra} : volume de lodo intersticial analisado (mL);
- V_{reator} : volume do reator (L);
- V_v : volume de vazios do reator.

3.5.4 Análises microbiológicas

Ao final do experimento, foram retiradas amostras dos materiais suporte em cada reator e examinadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV). As cápsulas e seus componentes foram coletadas e cortadas em pequenas frações a fim de permitir a preparação para a análise. Posteriormente, foram imersas em solução fixativa Karnovsky's modificado (glutaraldeído 2,5% e formoldeído 2,5%), por um período de pelo menos 24 h. Após a fixação, as amostras foram lavadas em tampão cacodilato de sódio 0,05 M por três vezes com duração de 10 minutos cada lavagem. Em seguida, as amostras foram desidratadas em acetona 25, 50, 75 e 90% também por 10 minutos em cada concentração e em concentração de 100% por três vezes de 10 minutos. Por fim, as amostras foram montadas em *stubs* de alumínio com fita dupla de carbono e levadas ao aparelho de ponto crítico, modelo CPD 030, e, então, metalizadas em evaporador de ouro, modelo SCD 050. Após a preparação, as amostras dos materiais suporte de cada reator foram observadas em microscópio eletrônico de varredura (LEO EVO 40 – Carl Zeiss).

A biomassa dispersa nos reatores também foi analisada, ao final do experimento, por meio de Microscópio de epifluorescência (DM 2000 – Leica), a fim de se identificar a presença de arqueas metanogênicas. Foi utilizado o filtro *bandpass* verde L5 ET, o qual excita as células a um comprimento de onda entre 460 a 500 nm e emite comprimentos de onda na visualização entre 512 e 542 nm.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Características dos materiais suporte

As dimensões das cápsulas de café e dos discos utilizadas como material suporte nos reatores anaeróbios de leito fixo, bem como a área superficial estimada de cada material estão apresentados na Tabela 4.1. Já as características dos reatores anaeróbios preenchidos com cápsulas de café como material suporte (MS) estão apresentadas na Tabela 4.2.

Tabela 4.1 – Dimensões das cápsulas e discos utilizados como material suporte.

| Dimensões | Cápsulas de alumínio | Cápsulas de plástico | Discos de plástico |
|------------------------------------|-----------------------------|-----------------------------|---------------------------|
| Diâmetro médio (mm) | 26,7 | 42,6 | 27,8 |
| Altura (mm) | 28,20 | 34,93 | - |
| Área Superficial (m ²) | 0,005 | 0,009 | 0,001 |

Fonte: Do autor (2017).

Tabela 4.2 – Características dos reatores preenchidos com materiais suporte.

| Características | R1 | R2 | R3 |
|---|--------------------------------|---|---|
| MS utilizado | Cápsulas de alumínio amassadas | Cápsulas de plástico amassadas e discos de plástico | Cápsulas de plástico e discos de plástico |
| Volume do reator (L) | 4,4 | 4,4 | 4,4 |
| Volume de MS (L) | 0,337 | 0,219 | 0,175 |
| Massa de MS (g) | 170 | 120 | 120 |
| Massa específica aparente (g cm ⁻³) | 0,5 | 0,55 | 0,69 |
| Área superficial específica (m ² m ⁻³) | 183,06 | 96,01 | 96,01 |
| Volume de vazios (%) | 92 | 95 | 96 |

Fonte: Do autor (2018).

As dimensões das cápsulas se assemelham às do bambu ($d = 30$ mm e $h = 50$ mm), utilizado como material suporte por Tonetti et al. (2011), e aos anéis de Biobob® ($d = 45$ mm

e $h = 60$ mm) utilizados por Araujo (2014). Os valores de volume de vazios em R1, R2 e R3 foram superiores ao volume de vazios quando se utiliza anéis de bambu como material suporte (75,0%) e brita (55,0%), e próximos ao volume de vazios em filtros anaeróbios preenchidos com anéis de Raschig em metal (92,0%) e de Pall (94,0%) (TONETTI et al., 2011).

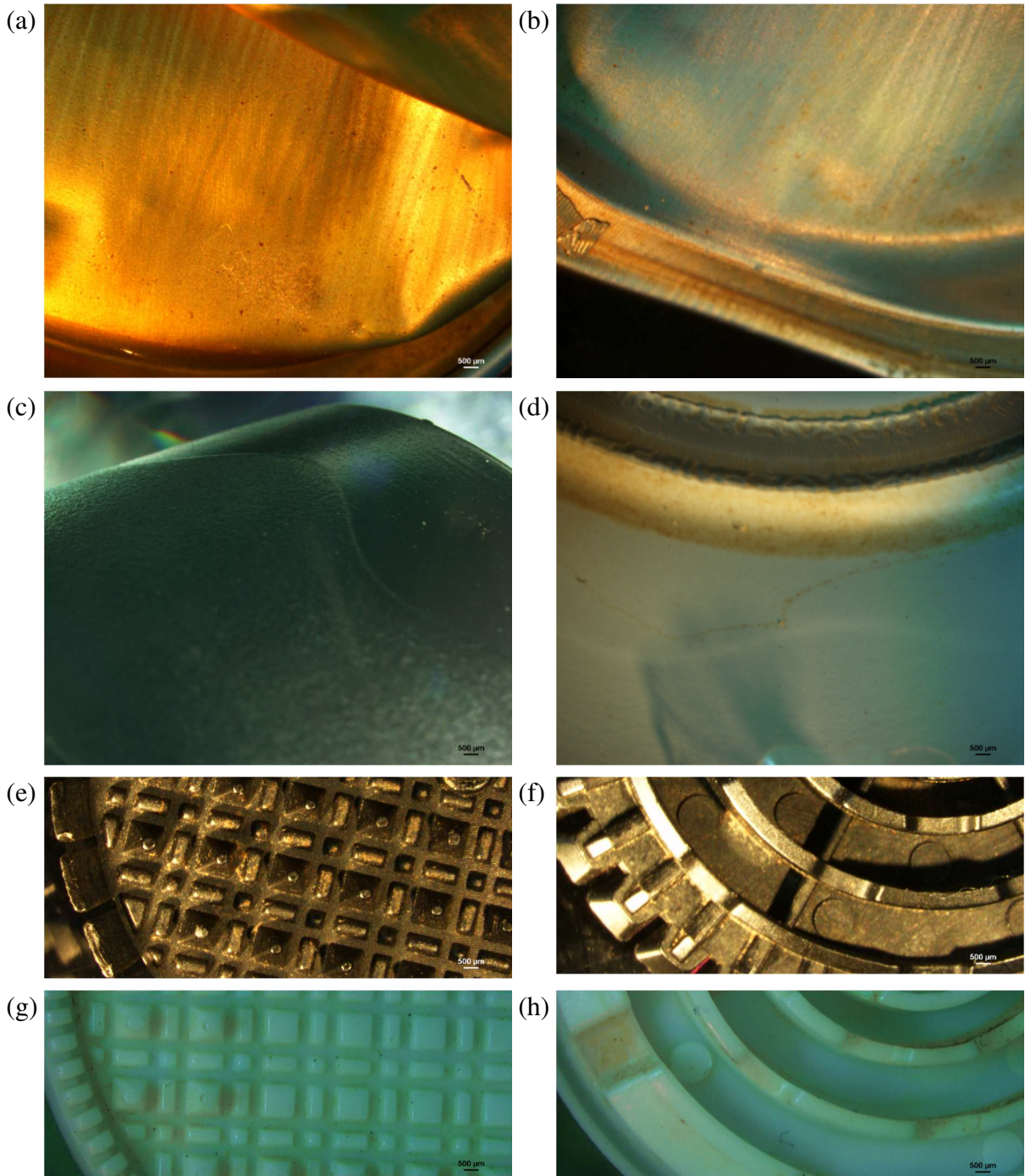
Mockaitis et al. (2014) utilizaram 32,0 g de fitas de poliuretano na imobilização da biomassa em um reator anaeróbio de 4,77 L, chegando-se a uma porosidade de 98,0%. As massas específicas aparentes do MS em R1 e R2 se assemelham ao valor de massa específica de $0,40 \text{ g cm}^{-1}$ do poliuretano utilizado como preenchimento de um reator aeróbio operado em batelada por Garcia et al. (2008).

As tampas e gargalos de garrafa PET, utilizados por Giustina, Miranda e Monteggia (2010) na imobilização de biomassa aeróbia, apresentaram área superficial específica de $150 \text{ m}^2 \text{ m}^{-3}$, valor que se encontra entre as áreas específicas verificadas nos reatores com cápsulas. Porém, as áreas superficiais em R1, R2 e R3 foram inferiores ao valor de $253 \text{ m}^2 \text{ m}^{-3}$, verificado por Oliveira et al. (2014) utilizando tampas de PET cortadas ao meio. O formato das cápsulas se assemelha às tampas de PET, além de também serem um material plástico.

Na Figura 4.1 estão apresentadas as imagens das cápsulas e seus componentes, obtidas por meio do microscópio de luz básico YS100 (Nikon) em um aumento de 7,5x. Observa-se que a cápsula de alumínio realmente possui superfície mais lisa que as cápsulas de plástico, como observado a olho nu. Também é possível observar as diferenças de ranhuras entre os discos brancos e pretos. As características do material suporte são importantes no processo de formação do biofilme, uma vez que fatores como a rugosidade e porosidade são essenciais para a adesão microbiana (ORTEGA et al., 2001; HAN et al, 2013).

Além disso, de acordo com Breitenbücher et al. (1990) o MS deve apresentar formato que não propicie o encaixe ou sobreposição, diferentemente do observado em R3. Como as cápsulas não foram amassadas neste reator, ocorreu o encaixe das mesmas devido à distribuição aleatória e à movimentação do líquido. Consequentemente houve uma queda na área específica real no interior do reator, o que pode ter interferido na adesão de microrganismos e no desempenho do reator. Pode, ainda, ter ocorrido a formação de volume morto no interior das cápsulas não amassadas, uma vez que o orifício no fundo das mesmas é pequeno, dificultando a passagem do líquido. Desse modo, justifica-se a utilização das cápsulas amassadas no sentido de evitar o encaixe e sobreposição do MS e ainda proporcionar mais espaços para a adesão da biomassa, uma vez que foi possível aumentar a área superficial específica no interior do reator com o maior número de cápsulas por volume.

Figura 4.1 – Superfícies das cápsulas e componentes observados em microscópio de luz básico com aumento de 7,5x: (a) superfície externa da cápsula de alumínio (b) interior da cápsula de alumínio (c) superfície externa da cápsula de plástico (d) interior da cápsula de plástico (e) superfície superior do disco preto (f) superfície inferior do disco preto (g) superfície superior do disco branco (h) superfície inferior do disco branco.

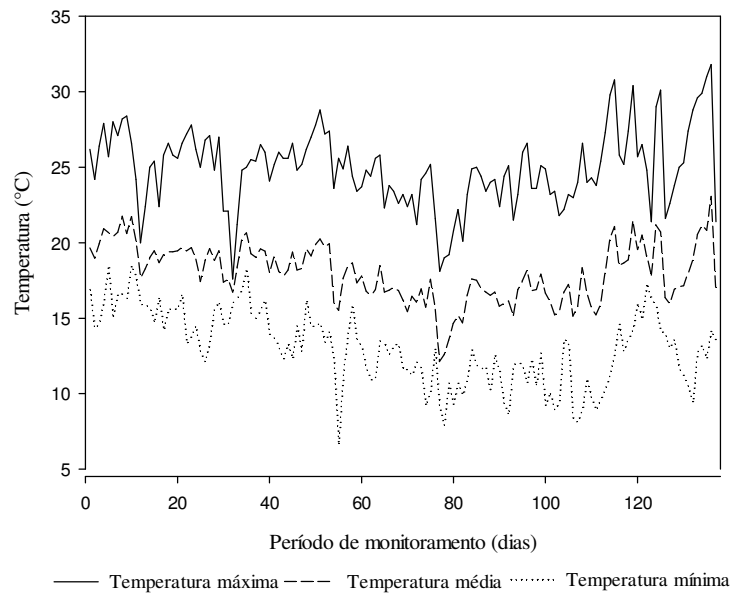


Fonte: Do autor (2018).

4.2 Condições Operacionais

Durante os 137 dias de monitoramento (de abril a setembro de 2017), a temperatura ambiente máxima registrada foi de 31,8 °C, a mínima de 6,6 °C e a média de 18,0 °C (Figura 4.2).

Figura 4.2 – Variação da temperatura ambiente (°C) ao longo do período de monitoramento.



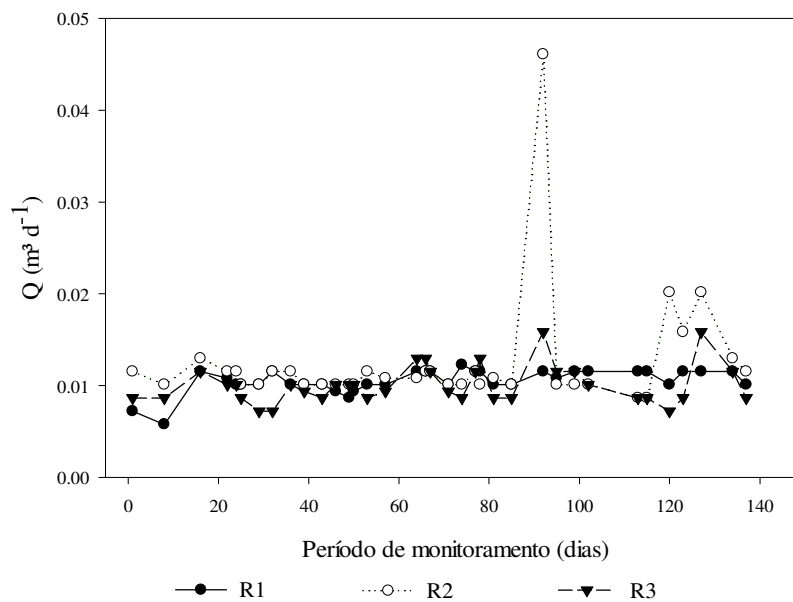
Fonte: Do autor (2018).

Apesar da reduzida taxa de crescimento microbiano que ocorre em baixas temperaturas, o desempenho dos reatores não foi influenciado negativamente durante o período experimental. Considerando todo o período de monitoramento, as médias de remoção de matéria orgânica na forma de DQO nos reatores R1, R2 e R3 foram de $84,0 \pm 6,0\%$, $83,0 \pm 6,0\%$ e $83,0 \pm 8,0\%$, respectivamente. Tais eficiências foram bastante superiores à verificada por Ladu e Lü (2014), que registraram eficiência média de remoção de DQO de 44,0%, operando um filtro anaeróbio preenchido com material não-tecido no tratamento de esgoto doméstico rural, a uma temperatura ambiente de 18,0 °C e COV de 0,07 kg de DQO $\text{m}^{-3} \text{d}^{-1}$. Porém, se assemelham aos resultados encontrados por Han et al. (2013) que utilizaram cerâmica como material suporte em filtros anaeróbios, tratando efluente doméstico sintético a temperaturas entre 18,0 e 21,0°C e COV de 4,8 kg de DQO $\text{m}^{-3} \text{d}^{-1}$, chegando-se a eficiência máxima de 76,0% de remoção de DQO. Os altos valores de eficiência alcançados pelas unidades indicam que a utilização de material suporte contribuiu para a eficiência dos filtros anaeróbios mesmo a baixas temperaturas, devido ao fato de a biomassa aderida ser mais resistente que a biomassa granular

a variações de temperatura, o que se explica pela estruturação dos microrganismos aderidos (BERGAMO et al., 2009).

A vazão de operação dos reatores pouco variou durante o período de monitoramento, uma vez que as bombas peristálticas, responsáveis pelo bombeamento do efluente tratado, foram reguladas um dia antes de serem realizadas as coletas do efluente para análise (FIGURA 4.3). Alguns picos de vazão registrados foram devido aos problemas apresentados pelas bombas, como, por exemplo, a entrada de ar nas bombas, principalmente em R2.

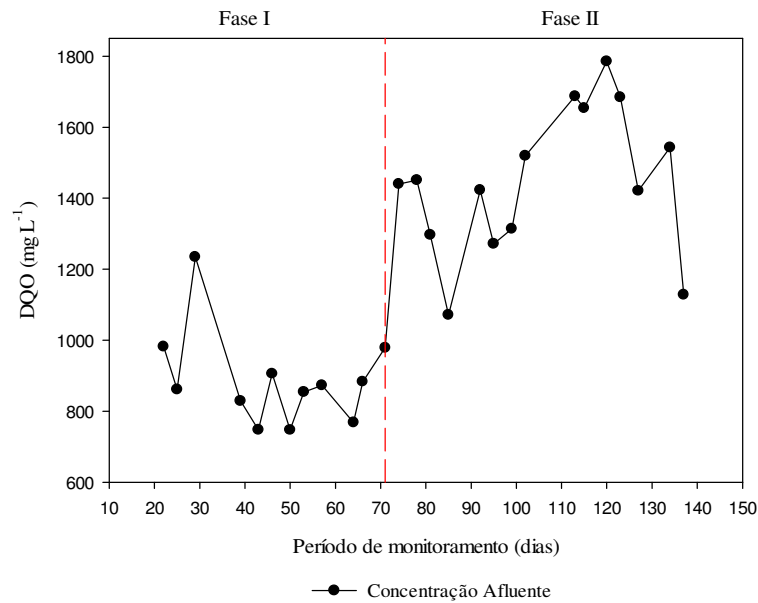
Figura 4.3 – Variação da vazão ($\text{m}^3 \text{d}^{-1}$) ao longo do período de monitoramento.



Fonte: Do autor (2018).

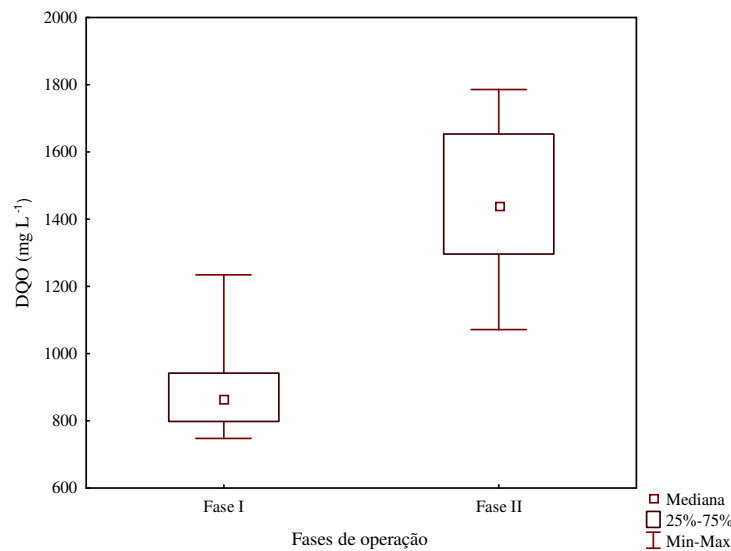
Apesar da pouca variação na vazão de esgoto nos reatores, as cargas orgânicas volumétricas (COV) aplicadas sofreram alterações não esperadas inicialmente. Isso ocorreu devido às mudanças nas características do esgoto recebido pela ETE-UFLA. Após o 71º dia de monitoramento, teve início a operação de mais uma estação elevatória de esgoto (EEE) instalada no *campus*, a EEE Veterinária, o que ocasionou um aumento na concentração de DQO afluente aos reatores, caracterizando o experimento por duas fases de operação (FIGURA 4.4). Tal fato foi comprovado pelo teste de *Mann-Whitney* ($\alpha = 0,05$), em que houve diferença significativa na concentração de DQO afluente, comparando-se os períodos anterior e posterior ao início da operação da EEE Veterinária, e também na COV aplicada aos reatores ($p < 0,05$). O gráfico *Box Plot* da concentração de DQO afluente está apresentado na Figura 4.5.

Figura 4.4 – Concentração de DQO (mg L^{-1}) afluyente aos reatores durante o período de monitoramento.



Fonte: Do autor (2018).

Figura 4.5 – Gráfico *Box Plot* da concentração de DQO (mg L^{-1}) no período anterior e posterior ao início da operação da EEE Veterinária.



Fonte: Do autor (2018).

No entanto, quando se compara as eficiências de remoção de matéria orgânica nas duas fases de operação delimitadas, não há diferença significativa ($p > 0,05$) em nenhum dos reatores, ou seja, apesar do aumento na carga orgânica aplicada, os desempenhos dos reatores não sofreram alterações significativas, o que será discutido melhor posteriormente.

4.3 Desempenho dos reatores anaeróbios de leito fixo

As características do afluente e dos efluentes de cada um dos reatores quanto ao pH e formas de alcalinidade são apresentadas na Tabela 4.3. As medianas das respectivas variáveis em cada fase, bem como a comparação estatística, são apresentadas na Tabela 1 do Apêndice. Na Figura 4.6 apresenta-se a variação temporal da COV aplicada aos reatores e do pH, e na Figura 4.7 a variação da alcalinidade a bicarbonato (AB) e dos ácidos voláteis totais (AVT).

O pH médio de cada fase e de todo período monitorado se manteve próximo a neutralidade e sofreu um leve aumento em relação ao pH afluente dos reatores, sendo a diferença significativa ($p < 0,05$) somente entre o afluente e R3, nas duas fases de operação. Como pode ser observado na Figura 4.6b, ocorreram variações nos valores de pH entre as duas fases, porém, a queda nos valores observados somente foi significativa para o afluente ($p < 0,05$), indicando a estabilidade dos reatores e a capacidade de tamponamento dos mesmos. A queda de pH registrada no 92º dia de operação está relacionada a um pico da COV recebida pelos reatores, e apesar das variações ocorridas na COV em R1, R2 e R3, o pH pouco variou, mais um fato que indica a estabilidade de operação dos reatores.

Conforme pode ser observado na Tabela 4.3, os valores médios de alcalinidade bicarbonato (AB) efluente dos reatores foram maiores que o afluente, porém, não diferiram estatisticamente entre si ($p > 0,05$). Observa-se ainda (TABELA 1, APÊNDICE), que as concentrações de AB foram estatisticamente menores na segunda fase de operação, devido ao aumento da COV aplicada aos reatores, o que causou maior vulnerabilidade ao sistema quando submetido a alterações nas condições operacionais, como picos na carga orgânica aplicada, por exemplo. Porém, mesmo com baixos valores de AB, os reatores mantiveram bom desempenho na segunda fase de operação (FIGURA 4.7a).

As concentrações de ácidos voláteis totais (AVT) não diferiram estatisticamente ($p > 0,05$) entre afluente e efluente, ao contrário do verificado por Fernandes e Oliveira (2006) e Foco e Nour (2014), em que a concentração de AVT diminuiu em relação ao afluente, indicando a capacidade de tamponamento do sistema. Na segunda fase de operação, como houve um aporte de carga orgânica (FIGURA 4.6a), esperava-se que as concentrações de AVT fossem maiores que na primeira fase, porém, observa-se pela Figura 4.7b que isso não ocorreu, diferentemente do descrito por Fia et al. (2012), utilizando filtros anaeróbios no tratamento de água residuária do café.

Tabela 4.3 – Valores médios e desvio padrão de pH e das formas de alcalinidade afluente e efluente dos reatores em cada fase operacional.

| Variáveis | Unidade | | Fase I | Fase II |
|-----------|---|----------|---------------------------|---------------------------|
| pH | | Afluente | 7,6±0,3 ⁽¹⁵⁾ | 7,6±0,2 ⁽¹⁵⁾ |
| | | R1 | 7,7±0,4 ⁽¹⁵⁾ | 7,7±0,1 ⁽¹⁵⁾ |
| | | R2 | 7,7±0,3 ⁽¹⁵⁾ | 7,7±0,2 ⁽¹⁵⁾ |
| | | R3 | 7,8±0,3 ⁽¹⁵⁾ | 7,9±0,2 ⁽¹⁵⁾ |
| AB | mg L ⁻¹ de CaCO ₃ | Afluente | 176±39 ⁽¹²⁾ | 119±39 ⁽¹⁴⁾ |
| | | R1 | 193±28 ⁽¹²⁾ | 162±29 ⁽¹⁴⁾ |
| | | R2 | 184±24 ⁽¹²⁾ | 156±37 ⁽¹⁴⁾ |
| | | R3 | 186±41 ⁽¹²⁾ | 157±32 ⁽¹⁴⁾ |
| AVT | mg L ⁻¹ de HAc | Afluente | 226±84 ⁽¹²⁾ | 119±39 ⁽¹⁴⁾ |
| | | R1 | 277±66 ⁽¹²⁾ | 184±70 ⁽¹⁴⁾ |
| | | R2 | 257±64 ⁽¹²⁾ | 178±74 ⁽¹⁴⁾ |
| | | R3 | 269±77 ⁽¹²⁾ | 179±71 ⁽¹⁴⁾ |
| AT | mg L ⁻¹ de CaCO ₃ | Afluente | 219±38 ⁽¹²⁾ | 194±33 ⁽¹⁴⁾ |
| | | R1 | 216±27 ⁽¹²⁾ | 191±28 ⁽¹⁴⁾ |
| | | R2 | 208±25 ⁽¹²⁾ | 187±32 ⁽¹⁴⁾ |
| | | R3 | 210±37 ⁽¹²⁾ | 188±29 ⁽¹⁴⁾ |
| AI/AP | | Afluente | 0,29±0,10 ⁽¹²⁾ | 0,38±0,14 ⁽¹⁴⁾ |
| | | R1 | 0,25±0,07 ⁽¹²⁾ | 0,32±0,09 ⁽¹⁴⁾ |
| | | R2 | 0,27±0,06 ⁽¹²⁾ | 0,32±0,09 ⁽¹⁴⁾ |
| | | R3 | 0,25±0,05 ⁽¹²⁾ | 0,31±0,11 ⁽¹⁴⁾ |

(n) em parênteses o número de dados considerado para a média.

Fonte: Do autor (2018).

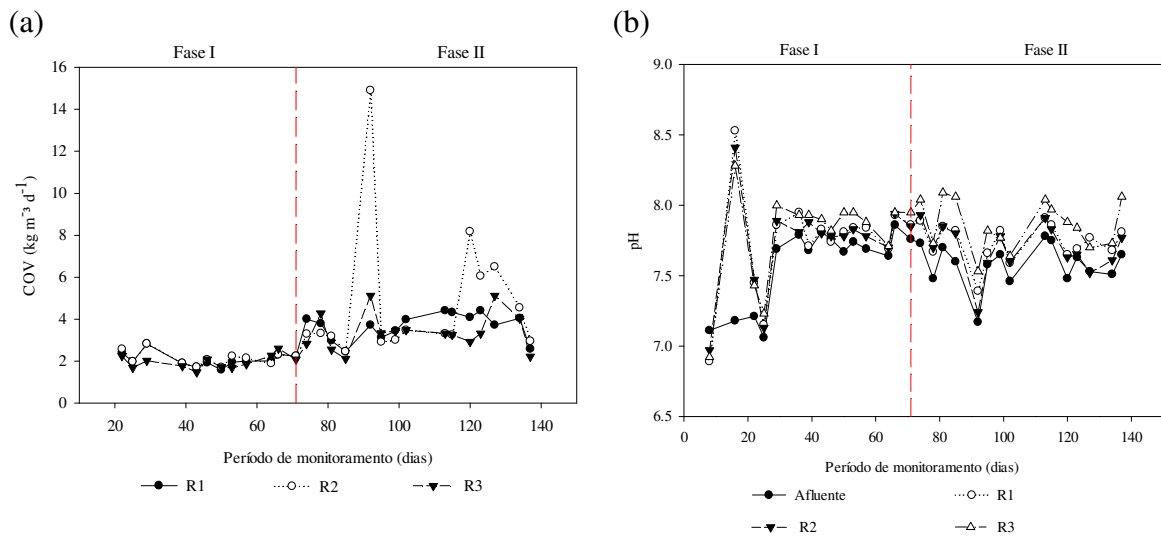
As grandes variações na COV aplicada aos sistemas, como foi observado na segunda fase de operação, poderiam afetar negativamente o desempenho dos reatores. Porém, nesta fase, os valores médios de AVT estiveram mais próximos ao valor limite de 150 mg L⁻¹ de HAc, em que pode ocorrer a inibição da atividade metanogênica, contribuindo para a manutenção das eficiências de remoção de DQO nos reatores, mesmo com o aumento da COV aplicada (PEREIRA; CAMPOS; MONTERANI, 2009).

Os valores de AT também não diferiram estatisticamente do afluente para o efluente de cada reator e, entre as duas fases de operação, os valores foram estatisticamente diferentes somente em R1, com uma queda da AT. Isso indica que não houve produção adequada de AB pelo sistema, e que a capacidade de tamponamento ocorreu somente pela alcalinidade já presente no esgoto da ETE-UFLA.

Os valores médios de AT (TABELA 4.3) foram menores que o verificado por Mockaitis et al. (2014), como sendo de 226,6 mg L⁻¹ de CaCO₃. Tal fato se deve às baixas temperaturas

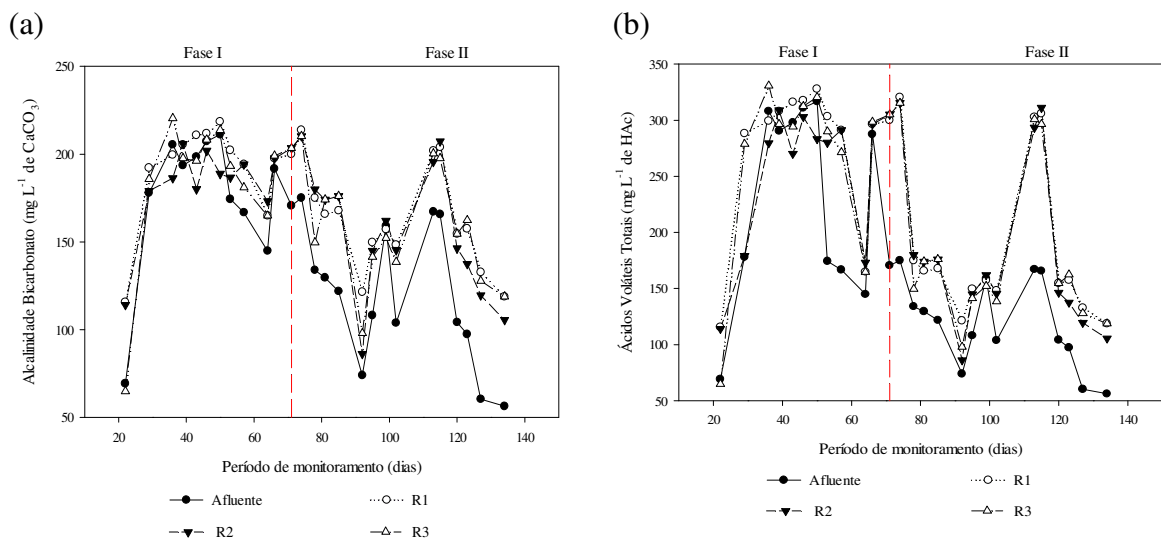
em que os reatores operaram na maioria do tempo, uma vez que o consumo de acetato, H_2 e CO_2 pelas arqueas metanogênicas é afetado, provocando a diminuição dos valores de AT efluente em relação ao afluente (FERNANDES; OLIVEIRA, 2006). Além disso, pode ter ocorrido acumulação de carbonatos pouco solúveis no interior do biofilme formado nos materiais suporte, acarretando num elevado consumo da alcalinidade (FOCO; NOUR, 2014).

Figura 4.6 – Variação temporal da COV aplicada aos reatores (a) e do pH afluente e efluente de cada reator (b).



Fonte: Do autor (2018).

Figura 4.7 – Variação temporal da AB e AVT.



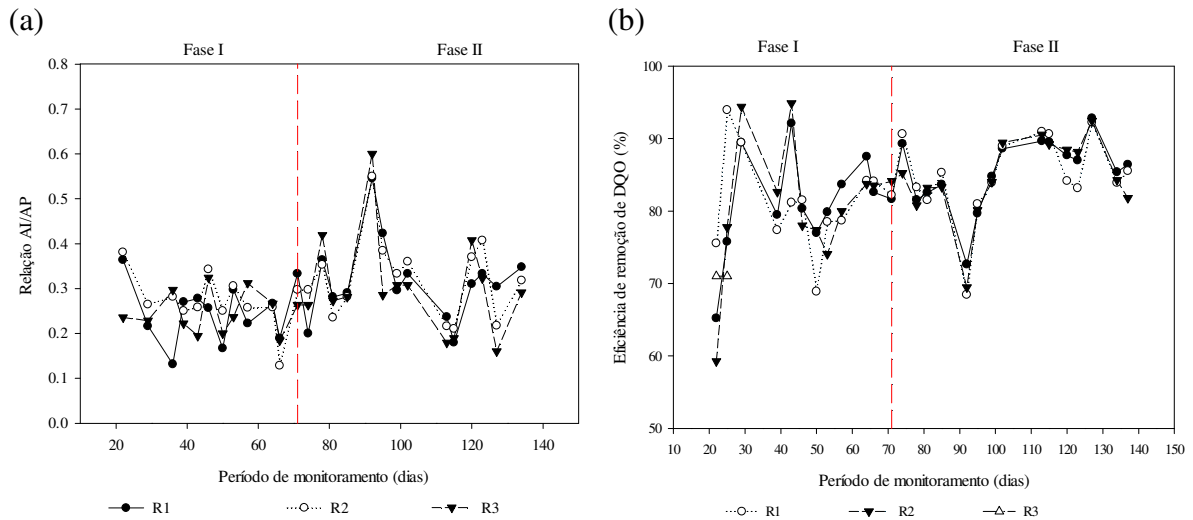
Fonte: Do autor (2018).

A variação temporal das relações entre alcalinidade intermediária e alcalinidade parcial (AI/AP) e das eficiências de remoção de DQO nos reatores está apresentada na Figura 4.8. A relação AI/AP média ficou abaixo de 0,30 em todos os reatores na primeira fase de operação (TABELA 4.3). Observa-se que a relação AI/AP foi maior que 0,30 na maioria das análises da segunda fase de operação, porém, não houve queda acentuada na eficiência de remoção de DQO nos reatores, uma vez que a estabilidade da digestão anaeróbia pode ocorrer para valores superiores a 0,30 (CHERNICHARO, 2016; FORESTI et al., 1999).

De acordo com Zhao e Kugel (1996) a capacidade de tamponamento dos reatores sofre redução em valores entre 0,40 e 0,80, sendo inexistente acima desse limite. Mesmo na segunda fase de operação, em que os valores de AI/AP foram mais elevados, em nenhum dos reatores ocorreu inibição da capacidade de tamponamento, uma vez que se mantiveram abaixo de 0,80. Pereira, Campos e Monterani (2009) verificaram valores de AI/AP superiores a 0,50 durante a operação de um reator UASB no tratamento de efluente de suinocultura. Apesar da alta relação AI/AP apresentada pelo reator operado a uma COV de $59 \text{ kg DQO m}^{-3} \text{ d}^{-1}$, observou-se a tendência de diminuição desses valores ao longo do período de operação, indicando a aclimatização da biomassa e o bom desempenho do processo de digestão anaeróbio.

Analisando-se a correlação entre as relações AI/AP em cada reator e as eficiências de remoção de DQO pelo teste de *Spearman*, com 5,0% de significância, verifica-se que não há correlação significativa entre essas variáveis na primeira fase de operação. Porém, na segunda fase de operação, R1 e R2 apresentaram correlação negativa entre os valores de AI/AP e as porcentagens de remoção de DQO, ou seja, com a diminuição dos valores de AI/AP ocorreu aumento nas eficiências dos referidos reatores. Uma relação AI/AP baixa indica que há uma maior concentração de alcalinidade bicarbonato em relação aos ácidos voláteis totais, demonstrando a capacidade do sistema em neutralizar os ácidos produzidos durante a hidrólise. Dessa forma, o processo de digestão anaeróbia se dá de forma mais estável, favorecendo a produção de metano pelas arqueas metanogênicas, as quais possuem faixa de crescimento ótimo em pH entre 6,6 e 7,4, e aumentando a eficiência de remoção de matéria orgânica (CHERNICHARO, 2016).

Figura 4.8 – Variação temporal da relação AI/AP e remoção de DQO.



Fonte: Do autor (2018).

As concentrações médias e desvio padrão das variáveis DQO, ST, SVT e SST afluente e efluente a cada reator, para cada fase de operação delimitada, as COV médias aplicadas e as eficiências de remoção das respectivas variáveis de monitoramento estão apresentadas na Tabela 4.4. Na Tabela 2 do Apêndice são apresentados os valores de mediana das COV aplicadas aos reatores, concentrações de DQO, ST, SVT e SST, as eficiências de remoção e ainda a comparação estatística entre as fases de operação e entre os reatores.

Durante a primeira fase de operação, as COV aplicadas aos reatores não sofreram grandes alterações, o que resultou em uma menor variação nos valores médios de eficiências de remoção de DQO. Além de não haver diferença significativa ($p > 0,05$) entre as COV aplicadas, as concentrações efluentes de DQO também não diferiram entre R1, R2 e R3. Na segunda fase de operação, as concentrações efluentes de DQO também não variaram estatisticamente entre os reatores, porém, com o aumento da COV aplicada em relação à primeira fase, houve consequente aumento na concentração efluente de DQO em R1 e R3. No entanto, em R2 não houve diferença significativa entre a primeira e segunda fase de operação quanto às concentrações de DQO efluente ao reator, indicando estabilidade do sistema frente a variações de COV. Apesar das variações ocorridas nas COV aplicadas aos reatores, as eficiências de remoção de DQO não variaram entre as fases, e também foram estatisticamente iguais entre os reatores em cada fase ($p > 0,05$).

Tabela 4.4 – Valores médios e desvio padrão das COV aplicadas e das concentrações afluente e efluente de DQO, ST, SVT, SST e respectivas eficiências de remoção, para cada fase operacional.

| Variáveis | Unidade | | Fase I | Fase II |
|----------------|---|----------|---------------------------|--------------------------|
| COV | (kg DQO m ⁻³ d ⁻¹) | R1 | 2,1±0,3 ⁽¹²⁾ | 3,7±0,6 ⁽¹⁵⁾ |
| | | R2 | 2,1±0,3 ⁽¹²⁾ | 4,8±3,2 ⁽¹⁵⁾ |
| | | R3 | 2,0±0,3 ⁽¹²⁾ | 3,4±0,9 ⁽¹⁵⁾ |
| DQO | mg L ⁻¹ | Afluente | 889±134 ⁽¹²⁾ | 1458±229 ⁽¹⁵⁾ |
| | | R1 | 167±68 ⁽¹²⁾ | 205±71 ⁽¹⁵⁾ |
| | | R2 | 163±51 ⁽¹²⁾ | 219±92 ⁽¹⁵⁾ |
| | | R3 | 169±89 ⁽¹²⁾ | 211±80 ⁽¹⁵⁾ |
| ST | mg L ⁻¹ | Afluente | 907±134 ⁽¹³⁾ | 1322±182 ⁽¹⁵⁾ |
| | | R1 | 417±56 ⁽¹³⁾ | 351±44 ⁽¹⁵⁾ |
| | | R2 | 460±114 ⁽¹³⁾ | 348±42 ⁽¹⁵⁾ |
| | | R3 | 441±114 ⁽¹³⁾ | 353±36 ⁽¹⁵⁾ |
| SVT | mg L ⁻¹ | Afluente | 435±108 ⁽¹³⁾ | 704±130 ⁽¹⁵⁾ |
| | | R1 | 113±59 ⁽¹³⁾ | 103±54 ⁽¹⁵⁾ |
| | | R2 | 157±111 ⁽¹³⁾ | 107±56 ⁽¹⁵⁾ |
| | | R3 | 144±123 ⁽¹³⁾ | 106±52 ⁽¹⁵⁾ |
| SST | mg L ⁻¹ | Afluente | 413±93 ⁽⁸⁾ | 839±167 ⁽⁷⁾ |
| | | R1 | 22±10 ⁽⁸⁾ | 26±10 ⁽⁷⁾ |
| | | R2 | 29±19 ⁽⁸⁾ | 27±11 ⁽⁷⁾ |
| | | R3 | 15±10 ⁽⁸⁾ | 26±10 ⁽⁷⁾ |
| Remoção de DQO | % | R1 | 81,0±7,0 ⁽¹²⁾ | 85,0±5,0 ⁽¹⁵⁾ |
| | | R2 | 81,0±6,0 ⁽¹²⁾ | 85,0±6,0 ⁽¹⁵⁾ |
| | | R3 | 81,0±9,0 ⁽¹²⁾ | 85,0±6,0 ⁽¹⁵⁾ |
| Remoção de ST | % | R1 | 53,0±8,0 ⁽¹³⁾ | 73,0±5,0 ⁽¹⁵⁾ |
| | | R2 | 48,0±15,0 ⁽¹³⁾ | 73,0±5,0 ⁽¹⁵⁾ |
| | | R3 | 51,0±12,0 ⁽¹³⁾ | 73,0±4,0 ⁽¹⁵⁾ |
| Remoção de SV | % | R1 | 74,0±12 ⁽¹³⁾ | 85,0±7,0 ⁽¹⁵⁾ |
| | | R2 | 64,0±27,0 ⁽¹³⁾ | 85,0±8,0 ⁽¹⁵⁾ |
| | | R3 | 69,0±22,0 ⁽¹³⁾ | 85,0±7,0 ⁽¹⁵⁾ |
| Remoção de SST | % | R1 | 94,0±3 ⁽⁸⁾ | 93,0±3,0 ⁽⁷⁾ |
| | | R2 | 92,0±6,0 ⁽⁸⁾ | 93,0±3,0 ⁽⁷⁾ |
| | | R3 | 96,0±4,0 ⁽⁸⁾ | 93,0±3,0 ⁽⁷⁾ |

(n) em parênteses o número de dados considerado para a média.

Fonte: Do autor (2018).

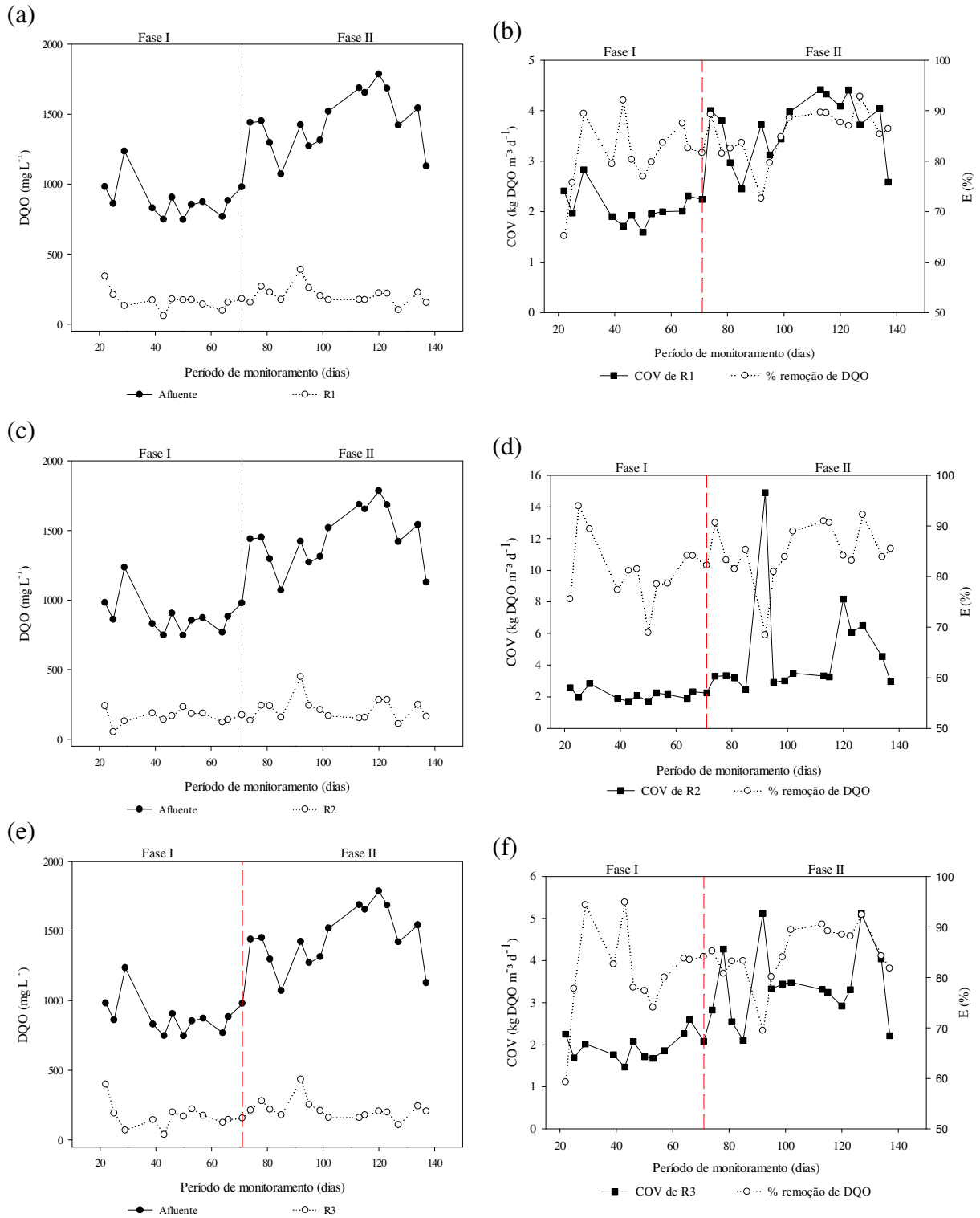
Na Figura 4.9 apresenta-se a variação da concentração de DQO afluente e efluente aos reatores e ainda o comportamento das eficiências de remoção de DQO nos reatores em relação à COV aplicada. Ao longo do experimento, as vazões nos reatores sofreram variações que comprometeram a estabilidade do sistema, não sendo possível manter eficiências de remoção constantes. No entanto, mesmo diante às variações, os reatores mantiveram satisfatórias eficiências de remoção de matéria orgânica, sendo a sedimentação o principal processo de tratamento, uma vez que se verificou elevadas eficiências de remoção de sólidos nos reatores.

Apesar da maior estabilidade na COV aplicada na primeira fase de operação, observa-se uma queda significativa na eficiência do 50º dia do período de monitoramento, porém, sem grande variação nas concentrações efluentes aos reatores. No referido dia, os valores de AVT foram um dos maiores registrados, e apesar da relação AI/AP ter se mantido abaixo de 0,30, tal fato pode ter influenciado na estabilidade dos microrganismos anaeróbios, visto que os sistemas ainda se encontravam no período de aclimação.

Na segunda fase de operação, também se observa no 92º dia uma elevada queda na eficiência de remoção de DQO, principalmente em R2, que se explica pela elevação na COV do referido dia, causada pela elevação da vazão devido a problemas na operação das bombas. Observa-se ainda, que nos últimos dias de operação ocorreram maiores variações na COV aplicada aos reatores e nas eficiências. Tal fato pode ser explicado pelas maiores variações de temperatura ambiente a que os reatores foram submetidos, o que pode ter influenciado no desempenho dos microrganismos responsáveis pela remoção de matéria orgânica e ainda por possíveis problemas nas condições operacionais das bombas de sucção dos efluentes.

A variação da remoção de DQO acompanhou a variação da COV aplicada aos reatores, apresentando, na maioria das análises, uma eficiência de remoção menor quando a COV aumentava bruscamente. Porém, aplicando-se o teste de *Spearman*, não há correlação significativa entre a COV aplicada a cada reator e sua eficiência de remoção de DQO ($p > 0,05$).

Figura 4.9 – Variação temporal da concentração de DQO afluente e efluente dos reatores R1 (a), R2 (c) e R3 (e), e variação das eficiências de remoção de DQO em relação a COV aplicada em R1 (b), R2 (d) e R3 (f).



Fonte: Do autor (2018).

Rodrigues et al. (2016) tratando água residuária de abatedouro de frangos em um sistema combinando UASB e filtro anaeróbio preenchido com brita nº 4, verificaram eficiências médias de remoção de DQO de 60,8% no filtro anaeróbio, operando-se a uma COV média de 0,23 kg DQO m⁻³ d⁻¹ e TDH de 3,05 horas. Garcia et al. (2008) verificaram eficiência de apenas 33,0% de remoção de DQO, utilizando polietileno de baixa densidade (PE) como material suporte em um reator anaeróbio em batelada no tratamento de esgoto doméstico, a um TDH de 8 h e DQO média afluyente de 337,0±82,0 mg L⁻¹. No presente trabalho, mesmo operando a COVs mais elevadas, os reatores apresentaram eficiências de remoção de DQO superiores, o que pode ser devido ao maior TDH de R1, R2 e R3, cujas médias foram de 9,4±1,6; 8,9±1,8 e 10,4±1,9 h, respectivamente.

As eficiências médias de remoção de DQO em R1, R2 e R3 se assemelham aos valores relatados por Mockaitis et al. (2014) e Fia. et al. (2012), que avaliaram a eficiência de reatores anaeróbios tendo espuma de poliuretano como material suporte para imobilização da biomassa, e verificaram eficiências médias de remoção de matéria orgânica de 78,0 e 80,0%, respectivamente. Fia et al. (2012) trabalharam com água residuária de despouamento de café, operando-se um filtro anaeróbio a uma COV de 4,41 kg m⁻³ d⁻¹, valor próximo às COVs aplicadas aos reatores na segunda fase de operação, os quais apresentaram eficiências médias de remoção de DQO de 85,0% em R1, R2 e R3, com desvio padrão de 5,0; 6,0 e 6,0%, respectivamente.

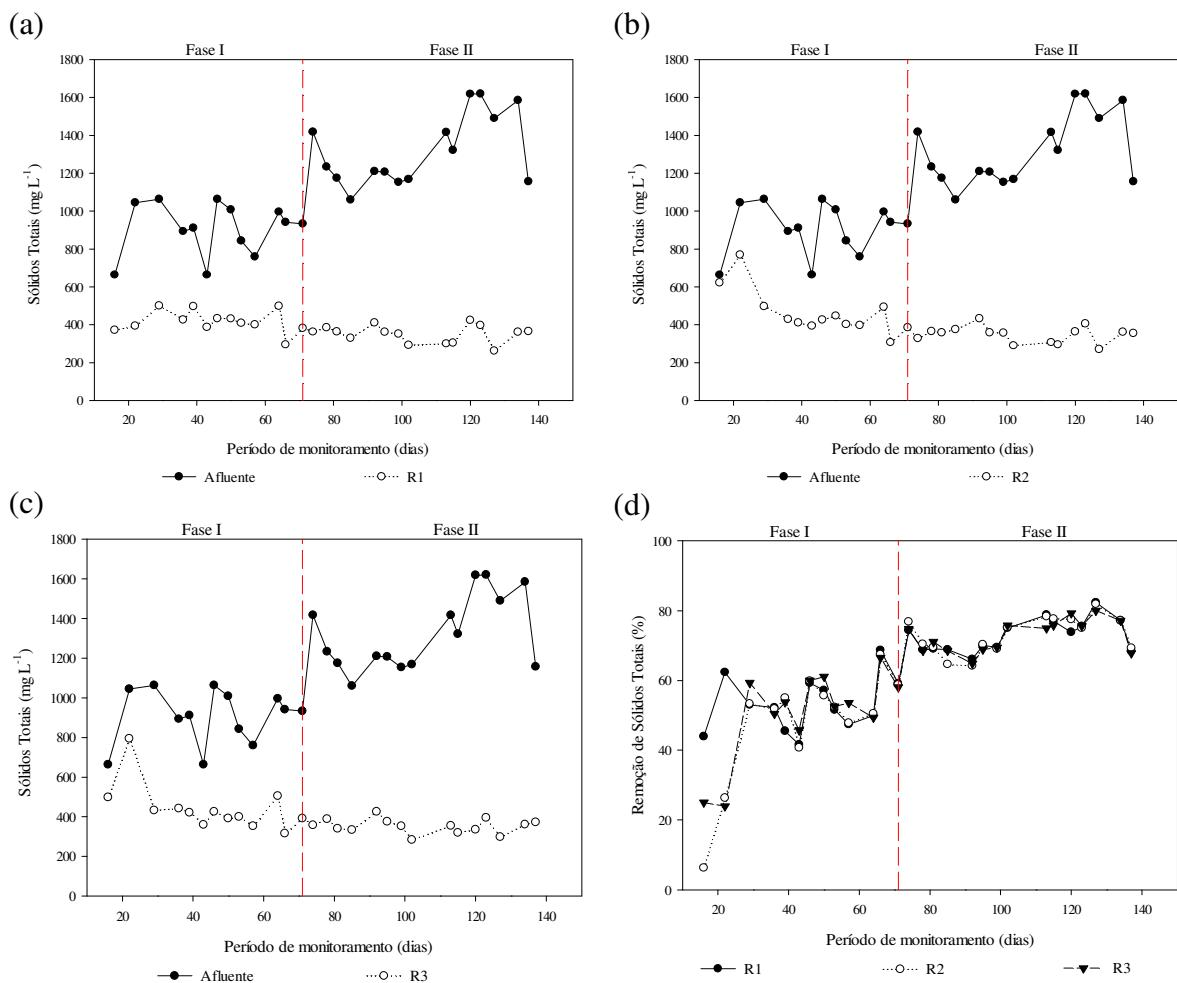
López-López et al. (2013) utilizaram uma rocha vulcânica, denominada de *Tezontle*, para imobilização da biomassa em um filtro anaeróbio de escoamento ascendente com porosidade do meio de 65,0%. Os autores verificaram que a influência da temperatura foi o fator mais importante no aumento da remoção de matéria orgânica, uma vez que a eficiência de remoção de DQO aumentou de 57,0%, a 20,0 °C, para 85,7%, a 35,0 °C, em um TDH de 24 h. No presente trabalho, os reatores eram submetidos à temperatura ambiente, o que influenciou diretamente no desempenho dos mesmos. Porém, mesmo operando a temperaturas próximas a 20,0 °C, apresentaram eficiências médias de remoção de DQO superiores a verificadas por López-López et al. (2013), como sendo de 59,9%, a temperatura de 20,0 °C, TDH de 12 h e DQO afluyente de 475,2 mg L⁻¹.

A variação na concentração de ST, SVT afluyente e efluyente, e suas eficiências de remoção são apresentadas nas Figuras 4.10 e 4.11, respectivamente. Os maiores valores efluyente de sólidos verificados na primeira fase de operação são devido ao arraste da biomassa inoculada na partida e à adaptação do sistema às condições operacionais, inclusive com a ocorrência de eficiências negativas de remoção de SVT em R2. E ainda pela menor velocidade de decantação

da biomassa produzida, devido à alta viscosidade do esgoto a baixas temperaturas, que acarreta em baixa decantação de sólidos nos reatores (FIA, 2008).

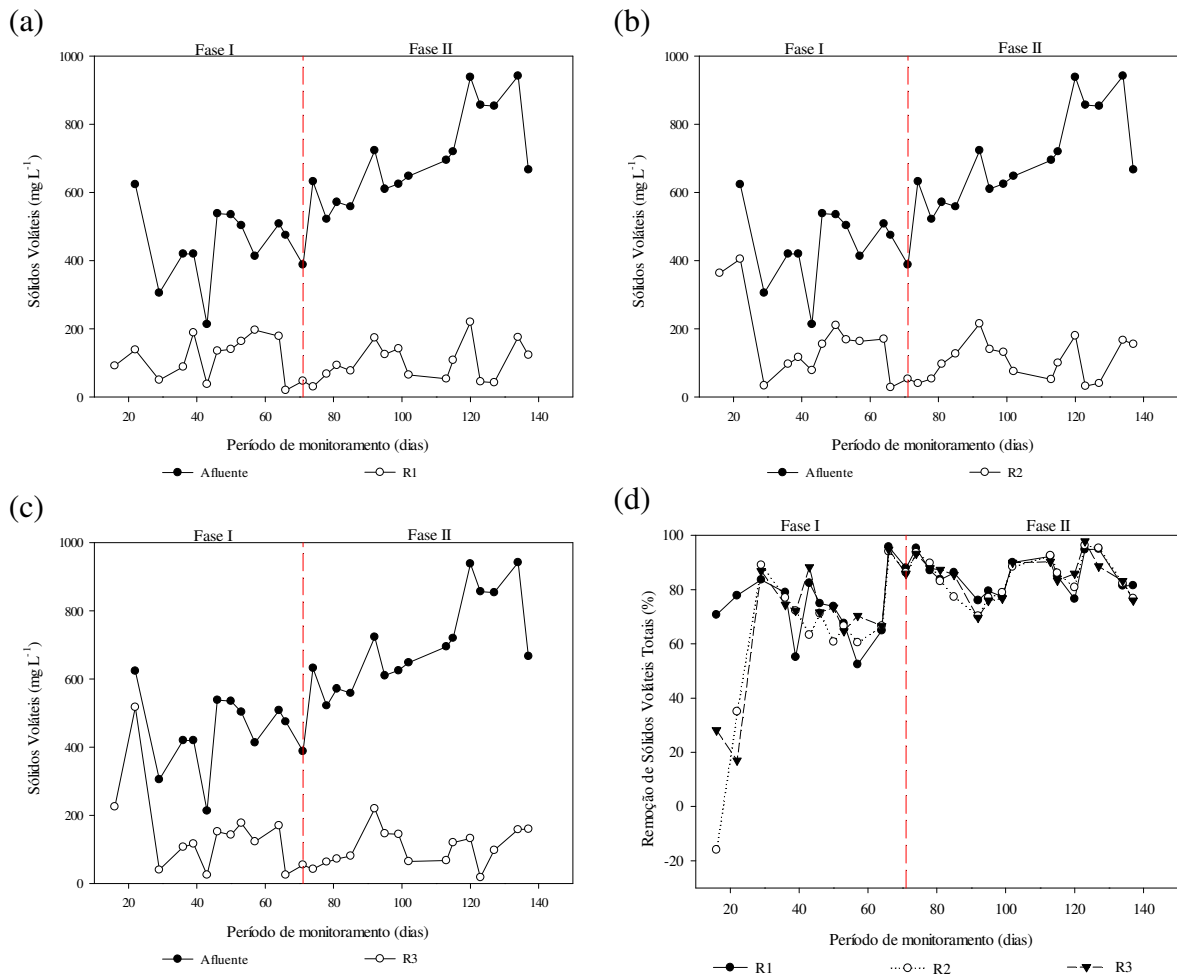
A perda de sólidos nos reatores no início do período de operação acarretou em eficiências de remoção de DQO mais baixas. Tal fato também influenciou no desempenho no início da segunda fase de operação, em que ocorreu um aumento brusco na COV aplicada e menores eficiências de remoção, devido à pouca quantidade de biomassa presente nos reatores. Estatisticamente, a remoção de ST e SVT foi maior na segunda fase de operação ($p < 0,05$), e se manteve mais constante, indicando a maior estabilidade das unidades, mesmo frente a variações na COV. Em ambas as fases não houve diferença significativa nas eficiências de remoção entre os reatores ($p > 0,05$).

Figura 4.10 – Variação temporal da concentração de ST afluyente e efluente em R1 (a), R2 (b), R3 (c) e eficiências de remoção de ST (d).



Fonte: Do autor (2018).

Figura 4.11 – Variação temporal da concentração de SVT afluente e efluente em R1 (a), R2 (b), R3 (c) e eficiências de remoção de SVT (d).

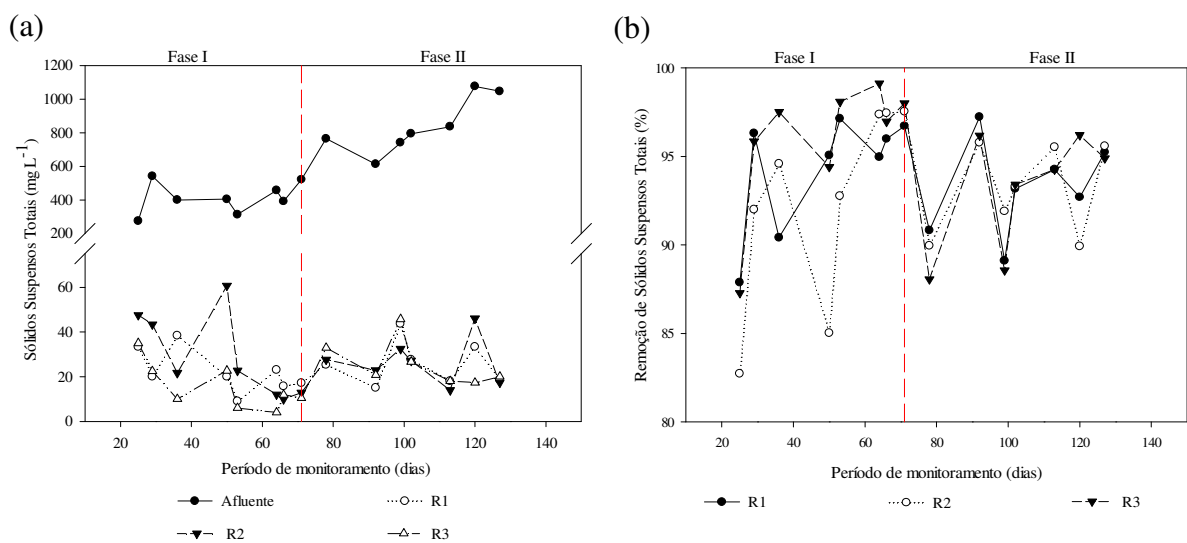


Fonte: Do autor (2018).

Fia et al. (2012) operando filtros anaeróbios no tratamento de água residuária de café, preenchidos com escória de alto-forno, espuma de poliuretano e brita, verificaram que para os valores de COV de 1,57; 2,40 e 1,67 kg DQO m⁻³ d⁻¹, as eficiências de remoção de SVT foram de 49%, 57% e 46%, para cada material suporte utilizado, respectivamente. Na primeira fase de operação de R1, R2 e R3, operando-se com valores de COV semelhantes aos referidos autores, verificou-se que as eficiências médias de remoção de SVT foram superiores, 74,0±12,0%, 64,0±27,0% e 69,0±22,0%, respectivamente. O mesmo ocorreu na segunda fase de operação em que as médias de remoção de SVT foram de 85,0±7,0% em R1, 85,0±8,0% em R2 e 85,0±7,0 em R3, e a COV média aplicada a cada reator foi de 3,7±0,6, 4,8±3,2 e 3,4±0,9 kg DQO m⁻³ d⁻¹, valores superiores aos relatados por Fia et al. (2012), em que para uma COV de 4,41 kg DQO m⁻³ d⁻¹ aplicada ao reator preenchido com espuma de poliuretano obteve-se remoção de 60,0% de SV, sendo a maior apresentada entre os materiais suporte estudados.

A variação na concentração de SST afluente e efluente ao longo do período de monitoramento, e suas eficiências de remoção são apresentadas na Figura 4.12. Apesar do aumento significativo na concentração afluente da primeira para a segunda fase de operação ($p < 0,05$), não houve diferença significativa nas concentrações efluente a cada reator e nas respectivas eficiências de remoção entre as duas fases e entre os reatores ($p > 0,05$), tendo apresentado elevadas eficiências de remoção de SST.

Figura 4.12 – Variação temporal da concentração de SST afluente e efluente dos reatores (a) e eficiências de remoção de SST (b).



Fonte: Do autor (2018).

A degradação da matéria orgânica em filtros anaeróbios está diretamente relacionada a remoção de sólidos suspensos, uma vez que, nestes reatores, o tratamento dos esgotos se dá principalmente por processos físicos de remoção de poluentes. Desse modo, as elevadas eficiências de remoção de SST contribuíram para eficiência dos reatores na remoção de DQO, assim como verificado por Tonon et al. (2015). Os autores trabalharam com filtros anaeróbios preenchidos com cascas de coco no tratamento de efluente doméstico com DQO média de $982,0 \pm 424,0$ mg L⁻¹, e alcançaram uma média de $65,0 \pm 15,0\%$ de remoção de DQO, com concentração efluente de SST de $62,0 \pm 24,0$ mg L⁻¹.

As concentrações efluente de SST em R1, R2 e R3, nas duas fases de operação, estiveram abaixo do valor médio de $33,0 \pm 14,0$ mg L⁻¹, verificadas por Cruz et al. (2013), utilizando cascas de coco verde como suporte em filtro anaeróbio no tratamento de esgoto doméstico. Durante dois anos de operação do filtro, os autores não verificaram a colmatação do meio suporte, e não foi necessária a efetuação de retirada do lodo, indicando que não houve

formação de um lodo denso, o que melhoraria o desempenho do filtro. Pode-se inferir que o mesmo ocorreu no presente estudo, uma vez que o período de operação dos reatores foi de apenas 137 dias.

4.4 Remoção de nutrientes

Na Tabela 4.5 estão apresentados os valores médios e desvio padrão de COV, pH, DQO, Nitrogênio Total de Keidjhal (NTK), Fósforo Total (P_T), relação DQO:N:P, e eficiências de remoção de NTK e P_T para o período de monitoramento como um todo. Como a frequência de análises de nutrientes foi menor, optou-se por não considerar o experimento como sendo conduzido em duas fases de operação, uma vez que o número de dados disponíveis foi menor. Os valores de mediana das concentrações de NTK e P_T , bem como as respectivas eficiências de remoção e a comparação estatística entre os reatores são apresentados na Tabela 3 do Apêndice.

Por se tratar de um processo anaeróbico, já se esperava que a remoção de nutrientes fosse baixa nos reatores, uma vez que a incorporação de nutrientes pelos microrganismos não é significativa, devido à baixa taxa de crescimento microbiano (CHERNICHARO, 2016). Desse modo, a remoção de nutrientes ocorreu principalmente por processos físicos e não biológicos. Pelo Teste de *Kruskal-Wallis* ($\alpha = 0,05$), não houve diferença estatística entre os reatores na remoção de nutrientes, portanto, as diferentes configurações de material suporte não interferiram no desempenho dos sistemas.

Tabela 4.5 – Valores médios e desvio padrão de COV, pH, DQO, NTK e P_T , relação DQO:N:P e eficiências de remoção de N e P_T nos reatores durante todo período de monitoramento.

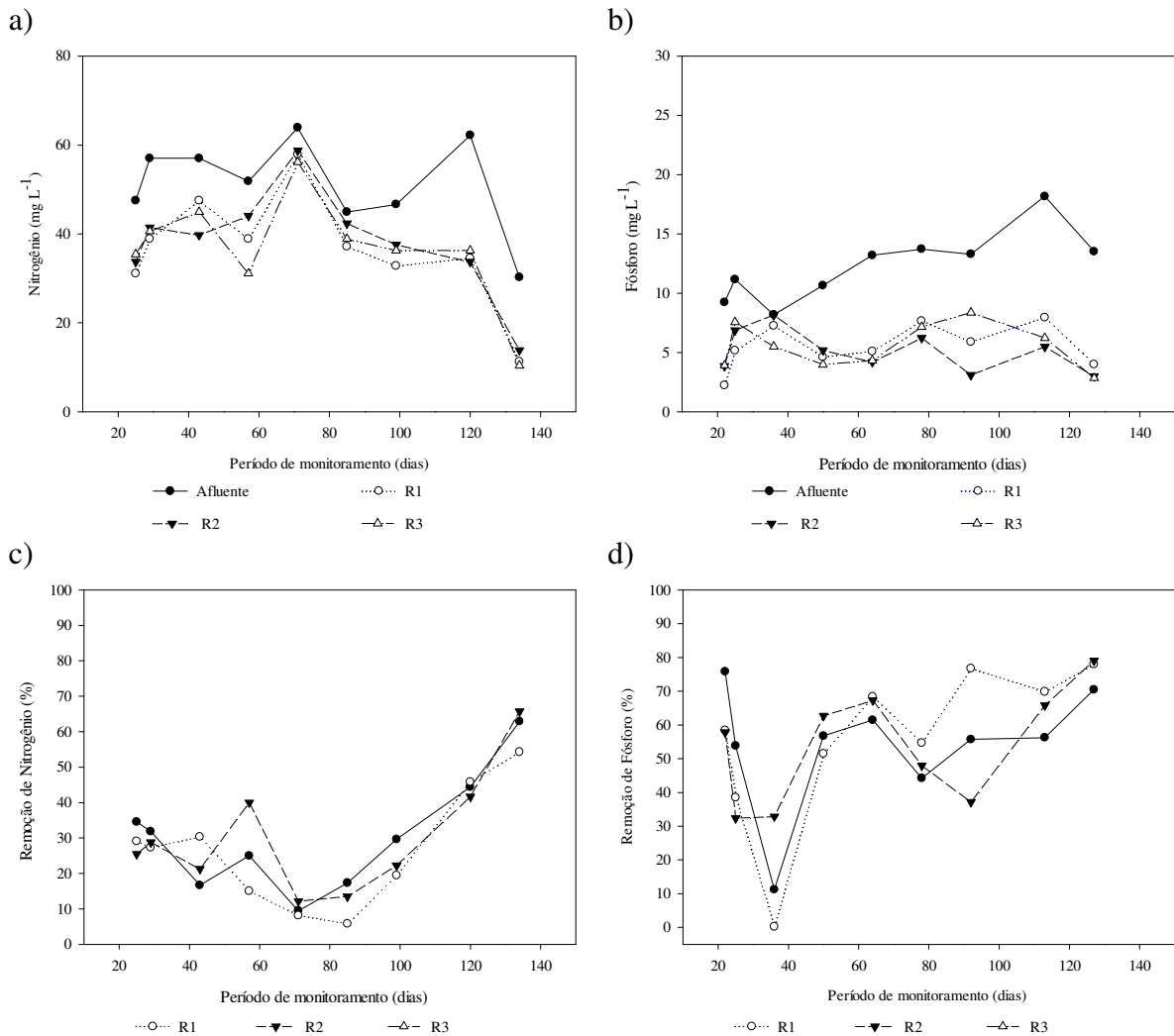
| Variáveis | Unidade | Afluente | Efluente | | |
|------------------|---------------------------------------|--------------------------|--------------------------|--------------------------|--------------------------|
| | | | R1 | R2 | R3 |
| COV | (kg m ⁻³ d ⁻¹) | | 3,0±1,0 ⁽²⁷⁾ | 3,6±2,7 ⁽²⁷⁾ | 2,8±1,0 ⁽²⁷⁾ |
| pH | | 7,6±0,2 ⁽³⁰⁾ | 7,7±0,3 ⁽³⁰⁾ | 7,7±0,3 ⁽³⁰⁾ | 7,8±0,3 ⁽³⁰⁾ |
| DQO | mg L ⁻¹ | 1198±332 ⁽²⁷⁾ | 189±69 ⁽²⁷⁾ | 193±75 ⁽²⁷⁾ | 196±83 ⁽²⁷⁾ |
| NTK | mg L ⁻¹ | 51±10 ⁽⁹⁾ | 37± 13 ⁽⁹⁾ | 38±12 ⁽⁹⁾ | 37±12 ⁽⁹⁾ |
| P_T | mg L ⁻¹ | 12±3 ⁽⁹⁾ | 6±2 ⁽⁹⁾ | 5±2 ⁽⁹⁾ | 6±2 ⁽⁹⁾ |
| DQO:N:P | | 100:4:1 | - | - | - |
| Remoção de NTK | % | - | 30,0±16,0 ⁽⁹⁾ | 26,0±16,0 ⁽⁹⁾ | 30,0±17,0 ⁽⁹⁾ |
| Remoção de P_T | % | - | 54,0±19,0 ⁽⁹⁾ | 55,0±24,0 ⁽⁹⁾ | 54,0±17,0 ⁽⁹⁾ |

(n) em parênteses o número de dados considerado para a média.

Fonte: Do autor (2018).

Na Figura 4.13 estão apresentadas as variações temporais das concentrações de NTK e P_T afluente e efluente aos reatores, assim como as eficiências de remoção de nutrientes. Na referida figura, é possível observar que, apesar de as eficiências de remoção de nutrientes terem variado bastante ao longo do experimento, com o aumento da COV a partir do 71º dia de operação, houve um pequeno aumento nas eficiências de N e P_T , corroborando o trabalho de Ladu e Lü (2014). Os autores atribuíram a maior remoção de nutrientes do sistema ao aumento da necessidade nutricional dos microrganismos para seu crescimento, uma vez que a remoção de nutrientes em ambientes anaeróbios está intimamente relacionada à demanda para síntese celular.

Figura 4.13 – Variação temporal das concentrações afluente e efluente aos reatores de N (a) e P_T (b), e eficiências de remoção de N (c) e P_T (d).



Fonte: Do autor (2018).

A remoção de nitrogênio ficou abaixo da remoção de NTK de 41,3% verificada por Fia R. et al. (2010), em que filtros anaeróbios, preenchidos com brita, foram utilizados no tratamento de água residuária do café, operando-se a uma COV de $4,89 \text{ kg m}^{-3} \text{ d}^{-1}$ de DQO. Foco e Nour (2014) relataram que não houve remoção de nitrogênio tratando-se esgoto doméstico em filtro anaeróbio com TDH de 12 h, ocorrendo apenas a transformação de N-orgânico em N-amoniacal. A remoção de nitrogênio ocorrida nos reatores anaeróbios preenchidos com cápsulas de café nas diferentes configurações (R1, R2 e R3) podem ser devido a sua incorporação à biomassa em crescimento, assim como as eficiências de remoção de NTK de até 55,0 e 34,0% observadas em filtros anaeróbios preenchidos com escória de alto-forno e brita, respectivamente (LUIZ, 2007). Porém, a sedimentação de nitrogênio, associada à elevada sedimentação de sólidos no interior dos reatores, foi o principal mecanismo que contribuiu para as eficiências de remoção do nutriente, uma vez que mecanismos de remoção biológica não são significativos em ambiente anaeróbio.

Fia R. et al. (2010) não verificaram diferenças na remoção de fósforo quando se variou a COV aplicada a filtros anaeróbios, aumentando-se a COV de $1,91 \text{ kg m}^{-3} \text{ d}^{-1}$ de DQO para $4,89 \text{ kg m}^{-3} \text{ d}^{-1}$ de DQO, a eficiência de remoção de P_T foi de 20,2% para 20,4%. Duda e Oliveira (2011) utilizaram um reator UASB seguido de filtro anaeróbio como tratamento anaeróbio de água residuária de suinocultura. Trabalhando-se com uma elevada COV de $23,2 \text{ kg m}^{-3} \text{ d}^{-1}$ de DQO, chegou-se a uma remoção de fósforo de 68,0% no reator UASB, e observou-se que o filtro anaeróbio não provocou um aumento na eficiência. Tal fato pode ter ocorrido devido à precipitação do fósforo e consequente retenção do mesmo na forma de lodo no UASB.

Devido à baixa taxa de crescimento microbiano anaeróbio, a remoção de fósforo se deu principalmente por processos de sedimentação e precipitação. A remoção do fósforo por sedimentação está diretamente relacionada à elevada remoção de sólidos suspensos verificada nos reatores. Ainda pode ter ocorrido a precipitação do fósforo, devido ao fato de o pH no sistema ter se mantido acima da neutralidade e o esgoto doméstico apresentar quantidades consideráveis de íons cálcio e magnésio. Em pH alcalino, os íons cálcio (Ca^{2+}) e magnésio (Mg^{2+}) reagem com o fosfato, formando sais insolúveis. A presença de Mg^{2+} , além da remoção de fósforo, também contribui para a remoção de nitrogênio na forma de estruvita ($\text{MgNH}_4\text{PO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), um composto pouco solúvel em pH próximo ao neutro (MARONEZE, 2014). A precipitação de minerais, compostos principalmente por P, Mg e Ca, foi observada por Duda e Oliveira (2011) na superfície do bambu utilizado como material suporte em um filtro biológico percolador.

Ladu e Lü (2014) utilizaram um filtro anaeróbio com uma coluna de operação anóxica no tratamento de esgoto doméstico rural. Operando-se inicialmente os reatores em uma faixa de temperatura entre 18,0 e 24,0 °C, chegou-se a uma eficiência de remoção de N de 33,0% e de P_T de 17,0%, com o aumento da temperatura, as eficiências elevaram para 38,0 e 44,0%, respectivamente. Mesmo operando a baixas temperaturas, os reatores R1, R2 e R3 apresentaram bom desempenho na remoção de nutrientes, uma vez que os reatores foram submetidos à temperatura ambiente, não havendo o controle dessa condição.

No que diz respeito às necessidades nutricionais do processo de digestão anaeróbio, a relação DQO:N:P do afluente (esgoto sanitário da UFLA), houve folga de nutrientes em relação à matéria carbonácea, de acordo com os valores recomendados por Chernicharo (2016), como sendo de 300:5:1 e Speece (1983), 500:5:1. A relação DQO:N:P verificada neste trabalho, pode ser devida à elevada concentração do esgoto da UFLA, principalmente quanto aos nutrientes, quando comparado ao esgoto doméstico, como consequência do efluente da EEE Veterinária e do restaurante universitário, o qual apresenta concentração de DQO superior a 2000 mg L⁻¹ (JUNQUEIRA, 2014). Quando há desequilíbrio nutricional pode ocorrer a formação de polímeros extracelulares, os quais protegem os microrganismos de condições desfavoráveis no ambiente (RIBEIRO et al., 2005). As concentrações afluente de NTK neste trabalho corroboram o valor médio de 53,5 mg L⁻¹ verificado por Tonon et al. (2015). No referido trabalho, este valor se mostrou suficiente para que ocorresse a degradação anaeróbia do esgoto doméstico em filtro anaeróbio com cascas de coco, uma vez que a remoção de matéria orgânica em filtros anaeróbios está associada à remoção de sólidos suspensos e a reações químicas na presença de compostos nitrogenados.

4.5 Análises microbiológicas

4.5.1 Quantificação da Biomassa

Na Tabela 4.6 são apresentadas as quantidades de biomassa aderida ao suporte em cada reator, na forma de sólidos totais aderidos (STA) e sólidos voláteis aderidos (SVA) por grama de material suporte e por litro de reator, como também as quantidades totais de biomassa aderida aos suportes.

Tabela 4.6 – Concentração de STA e SVA por massa de material suporte e volume útil dos reatores, e massa de biofilme aderido na forma de ST e SV.

| Reator | STA (mg g ⁻¹) | STA (g L ⁻¹) | STA (g) | SVA (mg g ⁻¹) | SVA (g L ⁻¹) | SVA (g) |
|--------|---------------------------|--------------------------|---------|---------------------------|--------------------------|---------|
| R1 | 40,5 | 1,6 | 6,9 | 12,4 | 0,5 | 2,1 |
| R2 | 36,9 | 1,0 | 4,4 | 12,6 | 0,3 | 1,5 |
| R3 | 18,5 | 0,5 | 2,2 | 7,5 | 0,2 | 0,9 |

Fonte: Do autor (2018).

Os reatores R2 e R3 diferem no material suporte apenas no fato de as cápsulas de plástico terem sido amassadas em R2, a fim de aumentar os espaços em que poderia ocorrer a retenção de microrganismos no material suporte. Por meio dos valores de STA e SVA verificados, observa-se que a estratégia foi eficiente, uma vez que o suporte em R2 apresentou adesão de sólidos totais duas vezes maior que R3 e de sólidos voláteis 1,7 vez maior. A utilização das cápsulas de alumínio amassadas, devido à baixa rugosidade de sua superfície, também se mostrou uma estratégia eficiente, uma vez que este material suporte foi o que apresentou maiores valores de STA e SVA. A área superficial específica no reator preenchido com cápsulas de alumínio foi a maior (183,06 m² m⁻³), o que contribuiu consideravelmente para a maior quantidade de biomassa aderida.

A quantidade de biomassa aderida, em todos os reatores, foi bastante superior à quando utilizado polietileno como material suporte, o qual apresentou concentrações de 5,7 mg g⁻¹ de STA e 4,4 mg g⁻¹ de SVA, e consequente eficiência de remoção de DQO de apenas 33,0%, devido a não apresentar características favoráveis a adesão dos microrganismos, como porosidade, por exemplo (GARCIA, 2006).

Os resultados, porém, foram inferiores aos utilizando espuma de poliuretano como suporte, com concentração de 12,2 g L⁻¹ de SVA verificada por Mockaitis et al. (2014), o que proporcionou remoção de DQO de 78,0%, e de 3,35 g L⁻¹ de SVA, verificada por Abreu e Zaiat (2008), com remoção de 64,0% de DQO. No entanto, o procedimento de inoculação utilizado por Mockaitis et al. (2014) pode ter influenciado positivamente na adesão da biomassa, uma vez que as fitas de poliuretano foram imersas em lodo de reator UASB durante duas horas, antes de serem alocadas no interior do reator. No presente experimento, o lodo de inóculo foi adicionado diretamente aos reatores, que permaneceram em repouso por um período de 24 h como sugerido por Chernicharo (2016).

Fia F. et al. (2010) quantificaram a adesão de biofilme em reatores anaeróbios preenchidos com escória de alto-forno, espuma de poliuretano e brita, os quais apresentaram

valores de 18,1; 2255,0 e 10,7 mg g⁻¹ de STA, e de 3,9; 1301,0 e 3,7 mg g⁻¹ de SVA, respectivamente. Os autores ainda constataram que apesar de a biomassa aderida a espuma de poliuretano, 2880,0 g de SVA, ser aproximadamente 2,8 vezes maior que à brita e escória, 937,0 e 1002,0 g de SVA, respectivamente, os reatores preenchidos com estes dois últimos materiais suporte também apresentaram eficiências satisfatórias.

As concentrações de lodo intersticial, ou seja, biomassa dispersa no interior dos reatores, quantificadas pelos sólidos totais dispersos (STD) e sólidos voláteis dispersos (SVD) são apresentadas na Tabela 4.7, bem como a quantidade total de biomassa dispersa. E na Tabela 4.8 é apresentada uma comparação entre a massa de lodo inoculada na partida dos reatores e à biomassa quantificada ao final do experimento.

Tabela 4.7 – Concentração de STD e SVD por volume útil dos reatores e quantidade total de biomassa dispersa no interior dos reatores na forma de ST e SV.

| Reator | STD (g L⁻¹) | STD (g) | SVD (g L⁻¹) | SVD (g) |
|---------------|-------------------------------|----------------|-------------------------------|----------------|
| R1 | 6,6 | 26,8 | 2,1 | 8,7 |
| R2 | 4,5 | 18,8 | 1,4 | 5,9 |
| R3 | 9,0 | 37,9 | 2,9 | 12,4 |

Fonte: Do autor (2018).

Tabela 4.8 – Massa de ST e SVT da biomassa inoculada no início do experimento e ao final da operação dos reatores.

| Reator | ST inoculado (g) | ST final (g) | SVT inoculado (g) | SVT final (g) |
|---------------|-------------------------|---------------------|--------------------------|----------------------|
| R1 | 51,5 | 33,7 | 25,7 | 10,8 |
| R2 | 51,5 | 23,3 | 25,7 | 7,4 |
| R3 | 51,5 | 40,1 | 25,7 | 13,3 |

Fonte: Do autor (2018).

Por meio das Tabelas 4.7 e 4.8 pode-se observar que houve perda de biomassa no interior dos reatores em relação à quantidade utilizada para inocular os mesmos no início da operação. Tal fato justifica as baixas eficiências de remoção de ST e SVT nos primeiros dias de monitoramento, indicando que houve um arraste do lodo utilizado como inóculo. A maior perda de biomassa ocorreu em R2, uma vez que este reator apresentou maiores variações de vazão, e conseqüentemente elevadas velocidades ascensionais do líquido, o que propiciou o arraste da biomassa.

A baixa retenção de biomassa no interior dos reatores pode ainda ser justificada pelo período de operação, que foi de apenas 137 dias, e das baixas temperaturas, o que não favoreceu o desenvolvimento dos microrganismos. Os reatores, porém, mesmo em condições desfavoráveis, apresentaram eficiências de remoção relativamente altas, chegando a eficiências máximas de 93,0; 94,0 e 95,0% nos reatores R1, R2 e R3, respectivamente.

Apesar das diferenças na adesão e retenção de sólidos no interior dos reatores, tendo R1 apresentado maior quantidade de biomassa na forma de SVA e R3 a menor quantidade, as eficiências de remoção de matéria orgânica não variaram entre os reatores, o que pode ser devido à maior quantidade de biomassa dispersa no interior de R3 em relação a R1. Ainda, houve predominância de processos físicos de remoção de matéria orgânica em relação a processos biológicos, contribuindo para o bom desempenho dos reatores.

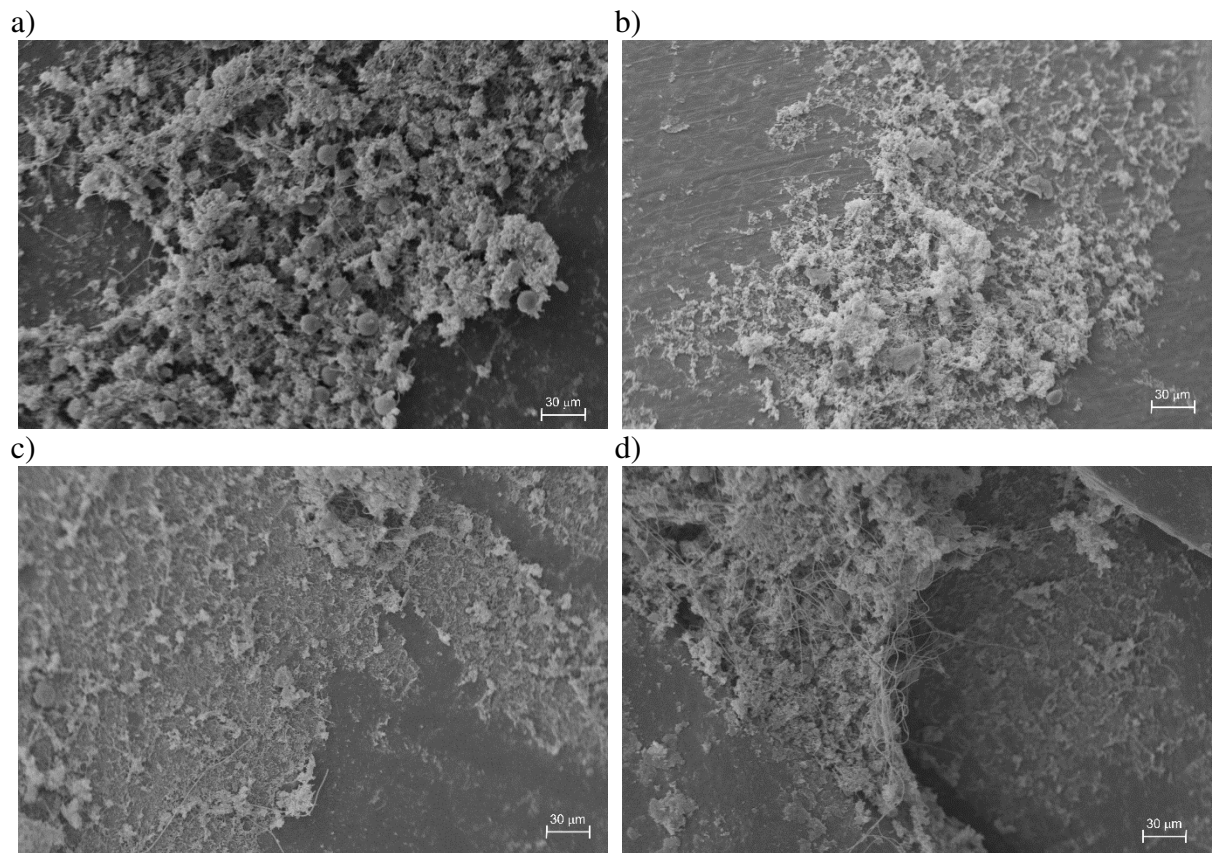
Diferenças nas COV aplicadas aos reatores, principalmente na segunda fase de operação, dificultaram a discussão entre a adesão dos microrganismos e o desempenho dos mesmos. Porém, observa-se que R2, mesmo tendo recebido maior COV e sofrido choques de carga, apresentou boa adesão dos microrganismos e satisfatória remoção de DQO, ST e SV, indicando que possivelmente a utilização de cápsulas de plástico amassadas é mais propícia para adesão dos microrganismos.

4.5.2 Avaliação Microscópica

Ao final do período de monitoramento dos reatores, foram coletadas amostras dos materiais suporte para observação em microscópio eletrônico de varredura (MEV). Na Figura 4.14 são apresentadas as imagens obtidas em um aumento de 600 vezes, das cápsulas em R1, R2 e R3, e dos discos de plástico que também foram utilizados como suporte em R2 e R3.

Pela Figura 4.14 é possível observar que houve boa adesão dos microrganismos às cápsulas, com destaque para R1, o qual apresentou maior quantidade aparente de sólidos aderidos pelos campos observados no MEV. O manuseio das cápsulas para preparação à visualização no MEV pode ter interferido na observação mais adequada dos microrganismos em sua superfície, uma vez que foi necessário realizar o corte das cápsulas e dos discos que pode ter retirado parte da biomassa aderida. Ainda assim, observa-se que R3 apresentou menor adesão às cápsulas, mais uma vez, indicando que a utilização das cápsulas amassadas foi uma boa estratégia para a retenção da biomassa, já que permitiu a criação de mais espaços para a adesão microbiana. Os discos de plástico utilizados em R2 e R3 também apresentaram boa adesão dos microrganismos, como pode ser observado na Figura 4.14d.

Figura 4.14 – Biomassa aderida observada em cápsula de alumínio em R1 (a), cápsula de plástico amassada em R2 (b), cápsula de plástico em R3 (c) e disco de plástico em um aumento de 600x.

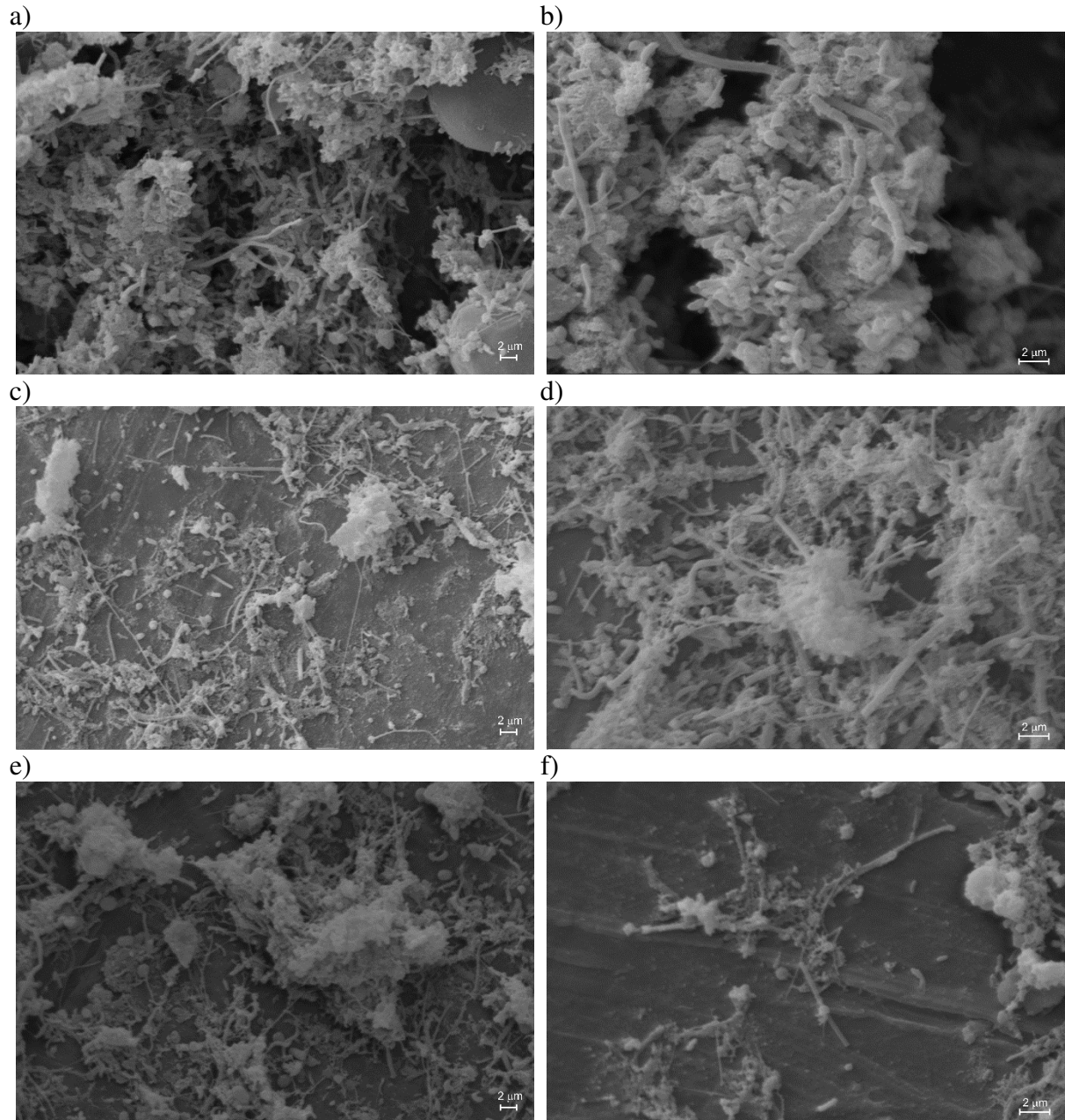


Fonte: Do autor (2018).

Habouzit et al. (2011) avaliaram a adesão microbiana em polietileno (PE), polipropileno (PP), polivinilocloreto (PVC), acrilonitrilo butadieno estireno (ABS), policarbonato (PC), vidro de borossilicato e aço inoxidável. Observações microscópicas realizadas pelos autores evidenciaram diferentes porcentagens de adesão entre os materiais suporte utilizados, sendo que o aço inoxidável apresentou porcentagem de adesão maior que o PE e menor que o PP, polímeros que possivelmente compõem as cápsulas de plástico utilizadas neste trabalho. De acordo com os autores, materiais com menores valores de energia de superfície favorecem a adesão dos microrganismos, uma vez que o aço inoxidável apresentou energia de superfície inferior aos materiais plásticos e maior quantidade de microrganismos anaeróbios aderidos à superfície. Desse modo, explica-se a maior capacidade de adesão das cápsulas de alumínio, as quais possuem superfície semelhante ao aço inoxidável, em relação às de plástico.

A fim de se observar as morfologias dos microrganismos presentes nas superfícies dos materiais suporte empregados neste trabalho, realizou-se a visualização em aumento de 4000 e 7000 vezes, as quais são apresentadas na Figura 4.15.

Figura 4.15 – Adesão da biomassa e morfologias presentes em R1 em aumento de 4000x (a) e 7000x (b), em R2 em aumento de 4000x (c) e 7000x (d) e em R3 em aumento de 4000x (e) e 7000x (f).



Fonte: Do autor (2018).

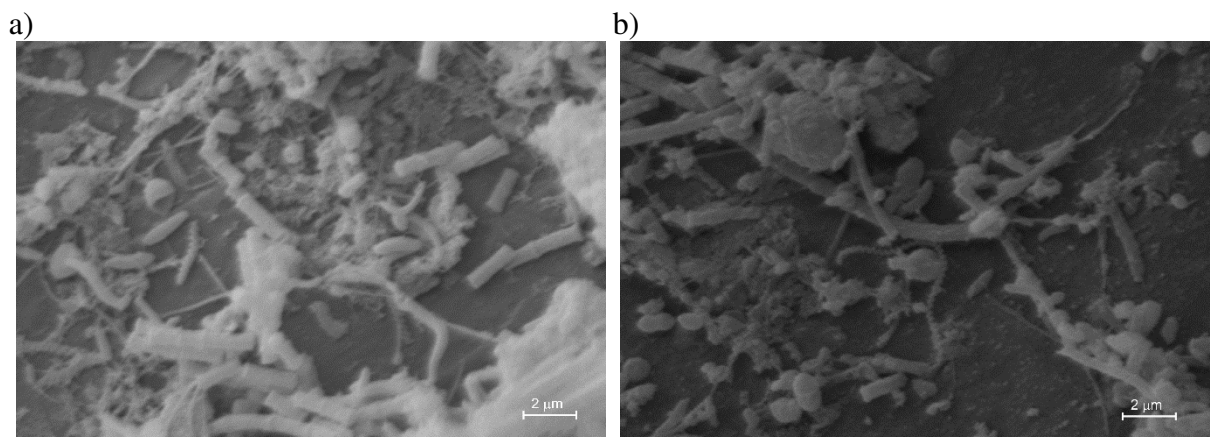
Nesta análise, foram observados, em todos os reatores, cocos e bacilos em arranjos variados, que sugerem a presença de metanogênicas acetoclásticas dos gêneros *Methanosarcina* e *Methanosaeta*. Também se verificou a presença de bactérias filamentosas, as quais compõem a estrutura do biofilme microbiano. Na Figura 4.15a, observa-se morfologias de sarcina, cocos e bacilos, além de bactérias filamentosas e polímeros extracelulares. Na Figura 4.15b observa-se morfologias de bacilos curtos, características do gênero *Methanobrevibacter*, assim como

nas Figuras 4.15c e 4.15e são encontradas morfologias de espirilos, características do gênero *Methanospirillum*, indicando a presença de arqueas metanogênicas hidrogenotróficas. A diversidade de microrganismos aderida aos materiais suporte observadas neste trabalho indicam o bom equilíbrio ecológico que favorece a degradação da matéria orgânica.

A presença de polímeros extracelulares em todos os reatores demonstra a capacidade de adesão dos microrganismos à superfície das cápsulas, e ainda se apresenta como uma estratégia de sobrevivência desses microrganismos, uma vez que as condições de operação a que os reatores foram submetidos não foram favoráveis (LUIZ, 2007; NGUYEN et al., 2016).

Na Figura 4.16 observa-se em um aumento de 10000 vezes as morfologias características a *Methanosaeta* e *Methanosarcina*. Assim como relatado por Pereira, Campos e Monterani (2009), houve predominância de morfologias semelhantes à *Methanosarcina* em relação à presença de *Methanosaeta*, o que pode ser explicado pelas altas concentrações de AVT nos reatores (CHERNICHARO, 2016).

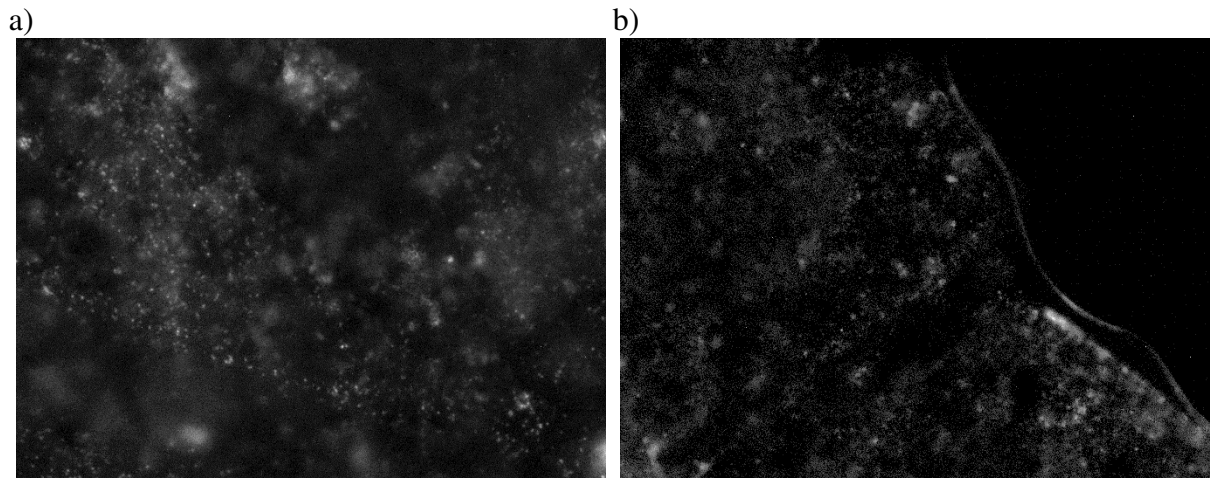
Figura 4.16 – Morfologias características a *Methanosaeta* (a) e *Methanosarcina* (b) presentes nos materiais suporte.



Fonte: Do autor (2018).

Observando-se uma amostra de lodo intersticial retirada dos reatores, em microscópio ótico de epifluorescência em um aumento de 100x, foi possível identificar a característica de autofluorescência, sugerindo a presença de microrganismos metanogênicos (FIGURA 4.17). Lima et al. (2005), utilizando espuma de poliuretano como material suporte, e Fia F. et al. (2010), utilizando escória de alto forno, espuma de poliuretano e brita, verificaram a presença predominante de microrganismos na forma de cocos, característica das arqueas do gênero *Methanosarcina*.

Figura 4.17 – Autofluorescência observada no lodo intersticial dos reatores.



Fonte: Do autor (2018).

Nguyen et al. (2016) avaliaram a formação inicial de biofilme e a adesão de *Methanosarcina barkeri* em materiais poliméricos, utilizando microscopia de epifluorescência para quantificar a área superficial coberta por essa espécie de arqueas. Os materiais suporte utilizados foram polietileno (PE), polipropileno (PP), policloreto de vinila (PVC), fluoreto de polivinilideno (PVDF), politereftalato de etileno glicol (PETG) e politetrafluoretileno (PTFE). O PVC mostrou melhor adesão inicial entre os materiais e não houve diferença na adesão inicial entre os suportes PETG, PVDF e PE, os quais tiveram menor área superficial coberta pelas arqueas e também apresentaram pior formação do biofilme. Os autores destacam a importância de se conhecer as características da área superficial dos materiais suporte, uma vez que a adesão de *M. barkeri* foi fortemente influenciada pelo tipo de material empregado como suporte.

Habouzit et al. (2011) apesar de constatarem a maior facilidade de adesão dos microrganismos ao aço inoxidável, material com baixa energia de superfície comparada aos plásticos, também relataram que o PVC apresentou melhor afinidade com as arqueas e consequente melhor desempenho na digestão anaeróbia. Tal fato pode explicar o bom desempenho de R2, o qual apresentou eficiências de remoção de matéria orgânica satisfatórias, mesmo tendo sofrido maiores variações nas condições operacionais.

5 CONCLUSÃO

Os reatores R1, R2 e R3 apresentaram bom desempenho no tratamento de esgoto sanitário, alcançando eficiências de remoção de matéria orgânica superiores a 80% e relativa estabilidade, mesmo operando a baixa temperatura ambiente e sofrendo oscilações consideráveis na carga orgânica aplicada. Os reatores anaeróbios preenchidos com cápsulas de café também se mostraram eficientes na remoção de nutrientes, alcançando eficiências de remoção superiores a outros trabalhos. Porém, os baixos valores de alcalinidade a bicarbonato e altos valores de ácidos voláteis totais, bem como alta relação AI/AP verificada nos reatores, indicam que os mesmos não atingiram a estabilidade adequada no período monitorado.

As cápsulas de café utilizadas como preenchimento nos reatores anaeróbios apresentaram características semelhantes a materiais suporte que são utilizados no mercado e na literatura. A utilização das cápsulas amassadas proporcionou uma melhor retenção dos microrganismos, além de impedir o encaixe do material suporte no interior do reator, sendo, portanto, a melhor configuração. Uma vez que as cápsulas de alumínio e de plástico, apresentaram pouca diferença de desempenho, é possível que se utilizem os dois materiais em conjunto no preenchimento de reatores.

A biomassa dispersa foi maior no reator que apresentou menor adesão, justificando o fato de R1, R2 e R3 terem apresentado o mesmo desempenho no tratamento do esgoto sanitário. Além disso, o lodo analisado por meio de microscopia de epifluorescência também indicou a possível presença de arqueas metanogênicas, comprovando a etapa final do processo de digestão anaeróbia nos reatores.

Mesmo diante do pouco tempo de operação dos reatores e das condições operacionais não favoráveis, as cápsulas se mostraram viáveis à adesão da biomassa. As cápsulas apresentaram variada diversidade microbiológica no biofilme formado, principalmente, de arqueas metanogênicas, essenciais para a remoção da matéria orgânica. Desse modo, a reutilização de cápsulas de café expresso como material suporte no tratamento de esgotos é uma alternativa à destinação deste resíduo. Porém, sua viabilidade para utilização em grande escala só seria possível diante de uma adequada coleta junto aos usuários.

Por fim, recomenda-se para trabalhos futuros:

- a) avaliação da utilização de diversos tipos de cápsulas em conjunto e uma melhor avaliação da influência destas estarem amassadas ou não;

- b) avaliação do desempenho de reatores em maior escala e as dificuldades em utilizar grandes quantidades de cápsulas;
- c) realização de testes hidrodinâmicos para maior entendimento do comportamento dos esgotos no interior de reatores com cápsulas;
- d) monitoramento da comunidade microbiana ao longo do período de operação do reator;
- e) estudos sobre o panorama atual de reciclagem das cápsulas e viabilidade econômica de reutilização como material suporte.

REFERÊNCIAS

- ABREU, E. F. **Estudo da diversidade microbiana metanogênica em reatores UASB tratando esgoto sanitário**. 2007. 93 f. Dissertação (Mestrado em Saneamento, Meio Ambiente e Recursos Hídricos) – Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2007.
- ABREU, S. B.; ZAIAT, M. Desempenho de reator anaeróbio-aeróbio de leito fixo no tratamento de esgoto sanitário. **Engenharia Sanitaria e Ambiental**, v. 13, p. 181-188, 2008.
- AGÊNCIA NACIONAL DE ÁGUAS. Atlas Esgotos: despoluição de bacias hidrográficas. Brasília, 2017a. 88 p.
- AGÊNCIA NACIONAL DE ÁGUAS. Conjuntura dos recursos hídricos no Brasil 2017: relatório pleno. Brasília, 2017b. 169 p.
- ALMEIDA, P. G. S. D.; OLIVEIRA, S. C.; CHERNICHARO, C. A. D. L. Operação de filtros biológicos percoladores pós-reatores UASB sem a etapa de decantação secundária. **Engenharia Sanitaria e Ambiental**, v. 16, p. 281-290, 2011. Disponível em: <http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1413-41522011000300010&nrm=iso>. Acesso em: 10 mai. 2017.
- APHA (AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION); AWWA (AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION); WEF (WATER ENVIRONMENT FEDERATION). **Standard methods for the examination of water and wastewater**. 21th. ed. Washington. D.C.: APHA/AWWA/WEF, 2005, [s.n.].
- ARAÚJO JR, M. M. D. **Reator combinado anaeróbio-aeróbio de leito fixo para remoção de matéria orgânica e nitrogênio de água residuária de indústria produtora de lisina**. 2006. Tese (Doutorado em Hidráulica e Saneamento) - Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2006.
- ARAUJO, T. L. S. **Desempenho de reator anaeróbio híbrido (leito fixo e manta de lodo) tratando esgoto sanitário em escala piloto**. 2014. Dissertação (Mestrado em Hidráulica e Saneamento) - Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2014.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DAS INDÚSTRIAS DE CAFÉ. Relatório de Tendências do Mercado de Café. Euromonitor International, novembro de 2015. 38 p.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 10357: Águas - Determinação da demanda química de oxigênio (DQO) - Métodos de refluxo aberto, refluxo fechado - Titulométrico e refluxo fechado - Colorimétrico**. Rio de Janeiro, 1988.
- BERGAMO, C. M. et al. Effects of temperature at different organic loading levels on the performance of a fluidized-bed anaerobic sequencing batch bioreactor. **Chemical Engineering and Processing: Process Intensification**, v. 48, n. 3, p. 789-796, 2009.
- BODKHE, S. Development of an improved anaerobic filter for municipal wastewater treatment. **Bioresource Technology**, v. 99, n. 1, p. 222-226, 2008.

BOUTED, C.; RATANATAMSKUL, C. Effects of temperature and HRT on performance of a novel insulated anaerobic filter (IAF) system incorporated with the waste heat input for building wastewater treatment. **Journal of Environmental Management**, v. 206, p. 698-706, 2018.

BRASIL, Constituição (1998). Lei nº 11.445, de 5 de janeiro de 2007. Estabelece diretrizes nacionais para o saneamento básico. **Diário Oficial da União**, Brasília, DF, 5 de jan. 2007. Disponível em: <http://www.planalto.gov.br/ccivil_03/_ato2007-2010/2007/lei/111445.htm>. Acesso em: 9 jul. 2017.

BRASIL. Conselho Nacional de Meio Ambiente. Resolução nº 357, de 17 de março de 2005. Dispõe sobre a classificação dos corpos de água e diretrizes ambientais para o seu enquadramento, bem como estabelece as condições e padrões de lançamento de efluentes, e dá outras providências, do Conselho Nacional de Meio Ambiente. **Diário Oficial da União**, Brasília, DF, 17 mar. 2005. Disponível em: <<http://www.mma.gov.br/port/conama/res/res05/res35705.pdf>>. Acesso em: 9 jul. 2017.

BRASIL. Conselho Nacional de Meio Ambiente. Resolução nº 430, de 13 de maio de 2011. Dispõe sobre as condições e padrões de lançamento de efluentes, complementa e altera a Resolução nº 357, de 17 de março de 2005, do Conselho Nacional do Meio Ambiente. **Diário Oficial da União**, Brasília, DF, n. 92, 16 maio 2011. p. 89. Disponível em: <<http://www.mma.gov.br/port/conama/legiabre.cfm?codlegi=646>>. Acesso em: 9 jul. 2017.

BREITENBÜCHER, K. et al. Open-pore sintered glass as a high-efficiency support medium in bioreactors: new results and long-term experiences achieved in high-rate anaerobic digestion. **Water Science and Technology**, v. 22, n. 1-2, p. 25-32, 1990.

CAMARGO, S. A. R.; NOUR, E. A. A. Bamboo as an anaerobic medium: effect of filter column height. **Water Science and Technology**, v. 44, 2001.

CHEN, Y.; CHENG, J. J.; CREAMER, K. S. Inhibition of anaerobic digestion process: a review. **Bioresource technology**, v. 99, n. 10, p. 4044-4064, 2008.

CHERNICHARO, C.A.L. **Reatores anaeróbios**. 2 ed. Belo Horizonte: Editora UFMG, 2016. 379 p. (Princípios do Tratamento Biológico de Águas Residuárias, v.5).

CHONG, S. et al. The performance enhancements of upflow anaerobic sludge blanket (UASB) reactors for domestic sludge treatment—a state-of-the-art review. **Water research**, v. 46, n. 11, p. 3434-3470, 2012.

CRUZ, L. M. D. O. et al. Coconut shells as filling material for anaerobic filters. **SpringerPlus**, v. 2, n. 1, p. 1-6, 2013.

DAHAB, M. F.; YOUNG, J. C. **Retention and distribution of biological solids in fixed-bed anaerobic filters**. DTIC Document. 1982.

DANTAS, A. A. A.; CARVALHO, L. G.; FERREIRA, E. Classificação e tendências climáticas em Lavras-MG. **Ciência e Agrotecnologia**, Lavras, v. 31, n. 6, p. 1862-1866, nov./dez. 2007.

DILALLO, R.; ALBERTSON, O. E. Volatile acids by direct titration. **Journal (Water Pollution Control Federation)**, p. 356-365, 1961.

DUDA, R. M.; OLIVEIRA, R. A. D. Tratamento de águas residuárias de suinocultura em reator UASB e filtro anaeróbio em série seguidos de filtro biológico percolador. **Engenharia Sanitaria e Ambiental**, v. 16, p. 91-100. Disponível em: <http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1413-41522011000100013&nrm=iso>. Acesso em: 5 abr. 2017.

FANG, H. H. P.; LIU, H.; ZHANG, T. Characterization of a hydrogen-producing granular sludge. **Biotechnology and bioengineering**, v. 78, n. 1, p. 44-52, 2002.

FERNANDES, G. F. R.; OLIVEIRA, R. A. Desempenho de processo anaeróbio em dois estágios (reator compartimentado seguido de reator UASB) para tratamento de águas residuárias de suinocultura. **Engenharia Agrícola**, Jaboticabal, v. 26, n. 1, p. 243-256, abr. 2006. Disponível em: <http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0100-69162006000100027&lng=en&nrm=iso>. Acesso em: 13 jul. 2017.

FERRY, J. G. Fundamentals of methanogenic pathways that are key to the biomethanation of complex biomass. **Current opinion in biotechnology**, v. 22, n. 3, p. 351-357, 2011.

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

FIA, F. R. L. et al. Treatment of wastewater from coffee bean processing in anaerobic fixed bed reactors with different support materials: performance and kinetic modeling. **Journal of Environmental Management**, v. 108, p. 14-21, 2012.

FIA, R. **Desempenho de sistemas alagados construídos no tratamento de águas residuárias da lavagem e descascamento/despolpa dos frutos do cafeeiro**. 2008. 195 p. Tese (Doutorado em Engenharia Agrícola) - Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, MG, 2008.

FIA, R. et al. Tratamento das águas do processamento dos frutos do cafeeiro em filtro anaeróbio seguido por sistema alagado construído: II-remoção de nutrientes e compostos fenólicos. **Engenharia Agrícola**, 2010.

FLECK, E. **Sistema integrado por filtro anaeróbio, filtro biológico de baixa taxa e banhado construído aplicado ao tratamento de lixiviado de aterro sanitário**. 2003. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Recursos Hídricos e Saneamento Ambiental) - Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2003.

FOCO, M. L. R.; LOPES, G. P. D. R.; NOUR, E. A. A. Remoção de nitrogênio em sistema combinado anóxico-aeróbio com biomassa imobilizada. **Engenharia Sanitaria e Ambiental**, v. 20, p. 55-64, 2015. Disponível em: <http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1413-41522015000100055&nrm=iso>. Acesso em: 12 mar. 2017.

FOCO, M. L. R.; NOUR, E. A. A. Desempenho de sistema combinado anaeróbio-aeróbio na remoção de nitrogênio no tratamento de esgoto sanitário. **Semina: Ciências Exatas e Tecnológicas**, v. 35, n. 2, p. 131-138, 2014.

FORESTI, E. et al. Fundamentos do tratamento anaeróbio. In: CAMPOS, J. R. **Tratamento de esgotos sanitários por processo anaeróbio e disposição controlada no solo**. Rio de Janeiro: ABES, 1999. p. 29-52.

GANNOUN, H. et al. Microbial monitoring by molecular tools of an upflow anaerobic filter treating abattoir wastewaters. **Bioresource technology**, v. 142, p. 269-277, 2013.

GARCIA, M. L. **Avaliação do material suporte no desempenho de reator anaeróbio operado em bateladas seqüências aplicado ao tratamento de esgoto sanitário**. 2005. Dissertação (Mestrado em Hidráulica e Saneamento) - Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2006.

GARCIA, M. L. et al. Effects of bed materials on the performance of an anaerobic sequencing batch biofilm reactor treating domestic sewage. **Journal of Environmental Management**, v. 88, n. 4, p. 1471-1477, 2008.

GIUSTINA, S. V. D.; MIRANDA, L. A. S.; MONTEGGIA, L. O. Remoção de matéria orgânica e sólidos suspensos por nova configuração de biofiltro aeróbio submerso no pós-tratamento de efluente de reator UASB. **Engenharia Sanitária e Ambiental**, v. 15, n. 3, p. 257-266, 2010.

HABOUZIT, F. et al. Influence of support material properties on the potential selection of Archaea during initial adhesion of a methanogenic consortium. **Bioresource technology**, v. 102, n. 5, p. 4054-4060, 2011.

HAN, W. et al. Application and advantages of novel clay ceramic particles (CCPs) in an up-flow anaerobic bio-filter (UAF) for wastewater treatment. **Bioresource technology**, v. 137, p. 171-178, 2013.

HU, Z.; GAGNON, G. A. Impact of filter media on the performance of full-scale recirculating biofilters for treating multi-residential wastewater. **Water Research**, v. 40, n. 7, p. 1474-1480, 2006. Disponível em: <<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0043135406000819>>. Acesso em: 10 mar. 2017.

HUYSMAN, P. et al. Factors affecting the colonization of non porous and porous packing materials in model upflow methane reactors. **Biotechnology Letters**, v. 5, n. 9, p. 643-648, 1983.

JETTEN, M. S. M.; STAMS, A. J. M.; ZEHNDER, A. J. B. Methanogenesis from acetate: a comparison of the acetate metabolism in *Methanothrix soehngenii* and *Methanosarcina* spp. **FEMS Microbiology Letters**, v. 88, n. 3-4, p. 181-197, 1992.

JUNQUEIRA, W. B. de C. **Desempenho de caixa de gordura empregada no tratamento preliminar dos efluentes de restaurante universitário**. 2014. 218 p. Tese (Doutorado em Recursos Hídricos em Sistemas Agrícolas) - Universidade Federal de Lavras, Lavras, 2014.

LADU, J. L. C.; LÜ, X.-W. Effects of hydraulic retention time, temperature, and effluent recycling on efficiency of anaerobic filter in treating rural domestic wastewater. **Water Science and Engineering**, v. 7, n. 2, p. 168-182, 2014.

- LAMBRECHT, J. et al. Flow cytometric quantification, sorting and sequencing of methanogenic archaea based on F 420 autofluorescence. **Microbial cell factories**, v. 16, n. 1, p. 180, 2017.
- LEÓN-BECERRIL, E. et al. Performance of an upflow anaerobic filter in the treatment of cold meat industry wastewater. **Process Safety and Environmental Protection**, v. 102, p. 385-391, 2016.
- LETTINGA, G.; REBAC, S.; ZEEMAN, G. Challenge of psychrophilic anaerobic wastewater treatment. **TRENDS in Biotechnology**, v. 19, n. 9, p. 363-370, 2001.
- LIMA, C. A. A. et al. Morphological study of biomass during the start-up period of a fixed-bed anaerobic reactor treating domestic sewage. **Brazilian Archives of Biology and Technology**, v. 48, p. 841-849, 2005. Disponível em: <http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1516-89132005000600020&nrm=iso>. Acesso em: 10 mar. 2017.
- LÓPEZ-LÓPEZ, A. et al. An assessment of an anaerobic filter packed with a low-cost material for treating domestic wastewater. **Environmental technology**, v. 34, n. 9, p. 1151-1159, 2013.
- LUIZ, F. A. R. **Desempenho de reatores anaeróbios de leito fixo no tratamento de águas residuárias da lavagem e descascamento/despolpa dos frutos do cafeeiro**. 2007. 132 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Agrícola) - Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, MG, 2007.
- MADIGAN, M. T.; MARTINKO, J. M.; PARKER, J. **Microbiologia de Brock**. 10. ed. São Paulo: Prentice Hall, 2004.
- MAGRI, M. E. et al. Otimização do processo de nitrificação com o uso de conchas de ostras como material suporte em reatores aeróbios com biomassa fixa. **Engenharia Sanitaria e Ambiental**, v. 18, p. 123-130, 2013. Disponível em: <http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1413-41522013000200004&nrm=iso>. Acesso em: 20 nov. 2016.
- MARONEZE, M. M. et al. A tecnologia de remoção de fósforo: gerenciamento do elemento em resíduos industriais. **Revista Ambiente & Água**, v. 9, n. 3, p. 445-458, 2014. Disponível em: <http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1980-993X2014000300008&lng=en&nrm=iso>. Acesso em: 14 fev. 2018.
- MATOS, M. P. **Colmatação em sistemas alagados construídos de escoamento horizontal subsuperficial: principais fatores e métodos de identificação em unidades plantadas e não plantadas**. 2015. 301 p. Tese (Doutorado em Saneamento, Meio Ambiente e Recursos Hídricos) – Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2015.
- MERGULHÃO, A. D. Os fluxos, as relações e os agentes envolvidos na produção e comercialização do café produzido atualmente no Brasil. **Revista da ANPEGE**, v. 13, n. 22, p. 57-85, 2017. Disponível em: <<http://ojs.ufgd.edu.br/ojs/index.php/anpege/article/view/6939/3874>>. Acesso em: 19 mar. 2017.

MOCKAITIS, G. et al. Continuous anaerobic bioreactor with a fixed-structure bed (ABFSB) for wastewater treatment with low solids and low applied organic loading content. **Bioprocess and Biosystems Engineering**, v. 37, n. 7, p. 1361-1368, 2014. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1007/s00449-013-1108-y>>. Acesso em: 17 nov. 2016.

MURRAY, W. D.; BERG, L. V. D. Effect of Support Material on the Development of Microbial Fixed Films Converting Acetic Acid to Methane. **Journal of Applied Bacteriology**, v. 51, n. 2, p. 257-265, 1981. ISSN 1365-2672. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1111/j.1365-2672.1981.tb01240.x>>. Acesso em: 20 nov. 2016.

NGUYEN, V. et al. Physicochemical analysis of initial adhesion and biofilm formation of *Methanosarcina barkeri* on polymer support material. **Colloids and Surfaces B: Biointerfaces**, v. 143, p. 518-525, 2016.

O'FLAHERTY, V.; COLLINS, G.; MAHONY, T. The microbiology and biochemistry of anaerobic bioreactors with relevance to domestic sewage treatment. **Reviews in Environmental Science and Bio/Technology**, v. 5, n. 1, p. 39-55, 2006.

OLIVEIRA, L. D. et al. The use of bottle caps as submerged aerated filter medium. **Water Science and Technology**, v. 69, n. 7, p. 1518-1525, 2014.

OLIVEIRA, R. A.; BRUNO, N. Start-up of horizontal anaerobic reactors with sludge blanket and fixed bed for wastewater treatment from coffee processing by wet method. **Engenharia Agrícola**, v. 33, n. 2, p. 353-366, 2013.

OLIVEIRA, S. M. A. C. **Análise de desempenho e confiabilidade de estações de tratamento de esgotos**. 2006. 214p. Tese (Doutorado em Saneamento, Meio Ambiente e Recursos Hídricos) – Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2006.

ORTEGA, F. S. et al. Aplicação de espumas cerâmicas produzidas via "gelcasting" em biorreator para tratamento anaeróbico de águas residuárias. **Cerâmica**, São Paulo, v. 47, n. 304, p. 199-203, 2001.

PARSEK, M. R.; GREENBERG, E. P. Sociomicrobiology: the connections between quorum sensing and biofilms. **Trends in microbiology**, v. 13, n. 1, p. 27-33, 2005.

PEREIRA, E. L.; CAMPOS, C. M. M.; MOTERANI, F. Effects of pH, acidity and alkalinity on the microbiota activity of an anaerobic sludge blanket reactor (UASB) treating pigmanure effluents. **Ambiente e Agua-An Interdisciplinary Journal of Applied Science**, v. 4, n. 3, p. 157-168, 2009.

RELATÓRIO INTERNACIONAL DE TENDÊNCIAS DO CAFÉ. Lavras: Bureau de Inteligência Competitiva do Café, v.6, n.08, 30 setembro 2017. 14 p

RELATÓRIO INTERNACIONAL DE TENDÊNCIAS DO CAFÉ. Lavras: Bureau de Inteligência Competitiva do Café, v.4, n.10, 11 dezembro 2015. 11 p.

RELATÓRIO INTERNACIONAL DE TENDÊNCIAS DO CAFÉ. Lavras: Bureau de Inteligência Competitiva do Café, v.5, n.7, 30 agosto 2016. 14 p.

RIBEIRO, R. et al. Influence of the carbon source on the anaerobic biomass adhesion on polyurethane foam matrices. **Journal of Environmental Management**, v. 74, p. 187-194, 2005.

RIPLEY, L. E.; BOYLE, W. C.; CONVERSE, J. C. Improved Alkalimetric Monitoring for Anaerobic Digestion of High-Strength Wastes. **Journal (Water Pollution Control Federation)**, v. 58, n. 5, p. 406-411, 1986. Disponível em: <<http://www.jstor.org/stable/25042933>>. Acesso em: 15 jan. 2017.

RODRIGUES, L. S. et al. Tratamento de efluentes de abatedouro de frangos por meio de reator UASB seguido de filtro anaeróbio. **Arquivo Brasileiro de Medicina Veterinária e Zootecnia**, v. 68, n. 1, p. 97-103, 2016.

SANT'ANNA JR, G. L. **Tratamento biológico de efluentes: fundamentos e aplicações**. 2ª Edição. Rio de Janeiro: Interciência, 2013.

SHOW, K. Y.; TAY, J. H. Influence of support media on biomass growth and retention in anaerobic filters. **Water Reserach**, v. 33, 1999.

SILVA, E. C.; AZEVEDO, A. S.; CASTRO JUNIOR, L. G. C. Medidas sustentáveis no mercado de café em dose única. **e-xacta**, v. 10, n. 2, p. 57-71, 2017. Disponível em: <<http://revistas.unibh.br/index.php/dcet/article/view/2117/1219>>. Acesso em: 19 mar. 2017.

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

TONETTI, A. L. et al. Avaliação da partida e operação de filtros anaeróbios tendo bambu como material de recheio. **Engenharia Sanitaria e Ambiental**, v. 16, p. 11-16, 2011.

TONON, D. et al. Wastewater treatment by anaerobic filter and sand filter: Hydraulic loading rates for removing organic matter, phosphorus, pathogens and nitrogen in tropical countries. **Ecological Engineering**, v. 82, p. 583-589, 2015.

VIRARAGHAVAN, T.; DICKENSON, K. Low-temperature anaerobic filtration of septic tank effluent. **Cold regions science and technology**, v. 19, n. 3, p. 245-252, 1991.

VIRARAGHAVAN, T.; VARADARAJAN, R. Low-temperature kinetics of anaerobic-filter wastewater treatment. **Bioresource Technology**, v. 57, n. 2, p. 165-171, 1996.

VON SPERLING, M. **Princípios Básicos do Tratamento de Esgotos**. 2. ed. Belo Horizonte: Editora UFMG, 2016. 211 p. (Princípios do Tratamento Biológico de Águas Residuárias, v. 2).

WILKIE, A.; COLLERAN, E. Start-up of anaerobic filters containing different support materials using pig slurry supernatant. **Biotechnology Letters**, v. 6, n. 11, p. 735-740, 1984. ISSN 1573-6776. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1007/BF00133066>>. Acesso em: 20 nov. 2016.

WOLFF, D. B.; PAUL, E.; COSTA, R. H. R. D. Influência do tipo de material suporte no desempenho de reatores biológicos de leito móvel na remoção de carbono e nitrificação de esgoto sanitário. **Engenharia Sanitaria e Ambiental**, v. 15, p. 149-154, 2010. ISSN 1413-4152. Disponível em: <http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1413-41522010000200007&nrm=iso>. Acesso em: 15 jan 2017.

XIE, W. et al. Upflow biological filtration with floating filter media. **Process Biochemistry**, v. 39, n. 6, p. 767-772, 2/25/ 2004. ISSN 1359-5113. Disponível em: <<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0032959203001870>>. Acesso em: 15 jan. 2017.

YOUNG, J. C.; MCCARTY, P. L. The anaerobic filter for waste treatment. **Journal (Water Pollution Control Federation)**, p. R160-R173, 1969.

YU, Y. et al. Effect of grain-slag media for the treatment of wastewater in a biological aerated filter. **Bioresource Technology**, v. 99, n. 10, p. 4120-4123, jul. 2008. Disponível em: <<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0960852407007390>>. Acesso em: 20 nov. 2016.

ZHANG, L. et al. Anaerobic ammonium oxidation for treatment of ammonium-rich wastewaters. **Journal of Zhejiang University Science B**, v. 9, n. 5, p. 416-426, 2008.

ZHAO, Q.; KUGEL, G. Thermophilic/mesophilic digestion of sewage sludge and organic wastes. **Journal of Environmental Science & Health Part A**, v. 31, n. 9, p. 2211-2231, 1996.

APÊNDICE – Análise estatística

Tabela 1 – Valores de mediana das concentrações afluente e efluente de pH, AB, AVT, AT e relação AI/P, em cada fase operacional.

| Variáveis | Unidade | | Fase I | Fase II |
|-----------|---|----------|-------------------------|-------------------------|
| pH | | Afluente | 7,7 Ab ⁽¹⁵⁾ | 7,6 Bb ⁽¹⁵⁾ |
| | | R1 | 7,8Aab ⁽¹⁵⁾ | 7,8 Aab ⁽¹⁵⁾ |
| | | R2 | 7,8 Aab ⁽¹⁵⁾ | 7,7 Aab ⁽¹⁵⁾ |
| | | R3 | 7,9 Aac ⁽¹⁵⁾ | 7,8 Aac ⁽¹⁵⁾ |
| AB | mg L ⁻¹ de CaCO ₃ | Afluente | 185 Aa ⁽¹²⁾ | 106 Bb ⁽¹⁴⁾ |
| | | R1 | 200 Aa ⁽¹²⁾ | 156 Bac ⁽¹⁴⁾ |
| | | R2 | 188 Aa ⁽¹²⁾ | 146 Bab ⁽¹⁴⁾ |
| | | R3 | 197 Aa ⁽¹²⁾ | 153 Bab ⁽¹⁴⁾ |
| AVT | mg L ⁻¹ de HAc | Afluente | 233 Aa ⁽¹²⁾ | 106 Bb ⁽¹⁴⁾ |
| | | R1 | 300 Aa ⁽¹²⁾ | 156 Bac ⁽¹⁴⁾ |
| | | R2 | 282 Aa ⁽¹²⁾ | 146 Bab ⁽¹⁴⁾ |
| | | R3 | 295 Aa ⁽¹²⁾ | 153 Bab ⁽¹⁴⁾ |
| AT | mg L ⁻¹ de CaCO ₃ | Afluente | 229 Aa ⁽¹²⁾ | 195 Aa ⁽¹⁴⁾ |
| | | R1 | 222 Aa ⁽¹²⁾ | 183 Ba ⁽¹⁴⁾ |
| | | R2 | 215 Aa ⁽¹²⁾ | 178 Aa ⁽¹⁴⁾ |
| | | R3 | 217 Aa ⁽¹²⁾ | 181 Ba ⁽¹⁴⁾ |
| AI/AP | | Afluente | 0,32 Aa ⁽¹²⁾ | 0,40 Aa ⁽¹⁴⁾ |
| | | R1 | 0,26 Aa ⁽¹²⁾ | 0,31 Ba ⁽¹⁴⁾ |
| | | R2 | 0,26 Aa ⁽¹²⁾ | 0,33 Aa ⁽¹⁴⁾ |
| | | R3 | 0,24 Aa ⁽¹²⁾ | 0,29 Aa ⁽¹⁴⁾ |

(n) em parênteses o número de dados considerado para a análise estatística.

Medianas com mesma letra maiúscula, em cada linha, não diferem significativamente entre as fases, pelo teste de *Mann-Whitney* com nível de 5,0% de significância. Medianas com mesma letra minúscula, em uma mesma coluna, não diferem significativamente em uma mesma fase, pelo teste de *Kruskal-Wallis* com nível de 5,0% de significância.

Fonte: Do autor (2018).

Tabela 2 – Valores de mediana das COVs e das concentrações afluente e efluente de DQO, ST, SVT, SST e respectivas eficiências de remoção, para cada fase operacional.

| Variáveis | Unidade | | Fase I | Fase II |
|----------------|---|----------|-------------------------|-------------------------|
| COV | (kg DQO m ⁻³ d ⁻¹) | R1 | 2,0 Aa ⁽¹²⁾ | 3,8 Ba ⁽¹⁵⁾ |
| | | R2 | 2,1 Aa ⁽¹²⁾ | 3,3 Ba ⁽¹⁵⁾ |
| | | R3 | 1,9 Aa ⁽¹²⁾ | 3,3 Ba ⁽¹⁵⁾ |
| DQO | mg L ⁻¹ | Afluente | 867 Aa ⁽¹²⁾ | 1440 Ba ⁽¹⁵⁾ |
| | | R1 | 171 Ab ⁽¹²⁾ | 200 Bb ⁽¹⁵⁾ |
| | | R2 | 171 Ab ⁽¹²⁾ | 211 Ab ⁽¹⁵⁾ |
| | | R3 | 162 Ab ⁽¹²⁾ | 206 Bb ⁽¹⁵⁾ |
| ST | mg L ⁻¹ | Afluente | 933 Aa ⁽¹³⁾ | 1233 Ba ⁽¹⁵⁾ |
| | | R1 | 408 Ab ⁽¹³⁾ | 362 Bb ⁽¹⁵⁾ |
| | | R2 | 427 Ab ⁽¹³⁾ | 358 Bb ⁽¹⁵⁾ |
| | | R3 | 422 Ab ⁽¹³⁾ | 355 Bb ⁽¹⁵⁾ |
| SVT | mg L ⁻¹ | Afluente | 420 Aa ⁽¹³⁾ | 667 Ba ⁽¹⁵⁾ |
| | | R1 | 135 Ab ⁽¹³⁾ | 93 Ab ⁽¹⁵⁾ |
| | | R2 | 155 Ab ⁽¹³⁾ | 100 Ab ⁽¹⁵⁾ |
| | | R3 | 122 Ab ⁽¹³⁾ | 97 Ab ⁽¹⁵⁾ |
| SST | mg L ⁻¹ | Afluente | 403 Aa ⁽⁸⁾ | 795 Ba ⁽⁷⁾ |
| | | R1 | 20 Ab ⁽⁸⁾ | 25 Ab ⁽⁷⁾ |
| | | R2 | 22 Ab ⁽⁸⁾ | 27 Ab ⁽⁷⁾ |
| | | R3 | 11 Ab ⁽⁸⁾ | 21 Ab ⁽⁷⁾ |
| Remoção de DQO | % | R1 | 81,0 Aa ⁽¹²⁾ | 86,0 Aa ⁽¹⁵⁾ |
| | | R2 | 81,0 Aa ⁽¹²⁾ | 84,0 Aa ⁽¹⁵⁾ |
| | | R3 | 81,0 Aa ⁽¹²⁾ | 84,0 Aa ⁽¹⁵⁾ |
| Remoção de ST | % | R1 | 52,0 Aa ⁽¹³⁾ | 74,0 Ba ⁽¹⁵⁾ |
| | | R2 | 52,0 Aa ⁽¹³⁾ | 75,0 Ba ⁽¹⁵⁾ |
| | | R3 | 54,0 Aa ⁽¹³⁾ | 75,0 Ba ⁽¹⁵⁾ |
| Remoção de SV | % | R1 | 75,0 Aa ⁽¹³⁾ | 85,0 Ba ⁽¹⁵⁾ |
| | | R2 | 67,0 Aa ⁽¹³⁾ | 83,0 Ba ⁽¹⁵⁾ |
| | | R3 | 72,0 Aa ⁽¹³⁾ | 86,0 Ba ⁽¹⁵⁾ |
| Remoção de SST | % | R1 | 96,0 Aa ⁽⁸⁾ | 93,0 Aa ⁽⁷⁾ |
| | | R2 | 94,0 Aa ⁽⁸⁾ | 93,0 Aa ⁽⁷⁾ |
| | | R3 | 97,0 Aa ⁽⁸⁾ | 94,0 Aa ⁽⁷⁾ |

(n) em parênteses o número de dados considerado para a análise estatística.

Medianas com mesma letra maiúscula, em cada linha, não diferem significativamente entre as fases, pelo teste de *Mann-Whitney* com nível de 5,0% de significância. Medianas com mesma letra minúscula, em uma mesma coluna, não diferem significativamente em uma mesma fase, pelo teste de *Kruskal-Wallis* com nível de 5,0% de significância.

Fonte: Do autor (2018).

Tabela 3 – Valores de mediana das concentrações afluente e efluente de NTK e P_T, e respectivas eficiências de remoção.

| Variáveis | Unidade | Afluente | Efluente | | |
|---------------------------|--------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|
| | | | R1 | R2 | R3 |
| NTK | mg L ⁻¹ | 52,0 A ⁽⁹⁾ | 37 A ⁽⁹⁾ | 40 A ⁽⁹⁾ | 36 A ⁽⁹⁾ |
| P _T | mg L ⁻¹ | 13,0 A ⁽⁹⁾ | 5 B ⁽⁹⁾ | 5 B ⁽⁹⁾ | 5 B ⁽⁹⁾ |
| Remoção de NTK | % | - | 30,0 A ⁽⁹⁾ | 27,0 A ⁽⁹⁾ | 25,0 A ⁽⁹⁾ |
| Remoção de P _T | % | - | 56,0 A ⁽⁹⁾ | 58,0 A ⁽⁹⁾ | 58,0 A ⁽⁹⁾ |

(n) em parênteses o número de dados considerado para a análise estatística.

Medianas com mesma letra maiúscula, em cada linha, não diferem significativamente, pelo teste de *Kruskal-Wallis* com nível de 5,0% de significância.

Fonte: Do autor (2018).