

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DO CENTRO-OESTE  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIAS FLORESTAIS**

**BIORREATOR A MEMBRANA DE LEITO MÓVEL TRATANDO EFLUENTE DE  
BAIXA CARGA DE INDÚSTRIA DE PAPEL: EFEITOS DA VARIAÇÃO DO  
TEMPO DE DETENÇÃO HIDRÁULICA NO DESEMPENHO E NA COLMATAÇÃO  
DAS MEMBRANAS**

**TESE DE DOUTORADO**

**CARLOS RAPHAEL PEDROSO**

**IRATI-PR**

**2020**

**CARLOS RAPHAEL PEDROSO**

**BIORREATOR A MEMBRANA DE LEITO MÓVEL TRATANDO EFLUENTE DE  
BAIXA CARGA DE INDÚSTRIA DE PAPEL: EFEITOS DA VARIAÇÃO DO  
TEMPO DE DETENÇÃO HIDRÁULICA NO DESEMPENHO E NA COLMATAÇÃO  
DAS MEMBRANAS**

Tese apresentada à Universidade Estadual do Centro-Oeste, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Ciências Florestais, área de concentração em Manejo Sustentável de Recursos Florestais, para obtenção do título de doutor

**Comitê de Orientação**

Prof. Dr. Carlos Magno de Sousa Vidal  
Orientador

Prof. Dr<sup>a</sup>. Jeanette Beber de Souza  
Coorientadora

Prof. Dr. Tiago José Belli  
Coorientador

**IRATI-PR**

**2020**

Catálogo na Publicação  
Rede de Bibliotecas da Unicentro

P372b      Pedroso, Carlos Raphael.  
Biorreator a membrana de leito móvel tratando efluente de baixa carga de indústria de papel: efeitos da variação do tempo de detenção hidráulica no desempenho e na colmatação das membranas / Carlos Raphael Pedroso. – Irati, 2020.  
xiv, 112 f. : il. ; 28 cm

Tese (doutorado) - Universidade Estadual do Centro-Oeste, Programa de Pós-Graduação em Ciências Florestais, área de concentração em Manejo Sustentável de Recursos Florestais, 2020.

Orientador: Carlos Magno de Sousa Vidal  
Coorientadora: Jeanette Beber de Souza  
Coorientador: Tiago José Belli  
Banca examinadora: André Aguiar Battistelli, Cristiane Kreutz, Cláudia Regina Xavier, Rodrigo Braga Moruzzi  
Bibliografia

1. BRMLM-BS. 2. TDH. 3. RBS. 4. Remoção de compostos aromáticos e lignínicos. 5. Colmatação das membranas. 6. Efluente de produção de papel por polpa reciclada. 7. Efluente da indústria de papel e celulose.  
I. Título. II. Programa de Pós-Graduação em Ciências Florestais.

| CDD 634.9



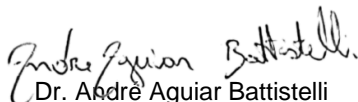
## TERMO DE APROVAÇÃO

Defesa Nº 27

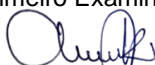
**Carlos Raphael Pedroso**

**“BIORREATOR A MEMBRANA DE LEITO MÓVEL TRATANDO EFLUENTE DE BAIXA CARGA DE INDÚSTRIA DE PAPEL: EFEITOS DA VARIAÇÃO DO TEMPO DE DETENÇÃO HIDRÁULICA NO DESEMPENHO E NA COLMATAÇÃO DAS MEMBRANAS ”**

Tese aprovada em 14/12/2020, como requisito parcial para obtenção do grau de Doutor, no Programa de Pós-Graduação em Ciências Florestais, área de concentração em Manejo Sustentável de Recursos Florestais, da Universidade Estadual do Centro-Oeste, pela seguinte Banca Examinadora:

  
Dr. André Aguiar Battistelli


Universidade Estadual de Maringá  
Primeiro Examinador



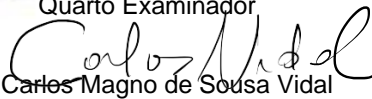
Dra. Cristiane Kreutz  
Universidade Tecnológica Federal do Paraná  
Segunda Examinadora



Dra. Claudia Regina Xavier  
Universidade Tecnológica Federal do Paraná  
Terceira Examinadora



Dr. Rodrigo Braga Moruzzi  
Universidade Estadual Paulista  
Quarto Examinador



Dr. Carlos Magno de Sousa Vidal  
Universidade Estadual do Centro-Oeste  
Orientador e Presidente da Banca Examinadora

Irati – PR  
2020

Home Page: <http://www.unicentro.br>

**Campus Santa Cruz:** Rua Salvatore Renna – Padre Salvador, 875, Bairro Santa Cruz – Cx. Postal 3010 – Fone: (42) 3621-1000 – FAX: (42) 3621-1090  
CEP 85.015-430 – GUARAPUAVA – PR

**Campus Cedeteg:** Alameda Élio Antonio Dalla Vecchia, 838, Bairro Vila Carli – Fone: (42) 3629-8100 – CEP 85.040-167 – GUARAPUAVA – PR

**Campus de Irati:** Rua Professora Maria Roza Zanon de Almeida, Bairro Engenheiro Gutierrez – Cx. Postal, 21 – Fone: (42) 3421-3000  
CEP 84.505-677 – IRATI – PR

A minha amada, Natiéle.

## AGRADECIMENTOS

Agradeço a DEUS por todo apoio, ensinamento e motivação. Por estar presente em minha vida e abençoar meu caminho com pessoas extraordinárias.

A minha esposa Natiéle, por todo amor, parceria e por sempre acreditar no meu potencial. Não há palavras para descrever o quanto é bom ter você caminhando comigo. Sou eternamente grato a DEUS por construirmos e evoluirmos juntos em nossa vida. Eu te amo!

Aos meus pais, Arlete e João Carlos, por todo amor e ensinamentos. Vocês são a base da minha vida e me apoiam incondicionalmente. Amo muito vocês! Agradeço também a nova família que DEUS me presenteou: meus sogros Marcos e Luíza e minha cunhada Milena por sempre me apoiarem.

Ao meu orientador Carlos Magno de Souza Vidal pela oportunidade de desenvolver esta pesquisa, por todo apoio, ensinamento, parceria, disponibilidade, compreensão, motivação e confiança. Um presente que ganhei ao longo da minha trajetória na pós-graduação foi tua amizade. Sou realmente lisonjeado em receber tua orientação, além de poder participar das tuas aulas.

Ao meu coorientador Tiago José Belli por todo suporte, paciência e contribuição no desenvolvimento desta pesquisa. Agradeço também por me ensinar desde o passo a passo na montagem do reator até a finalização desta tese. Foi uma honra poder contar com você.

A minha coorientadora (e orientadora indiretamente) Jeanette Beber de Souza pelo carinho, suporte, confiança e bom humor. Você vem me acompanhando e contribuindo nos meus ensinamentos desde o mestrado. Tenho muito a te agradecer! Você e o professor Caca são meus exemplos profissionais.

Ao seu Hélio Pinheiro, grande exemplo e sempre à disposição nos auxílios e manutenção do reator em que às vezes apresentava problemas. Você nunca me deixou na mão e sempre vinha para a Universidade (de longe muitas vezes) para arrumar o painel de comando sem esperar nada em troca. Operar um sistema montado pelo senhor não tem preço!

A minha vó Amélia (*in memoriam*) e meu tio Neno (*in memoriam*) por me apoiarem incondicionalmente e por me ensinarem a ser nobre e que também não há limite de idade para aprender. Gostaria que pudessem ver meu trabalho finalizado; pois vocês sempre me perguntavam dele. Gostaria também de agradecer a todos os meus primos e tios que torcem por mim e me ajudaram de alguma forma ao longo deste percurso.

Ao meu amigo mestrando, parceiro de viagens na busca de efluente, companheiro de laboratório e de revezamento nos cuidados com o reator nos finais de semana, Rogério. Obrigado pelo incentivo e aprendizado. Sua ajuda foi de extrema importância!

Aos alunos de IC e amigos, Thiago e Letícia pelos momentos de descontração, aprendizado e auxílios na operação do reator durante a primeira estratégia. Foi gratificante ter a ajuda de vocês por três meses.

Ao professor Nilton pelo empréstimo do microscópio e ensinamentos e, a aluna de IC Damires por todo suporte com os ensaios respirométricos, companhia e auxílio com microscopia óptica.

A técnica de Laboratório de Saneamento Ambiental e Qualidade da água, Ana, pela amizade, suporte, aprendizado, motivação e confiança. Agradeço também a professora Kelly Viviane de Souza pelo incentivo, ajuda na interpretação e implementação de metodologias laboratoriais. Desde quando fui bolsista técnico, vocês vêm contribuindo no meu aprendizado.

Aos amigos que fiz durante a pós-graduação, Pedro Paulo, William, Emílio, Pâmela, Danielle, Fábio, Alysson, Richieliel, Bell, Lygia, Renan, Jocasta, Daniela e Jéssica. Aprendi muito com vocês gente! Obrigado pela parceria e por toda ajuda!

As secretárias do PPGF, Adriane e Silvana e, Joelma do PPGESA/DENAM por todo suporte prestado. Agradeço também a todos os professores do PPGF pelos ensinamentos.

Ao professor Sandro Xavier de Campos pelo aprendizado e contribuição nas correções da minha qualificação. Agradeço também aos amigos de outra pós-graduação e orientados pelo professor Sandro, Cleber e Cinthia, pela parceria, aprendizado, análises laboratoriais e trabalhos realizados em conjunto. Contem comigo sempre!

Aos amigos e companheiros de laboratório, Mirelly, Guilherme, Fernanda, Karoline, Neanderson, Ana Paula, Fernando e Mariele pela ajuda com as análises laboratoriais, companheirismo, momentos de descontração e troca de conhecimentos.

Aos professores Henrique Soares Koehler e Kelly Geronazo Martins pelo conhecimento e dedicação nos ensinamentos com estatística. Não tem como não saber a usar e interpretar essa ferramenta com vocês!

A professora Cláudia Regina Xavier pelo auxílio e dedicação nas interpretações das análises envolvendo medições nos comprimentos de onda 254, 280 e 346 nm e a relação destas com a DQO.

Ao André Aguiar Battistelli pelas correções e auxílio prestado durante minha pesquisa.

Aos amigos que DEUS me presenteou, Matheus e Kellen pelos momentos de descontração, parceria e por sempre me apoiarem! Vocês são demais!

À coordenação de Aperfeiçoamento Pessoal de Nível Superior (CAPES) pela concessão de bolsa de doutorado.



“Sic Parvis Magna”

Sir Francis Drake

## RESUMO

A tecnologia biorreator à membrana (BRM) vem sendo investigada nos últimos anos no tratamento de efluentes da indústria de produção de papel, devido ao fato de apresentar excelente desempenho na remoção de poluentes. A introdução de meio suporte nesse sistema, torna-se uma alternativa moderna de tratamento, uma vez que a presença de biofilmes pode conferir uma capacidade adicional de suportar cargas de choque, bem como contribuir na degradação de compostos potencialmente tóxicos e recalcitrantes como derivados da lignina. Desse modo, o presente trabalho teve como escopo avaliar o desempenho de um biorreator à membrana de leito móvel, operado em batelada sequencial (BRMLM-BS) no tratamento de efluente de baixa carga de fábrica de produção de papel *tissue* por fibras recicladas. Nesse caso, avaliou-se o efeito da variação do tempo de detenção hidráulica (TDH) de 10,9 e 21,9 h (denominados estratégias 1 e 2) no desempenho no que se refere à remoção de poluentes presentes nestes efluentes como DQO solúvel (DQO<sub>s</sub>), fenóis totais, cor verdadeira, nitrogênio amoniacal (N-amoniacal) e compostos aromáticos (UV<sub>254</sub>) e lignínicos (UV<sub>280</sub>) e, sobretudo nas variáveis relacionadas ao potencial incrustante do licor misto: pressão transmembrana (PTM), índice de incrustação à membrana (MFI), índice volumétrico de lodo diluído (IVL<sub>diluído</sub>) e substâncias poliméricas extracelulares (SMP e EPS). Foi avaliado também se a variação do TDH influencia na concentração de sólidos suspensos e aderidos voláteis (SSV e SAV) e, se a presença do biofilme contribui no desempenho do reator. Nas condições testadas, o aumento do TDH contribuiu para melhorar o desempenho do reator na remoção de DQO<sub>s</sub> e compostos derivados da lignina (UV<sub>254</sub> e UV<sub>280</sub>) (com exceção ao N-amoniacal). Fenóis totais e cor verdadeira não sofreram influência do TDH. As concentrações de SSV e SAV reduziram com o aumento do TDH e, a presença do biofilme teve pouca contribuição para o desempenho do reator. No que se refere ao potencial incrustante do licor misto, o TDH de 21,9 h diminuiu a variação da PTM e as concentrações de MFI, EPS e SMP, ambos sob a forma de polissacarídeos. As variáveis SMP, UV<sub>254</sub>, UV<sub>280</sub> e fenóis totais correlacionaram-se diretamente com o aumento da PTM e, a DQO<sub>s</sub> influenciou indiretamente na colmatação das membranas. Por fim, nas condições testadas, concluiu-se que as duas estratégias operacionais contribuíram de maneira satisfatória na remoção de contaminantes, entretanto, quando levada em consideração a colmatação das membranas, a estratégia 2 apresentou os melhores resultados.

**Palavras-chave:** BRMLM-BS. TDH. RBS. Remoção de compostos aromáticos e lignínicos. Colmatação das membranas. Efluente de produção de papel por polpa reciclada. Efluente da indústria de papel e celulose.

## ABSTRACT

The membrane bioreactor (MBR) technology has been investigated in recent years in the treatment of wastewater from the papermaking industry, due to the fact that it presents excellent performance in removing pollutants. The introduction of support material in this system, becomes a modern treatment alternative, since the presence of biofilms can provide an additional shock load capacity, as well as contributing to the degradation of potentially toxic and recalcitrant compounds such as lignin derivatives. Thus, the present work aimed to evaluate the performance of a sequencing batch moving bed membrane bioreactor, (SB-MBMBR) in the treatment of low organic load effluent from a *tissue* paper production plant using recycled fibers. In this case, the effect of the variation in the hydraulic detention time (TDH) of 10,9 and 21,9 h (called strategies 1 and 2) was evaluated on the performance regarding the removal of pollutants present in these effluents as soluble COD (COD<sub>s</sub>), total phenols, true color, ammoniacal nitrogen (N-ammoniacal) and aromatic (UV<sub>254</sub>) and ligninic (UV<sub>280</sub>) compounds and, especially in variables related to the mixed liquor fouling potential: transmembrane pressure (TMP), membrane fouling index (MFI), sludge volume index (SVI<sub>diluted</sub>) and extracellular polymeric substances (SMP and EPS). It was also evaluated if the variation of the HRT influences the concentration of volatile suspended solids and volatile attached solids (VSS and VAS) and, if the presence of the biofilm contributes to the reactor performance. Under the conditions tested, the increase in TDH contributed to improve the performance of the reactor in the removal of CODs and compounds derived from lignin (UV<sub>254</sub> and UV<sub>280</sub>) (with the exception of N-ammoniacal). Total phenols and true color were not influenced by HRT. The concentrations of VSS and VAS decreased with the increase in HRT, and the presence of biofilm had little contribution to the reactor performance. Regarding the mixed liquor fouling potential, the 21,9 h HRT decreased the variation of TMP and the concentrations of MFI, EPS and SMP, both in the form of polysaccharides. The variables SMP, UV<sub>254</sub>, UV<sub>280</sub> and total phenols were directly correlated with the increase in TMP and, the COD<sub>s</sub> indirectly influenced the membrane fouling rate. Finally, it was concluded that both operational strategies contributed satisfactorily to the removal of contaminants, however, when taking into account the membrane fouling rate, strategy 2 showed the best results.

**Keywords:** SB-MBMBR. HRT. SBR. Removal of aromatic and ligninic compounds. Membrane fouling rate. Recycled paper mill effluent. Pulp and paper mill effluent.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Representação esquemática do processo de separação por membranas .....	22
Figura 2 - Configurações gerais de BRM: com módulo externo (a) e submerso (b) .....	23
Figura 3 - Fatores que afetam a colmatção das membranas. ....	24
Figura 4 - Configurações do BRMLM-BS em relação ao módulo de membranas .....	27
Figura 5 - Representação esquemática da unidade experimental .....	32
Figura 6 - Unidade Experimental (BRMLM-BS) utilizado na presente pesquisa.....	33
Figura 7 - Imagem e esquema do módulo de membranas. ....	34
Figura 8 - Meio suporte (AMB BioMedia™) utilizado no BRMLM-BS. ....	35
Figura 9 - Processo de produção de papel da indústria. ....	37
Figura 10 - Processo de tratamento de efluentes da indústria de produção de papel. ....	37
Figura 11 - Representação esquemática do aparato usado para determinar o MFI. ....	49
Figura 12 - Permeabilidade hidráulica ( $L_p$ ) do módulo de membranas utilizado. ....	51
Figura 13 - Perfil da concentração do traçador salino (NaCl) em função do tempo. ....	52
Figura 14 - Concentração de SSV em função do tempo durante a partida do reator. ....	53
Figura 15 - Biomassa aderida ao meio suporte do BRMLM-BS. ....	54
Figura 16 – Variação das concentrações e eficiência de DQO <sub>s</sub> durante os dias operacionais. ....	57
Figura 17 - Concentração média de DQO <sub>s</sub> no efluente PP, reator, permeado e os respectivos valores de DQOs retida pela membrana em cada estratégia operacional. ....	58
Figura 18 - Perfil da concentração de DQO <sub>s</sub> durante a análise de ciclo para cada estratégia experimental. ....	60
Figura 19 - Variação da absorbância (254 nm) e eficiência de remoção dos compostos aromáticos (UV <sub>254</sub> ) ao longo dos dias operacionais.....	62
Figura 20 – Variação da absorbância (280 nm) e eficiência de remoção dos compostos lignínicos (UV <sub>280</sub> ) ao longo dos dias operacionais.....	62
Figura 21 - Valores de absorbâncias (UV <sub>254nm</sub> ) no efluente PP, reator, permeado e, quantidade de absorbância retida (UV <sub>254nm</sub> ) pela membrana em cada estratégia experimental. ....	63
Figura 22 - Valores de absorbâncias (UV <sub>280nm</sub> ) no afluente, reator, permeado e, quantidade de absorbância retida (UV <sub>280nm</sub> ) pela membrana em cada estratégia experimental. ....	64
Figura 23 - Perfil do decaimento dos compostos aromáticos (UV <sub>254</sub> ) e lignínicos (UV <sub>280</sub> ) durante a análise de ciclo para cada estratégia operacional. ....	65
Figura 24 - Valores médios da razão UV <sub>254</sub> /UV <sub>280</sub> nos pontos de coleta para cada estratégia no BRMLM-BS.....	67

Figura 25 – Variação da concentração de fenóis totais e eficiência de remoção ao longo dos dias operacionais.....	68
Figura 26 - Concentração média de fenóis totais nos pontos amostrais e retida pela membrana para cada estratégia operacional.....	69
Figura 27 – Variação da concentração de cor verdadeira e eficiência de remoção (%) ao longo dos dias operacionais.....	70
Figura 28 - Concentração média de cor verdadeira nos pontos amostrais e retida pela membrana em cada estratégia operacional.....	71
Figura 29 - Variação da concentração de nitrogênio amoniacal ( $\text{NH}_4^+$ ) e eficiência de remoção ao longo dos dias operacionais.....	73
Figura 30 - Concentração média de nitrogênio amoniacal nos pontos amostrais e retida pela membrana para cada estratégia operacional.....	74
Figura 31 - Concentração da biomassa suspensa no licor misto (SST e SSV) e a relação SST/SSV ao longo dos dias operacionais.....	75
Figura 32 - Concentração da biomassa aderida (SAT e SAV) e relação SAV/SAT ao longo dos dias operacionais.....	75
Figura 33 - Valores médios de TCOe endógena, heterotrófica e autotrófica da biomassa do BRMLM-BS para cada estratégia experimental.....	77
Figura 34 - Diversidade de microrganismos observados no licor misto (SST) e aderidos ao meio suporte (SAT) no BRMLM-BS na E-1: a) Bactérias espiraladas; b) Bactérias filamentosas e <i>Euglypha</i> sp.; c) <i>Zooglea</i> sp; d) Ameba nua; e) <i>Paramecium</i> sp; f) <i>Euplotes</i> sp; g) <i>Euglena</i> sp.; h) <i>Rotaria</i> sp e <i>Aelosoma</i> sp. ....	79
Figura 35 - Diversidade de microrganismos observados no licor misto (SST) e aderidos ao meio suporte (SAT) no BRMLM-BS na E-2: a) Algas clorofíceas; b) Algas diatomáceas; c) <i>Euglypha</i> sp; d) <i>Aspidisca</i> sp.; e) <i>Oikomona</i> sp. e <i>Pandorina</i> sp.; f) <i>Aeolossoma</i> sp.; g) <i>Carchesium</i> sp.; h) <i>Podophrya</i> sp. ....	80
Figura 36 - Valores da pressão transmembrana (PTM) ao longo dos dias operacionais.....	85
Figura 37 - Velocidade de colmatção (VC) nas estratégias operacionais. ....	86

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Valores médios de DQO e pH típicos de efluentes de produção de papel e celulose. ....	20
Tabela 2 - Especificações do módulo de membranas filtrantes. ....	34
Tabela 3 - Parâmetros empregados para cada estratégia operacional. ....	36
Tabela 4 - Pontos amostrados e parâmetros físico-químicos analisados. ....	43
Tabela 5 - Parâmetros físico-químicos, referência e frequência amostral. ....	44
Tabela 6 - Caracterização do efluente de produção de papel (PP) para cada estratégia experimental. .	55
Tabela 7 - Condições operacionais do BRMLM-BS. ....	56
Tabela 8 - Concentração média de DBO <sub>5</sub> em cada ponto de coleta para ambas as estratégias experimentais. ....	59
Tabela 9 - Valores médios dos compostos orgânicos específicos derivados da lignina (UV <sub>254</sub> /DQO <sub>s</sub> e UV <sub>280</sub> /DQO <sub>s</sub> ) no BRMLM-BS para cada estratégia experimental. ....	66
Tabela 10 - Valores médios de turbidez e SST no efluente PP e permeado para cada estratégia empregada. ....	72
Tabela 11 - Médias e eficiências de remoção (%) das variáveis DQO <sub>s</sub> , compostos derivados da lignina (UV <sub>254</sub> e UV <sub>280</sub> ), fenóis totais e cor verdadeira, nos ensaios sem e com a presença de biofilme. ....	83
Tabela 12 - Valores médios dos parâmetros relacionados ao potencial incrustante do BRMLM-BS. .	87
Tabela 13 - Matriz de correlação da PTM com as variáveis SMP, EPS, DQO <sub>s</sub> , UV <sub>254</sub> , UV <sub>280</sub> , Fenóis totais, Cor v. razão A/M, COV e COS. ....	88

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

**$\theta_c$**  – Idade do lodo

**A/M** – Alimento/microrganismo

**BRM** – Biorreator à membrana

**BRMLM-BS** – Biorreator à membrana de leito móvel operado em batelada sequencial

**CNV** – Carga nitrogenada volumétrica

**COV** – Carga orgânica volumétrica

**Cor v.** – Cor verdadeira

**DQO<sub>s</sub>** – Demanda química de oxigênio solúvel

**EPS** – Substância polimérica extracelular

**IVL<sub>diluído</sub>** – Índice volumétrico de lodo diluído

**LAC** – Lodo ativado convencional

**MFI** – Índice de incrustação da membrana

**N-amoniacal** – Nitrogênio amoniacal

**OD** – Oxigênio dissolvido

**PTM** – Pressão transmembrana

**RBS** – Reator em batelada sequencial

**SMP** – Produto microbiano solúvel

**SST** – Sólidos suspensos totais

**SSV** – Sólidos suspensos voláteis

**SAT** – Sólidos aderidos totais

**SAV** – Sólidos aderidos voláteis

**TCO<sub>e</sub>** – Taxa de consumo de oxigênio específica

**TDH** – Tempo de detenção hidráulica

**UV<sub>254</sub>** – Compostos aromáticos

**UV<sub>280</sub>** – Compostos lignínicos

**VC** – Velocidade de colmatação



## SUMÁRIO

<b>1- INTRODUÇÃO E JUSTIFICATIVA</b> .....	15
<b>2- OBJETIVO GERAL</b> .....	17
<b>3- OBJETIVOS ESPECÍFICOS</b> .....	17
<b>4- REFERENCIAL TEÓRICO</b> .....	18
<b>4.1- FONTES DE GERAÇÃO DE EFLUENTES NA INDÚSTRIA DE PAPEL E CELULOSE.</b> .....	18
<b>4.1.2 – Efluentes de papel e celulose gerados a partir da produção de papel com fibras virgens</b> .....	18
<b>4.1.3 – Efluentes de papel e celulose gerados a partir da produção de papel com fibras recuperadas</b> .....	19
<b>4.2 –TECNOLOGIAS COMUMENTE APLICADAS NO TRATAMENTO DE EFLUENTE DE PAPEL E CELULOSE</b> .....	21
<b>4.2.1 – Biorreator à membrana no tratamento de efluentes de papel e celulose</b> .....	21
<b>4.2.2 – Biorreator à membrana de leito móvel operado em batelada sequencial.</b> .....	25
<b>4.2.3 – Breve revisão de trabalhos utilizando BRM no tratamento de efluentes da indústria de produção de papel e celulose e diferencial da presente pesquisa.</b> .....	27
<b>5- MATERIAIS E MÉTODOS</b> .....	31
<b>5.1- UNIDADE EXPERIMENTAL</b> .....	31
<b>5.2- OPERAÇÃO DO REATOR</b> .....	35
<b>5.3- ESTRATÉGIAS OPERACIONAIS</b> .....	36
<b>5.4- PARÂMETROS DE PARTIDA E DE OPERAÇÃO DO BRMLM-BS</b> .....	36
<b>5.4.1 – Alimentação do sistema e inóculo</b> .....	37
<b>5.4.2 – Tempo de detenção hidráulica (TDH).</b> .....	38
<b>5.4.3 – Razão alimento /microrganismo (A/M), carga orgânica volumétrica (COV) e carga orgânica superficial (COS).</b> .....	38
<b>5.4.4 – Eficiência de remoção (%)</b> .....	39
<b>5.4.5 – Controle da idade do lodo</b> .....	40
<b>5.4.6 - Limpeza das membranas</b> .....	41

<b>5.5- MONITORAMENTO DO BRMLM-BS</b> .....	41
<b>5.5.1- Ensaio preliminares</b> .....	41
<b>5.5.2 – Desempenho geral do BRMLM-BS</b> .....	42
<b>5.5.3 – Avaliação das características da biomassa</b> .....	44
<b>5.5.3.1 - Quantificação da biomassa</b> .....	45
<b>5.5.3.2 - Respirimetria</b> .....	45
<b>5.5.3.3 – Microscopia óptica</b> .....	47
<b>5.5.3.4 – Ensaio de bancada com o biofilme</b> .....	47
<b>5.5.4- Avaliação do potencial incrustante do licor misto</b> .....	48
<b>5.5.4.1 – Índice de incrustação da membrana (MFI)</b> .....	48
<b>5.5.4.2 – Índice volumétrico do lodo diluído (IVL<sub>diluído</sub>)</b> .....	49
<b>5.5.4.3 - Substâncias poliméricas extracelulares (EPS – extracellular polymeric substances) e produto microbiano solúvel (SMP – soluble microbial products).</b> .....	50
<b>5.6 - TRATAMENTO ESTATÍSTICO</b> .....	50
<b>6- RESULTADOS E DISCUSSÃO</b> .....	51
<b>6.1 – ENSAIOS PRELIMINARES</b> .....	51
<b>6.1.1 – Permeabilidade hidráulica</b> .....	51
<b>6.1.2 – Tempo de mistura</b> .....	51
<b>6.1.3 – Aclimação do BRMLM-BS</b> .....	52
<b>6.2 – DESEMPENHO GERAL DO SISTEMA BRMLM-BS.</b> .....	54
<b>6.2.2 – Avaliação da matéria orgânica em termos de DQO<sub>s</sub></b> .....	57
<b>6.2.3 – Avaliação de compostos derivados da lignina</b> .....	61
<b>6.2.3 - Avaliação de fenóis totais</b> .....	68
<b>6.2.4 - Avaliação de cor verdadeira</b> .....	70
<b>6.2.5 - Avaliação de nitrogênio amoniacal</b> .....	72
<b>6.3 - AVALIAÇÃO DAS CARACTERÍSTICAS DA BIOMASSA DO BRMLM-BS</b> .....	74
<b>6.3.1 - Crescimento da biomassa em suspensão e aderida no BRMLM-BS</b> .....	75
<b>6.3.2 - Bioatividade e avaliação qualitativa da biomassa</b> .....	77

6.3.3 - Ensaio de bancada com o biofilme do BRMLM-BS .....	82
6.4 - POTENCIAL INCRUSTANTE DO LICOR MISTO .....	84
6.4.1 - Parâmetros relacionados com o aumento da pressão transmembrana (PTM) .....	84
7- CONCLUSÕES .....	91
7.1 – Recomendações: .....	91
8- REFERÊNCIAS .....	92

## 1- INTRODUÇÃO E JUSTIFICATIVA

O ano de 2018 foi de avanço generalizado nas negociações com o mercado externo em todos os segmentos das indústrias de base florestal, e o que contribuiu para o desempenho positivo desse setor, em grande monta, segundo especialistas da Indústria Brasileira de Árvores (IBÁ) foi a aposta em inovação (IBÁ, 2019).

Assim, trazer inovação para essa área, que gere economia de recursos e maior sustentabilidade é a chave para continuar propiciando maior produtividade e competitividade ao setor. Um exemplo de inovação que vem ganhando destaque é a utilização de fibras recuperadas na produção de papel *tissue* (EPE, 2017; IZADI et al. 2018; KAMALI e KHODAPARAST, 2015). Em contrapartida aos impactos e aspectos ambientais negativos associados a indústria de celulose e papel, o Brasil está há anos entre os principais países produtivos do mundo neste setor, trazendo significativa contribuição para a balança comercial e gerando muitos empregos e renda em todas as regiões do país.

Dentre as atividades industriais, a indústria de papel e celulose é a terceira maior consumidora de água (13-100 m<sup>3</sup> por tonelada de polpa produzida), gerando grandes quantidades de efluentes (podendo chegar a 70 m<sup>3</sup> por tonelada de papel produzida) (HUBBE et al. 2016). Segundo Kamali e Khodaparast (2015), empresas de grande porte podem gerar valores de >100 m<sup>-3</sup> d<sup>-1</sup> de efluente enquanto de pequeno e médio porte <100 m<sup>-3</sup> d<sup>-1</sup>.

De maneira geral, os efluentes destas indústrias são uma matriz complexa com grandes quantidades de carboidratos, extrativos, lignina e derivados (BOKHARY et al. 2018). Essas substâncias são potencialmente tóxicas e recalcitrantes, geram impactos ambientais e dificultam os processos de tratamento (IZADI et al. 2018; POKHEL e VIRARAGHAVAN, 2004; TOCZYLOWSKA-MANINSKA, 2017).

No Brasil, normalmente as estações de tratamento de efluentes de indústria de papel e celulose empregam reatores aeróbios biológicos convencionais como lodos ativados (LAC) e lagoas aeradas; porém, essas tecnologias possuem baixas resistências a suportar variações de cargas e nem sempre apresentam adequada eficiência no tratamento, resultando na geração efluentes com elevada cor, concentração de sólidos suspensos, compostos orgânicos recalcitrantes e tóxicos (ASHRAFI et al. 2015; BUZZINI e PIRES, 2007; IZADI et al. 2018, MUHAMAD et al. 2015).

Dentre as alternativas disponíveis, os reatores em batelada sequencial (RBS) se destacam, uma vez que são unidades mais compactas onde, em um único tanque ocorre todas as etapas (tratamento biológico/sedimentação), além de serem eficientes no tratamento biológico e conferir flexibilidade operacional (KUMAR e SUBRAMANIAN, 2014; LIN et al. 2012; SATHIAN et al. 2014). Outra variação aos RBS é introdução de meio suporte, dando origem ao sistema de reator de leito móvel operado em batelada sequencial (RBSLM). Nesses sistemas, a biomassa além de crescer dispersa no licor misto, também cresce aderida (formando o biofilme) em meio suporte de: polipropileno (PP), polietileno de alta densidade (HDPE), polietileno (PE) ou álcool polivinil (PVA) (BIELEFELDT, 2017; FARABEGOLI et al. 2008). A produção de lodo é reduzida comparada aos sistemas LAC e, a presença de biofilmes nesse sistema confere capacidade de suportar flutuações nas características desses efluentes (condição de estresse) e, eficiência na degradação de compostos potencialmente recalcitrantes, devido ao fato que as substâncias produzidas pelas bactérias na formação do biofilmes (EPS e SMP) atuam como uma barreira para os microrganismos frente as substâncias recalcitrantes e tóxicas como derivados de lignina (ABU BAKAR et al., 2018; CAI et al. 2019; IZADI et al. 2019; QUINTELAS et al., 2011; VADHEGI et al, 2016). Entretanto, a desvantagem desse sistema é que depende da sedimentação gravitacional na clarificação do efluente.

Nesse sentido, a tecnologia biorreator à membrana de leito móvel, operado em batelada sequencial (BRMLM-BS) pode ser uma alternativa moderna no tratamento de efluentes industriais frente as legislações cada vez mais restritivas no lançamento de efluentes. Esse sistema é uma biotecnologia promissora na remoção de poluentes, possui as vantagens apresentadas no RBSLM, além da separação física realizada pela membrana, a qual melhora substancialmente a qualidade final do efluente e, reduz o tempo de ciclo do reator (ASRI et al. 2018; DONG e JIANG, 2009). Outra vantagem do BRMLM-BS frente aos sistemas contínuos (BRMLM) é que podem ser uma solução para tratamentos de efluentes que não são gerados continuamente.

Apesar das vantagens reportadas, diversos são os parâmetros operacionais que afetam o desempenho desses sistemas, como: idade do lodo ( $\theta_c$ ), TDH, carga orgânica volumétrica (COV) e razão alimento/microrganismos (A/M), no que se refere a eficiência de remoção de contaminantes e nos processos relacionados à colmatação das membranas (BOKHARY et al. 2018; IZADI et al. 2018). Entretanto, pouca informação a respeito da tecnologia BRMLM-BS no tratamento de efluentes da indústria de produção de papel é encontrado na literatura quando envolve a modalidade batelada sequencial e, principalmente para efluente real produzido a

partir de fibras recuperadas, além de verificação do seu comportamento frente a baixas cargas orgânicas.

## **2- OBJETIVO GERAL**

Avaliar o desempenho do BRMLM-BS no tratamento de efluente de fábrica de produção de papel.

## **3- OBJETIVOS ESPECÍFICOS**

- Avaliar o efeito do TDH no desempenho do BRMLM-BS.
- Avaliar o desempenho desse sistema quanto à remoção de  $DQO_{\text{solúvel}}$ , cor verdadeira, fenóis totais, nitrogênio amoniacal, compostos aromáticos ( $UV_{254}$ ) e lignínicos ( $UV_{280}$ ).
- Analisar a influência do biofilme do biofilme na eficiência de remoção das variáveis acima mencionadas.
- Avaliar o potencial incrustante do licor misto e o processo de colmatação da membrana sob diferentes condições operacionais.

## **4- REFERENCIAL TEÓRICO**

### **4.1- FONTES DE GERAÇÃO DE EFLUENTES NA INDÚSTRIA DE PAPEL E CELULOSE.**

De maneira geral, o volume e as especificações de efluentes na indústria de papel e celulose dependem de fatores como o tipo de material (matéria-prima), modo de produção de escala e tecnologias aplicadas. O maior consumo de água (contaminada com subprodutos, resíduos e material da produção) são nas etapas de branqueamento e produção de papel e, em toda etapa dos processos (descritos abaixo) geram efluentes (POKHEL e VIRARAGHAVAN, 2004). Os efluentes são uma matriz complexa com grandes quantidades de substâncias tóxicas, compostos orgânicos biodegradáveis e recalcitrantes, ligninas e derivados, gerando impactos ambientais (HUBBE et al. 2016).

As matérias primas na produção de papel são fibras virgens ou recuperadas, principalmente na produção de papel *tissue*. Esse termo descreve papéis de baixa gramatura que apresentam maciez, flexibilidade e alta capacidade de absorção, sendo usados na fabricação de produtos de higiene.

#### **4.1.2 – Efluentes de papel e celulose gerados a partir da produção de papel com fibras virgens**

A produção de papel e celulose por meio de fibras virgens passam pelas seguintes etapas: preparo da madeira, polpação, branqueamento e produção de papel a partir das fibras de celulose.

O preparo da madeira consiste em remover impurezas (material grosseiro) como sólidos grosseiros (cascas, terra e areia), sólidos suspensos, fibras e componente que possam prejudicar o processo de polpação. Após o descascamento, a madeira é lavada e as toras são transformadas em cavacos com dimensões uniformes (POKHEL e VIRARAGHAVAN, 2004).

O processo de polpação pode ser mecânico (processo convencional ou refinador) ou químico (processo alcalino ou sulfito). Nesta etapa, os cavacos são cozinhados em alta temperatura e pressão, formando uma pasta. Segundo Izadi et al. (2018), a qualidade dos processos químicos é significativamente maior para separar a lignina e a hemicelulose da celulose e, esta etapa é responsável por remover compostos orgânicos da madeira que está sendo

processada. Ressalta-se que normalmente, há recuperação do licor negro (reagente químicos usados na produção de licor de cozimento).

Os poluentes gerados no processo de polpação são: resinas, ácidos graxos, cor, DBO, DQO, AOX e COV's (compostos orgânicos voláteis: álcoois, fenóis, acetona, etc.) e após o cozimento, a pasta passa por lavagem com o objetivo de remover materiais indesejáveis misturados a polpa durante o cozimento e também pelo processo de depuração (remoção de pedaços de cavacos que não foram devidamente cozidos) (EPE, 2017).

Após o cozimento, entra a etapa de branqueamento, responsável por remover o teor residual de lignina (polpa marrom), melhorando o brilho da polpa e deixando a celulose na sua cor natural, para que a polpa passe pelo processo de fabricação do papel (KAMALI e KHODAPARAST, 2015). Esse processo é dividido em 3 etapas: deslignificação (agentes oxidantes), tratamento cáustico (remoção de cloroligninas solúveis em álcalis como NaOH, entre outros) e branqueamento (agentes oxidantes) (IZADI et al., 2018; EPE, 2017). Vários agentes oxidantes (branqueadores) são usados no processo como dióxido de cloro ( $\text{ClO}_2$ ), tecnologia livre de cloro elementar (ECF) ou peróxido de hidrogênio ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) e ozônio ( $\text{O}_3$ ), tecnologia livre de cloro (TCF) (KAMALI e KHODAPARAST, 2015). Os contaminantes gerados nesta etapa são: lignina dissolvida, cor, DQO, DBO, AOX, resinas,  $\text{H}_2\text{O}_2$ , álcalis, compostos inorgânicos e orgânicos clorados como,  $\text{ClO}_3^-$ , dioxinas, furanos, clorofenóis, além de compostos orgânicos voláteis (acetona, cloreto de metileno, clorofórmio, clorometano, etc.) (IZADI et al., 2018; POKHEL e VIRARAGHAVAN, 2004).

Após a obtenção da celulose branqueada, entra a etapa de produção de papel (último estágio). As principais etapas (comumente utilizadas): Desagregação (fragmentação e hidratação da celulose), refinação (aumento da resistência das fibras - produção específica do papel), depuração (limpeza), preparação da receita (aditivos adicionados na celulose refinada para produção específica do papel) e máquina de papel (prensa e secagem da mistura refinada) (EPE, 2017). O efluente desta etapa é conhecido como “água branca” e contém uma diversidade de compostos como: partículas coloidais com dificuldade de sedimentação, corantes inorgânicos, cor, fibras, compostos orgânicos e inorgânicos.

#### **4.1.3 – Efluentes de papel e celulose gerados a partir da produção de papel com fibras recuperadas**

Recentemente, devido aos impactos ambientais e questões econômicas, muitas indústrias de papel e celulose estão utilizando pasta reciclada para reaproveitar a fibra da



celulose existente como recurso na fabricação de papel reciclado branqueado (IZADI et al, 2018; KAMALI e KHODAPARAST, 2015). O papel reciclado pode ser constituído de fibras secundárias (100% reciclado) ou ter a incorporação de pasta de papel (dependendo da finalidade) sendo um mercado altamente atrativo, principalmente para indústrias de produção de papel *tissue*.

Segundo EPE (2017) e Izadi et al. (2018), o processo para produção de papel reciclado branqueado por meio de fibras recuperadas seguem as seguintes etapas: coleta seletiva, triagem (retirada de materiais indesejáveis como metais e vidros), classificação (função da qualidade), trituração (dimensões pré-determinadas), desagregação ou polpação (adição de papel e água em um misturador com a finalidade de enfraquecer as ligações entre as fibras), depuração e lavagem (peneiramento para eliminar partículas com alta e média densidade e eliminação de contaminantes), dispersão (remoção de contaminantes como partículas de tintas da fibra de celulose em temperaturas de 50 a 125°C) e por fim branqueamento e refino (opcional que visa melhoria na resistência).

O efluente de produção de papel por polpa reciclada é uma mistura complexa de substâncias tóxicas e recalcitrantes como carboidratos, lignina e extrativos que dificultam o processo de tratamento (IZADI et al, 2018; TOCZYLOWSKA-MANINSKA, 2017). Este efluente contém contaminantes como: surfactantes, aditivos usados na etapa de dispersão (remoção de tintas) e branqueamento ( $H_2O_2$ ,  $Na_2SiO_3$ ,  $Na_2CO_3$ ) (IZADI et al, 2018; HUBBE et al., 2016; KAMALI e KHODOPARAST, 2015).

Na Tabela 1 é apresentado as características típicas de DQO e pH para efluentes de produção de papel e celulose.

Tabela 1 - Valores médios de DQO e pH típicos de efluentes de produção de papel e celulose.

<b>Tipo de produção</b>	<b>DQO (mg L<sup>-1</sup>)</b>	<b>pH</b>
Polpação termo-mecânica	3343-4250	4,0-4,2
Polpação química termo-mecânica	7521	7,4
Processo Kraft	1700-2700	7-13,5
Branqueamento	3680	8,2
Produção de papel com polpa reciclada	430-4930	6,2-7,8

Fonte: adaptado de Izadi et al. (2018) e Kamali e Khodoparast et al. (2015).

Observa-se que efluentes de produção de papel por polpa reciclada apresenta uma faixa maior de DQO em comparação aos outros processos. Porém, parte desta DQO é recalcitrante e

além dela outras substâncias presentes dificultam os processos de tratamentos dos efluentes gerados.

## **4.2 – TECNOLOGIAS COMUMENTE APLICADAS NO TRATAMENTO DE EFLUENTE DE PAPEL E CELULOSE**

As unidades de tratamento de efluente das indústrias de papel e celulose possuem são compostas por: tratamento primário (processo físico: remoção de sólidos), secundário (processo biológico: remoção de compostos orgânicos dissolvidos) e não comumente o terciário (processo físico-químico: remoção de compostos recalcitrantes e polimento).

Segundo Lindholm-Lehto et al. (2015), os sistemas de tratamento biológico são mais econômicos comparado a outros métodos. Os autores também destacam que tratamento aeróbios são comumente utilizados para tratar efluentes com baixa concentração de DQO ( $<1000 \text{ mg L}^{-1}$ ) e anaeróbios para maiores concentrações ( $>1000 \text{ mg L}^{-1}$ ).

O sistema mais usual no tratamento secundário nas indústrias de produção de papel e celulose é o lodo ativado convencional (LAC); entretanto, esse processo biológico não se mostra eficiente na remoção de cor e compostos recalcitrantes, sendo um desafio a este sistema (IZADI et al. 2018; MUHAMAD et al. 2015). Uma tecnologia que vem ganhando destaque na substituição dos sistemas de lodos ativados convencionais é o biorreator à membrana (BRM). O BRM apresenta vantagem de menor área de instalação e qualidade na eficiência do tratamento de efluente em comparação ao sistema LAC.

### **4.2.1 – Biorreator à membrana no tratamento de efluentes de papel e celulose**

O BRM é considerado uma tecnologia de tratamento da atualidade, possui eficiência no tratamento, além de possibilidade de produzir efluentes para reúso. Este sistema já vem sendo desenvolvido comercialmente desde a década de 60. A Companhia Dorr-Oliver foi a primeira a desenvolver comercialmente o BRM e, a primeira aplicação foi reportada em 1969, onde um sistema de membrana filtrante foi implementado em um tanque de lodos ativados convencional (IZADI et al. 2018; JUDD, 2011). Porém, essa tecnologia ganhou notoriedade a partir da década de 80 (efluentes domésticos) e 90 (efluentes de papel e celulose) (HUBBE et al., 2016). No que se refere a efluentes industriais, ela vem destacando desde 2005 e, mais 100 unidades estão instaladas na Europa e 39 na América do Norte (BIELEFELDT, 2017).

O sistema BRM consiste na combinação de um reator biológico acoplado com uma unidade de membrana filtrante (separação sólido/líquido) que atua como uma barreira seletiva em relação ao tamanho dos compostos presentes no efluente (LE-CLECH et al. 2006). A diferença dos BRM aeróbios em comparação ao reator de LAC é que a separação ocorre por meio da filtração ao invés da etapa de sedimentação. As vantagens da substituição do decantador secundário pelas membranas nos sistemas LAC, são: sistemas mais compactos (baixa taxa de geração de lodo) devido à baixa relação alimento/microrganismo, alta eficiência no tratamento mesmo quando ocorre grande variação de carga orgânica no sistema, permite concentrações de biomassa elevada no líquido reacional (licor misto) e a operação independente entre a idade do lodo ( $\theta_c$ ) e tempo de detenção hidráulica (TDH) (JOHANSSON, 2012). Segundo Lin et al. (2012), valores típicos de TDH em BRM aeróbios variam entre 0,5 a 3 dias.

Os tipos de membranas mais usuais e utilizados em escala real são de microfiltração (MF) e ultrafiltração (UF) (BIELEFELDT, 2017; JUDD, 2011). As membranas de MF possuem tamanho de poros variando entre 0,1 a 1,0  $\mu\text{m}$ , enquanto que as de UF variam de 0,01 a 0,1  $\mu\text{m}$  (HAI e YAMAMOTO, 2011).

O princípio da separação por membrana baseia-se em forçar (força motriz) a passagem de uma solução através de uma superfície de membrana onde, permitirá a passagem de água e pequenos constituintes do efluente (permeado) e, rejeitará outros constituintes maiores na superfície da membrana (concentrado) (JUDD, 2011) (Figura 1). Ressalta-se que o fluxo do permeado é proporcional à magnitude da força motriz aplicada.

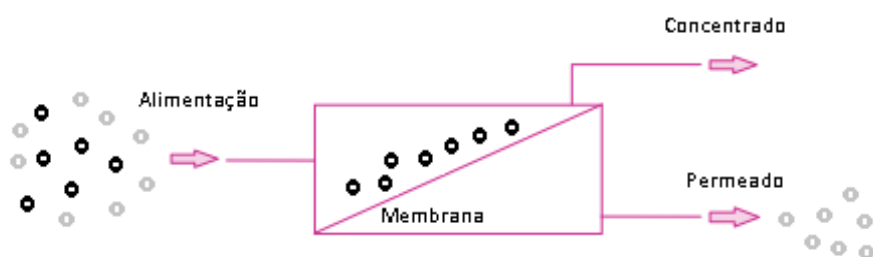


Figura 1 - Representação esquemática do processo de separação por membranas

Fonte: Judd, (2011).

De maneira geral, existem duas concepções mais utilizadas de BRM: configuração externa (a) (módulo de membrana instalado fora do tanque reacional) e submersa (b) (módulo de membrana submersa dentro do tanque reacional – licor misto) (Figura 2) e, o processo de separação por membranas (filtração) pode ser de maneira frontal ou tangencial.

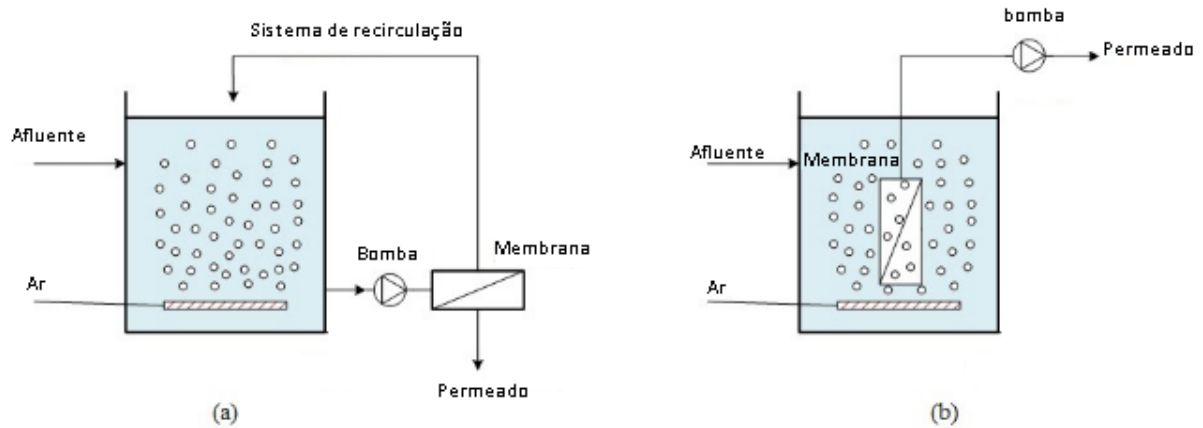


Figura 2 - Configurações gerais de BRM: com módulo externo (a) e submerso (b)

Fonte: Izadi et al. (2018).

Ambos os sistemas necessitam de mecanismos que fornecem tensões de cisalhamento nas superfícies das membranas para evitar entupimento dos poros (colmatção). No BRM com módulo externo, o consumo de energia é maior; pois, necessita de elevada velocidade tangencial (controle da colmatção) e, bombeamento do licor misto para o módulo de membranas onde, o concentrado retorna para o reator e o permeado é removido.

Para o BRM de módulo submerso, a retirada do permeado ocorre por meio de diferença de pressão (ação do vácuo - criação de pressão negativa entre o lado do permeado e o da solução), onde, partículas maiores ficam retidas na membrana e, o controle de colmatção nesta configuração ocorre por meio da aeração (turbulência) e o consumo de energia e procedimentos de limpeza são menores, tornando-se preferencialmente usados nas unidades de tratamento de efluentes (GUPTA et al. 2008; IZADI et al. 2018; METCALF e EDDY, 2003). Os materiais das membranas dos módulos submersos podem ser divididos em dois tipos: placa plana e fibrosa. O fluxo de permeado deste último é realizado do exterior para o interior das fibras.

O desempenho desta tecnologia está relacionado com o tamanho dos poros, materiais de fabricação, o tipo de configuração de reator, efluente a ser tratado, solubilidade e tempo de retenção. Os parâmetros que governam são: permeabilidade, fluxo (J), pressão transmembrana (PTM) e resistências (IZADI et al. 2018). Dentre os aspectos operacionais importantes em BRM pode-se citar: idade do lodo ( $\theta_c$ ), taxa de aeração e tempo de detenção hidráulica (TDH) (METCALF e EDDY, 2003).

Entretanto, um dos principais problemas desta tecnologia de tratamento é o processo de colmatação das membranas devido ao fato da permeabilidade hidráulica ser reduzida. Isso ocorre pela interação membrana-biomassa, limitando a passagem do permeado pelos poros da membrana e aumentando a pressão transmembrana (PTM) (IORHEMEN et al. 2016). Como resultado, estudos relacionados a colmatação das membranas vem sendo investigados, uma vez que esse processo tem impacto na economia e eficiência do sistema (JUDD, 2011; LE-CLECH et al. 2006; SUBTIL et al. 2014; TANG et al. 2016).

De acordo com Bokhary et al. (2018) e Iorhemen et al. (2016), a incrustação da membrana (entupimento) ocorre pela deposição ou adsorção de solutos e biomassa na superfície e dentro dos poros da membrana. Tal condição atrai mais biomassa e intensifica a formação de biofilme (também conhecido como torta) na superfície da membrana.

Sistemas BRM que tratam efluentes de papel e celulose requerem sistemas de manutenção complexos devido à redução severa do fluxo ocasionadas pela colmatação das membranas oriunda da composição heterogênea desses efluentes (BOKHARY et al. 2018; ERKAN e ENGIN, 2017). Fatores que afetam a colmatação da membrana devem ser monitorados; pois, esse processo está sujeito a diversas variáveis e são determinantes no desempenho do sistema (Figura 3).

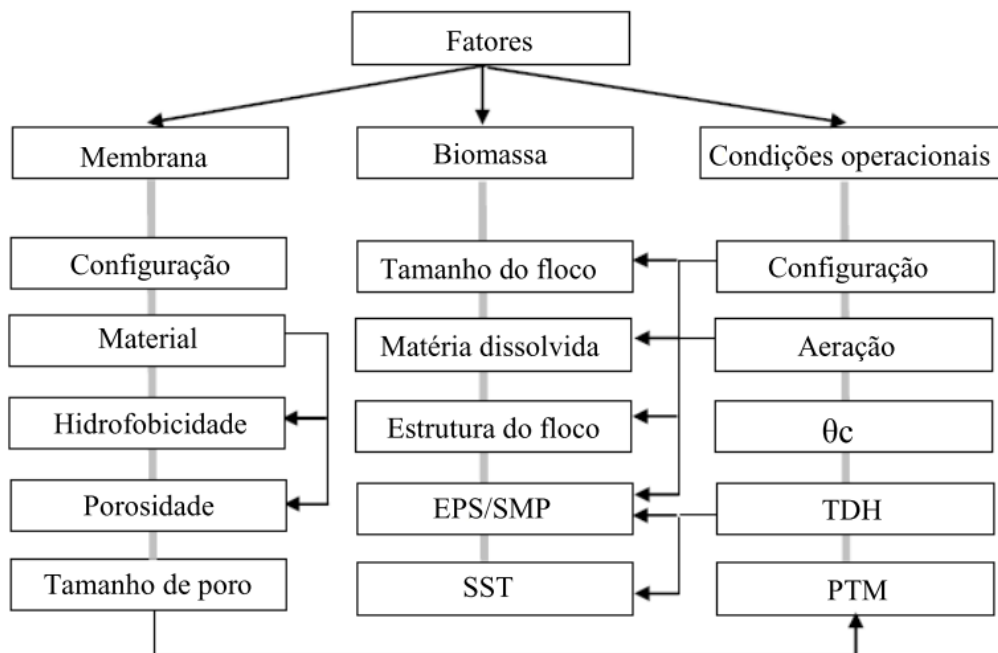


Figura 3 - Fatores que afetam a colmatação das membranas.

Fonte: Belli, 2015; Chang et al. 2002.

Na literatura, as concentrações de substâncias poliméricas extracelulares (EPS) e produtos microbianos solúveis (SMP) são verificadas como variáveis determinantes nos processos relacionadas às incrustações (BOKHARY et al. 2018; JUDD, 2006). As substâncias poliméricas extracelulares, que são caracterizadas pela formação dos agregados microbianos (EPS) e, as substâncias poliméricas extracelulares solúveis, as quais são caracterizadas pelos produtos orgânicos liberados em solução por meio do metabolismo e decaimento microbiano (também são conhecido como SMP), são constituídas majoritariamente de polissacarídeos e proteínas. BOKHARY et al. 2018; IOHERMEN et al. 2016). Além disso, essas duas variáveis também se relacionam com o TDH, mostrando a importância desse parâmetro como variável operacional, principalmente para efluentes de produção de papel e celulose (KAMALI et al. 2019).

A produção nas indústrias de papel e celulose vem crescendo e, muitas indústrias sofrem na questão de área ocupacional. Apesar das menores áreas requeridas na implementação de BRM em comparação aos sistemas LAC, problemas com a colmatação, redução de custos e variações de cargas de choque (afluente) são fatores presentes nas indústrias. Desse modo, outra variação desta tecnologia que também possui grande potencial e, pode contribuir na amenização dos problemas citados, é o uso de biorreatores à membrana de leito móvel operados em bateladas sequenciais (BRMLM-BS).

#### **4.2.2 – Biorreator à membrana de leito móvel operado em batelada sequencial.**

Um reator operado em batelada sequencial (RBS) é semelhante ao processo de LAC. A principal diferença entre os dois é que no RBS, as etapas de oxidação da matéria orgânica biodegradável e decantação, ocorrem em um mesmo tanque; enquanto que no LAC há presença de unidades subsequentes para a etapa de sedimentação (METCALF e EDDY, 2003). A área requerida e custos são menores frente ao sistema LAC, além de possuírem alta eficiência no tratamento de efluentes (BIELEFELDT, 2017; YANG et al. 2009).

A introdução de meio suporte nesses reatores dá origem ao sistema de reator de leito móvel operado em batelada sequencial (RBSLM). Nessa configuração, a biomassa cresce tanto dispersas no licor misto quanto aderidas ao meio suporte de: polipropileno (PP), polietileno de alta densidade (HDPE), polietileno (PE) ou álcool polivinil (PVA) (BIELEFELDT, 2017). As vantagens dessa configuração em comparação aos sistemas LAC são: produção de lodo reduzida, permitir uma maior concentração de biomassa, eficiência na remoção de compostos

orgânicos e maior resistência às cargas de choques e variações de toxicidade (ABU BAKAR et al. 2018).

A presença de biofilmes proporciona diferentes zonas (facultativas, anóxicas e aeróbias) dentro do reator, produzindo maior diversidade de microrganismos. A interação dos microrganismos quando aderem uma superfície de contato resultam nas mudanças fisiológicas e metabólicas da comunidade do biofilme (ABU BAKAR et al. 2018). Entretanto, apesar desse sistema possuir flexibilidade operacional, o processo de sedimentação gravitacional como etapa subsequente é o principal processo de clarificação do efluente e, podem gerar problemas com elevada turbidez, principalmente nas indústrias de produção de papel.

A combinação do processo RBSLM com BRM resulta no biorreator à membrana de leito móvel operado em batelada sequencial (BRMLM-BS). Originalmente, esse sistema foi proposto por Leiknes e Ødegaard (2007), que investigaram a performance de um biorreator à membrana de leito móvel (BRMLM) em relação a colmatação de membranas e sedimentabilidade (IVANOVIC e LEIKNES, 2012). Esse sistema é uma biotecnologia promissora na remoção de poluentes, possui a combinação da degradação biológica da biomassa dispersa e aderida ao meio suporte e separação física realizada pela membrana (ASRI et al. 2018). As vantagens do sistema BRMLM são: alta resistência a substâncias tóxicas e variação de cargas orgânicas volumétricas; flexibilidade com a variabilidade das características do efluente; desenvolvimento de maior diversidade de microrganismos; redução da colmatação das membranas e eficiência na remoção de nutrientes, compostos orgânicos e inorgânicos. (ASRI et al. 2018; DI FABIO et al. 2013, IVANOVIC e LEIKNES, 2012; KHAN et al. 2012; LUO et al. 2015; NEOH et al. 2016; ZHU et al. 2015).

Zhang et al. (2017) em ampla revisão da literatura sobre a temática colmatação, citam que a implementação da biomassa aderida traz melhoria no desempenho do sistema, devido ao fato de diminuir as resistências à filtração e a produção de EPS. Costa et al. (2018) observaram menor velocidade de colmatação em BRMLM-BS em comparação a BRM-BS no tratamento de efluente doméstico. Entretanto, Sun et al. (2012) mostraram efeito contrário, ou seja, menores velocidade de colmatação em BRM do que no BRMLM, no tratamento de efluente doméstico. Desse modo, mais estudos relacionados ao tema precisam ser verificados, principalmente voltados a efluentes industriais.

Os sistemas operados em bateladas sequenciais (BRMLM-BS) em comparação com os sistemas contínuos (BRMLM) possuem também as vantagens de redução de custos operacionais, menores áreas de instalação, maior estabilidade ao processo e podem ser uma solução para tratamentos de efluentes que não são gerados continuamente.

As configurações do BRMLM-BS podem ser de dois tipos: tanque duplo (módulo de membranas imerso e acoplado em tanque subjacente) e tanque único (módulo de membranas imerso no mesmo tanque) (BASSIN e DESOTTI, 2011) (Figura 4).

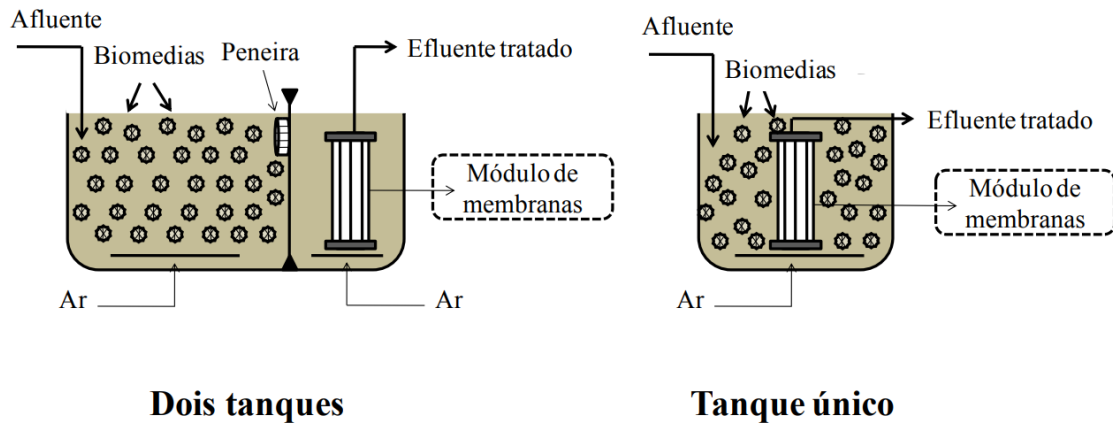


Figura 4 - Configurações do BRMLM-BS em relação ao módulo de membranas

Fonte: Bassin e Desoti (2011); Costa et al. (2018).

Segundo Costa (2018), quando os suportes são confeccionados com materiais mais rígidos, podem apresentar riscos as fibras das membranas filtrantes. Neste contexto, uma terceira configuração torna-se interessante: uma tela de polietileno flexível pode ser instalada no tanque, separando o módulo de membranas dos meios suporte. Entretanto, deve-se levar em consideração que Chen et al. (2016) mostraram que a colisão das peças na superfície da membrana pode diminuir os processos de colmatação. Desse modo, estudos relacionados ao tema devem ser verificados para respaldarem resultados.

A tecnologia BRMLM-BS pode ser uma excelente alternativa no tratamento de efluentes da indústria de papel e celulose; entretanto, pouca informação sobre esse sistema é encontrada na literatura para esse tipo de efluente, principalmente para aqueles produzidos a partir de fibras recuperadas.

#### **4.2.3 – Breve revisão de trabalhos utilizando BRM no tratamento de efluentes da indústria de produção de papel e celulose e diferencial da presente pesquisa.**

A composição dos efluentes da indústria de papel e celulose são extremamente diversificados, tornando cada efluente único. Essa variação depende do processo de produção, tipo de matéria-prima empregada e quantidade de água utilizada, podendo ocorrer dentro da



mesma indústria (HUBBE et al. 2016; POKHEL e VIRARAGHAVAN, 2004; JOHANSSON, 2012). Diversos estudos de revisão bibliográfica apontam o BRM como tecnologia estável na qualidade no tratamento de efluentes de papel e celulose (ASRI et al. 2019; POKHEL e VIRARAGHAVAN, 2004; LIN et al. 2012; IZADI et al. 2018).

Galil e Levinski (2007) investigaram a aplicação de um BRM no tratamento de efluente de indústria de produção de papel visando reuso. Os parâmetros operacionais foram: fluxo do permeado de 13-25 L m<sup>-2</sup> h<sup>-1</sup>, onde 15 L m<sup>-2</sup> h<sup>-1</sup> foi considerado bom para operação do BRM; idade do lodo ( $\theta_c$ ) de 20-25 dias; pH de 6,8 e SSV de 8000-9000 mg L<sup>-1</sup>. Os autores constataram eficiência de remoção de 86% para DQO, 98% para DBO<sub>5</sub>, 99% para turbidez e 90% para nitrogênio total e amoniacal.

Zhang et al. (2009) utilizaram um sistema piloto constituído de um biorreator à membrana seguido por osmose reversa no tratamento de efluente de produção de celulose e papel. Os parâmetros operacionais foram: TDH de 18 horas;  $\theta_c$  de 20 d; OD acima de 2 mg L<sup>-1</sup>; relação A/M de 0,2 kg DQO kg SS<sup>-1</sup> d<sup>-1</sup>; concentração de sólidos de aproximadamente 8000 mg L<sup>-1</sup>; temperatura de 23-35°C e fluxo de 15 L m<sup>-2</sup> h<sup>-1</sup>. As eficiências de remoção foram aproximadamente de 92,1%, 98%, 84,3% e 17% na remoção de DQO, DBO<sub>5</sub>, N-NH<sub>3</sub> e PT e, após passar pela osmose reversa, o permeado ficou com características próximas de água destilada.

Morais (2011) comparou a eficiência no tratamento de efluente de máquina de papel com dois BRM operados em bateladas sequenciais: um com lodo floculento e outro granular. Os parâmetros operacionais em ambos os reatores foram: TDH de 24 h, OD acima de 2 mg L<sup>-1</sup>, pH 6,5-7,5, SST de 2700-4400 mg L<sup>-1</sup>. O autor observou que ambos os sistemas são similares. A remoção de DQO de 89 e 91% para BRM com lodo flocular e granular respectivamente e, ambos os sistemas apresentaram remoção de 97% para DBO.

Amaral et al. (2012) analisaram a aplicação de um BRM operado em batelada sequencial no tratamento de efluente de branqueamento de polpa. Os parâmetros operacionais foram: TDH 9,5-12 h; pH 7-7,5; temperatura de 25-30°C; concentração média de SSV de 3000 mg L<sup>-1</sup> e sem descarte de lodo. Os autores observaram que o sistema se torna estável quando operado em fluxo do permeado em 12 L m<sup>-2</sup> h<sup>-1</sup> e, as eficiências de remoção de DQO foram semelhantes para os dois TDH (80%-TDH 12h; 82%-TDH 9,5h). A remoção de DBO<sub>5</sub> em ambos foram de 97%. Entretanto, os autores não observaram remoção significativa de cor verdadeira, sendo os valores próximos ao afluente (98 uC).

No tratamento de efluente de papel e celulose misturado (polpação química, mecânica e com papel reciclado), Simstich, et al. (2012), utilizaram um BRM aeróbio operado sob

condições termofílicas (50°C). Os experimentos foram divididos em 2 etapas (A e B). Os parâmetros operacionais dos experimentos foram: fluxo de 8,2 L m<sup>-2</sup> h<sup>-1</sup>; TDH de 25 h; relação A/M 0,3 g DBO<sub>5</sub> gSSV<sup>-1</sup> d<sup>-1</sup> no experimento A e, fluxo de 6-25 L m<sup>-2</sup> h<sup>-1</sup>; TDH 19 h; relação A/M 0,19 g DBO<sub>5</sub> gSSV<sup>-1</sup> d<sup>-1</sup> no experimento B. Não foram feitos descarte de lodo em ambos os experimentos. As eficiências de remoção de DBO<sub>5</sub> e DQO foram de 99 e 83% respectivamente.

Erkan e Engin (2017) operaram um biorreator à membrana no tratamento de efluente de fabricação de papel com polpa reciclada. Os parâmetros de operação foram: TDH de 35 horas;  $\theta_c$  de 40 dias; relação A/M 0,4 kg DQO kgSSV<sup>-1</sup> d<sup>-1</sup>; pH 8; COV 7 kg DQO m<sup>-3</sup> d<sup>-1</sup>; fluxo da membrana 7,2 L m<sup>-2</sup> h<sup>-1</sup>; temperatura do reator de 21 °C; OD > 3 mg L<sup>-1</sup>; e concentração de sólidos de 10000 mg L<sup>-1</sup>. Os resultados do experimento dos autores demonstraram eficiência de remoção de DQO (demanda química de oxigênio), DBO<sub>5</sub> (demanda bioquímica de oxigênio), N-NH<sub>3</sub> (nitrogênio amoniacal) e PT (fósforo total) de 98%, 99%, 93% e 94% respectivamente. Destaca-se que os autores tiveram que corrigir a relação C/N/P para deixar condições favoráveis ao tratamento aeróbio e a concentração de EPS total foi de 43,9 mg gSSV<sup>-1</sup>.

Izadi et al. (2019) utilizaram um biorreator à membrana de leito fixo com carvão ativado granular no tratamento de efluente no processo de polpação com papel reciclado. Os parâmetros operacionais foram: TDH de 36 horas; pH 7-7,5;  $\theta_c$  acima de 48 dias; carga orgânica volumétrica 0,9-1,1 kg DQO m<sup>-3</sup> d<sup>-1</sup>; temperatura 20-25; fluxo do permeado 12 L m<sup>-2</sup> h<sup>-1</sup> e concentração de sólidos no licor misto de 4320-7500 mg L<sup>-1</sup>. O reator foi operado por 48 dias sem descarte de lodo. As eficiências de remoção foram de: acima de 96% para DQO, 97% para N-NH<sub>3</sub>, 78-97% para nitrito e acima de 59% para nitrato. A elevada eficiência dos parâmetros está relacionada com as altas concentrações de sólidos no licor misto comparados aos sistemas convencionais.

Desse modo, nesse trabalho buscou-se avaliar a combinação do BRM com leito móvel operado em batelada sequencial (BRMLM-BS) no tratamento de efluente de papel e celulose e, analisar seu desempenho frente a baixas cargas orgânicas volumétricas e baixas relações A/M. A maioria dos trabalhos na literatura traz reatores operados em fluxo contínuo no BRM ao invés da modalidade batelada sequencial no tratamento desses efluentes.

A maioria das pesquisas dessa modalidade de reator (BRMLM) é voltado ao tratamento de efluentes domésticos (LEYVA-DÍAZ e POYATOS, 2015; LEIKNES e ØDERGARD, 2007; LUO et al., 2015; RODRIGUEZ-SANCHEZ et al., 2018; SUBTIL et al. 2013; TAKIMOTO et al, 2018; WANG et al., 2012; WEE et al, 2016; YANG et al., 2009; ZHENG et al., 2018). Em relação a efluentes da indústria de papel e celulose, há pesquisas

voltadas a BRM convencional, reatores em batelada sequências ou reatores de leito móvel em batelada sequencial (ABDINZADEH et al. 2018; ABU BAKAR et al. 2018; CAI et al. 2019; DIAS et al. 2005; HOSSEINI e BORGHEI, 2005; MUHAMAD et al. 2015; OLIVEIRA et al. 2014; QU et al. 2012; RANJITHKUMAR e SUBRAMANIAN, 2016; DI TRAPANI et al. 2010; TSANG et al. 2007; VAIDHEGI et al. 2016); além das pesquisas já mencionadas para BRM. Porém, pouca informação a respeito da união de todas as tecnologias citadas em uma (BRMLM-BS) e, a investigação do desempenho desse sistema no tratamento de efluentes na indústria de papel e celulose é encontrada.

Em relação ao efeito do TDH: efluentes industriais possuem compostos de baixa biodegradabilidade e a variação do TDH pode contribuir na eficiência no tratamento (MUTAMIM et al., 2013; MUHAMAD et al. 2012), além de diminuir os efeitos relacionados a colmatação da membrana (ABASS et al. 2015; CHANG et al. 2002).

## **5- MATERIAIS E MÉTODOS**

### **5.1- UNIDADE EXPERIMENTAL**

A unidade experimental foi instalada no Laboratório de Saneamento Ambiental e Qualidade da água da Universidade Estadual do Centro-Oeste do Paraná – UNICENTRO. O sistema, em escala piloto, consiste em um biorreator à membrana de leito móvel operado em batelada sequencial (BRMLM-BS). O reator foi constituído por uma coluna cilíndrica em acrílico com as seguintes dimensões: 14,5 cm de diâmetro, 150 cm de altura e, 20 L de volume total (optou-se por usar 18 L de volume total por questões de segurança). Dentro e na base do reator (operação submersa), foi instalado um módulo de membrana (ZW-10; Zenon Environmental Inc.; General Electric Co.) do modelo fibra oca.

Os componentes do reator foram: uma bomba peristáltica conectada à membrana (vácuo necessário à filtração), uma bomba centrífuga (enchimento do reator), uma bomba linear de ar do modelo AP-120 (fornecimento de oxigênio e homogeneização da massa líquida), dois rotômetros (controle de vazão de ar no reator e no módulo da membrana) e, um painel de comando para controle automático. Um esquema da unidade experimental é representado na Figura 5 e, na Figura 6, uma imagem da unidade experimental (BRMLM-BS).

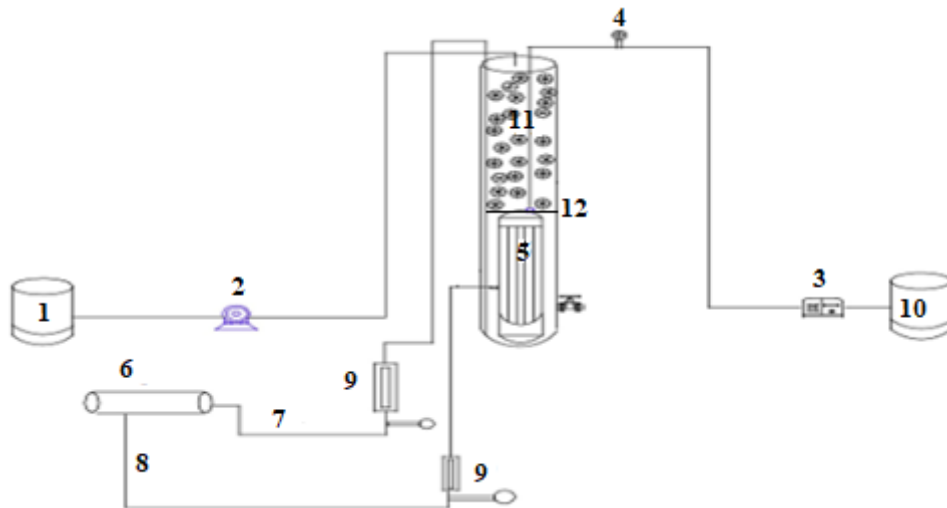


Figura 5 - Representação esquemática da unidade experimental

1 - Reservatório do afluente. 2 - Bomba afluente (alimentação). 3 - Bomba peristáltica de filtração. 4 - Vacuômetro (medidor PTM). 5 - Módulo de membrana. 6 - Compressor de ar. 7 - Linha de ar para aeração da membrana; 8 - Linha de ar para aeração na base do reator. 9 - Rotômetros (medidor de vazão de ar). 10 – Reservatório do efluente (permeado). 11 – Meio suporte (biofilme). 12 – Tela de polietileno.

Fonte: Adaptado de Costa et al. (2018) e Souza et al. (2017).



Figura 6 - Unidade Experimental (BRMLM-BS) utilizado na presente pesquisa.

A aeração foi realizada por meio de uma mangueira porosa localizada no fundo do reator (fornecimento de oxigênio para a biomassa aderida e em suspensão) e, pelo próprio módulo da membrana em uma tubulação central (turbulência para evitar a deposição de sólidos nas fibras). O módulo de membrana utilizado na pesquisa é representado na figura 7 e, na Tabela 2, as especificações.



Figura 7 - Imagem e esquema do módulo de membranas.

Fonte: Zenon Environmental Inc.

Tabela 2 - Especificações do módulo de membranas filtrantes.

<b>Propriedade</b>	<b>Especificações</b>
Material da membrana	Polímero orgânico
Comprimento do módulo	72,6 cm
número de fibras	300
Comprimento das fibras	53,5 cm
diâmetro dos poros	0,04 $\mu\text{m}$
Classificação	Ultrafiltração
Área filtrante	0,93 $\text{m}^2$
Diâmetro externo das fibras	2 mm

Fonte: Zenon Environmental Inc.

O reator foi preenchido com meio suporte de polietileno, de forma cilíndrica e da marca AMB BioMedia™, com 15 mm de diâmetro e superfície de  $550 \text{ m}^2 \text{ m}^{-3}$ . Seguindo as recomendações de Rusten et al. (2006), foi adotado a proporção de 30% do volume do reator (5,49 L) (DUAN et al. 2015; LEYVA-DÍAZ et al. 2015; YANG et al 2009).

Uma imagem do meio suporte utilizado na pesquisa é representada na figura 9.

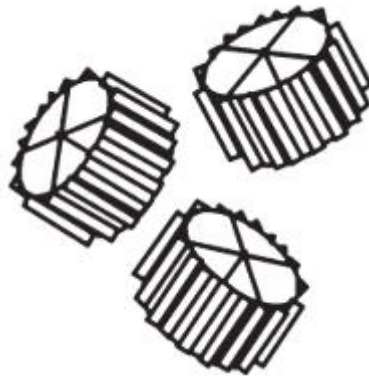


Figura 8 - Meio suporte (AMB BioMedia™) utilizado no BRMLM-BS.

Fonte: Ødergard, 2006).

Levando em consideração o volume ocupado pelo módulo de membrana e a quantidade dos meios suporte, o volume útil do reator foi de 13,7 L. Foi inserido dentro do reator uma tela de polietileno na metade da altura do BRMLM-BS para evitar que o meio suporte entrasse em contato com as fibras da membrana, semelhante ao proposto por Costa et al. (2018).

## 5.2- OPERAÇÃO DO REATOR

A operação do reator foi programada em um painel de comando automático com 3 fases: enchimento, aeração/mistura e filtração. O regime foi em batelada sequencial e, foi efetuada o acompanhamento da pressão de transmembrana diariamente.

Na primeira fase (enchimento), o reator foi preenchido com o efluente da indústria de produção de papel até atingir o nível máximo de 13,7 L; onde, 8,7 L corresponde ao licor misto do ciclo anterior e os outros 5 L (nível mínimo do reator) são do efluente (alimentação). Portanto, a taxa de troca volumétrica (TTV%) foi de 37% em todas as estratégias de operação. Ressalta-se que a aeração foi intermitente.

Na segunda fase (aeração/mistura), após o período de alimentação, ocorreu a homogeneização e oxigenação do licor misto, permitindo os processos aeróbios para oxidação da matéria carbonácea e demais constituintes.

Na terceira fase (filtração), a bomba peristáltica foi acionada dando início a etapa de filtração do licor misto que finalizava quando 5 L do licor misto era filtrado. Ressalta-se que foram utilizados ciclos de 9 minutos de filtração e 1 minuto de relaxamento da membrana, com o intuito de amenizar a velocidade de colmatção (JUDD, 2011).



### 5.3- ESTRATÉGIAS OPERACIONAIS

As estratégias operacionais foram divididas em duas etapas, denominadas E-1 e E-2. A primeira estratégia (denominada E-1) buscou avaliar o desempenho do reator no início da partida, TDH de 10,9 h, resultando assim em um tempo de ciclo operacional ( $T_{\text{ciclo}}$ ) de 4 h (6 ciclos por dia). Na segunda estratégia (E-2) foi empregado TDH 21,9 h, sendo reflexo da mudança do  $T_{\text{ciclo}}$  para 8 h (3 ciclos por dia).

Ressalta-se que ambas as estratégias usaram demanda de aeração específica ( $SAD_m$ ) de  $0,32 \text{ m}^3 \text{ m}^{-2} \text{ h}^{-1}$ . Desse modo, a vazão de ar total foi de  $5 \text{ L min}^{-1}$ , sendo dividida entre a base do reator e o módulo de membranas. A vazão de ar aplicada (módulo + base) manteve-se em  $5 \text{ L min}^{-1}$ , correspondendo ao valor de  $SAD_m$  de  $0,32 \text{ m}^3 \text{ m}^{-2} \text{ h}^{-1}$  (Equação 1). Tal resultado situa-se na faixa usualmente empregada em escala real de MBR (membrana do tipo fibra oca)  $0,3-0,75 \text{ m}^3 \text{ m}^{-2} \text{ h}^{-1}$  (BUZATU et al. 2017).

$$SAD_m = \frac{Q_{ar}}{A} \quad (9)$$

Onde:

$SAD_m$ : demanda específica de aeração da membrana ( $\text{m}^3 \text{ m}^{-2} \text{ h}^{-1}$ );

$Q_{ar}$ : vazão de ar medida nos rotâmetros ( $\text{m}^3 \text{ h}^{-1}$ );

A: área filtrante do módulo de membrana ( $\text{m}^2$ ).

Na Tabela 3 são apresentas as estratégias operacionais para cada configuração.

Tabela 3 - Parâmetros empregados para cada estratégia operacional.

Estratégia	Fases de operação			Fluxo ( $\text{L m}^{-2} \text{ h}^{-1}$ )	$SAD_m$ ( $\text{m}^3 \text{ m}^{-2} \text{ h}^{-1}$ )	$T_{\text{ciclo}}$ (h)	TDH (h)
	Enchimento (min)	Aeração/mistura (min)	filtração (min)				
E-1	1	179	30	10,75	0,32	4	10,9
E-2	1	479	30	10,75	0,32	8	21,9

$SAD_m$ : Demanda específica de aeração da membrana;  $T_{\text{ciclo}}$ : Tempo de ciclo operacional

(enchimento + aeração + filtração); TDH: tempo de detenção hidráulica.

### 5.4- PARÂMETROS DE PARTIDA E DE OPERAÇÃO DO BRMLM-BS

#### 5.4.1 – Alimentação do sistema e inóculo

Para a alimentação do sistema, foi utilizado efluente real proveniente do decantador primário da indústria de produção de papel (PP) localizada em Mallet/PR.

O processo de produção, geração e tratamento de efluente é descrito a seguir: A matéria prima (pasta virgem de eucalipto pronta e aparas) é transformada em pastas e, seguem uma sequência de depuração de massa. Apenas a massa depurada de aparas (constituído de fibras recicladas) passam pelo branqueamento e refinador. Por fim, ambas as massas chegam para as máquinas de papéis (produção de papel). As águas resultantes das máquinas de papel passam por processos de recuperação e, todo o lodo proveniente do processo de recuperação vai para o tanque de lodo e, passado por centrífugas. O efluente (água retirada dos lodos), segue para o decantador primário (coleta), sistema LAC e, por fim, para o corpo receptor.

Nas Figuras 9 e 10 são apresentados os processos produtivo e da etapa de tratamento de efluentes da indústria de produção de papel (*tissue*) localizada no estado do Paraná.

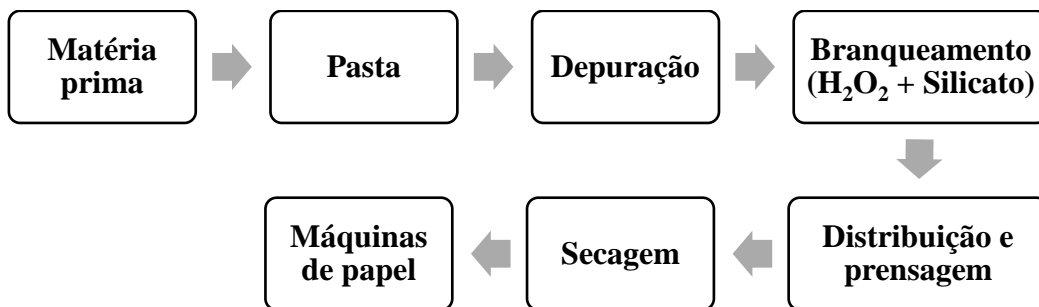


Figura 9 - Processo de produção de papel da indústria.

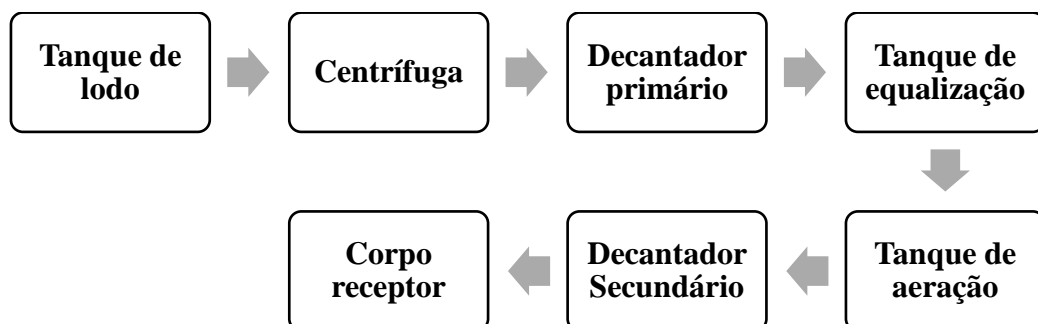


Figura 10 - Processo de tratamento de efluentes da indústria de produção de papel.

Ressalta-se que a celulose branqueada (pasta virgem de eucalipto) e as fibras recicladas (aparas) passam por unidades separadas na produção e, o processo de branqueamento que a empresa utiliza é isenta de cloro, conhecido como TCF “totally chlorine free”.

No que se refere a aclimação, o BRMLM-BS foi inoculado com lodo proveniente do tanque de aeração do sistema LAC da própria empresa. O lodo foi concentrado por meio da sedimentação natural, onde foi obtido concentração de sólidos suspensos voláteis (SSV) de aproximadamente 7800 mg L<sup>-1</sup>. O volume de 8,7 L de lodo foi transferido para o reator e, 5 L de efluente do processo de produção de papel foi adicionado, dando início a partida do sistema. Desse modo, as coletas de amostras para as análises relacionadas ao desempenho geral do BRMLM-BS levaram em consideração após o período de aclimação.

#### 5.4.2 – Tempo de detenção hidráulica (TDH).

O TDH representa o tempo médio de residência do líquido em uma unidade de tratamento e, é dado pela Equação 2:

$$TDH = \frac{Vu}{Q} \quad (2)$$

Onde:

TDH: Tempo de detenção hidráulica (d);

Vu: Volume útil do reator (L);

Q: vazão de efluente (L d<sup>-1</sup>).

Desse modo, na E-1, com uma TTV% de 37% e T<sub>ciclo</sub> de 4 h, toda massa líquida será trocada em 6 ciclos, resultando em um TDH de 10,9 h. Na E-2, com 8 h de T<sub>ciclo</sub>, toda massa líquida será trocada em 3 ciclos, resultando em TDH de 21,9 h.

#### 5.4.3 – Razão alimento /microrganismo (A/M), carga orgânica volumétrica (COV) e carga orgânica superficial (COS).

A razão A/M, a COV e a COS são representadas pelas Equações 3, 4 e 5, respectivamente:

$$\text{Razão } \frac{A}{M} = \frac{Q \cdot DQO}{Vu \cdot SSV} \quad (3)$$

Onde:

Razão A/M: razão alimento/microrganismo (kg DQO kg SSV<sup>-1</sup> d<sup>-1</sup>);

Q: vazão de efluente (L d<sup>-1</sup>);

DQO: demanda química de oxigênio do efluente (mg L<sup>-1</sup>);

Vu: volume útil do reator (L);

SSV: concentração de sólidos suspensos voláteis no BRMLM-BS (mg L<sup>-1</sup>).

$$COV = \frac{Q \cdot DQO}{Vu} \quad (4)$$

Onde:

COV: Carga orgânica volumétrica (kg DQO m<sup>-3</sup> d<sup>-1</sup>);

Q: vazão de efluente tratada (m<sup>3</sup> d<sup>-1</sup>)

Vu: volume útil do reator (L).

$$COS = \frac{Q \cdot DQO}{As} \quad (5)$$

COS: Carga orgânica superficial (g DQO m<sup>-2</sup> d<sup>-1</sup>)

Q: vazão do efluente (m<sup>3</sup> d<sup>-1</sup>)

As: área superficial do meio suporte presente no reator (m<sup>2</sup>)

Para determinar a COS, levou-se em consideração a área superficial do meio suporte (550 m<sup>2</sup> m<sup>-3</sup>). Como a proporção adotada foi de 30% do volume do reator, foram adicionados 5,4 L (0,005 m<sup>3</sup>) de meio suporte (BioMedia). Desse modo a área superficial foi de 2,5 m<sup>2</sup>.

A COS é uma variável importante, uma vez que pode ser usada para comparar sistemas de biorreatores de leito móvel, independentes do meio suporte (LEVSTEK et al. 2010). Na literatura, é comum encontrar os parâmetros COV e/ou COS para reatores de leito móvel. Devido a este fato, na presente pesquisa foi considerada as duas variáveis.

#### 5.4.4 – Eficiência de remoção (%)

A eficiência de remoção total do sistema ou eficiência global é dada pela Equação 6 e, as eficiências de remoção pela membrana e no final da etapa da aeração (reator), são dadas pelas Equações 7 e 8.

$$Et = \frac{(Xa - Xp)}{Xa} \times 100 \quad (6)$$

Onde:

Et: eficiência de remoção total (%);

Xa: concentração da variável de interesse no afluente;

Xp: concentração da variável de interesse no permeado.

$$Em = \frac{(Xr - Xp)}{Xr} \times 100 \quad (7)$$

Onde:

Em: Eficiência de remoção da membrana (%)

Xr: concentração da variável de interesse no final da etapa da aeração.

$$Ea = Et - Em \quad (8)$$

Onde:

Ea: Eficiência de remoção no final da etapa da aeração (%).

#### 5.4.5 – Controle da idade do lodo

A idade do lodo ( $\theta_c$ ) foi mantida em 30 dias em todo ciclo operacional em ambas as estratégias (ERKAN e ENGIN, 2017). Por meio da Equação 9, determinou-se o volume de licor misto descartado.

$$\theta_c = \frac{Vu}{Qd} \quad (9)$$

Onde:

$\theta_c$ : Idade do lodo (dias);

Vu: Volume útil do reator (L);

Qd: Vazão de descarte do lodo ( $L d^{-1}$ );

Com o volume útil do biorreator (13,7 L) e a idade do lodo estabelecida (30 dias), a vazão de descarte (Qd) realizada diariamente foi de  $0,456 L d^{-1}$ .

#### **5.4.6 - Limpeza das membranas**

A limpeza química do módulo das membranas foi realizada quando o valor da pressão transmembrana (PTM) atingir 0,7 bar, de acordo com as instruções do fabricante. O procedimento da limpeza foi conduzido de acordo com Belli et al. (2015) e Costa et al. (2018).

Para a limpeza química (incrustação orgânica), o módulo foi retirado do reator e submerso em solução de hipoclorito de sódio 200 ppm por 2 horas. Em seguida, o módulo era lavado e filtrado com água destilada a fim de retirar o residual da solução de hipoclorito residual no módulo. Após esse processo, foi realizado a limpeza ácida (incrustação inorgânica), a qual consistia em imergir o módulo em solução de ácido cítrico (2%) por 2 horas (pH próximo de 2,5). Na sequência, o módulo foi lavado e filtrado com água destilada a fim de remover residuais.

### **5.5- MONITORAMENTO DO BRMLM-BS**

As análises do monitoramento do BRMLM-BS estão relacionadas com os seguintes parâmetros: ensaios preliminares, desempenho geral, avaliação da característica da biomassa e potencial incrustante do licor misto.

#### **5.5.1- Ensaios preliminares**

Os ensaios preliminares consistem na obtenção dos parâmetros relacionados com a hidrodinâmica do reator (tempo de mistura e permeabilidade hidráulica) e, a inoculação do reator. A caracterização do tempo de mistura foi realizada de acordo com Amaral (2009) e a permeabilidade hidráulica foi obtida por meio da regressão linear. Ressalta-se que ambos os parâmetros estão em função da demanda específica de aeração ( $SAD_m$ ) de  $0,32 m^3 m^{-2} h^{-1}$ .

A determinação do tempo de mistura é definida como o tempo para que uma substância se misture igualmente no reator (homogeneização completa). Para este ensaio, utilizou-se o

traçador salino NaCl. O reator foi preenchido com água até o volume útil (13,7 L) com a aeração ligada. Em seguida, adicionou-se pulso de NaCl na parte superior e, então o monitoramento era realizado com medidas de condutividade elétrica, com o sensor no fundo do reator até obter concentração do traçador salino constante ao longo do tempo.

Em relação à permeabilidade hidráulica, o módulo de membranas foi submerso em água destilada e em seguida, foi monitorado a PTM durante o processo de filtração. Primeiramente o módulo foi submetido à filtração sob fluxo constante por 1 hora com o intuito de realizar a compactação das membranas. Na sequência, o fluxo foi ajustado a um valor inicial baixo e, seguida, aumentado gradativamente. Esse procedimento foi realizado durante 10 minutos para cada fluxo e a PTM foi monitorada continuamente. O resultado da permeabilidade hidráulica foi obtido por meio da regressão linear.

No que se refere a aclimatação do BRMLM-BS, as concentrações de sólidos suspensos voláteis e aderidos ao meio suporte foram monitoradas até atingirem valores estáveis durante a partida do reator. Ressalta-se que as coletas de amostras para as análises relacionadas ao desempenho geral do BRMLM-BS levaram em consideração após o período de aclimatação.

### **5.5.2 – Desempenho geral do BRMLM-BS**

Foram coletadas amostras em três pontos distintos, sendo denominados: efluente PP (tanque de enchimento), reator (interior do tanque do biorreator após a etapa de aeração) e por fim, o permeado (reservatório do permeado). Assim, foi possível obter as concentrações das variáveis de respostas de interesse antes e depois do tratamento, bem como, uma análise de comportamento geral.

Na Tabela 4, são apresentados os pontos amostrados e, as análises físico-químicas para cada ponto de coleta das amostras.

Tabela 4 - Pontos amostrados e parâmetros físico-químicos analisados.

<b>Pontos de amostragem</b>	<b>Parâmetros analisados</b>
<b>Efluente PP</b>	DQO total e solúvel; DBO <sub>5</sub> ; N-NH <sub>3</sub> ; P <sub>total</sub> ; ST, SST; SSV; turbidez; cor aparente e verdadeira; UV <sub>254</sub> ; UV <sub>280</sub> , fenóis totais, OD, temperatura e pH.
<b>Reator (licor misto – final da etapa da aeração)</b>	DQO <sub>s</sub> ; N-NH <sub>3</sub> ; P <sub>total</sub> ; ST; SST; SSV; OD; turbidez; cor verdadeira; UV <sub>254</sub> , UV <sub>280</sub> , fenóis totais; pH; temperatura; MFI; IVL <sub>diluído</sub> ; EPS e SMP.
<b>Permeado</b>	DQO <sub>s</sub> ; DBO <sub>5</sub> ; N-NH <sub>3</sub> ; P <sub>total</sub> ; turbidez; cor verdadeira; UV <sub>254</sub> , UV <sub>280</sub> , fenóis totais; temperatura, OD e pH.

DQO<sub>s</sub>: demanda química de oxigênio solúvel; N-NH<sub>4</sub>: nitrogênio amoniacal; P<sub>total</sub>: fósforo total; ST: sólidos totais; SV: sólidos totais voláteis; SST: sólidos suspensos totais; SSV: sólidos suspensos voláteis; IVL<sub>diluído</sub>: índice volumétrico de lodo diluído; OD: oxigênio dissolvido.

Na Tabela 5, são apresentados os parâmetros físico-químicos, referência e frequência das análises do BRMLM-BS.



Tabela 5 - Parâmetros físico-químicos, referência e frequência amostral.

<b>Parâmetros</b>	<b>Referência</b>	<b>Frequência (x por semana)</b>
DQO <sub>s</sub> (mg L <sup>-1</sup> )	APHA (2017) - 5220D	2x
DBO <sub>5</sub> (mg L <sup>-1</sup> )	APHA (2017) - 5221D	1x
N-NH <sub>3</sub> (mg L <sup>-1</sup> )	Nessler (1856)	2x
P <sub>total</sub> (mg L <sup>-1</sup> )	APHA (2017) - 4500B	2x
ST e SV (g L <sup>-1</sup> )	APHA (2017) - 2540B	1x
SST e SSV (g L <sup>-1</sup> )	APHA (2017) - 2540DE	2x
pH	APHA (2017) - 4500H+B	2x
IVL <sub>diluído</sub> (ml L <sup>-1</sup> )	Von Sperling (2016)	1x
Temperatura	APHA, 2017	2x
Turbidez (uT)	APHA (2017) - 2130B	2x
Cor aparente e verdadeira (uC)	APHA (2017) - 2120B	2x
OD (mg L <sup>-1</sup> )	APHA (2017) - 4500O	2x
Fenóis totais (mg L <sup>-1</sup> )	APHA (2017) - 5550B	2x
Compostos aromáticos (UV <sub>254nm</sub> ) (cm <sup>-1</sup> )	Çeçen (2003)	2x
Compostos lignínicos (UV <sub>280nm</sub> ) (cm <sup>-1</sup> )	Çeçen (2003)	2x

A análise a absorção de UV-VIS auxilia na interpretação da remoção dos parâmetros DQO e COT (ÇEÇEN, 1999). Compostos como residuais de lignina ou derivados são absorventes na região UV-VIS pois contém grupos cromóforos presentes no efluente de branqueamento. Os compostos orgânicos abordados foram: aromáticos (UV<sub>254</sub>) e lignínicos (UV<sub>280</sub>), bem como a relações destes com a DQO e UV<sub>254</sub>/UV<sub>280</sub> (CHAMARRO et al. 2009; ÇEÇEN, 1999).

Ressalta-se que sempre no final de cada estratégia operacional, foi realizada análise do ciclo operacional com a finalidade de acompanhar ao longo de um ciclo completo os processos de remoção de DQO<sub>s</sub>, cor verdadeira, fenóis totais, compostos aromáticos (UV<sub>254</sub>) e lignínicos (UV<sub>280</sub>). Esta análise consistiu em coletar amostras a cada 15 minutos ao longo da duração de um ciclo operacional.

### 5.5.3 – Avaliação das características da biomassa

A avaliação das características da biomassa está relacionada com os seguintes parâmetros: concentração de biomassa suspensa e aderida (quantificação e monitoramento) no BRMLM-BS, ensaios de bioatividade (respirometria), avaliação qualitativa (observações por

microscopia óptica) e, ensaios de bancada com o biofilme (avaliação da contribuição do biofilme no desempenho do reator).

### 5.5.3.1 - Quantificação da biomassa

A biomassa suspensa foi quantificada a partir das análises de sólidos suspensos totais (SST) e sólidos suspensos voláteis (SSV), enquanto que o biofilme (que cresce aderido ao meio suporte) foi quantificado a partir das análises de sólidos totais (ST) e sólidos voláteis (SV), denominados SAT e SAV, respectivamente.

O procedimento da quantificação do biofilme foi da seguinte forma (COSTA et al. 2018):

- Retirou-se cinco peças do meio suporte do BRMLM-BS e, inseriu em tubo falcon com 25 mL de água destilada;
- Agitou manualmente até promover o desprendimento da biomassa aderida;
- Retirou-se as peças com uma pinça e, seguiu para análise gravimétrica de ST e SSV (APHA, 2017).

A quantidade de sólidos aderidos é inferida por meio da Equação 10 (ZHANG et al. 2014).

$$B = \frac{m \cdot N}{Vu} \quad (10)$$

Onde:

B: Concentração de sólidos totais da biomassa aderida ( $\text{mg L}^{-1}$ );

m: Quantidade média de biomassa das cinco peças do meio suporte (massa de ST e SV em miligramas dividido por cinco peças);

N: Número total de meio suporte dentro do BRMLM-BS (1863);

Vu: Volume útil do reator (L).

### 5.5.3.2 - Respirometria

O método respirométrico é utilizado para determinar a velocidade específica de respiração ou taxa específica de aeração (TCO) e consiste basicamente em utilizar uma sonda para monitorar a concentração de oxigênio dissolvido. Desse modo, esta análise é utilizada na

determinação da biomassa ativa autotrófica e heterotrófica em sistemas aeróbios de tratamento, visando melhor compreensão e controle do desempenho da repartição da biomassa ativa.

Na presente pesquisa, foram avaliadas três diferentes condições do decaimento de oxigênio, descritas a seguir:

- 1)  $TCO_{\text{endógena}}$  (respiração endógena): definida como a energia requerida para manter as funções das células, sem adição de substrato.
- 2)  $TCO_{\text{autotrófica}}$  (respiração exógena autotrófica): relaciona-se ao decaimento de oxigênio (consumo) com substratos específicos para as bactérias autotróficas. Nessa condição, o consumo de oxigênio dissolvido (OD) ocorrerá em duas etapas que compõe o processo de nitrificação:  $TCO_{\text{NH}_4}$  (oxidação da amônia à nitrito) e  $TCO_{\text{NO}_2}$  (oxidação do nitrito).
- 3)  $TCO_{\text{heterotrófica}}$  (respiração exógena): decaimento de OD após adição de fonte de carbono – substrato para bactérias heterotróficas.

A análise respirométrica seguiu a metodologia descrita por Ochoa et al. (2002), descrita a seguir:

- Coletou-se 1 L do licor misto e a proporção de 30% do meio suporte, durante a fase aeróbia. A amostra foi aerada primeiramente por 24h sem substrato exógeno. Essa aeração preliminar permite que o lodo degrade eventuais matérias orgânicas e nutrientes, a fim de alcançar a estabilização da atividade (fase endógena).
- Completadas as 24h, colocou-se a amostra em um Erlenmeyer, e através de uma bomba de aquário e do agitador magnético, submeteu-se a mesma à aeração e agitação constantes.
- A temperatura do efluente foi mantida entre 20 – 25°C e o pH entre 7,0-7,5 através da adição de solução básica (NaOH) ou ácida (HCl).
- Dados de Oxigênio Dissolvido (OD) foram coletados a cada 10 segundos, utilizando uma sonda de OD.
- Quando alcançada a saturação de OD, desligou-se a aeração, mas manteve-se uma leve agitação a fim de impedir a sedimentação da biomassa.
- Após a concentração de oxigênio dissolvido cair para 2 mg L<sup>-1</sup>, retomou-se a aeração. Quando alcançada a saturação adicionou-se um pulso de 40 mg L<sup>-1</sup> de NH<sub>4</sub>Cl.
- Desligou-se a aeração, mantendo uma leve agitação a fim de impedir a sedimentação da biomassa.

- Após a concentração de oxigênio dissolvido cair para 2 mg L<sup>-1</sup>, retomou-se a aeração até alcançar novamente a saturação e em seguida adicionou-se um pulso de 30 mg L<sup>-1</sup> de ATU.
- Depois de alcançada a estabilização, adicionou-se um pulso de 100 mg L<sup>-1</sup> de Acetato de sódio (NaAc). Desligou-se a aeração, e após a concentração de oxigênio dissolvido cair para 2 mg L<sup>-1</sup>, retomou-se a aeração até alcançar novamente a saturação.
- Plotou-se um gráfico com os valores de OD (mg L<sup>-1</sup>) em função do tempo e obteve-se a velocidade de consumo de oxigênio, através da inclinação da reta de melhor ajuste (regressão linear).

As TCOs (endógena, autotrófica e heterotrófica) são obtidas por regressão linear e, a velocidade específica de respiração celular (por unidade de biomassa) é quantificada por meio da Equação 11.

$$TCO_{específica} = \frac{1}{SSV} \frac{dO_2}{dt} \quad (11)$$

Onde:

TCO<sub>específica</sub>: Velocidade específica de respiração (gO<sub>2</sub> gSSV h<sup>-1</sup>);

SSV: concentração celular (g SSV m<sup>-3</sup>);

dO<sub>2</sub>/dt: velocidade de consumo de oxigênio (gO<sub>2</sub> m<sup>-3</sup> h<sup>-1</sup>).

Os ensaios respirométricos foram realizados na frequência mensal, desse modo, totalizando três ensaios para cada estratégia experimental.

### 5.5.3.3 – Microscopia óptica

A comunidade microbológica presente no floco e no meio suporte foram caracterizadas por meio da microscopia óptica, no qual consistiu na observação de amostras homogêneas de 0,1 mL com frequência quinzenal.

### 5.5.3.4 – Ensaio de bancada com o biofilme

Para avaliar se de fato a presença de biofilme contribui na remoção de cor, DQO<sub>s</sub>, fenóis totais, compostos lignínicos (UV<sub>280</sub>) e aromáticos (UV<sub>254</sub>), foram realizados ensaios em escala de bancada juntamente com a operação do reator, simulando as mesmas condições de operação do BRMLM-BS (OD, pH, temperatura e TTV%).

Os ensaios em escala de bancada foram realizados em 2 Beckeres de 1 L cada e, o fornecimento de oxigênio juntamente com a manutenção do regime de mistura completa foi realizado por meio de difusores de ar.

Foram coletados um volume de 635 mL (para cada Becker) de licor misto no final de um ciclo de operação do BRMLM-BS e, cada Becker foi preenchido com 365 mL de efluente PP, totalizando 1 L – taxa de troca volumétrica (TTV%) de 36,5%. Ressalta-se que em apenas um dos Beckeres teve a presença de materiais suporte (30% do volume de 1 L) e os ensaios de bancada com o biofilme foram realizados durante a E-2 com frequência quinzenal.

#### **5.5.4- Avaliação do potencial incrustante do licor misto**

A avaliação do potencial incrustante consiste nas análises de índice de incrustação da membrana (MFI), índice volumétrico de lodo diluído (IVL<sub>diluído</sub>) e, substâncias poliméricas extracelulares (EPS) e produto microbiano solúvel (SMP).

##### **5.5.4.1 – Índice de incrustação da membrana (MFI)**

O índice de incrustação da membrana (MFI – *membrane fouling index*) permite avaliar o potencial de incrustação do licor misto (total e solúvel). Este índice pode ser calculado por meio da Equação 12 (SHIPPERS e VERDOUW, 1990).

$$MFI = \frac{t}{V} \quad (12)$$

Onde:

(t/V): razão entre o tempo de filtração e o volume do permeado;

V: volume do permeado.

O MFI é expresso por meio do coeficiente angular da reta, sendo a relação t/V em função do volume do permeado (V).

Na Figura 11 é apresentado o esquema do aparato experimental para determinação do MFI que foi realizado de acordo com Boerlage et al. (2003) e frequência quinzenal.

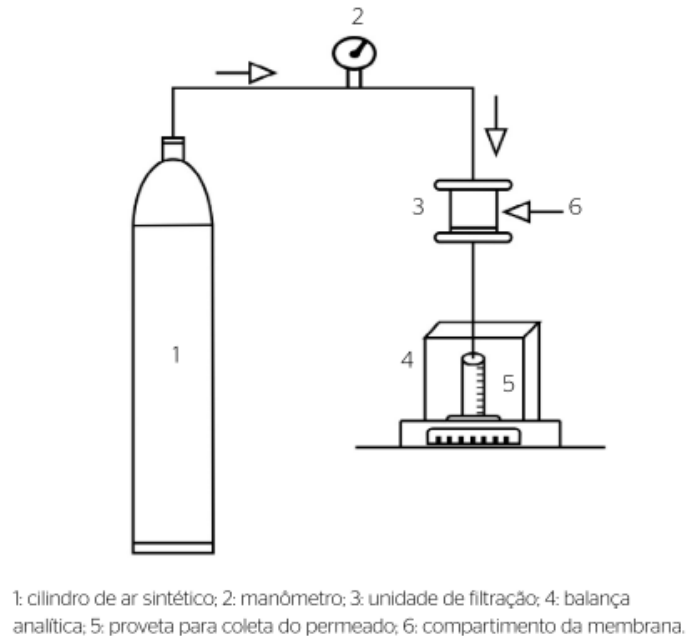


Figura 11 - Representação esquemática do aparato usado para determinar o MFI.

Fonte: Belli et al. 2019.

O ensaio do MFI possui 20 minutos e foi realizado em unidade de filtração de bancada com capacidade para 250 mL. A operação foi realizada em fluxo perpendicular e pressurizado com cilindro de ar sintético. Na unidade de filtração, foi acoplado uma membrana (acetato de celulose 0,2  $\mu\text{m}$ ) para separar a amostra a ser filtrada do permeado.

O peso do permeado foi coletado a cada 30 segundos e, posteriormente convertido em volume para a realização do cálculo do MFI. Ressalta-se os ensaios foram realizados com amostra do licor misto e do sobrenadante previamente centrifugado a 4000 RPM.

#### 5.5.4.2 – Índice volumétrico do lodo diluído (IVL<sub>diluído</sub>)

O IVL<sub>diluído</sub> é usado como um complemento ao monitoramento do potencial de incrustação. Esta análise foi realizada com o licor misto diluído, obtendo um volume de lodo sedimentado inferior a 200 mL de acordo com a metodologia descrita por Jenkins et al. (2003), com frequência semanal.

### **5.5.4.3 - Substâncias poliméricas extracelulares (EPS – extracellular polymeric substances) e produto microbiano solúvel (SMP – soluble microbial products).**

As análises de ambos os parâmetros são sob a forma de proteínas e polissacarídeos. A análise para quantificar proteínas de EPS e SMP foi referenciado pela metodologia de Lowry et al. (1951). Para a quantificação de polissacarídeos em ambos as formas, seguiu-se o método fenol-ácido proposto por Dubois et al. (1956). A frequência de ambas as análises foi semanal.

Para determinação do SMP, centrifugou-se o licor misto a 4000 rpm por 15 minutos. Em seguida, foi realizada filtração da amostra em membrana de acetato de 0,45  $\mu\text{m}$  e preservação da mesma para posteriores realizações das análises sob as formas de proteínas e polissacarídeos.

Em relação ao EPS, após a centrifugação da análise de SMP, o lodo centrifugado foi ressuspenso em solução de NaCl 0,05% (extração) e colocado em banho-maria por 30 minutos à 60 °C. Na sequência, a amostra foi filtrada (0,45  $\mu\text{m}$ ), obtendo-se assim EPS solubilizado.

A quantificação de EPS e SMP foi realizado por meio da leitura espectrofotométrica nos comprimentos de ondas de 490 e 760 nm para polissacarídeos e proteínas, respectivamente.

## **5.6 - TRATAMENTO ESTATÍSTICO**

Foram utilizados a estatística descritiva, correlação, teste t de Student e análise de variância de um fator (ANOVA) seguido do teste de comparação de Tukey para dados paramétricos e, o de Wicoxon-Mann-Whitney para dados não paramétricos. Este último foi utilizado quando os dados, mesmo transformados (raiz quadrada, logaritmo, logaritmo neperiano ou arco seno), não atingiram os pressupostos da ANOVA (VOLPATO e BARRETO, 2016). Ressalta-se que em todas as análises o nível de significância foi de 5%.

## 6- RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 6.1 – ENSAIOS PRELIMINARES

Nesta seção serão abordados os resultados relacionados aos parâmetros operacionais, como: permeabilidade hidráulica, tempo de mistura e aclimatação do BRMLM-BS.

#### 6.1.1 – Permeabilidade hidráulica

O comportamento da pressão transmembrana (PTM) em função do fluxo aplicado na permeação da água no módulo de membranas, durante o ensaio de permeabilidade hidráulica ( $L_p$ ) é apresentada na Figura 12.

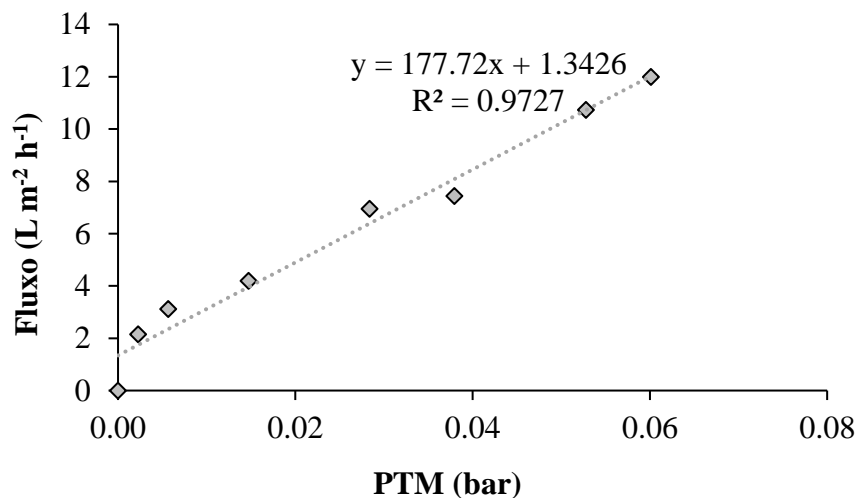


Figura 12 - Permeabilidade hidráulica ( $L_p$ ) do módulo de membranas utilizado.

A partir do coeficiente angular da reta obtida entre o fluxo aplicado e a pressão transmembrana (PTM), observou-se que a  $L_p$  (coeficiente angular) foi de  $177,72 L m^{-2} h^{-1} bar^{-1}$  para o módulo instalado no reator. Esse resultado encontra-se dentro da faixa usual para BRM operados em escala real no tratamento de efluentes domésticos ( $150$  a  $250 LMH bar^{-1}$ ) (JUDD, 2011).

#### 6.1.2 – Tempo de mistura



Na Figura 13 é apresentada os resultados obtidos no ensaio para determinação do tempo de mistura do BRMLM-BS que leva em consideração o perfil da concentração do traçador salino (NaCl) a partir de um pulso conhecido de solução salina dentro do reator para a condição de  $SAD_m$  empregada.

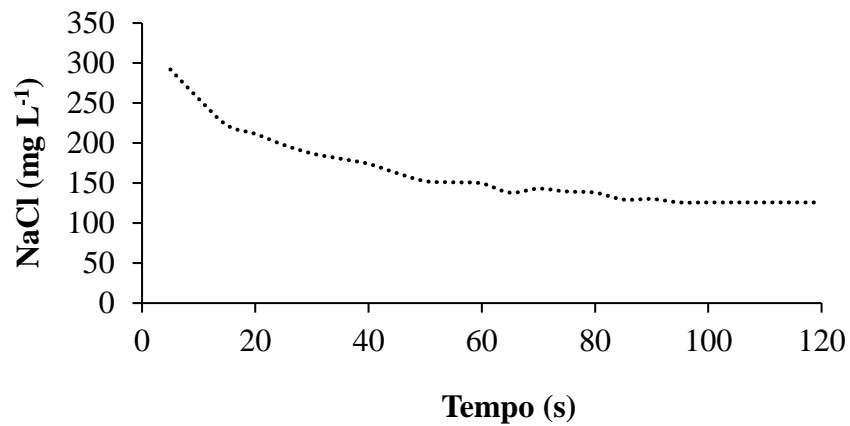


Figura 13 - Perfil da concentração do traçador salino (NaCl) em função do tempo.

Com base nos resultados, observou-se que a partir de 95 s, a concentração do traçador salino tornou-se constante. Ressalta-se que as amostras coletadas para análise do licor misto, levaram em consideração o tempo de mistura determinado.

### 6.1.3 – Aclimação do BRMLM-BS

O perfil da concentração de sólidos suspensos voláteis do licor misto SSV ( $mg L^{-1}$ ) em função do tempo durante a partida do reator é representado na Figura 14.

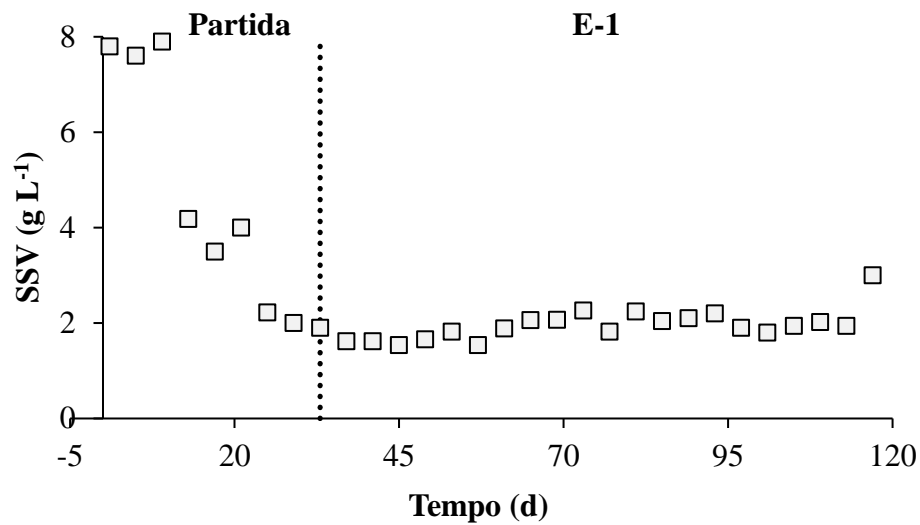


Figura 14 - Concentração de SSV em função do tempo durante a partida do reator.

Observou-se decaimento progressivo da concentração de SSV dentro do reator durante 33 dias de operação. As variáveis carga orgânica volumétrica (COV) ( $0,69 \text{ kg DQO m}^{-1} \text{ d}^{-1}$ ) e razão alimento/microrganismo (A/M) ( $0,29 \text{ kg DQO kg SSV}^{-1} \text{ d}^{-1}$ ) no início de operação influenciaram na concentração de substrato no sistema, levando a condições de endogenia e o decaimento da biomassa suspensa. A partir de 33 dias, a concentração de SSV manteve-se próxima a  $1,9 \text{ g L}^{-1}$ , sendo a concentração média na E-1.

No que se refere a concentração de biomassa aderida ao meio suporte, observou-se formação estável e fina de biofilme na superfície de coloração marrom escuro (Figura 15) também depois de 33 dias de operação do BRMLM-BS, com concentração média de sólidos aderidos voláteis (SAV) de  $0,4 \text{ g L}^{-1}$ .

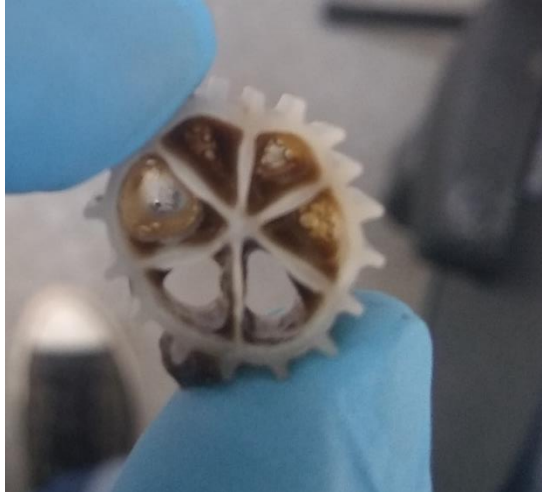


Figura 15 - Biomassa aderida ao meio suporte do BRMLM-BS.

As análises relacionadas a eficiência de remoção das variáveis de respostas do BRMLM-BS (item 7.2.) começaram após o período de 33 dias. O período de aclimatação da presente pesquisa foi semelhante aos trabalhos propostos por Chaman et al. (2017) e Zhang et al. (2018) utilizando BRM no tratamento de efluente de indústria têxtil e sintético, respectivamente.

## **6.2 – DESEMPENHO GERAL DO SISTEMA BRMLM-BS.**

Nesta seção serão apresentadas as características físico-químicas do afluente utilizado no BRMLM-BS e a eficiência de remoção dos parâmetros DQO<sub>s</sub>, compostos aromáticos (UV<sub>254</sub>), compostos lignínicos (UV<sub>280</sub>), compostos fenólicos totais e cor verdadeira; para cada estratégia experimental (E-1 e E-2).

Cada estratégia experimental compreendeu 90 dias de operação, o qual levou-se em consideração três vezes a idade do lodo ( $\theta_c = 30$  dias).

Desse modo, a presente seção apresenta e discute a influência das estratégias operacionais na eficiência de remoção dos parâmetros citados.

### **6.2.1 – Caracterização do efluente de produção de papel (PP) e condições operacionais**

Na Tabela 6 são apresentados os resultados da caracterização do efluente PP da saída do decantador primário da indústria de produção de papel a partir de polpa reciclada para cada

estratégia experimental, além dos resultados dos testes t de Student (paramétricos) e Wilcoxon-Mann-Whitney (não paramétricos) (5%) com o intuito de verificar diferença entre E-1 e E-2.

Tabela 6 - Caracterização do efluente de produção de papel (PP) para cada estratégia experimental

Parâmetros	Valores		
	E-1	E-2	P-valor
DBO <sub>5</sub> (mg L <sup>-1</sup> )	147,7±37,7	124,5±54,3	0,28
DQO <sub>s</sub> (mg L <sup>-1</sup> )	339,2±90,2	303,7±79,1	0,16
NTK (mg L <sup>-1</sup> )	18,5±10,2	18,3±9,3	0,98
N-NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> (mg L <sup>-1</sup> )	12,5±2,8	10,9±4,7	0,21
P-total (mg L <sup>-1</sup> )	1,6±0,6	1,8±0,5	0,60
P-PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup> (mg L <sup>-1</sup> )	0,7±0,5	1,3±0,5	0,007*
ST (g L <sup>-1</sup> )	0,8±0,2	1,0±0,1	0,06
SST (g L <sup>-1</sup> )	0,08±0,05	0,09±0,07	0,71
pH	7,0±0,4	7,0±0,2	0,99
Temperatura (°C)	19,9±1,6	20,2±3,7	0,80
Turbidez (uT)	70,4±22,8	67,9±28,6	0,83
Cor aparente (uC)	639,8±297,1	821,6±317,1	0,05*
Cor verdadeira (uC)	232,5±128,7	255,8±97,0	0,49
Fenóis totais (mg L <sup>-1</sup> )	8,4±2,2	8,2±2,6	0,88
Compostos aromáticos (UV <sub>254nm</sub> ) (cm <sup>-1</sup> )	0,960±0,193	1,029±0,491	0,76
Compostos lignínicos (UV <sub>280nm</sub> ) (cm <sup>-1</sup> )	0,847±0,175	0,871±0,136	0,73

\*: significativo a 5% de probabilidade.

Apenas os parâmetros cor aparente e fósforo solúvel (P-PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>) apresentaram diferenças estatísticas, devido as mudanças das condições operacionais da estação: ajustes nas quantidades de matéria prima empregada e, lavagem e manutenção de equipamentos. Os demais parâmetros não apresentaram diferenças na composição do efluente PP durante as estratégias. A temperatura foi o único parâmetro não paramétrico; porém, o teste t de Wilcoxon (5%) não detectou diferença entre as médias.

Devido à baixa concentração de nutrientes, o efluente PP foi suplementado com adição de ácido fosfórico (H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>) na ordem de estabelecer equilíbrio DBO<sub>5</sub>:N:P (100:5:1), visando buscar um tratamento biológico adequado (ERKAN e ENGIN, 2017; MUHAMAD et al. 2015; MASHAYEKHI et al. 2018). Adotou-se assim, o mesmo procedimento realizado na própria indústria que possui como unidade de tratamento o sistema LAC. Ressalta-se que a indústria

tem interesse em substituir o sistema atual pela tecnologia BRMLM-BS e, os valores apresentados na Tabela 8 não levam em consideração aos ajustes realizados.

A relação  $DBO_5/DQO_s$  foi em média de 0,4 para ambas as estratégias, indicando que o efluente é parcialmente biodegradável ( $DBO_5/DQO > 0,3$ ), devido a presença de compostos de elevada massa molecular (1000 Da) como derivados da lignina (METCALF e EDDY, 2003; MORALES et al. 2015). Essa relação encontra-se dentro da faixa observada pela literatura para efluentes da indústria de papel e celulose em geral (0,05-0,5) (HUBBE et al. 2016), fábricas de celulose branqueada (0,4-0,5) (FOEKEL, 2014) e, fábricas de produção de papel por polpa reciclada (0,5) (MÖBIUS, 2006).

O pH do efluente manteve-se próximo à neutralidade e os valores de DQO,  $DBO_5$  e  $N-NH_4^+$  estão próximos do observado por Huang et al. (2009) para efluente de produção de papel a partir de polpa reciclada coletado em decantador primário. Os valores  $DQO_{total}$ ,  $DQO_s$ ,  $DBO_5$  e  $N-NH_4^+$  observados pelos autores foram de 430, 250, 150 e 170  $mg L^{-1}$ , respectivamente.

A razão  $UV_{254}/UV_{280}$  é um indicador de compostos derivados de lignina e, o valor da razão foi de  $1,1 \pm 0,29$  ( $>1,0$ ) indicando nas amostras do efluente PP maior quantidade de compostos aromáticos ( $UV_{254}$ ) em comparação aos compostos ligninícos ( $UV_{280}$ ) (ÇEÇEN, 2003; CHAMORRO et al. 2009).

As condições operacionais do licor misto do BRMLM-BS nas estratégias aplicadas são apresentadas na Tabela 7.

Tabela 7 - Condições operacionais do BRMLM-BS.

Parâmetros Operacionais	Estratégia	
	E-1	E-2
pH	7,7±0,1	7,6±0,1
OD ( $mg L^{-1}$ )	>5,0	>5,0
Temperatura ( $^{\circ}C$ )	20,8±1,7	20,8±4,0
$T_{ciclo}$ (horas)	4	8
TDH (horas)	10,96	21,92
$\theta_c$ (dias)	30	30
$SSV_{suspensos + aderidos}$ ( $g L^{-1}$ )	2,4±0,2	1,9±0,4
COV ( $kg DQO m^{-3} d^{-1}$ )	0,69±0,2	0,32±0,1
COS ( $g DQO m^{-2} d^{-1}$ )	3,20±1,03	1,49±0,4
A/M ( $kg DQO kg SSV^{-1} d^{-1}$ )	0,29±0,09	0,17±0,07
Fluxo ( $L m^{-2} h^{-1}$ )	10,75	10,75

A concentração de OD, pH e temperatura foram semelhantes durante as estratégias operacionais. O valor de fluxo de filtração da membrana adotado de  $10,75 \text{ L m}^{-2} \text{ h}^{-1}$  está situado dentro da faixa de operação usual em biorreatores à membrana municipais e industriais, entre  $5$  e  $30 \text{ L m}^{-2} \text{ h}^{-1}$  (ERKAN et al. 2018; JUDD, 2016).

Segundo Judd (2006), os valores da relação A/M estão próximos dos usuais para biorreatores à membrana no tratamento de efluente doméstico ( $A/M < 0,25 \text{ kg DQO kg SSV}^{-1} \text{ d}^{-1}$ ). A COV, a COS e a razão A/M decaíram próximo da metade ao dobrar o TDH (E-2). Ressalta-se que a COS leva em consideração a carga de  $\text{DQO}_s$  aplicada por área total do meio suporte presente no reator.

### 6.2.2 – Avaliação da matéria orgânica em termos de $\text{DQO}_s$

Na Figura 16 é apresentada a variação da concentração e eficiência de remoção de  $\text{DQO}_s$  no BRMLM-BS durante os dias operacionais.

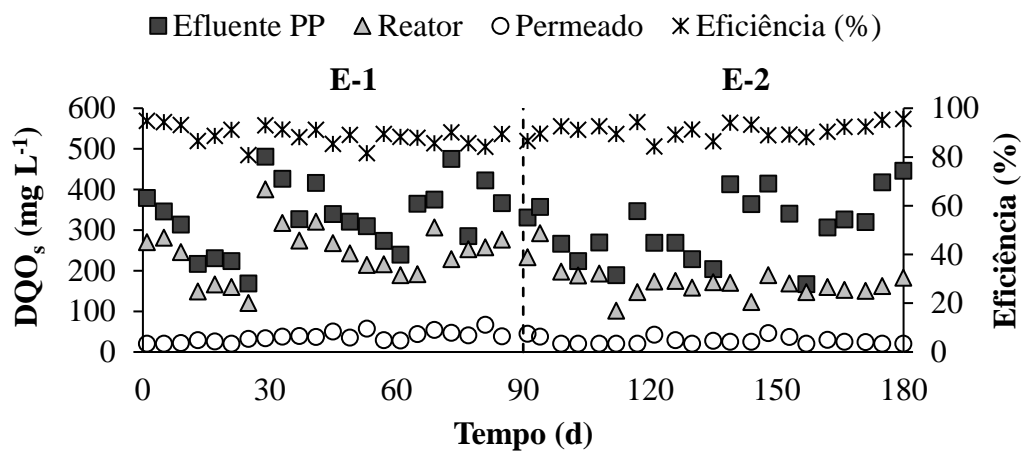


Figura 16 – Variação das concentrações e eficiência de  $\text{DQO}_s$  durante os dias operacionais.

As concentrações médias de  $\text{DQO}_s$  na E-1 para o efluente PP, final da etapa da aeração (reator) e permeado foram, respectivamente, de  $331,2 \pm 84$ ;  $242,9 \pm 65$  e  $36,7 \pm 12 \text{ mg L}^{-1}$ . Na E-2 os valores correspondentes foram de  $307,8 \pm 79$ ;  $173,1 \pm 38$  e  $27,3 \pm 9 \text{ mg L}^{-1}$ . De acordo com o teste t de Student (5%), a eficiência média global de remoção na E-2 ( $90,7\% \pm 3$ ) em comparação com a E-1 ( $88,5\% \pm 4$ ) ( $p=0,04^*$ ).

Os resultados da eficiência de remoção de DQO<sub>s</sub> no BRMLM-BS encontraram-se próximos dos resultados obtidos na literatura com COV superiores no tratamento de efluente de produção de papel a partir de polpa reciclada (ERKAN e ENGIN, 2017; IZADI et al. 2019), além de pesquisas com efluente domésticos (COSTA et al. 2018; JUDD, 2016; LEYVA-DIAZ et al. 2017; MARTIN-PASCUAL et al. 2015; LIU et al. 2010). Leiknes e Ødergaard (2007) em um reator de leito móvel seguido de unidade de BRM observaram que a redução da COV proporcionou maior remoção de DQO<sub>s</sub> na saída do reator e também do permeado. Segundo Delgado et al. (2011) e Xing et al. (2000), os BRM possuem a capacidade de suportar às variações de cargas aplicadas sem comprometer negativamente a eficiência de remoção de DQO. O mesmo foi observado nas condições testadas.

O aumento do TDH (E-2) de 10,9 h para 21,9 h (redução da COV de  $0,69 \pm 0,2$  para  $0,17 \pm 0,07$  kg DQO m<sup>-3</sup> d<sup>-1</sup>) favoreceu principalmente a remoção de DQO<sub>s</sub> na etapa da aeração. A eficiência de remoção no final da fase aeróbia foi de  $41,2\% \pm 17,4$  na E-2, enquanto na E-1, o valor foi de  $26,4\% \pm 9$ . Entretanto, apesar da contribuição biológica, observou-se um residual maior nesta etapa em comparação ao permeado em ambas as estratégias, confirmando que a elevada eficiência de remoção de DQO<sub>s</sub> teve contribuição principalmente pela membrana do BRMLM-BS (Figura 16), removendo adicionalmente DQO<sub>s</sub> inerte e compostos de baixa biodegradabilidade, pois, nem toda DQO presente no efluente PP é biodegradável (EKAMA et al. 1986). Na Figura 17 é apresentada os valores médios de DQO<sub>s</sub> retida pela membrana (diferença entre a DQO<sub>s</sub> do reator com o permeado).

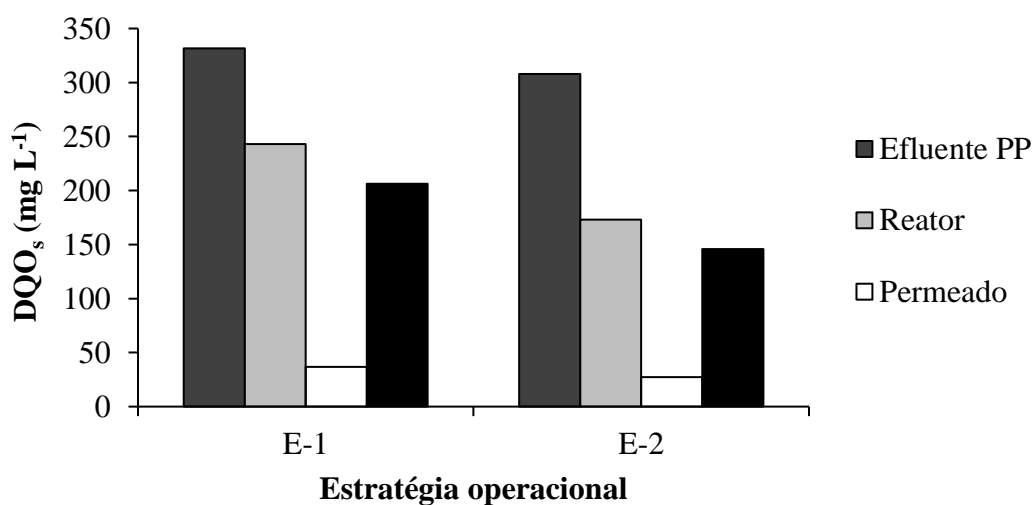


Figura 17 - Concentração média de DQO<sub>s</sub> no efluente PP, reator, permeado e os respectivos valores de DQO<sub>s</sub> retida pela membrana em cada estratégia operacional.

As concentrações médias de DQO<sub>s</sub> retida pela membrana na E-1 e E-2 foram de 206,2±64 e 145,8±35 mg L<sup>-1</sup>, respectivamente. De acordo com o teste t de Student (5%), a contribuição pela membrana na E-1 foi maior (62%±10) em comparação a E-2 (49,7%±15), ou seja, na E-1, observou-se maior retenção de DQO<sub>s</sub> pela membrana devido ao fato que a degradação biológica desta variável foi menor em comparação com a E-2 (p=0,004\*). Desse modo, observou-se a robustez da membrana filtrante presente no sistema (FAZAL et al. 2015; MANNINA et al. 2018).

De acordo com a Tabela 8, os resultados sugerem que toda matéria orgânica de fácil biodegradabilidade (DBO<sub>5</sub>) foi removida na etapa aeróbia para ambas as estratégias experimentais e a membrana filtrante foi responsável pela retenção da maior parte da matéria orgânica recalcitrante, medida em termos de DQO.

Tabela 8 - Concentração média de DBO<sub>5</sub> em cada ponto de coleta para ambas as estratégias experimentais.

<b>Pontos amostrais</b>	<b>DBO<sub>5</sub> (mg L<sup>-1</sup>)</b>	
	<b>E-1</b>	<b>E-2</b>
<b>Efluente PP</b>	147,7±37,7	124,6±54,3
<b>Final aeração</b>	< LD	< LD
<b>Permeado</b>	< LD	< LD

LD: Limite de detecção do método.

O comportamento da remoção da DQO<sub>s</sub> na etapa aeróbia durante a análise de ciclo é representado pela Figura 18. Essa análise ajuda a compreender melhor a dinâmica de remoção desta variável de resposta em um reator em batelada sequencial.



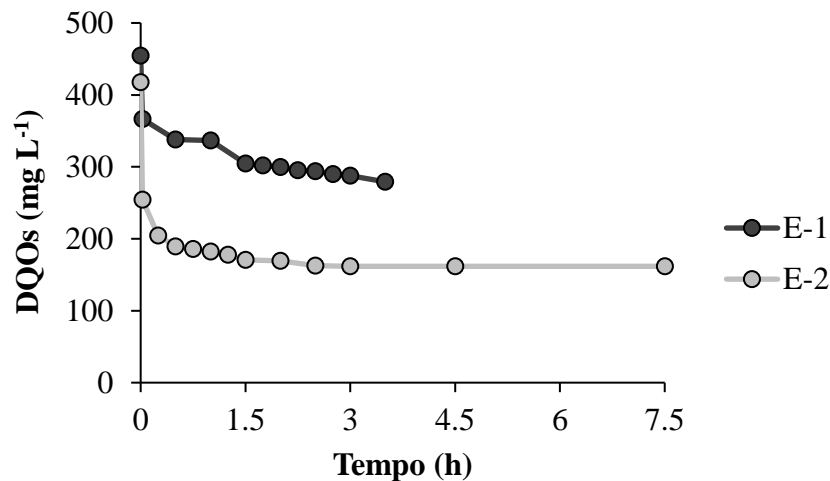


Figura 18 - Perfil da concentração de DQO<sub>s</sub> durante a análise de ciclo para cada estratégia experimental.

Observou-se na E-2 maior taxa média de degradação da DQO<sub>s</sub> ( $34,2 \text{ mg L}^{-1} \text{ h}^{-1}$ ) em comparação a E-1 ( $21,2 \text{ mg L}^{-1} \text{ h}^{-1}$ ). Ressalta-se que os valores da taxa de degradação levaram em consideração a partir do tempo de 95 s ( $0,026 \text{ h}$ ), que compreende o tempo de mistura do BRMLM-BS.

Os resultados dessa análise sugerem que a redução da COV e razão A/M pela metade (reflexos do aumento do TDH) influenciaram na remoção de DQO<sub>s</sub> durante esta etapa. Desse modo, praticamente toda fração biodegradável foi consumida no início do ciclo, ficando evidente que a matéria orgânica, medida em termos de DQO<sub>s</sub>, apresenta baixa biodegradabilidade, em função das características do efluente PP. Ressalta-se que a E-2 apresentou da razão A/M e COV menor que a compreendida em sistemas de lodos ativados convencionais (A/M:  $0,3\text{-}0,6 \text{ kg DQO kgSSV}^{-1} \text{ d}^{-1}$  e COV:  $0,8\text{-}2 \text{ kg DQO m}^{-3} \text{ d}^{-1}$ ) (METCALF e EDDY, 2003).

Segundo Brown et al. (2011), Hai et al. (2010) e Judd (2015) baixas razões A/M e COV, podem contribuir no aumento da eficiência do BRM mesmo quando ocorre flutuações de cargas aplicadas, principalmente quando próximos à condição de endogenia. Tal condição, permite que a matéria orgânica facilmente biodegradável seja consumida rapidamente após ser introduzida no reator, assim como evidenciado em ambas as estratégias durante a análise de ciclo (Figura 18).

Segundo Hai et al. (2010), baixa carga orgânica de lodo em termos de DQO e/ou DBO (o que leva em consideração o valor da DQO ou DBO divididos pela concentração de SSV) podem forçar as bactérias a degradarem compostos recalcitrantes. Outro fator que pode ter

contribuído também é o tempo de contato dos poluentes no sistema. BRM são capazes de reterem maiores concentrações de contaminantes do que sistemas LAC e, o tempo de residência prolongado pode possibilitar a oxidação desses poluentes (CICEK, 2003; CHINNARAJ et al. 2016; HAI et al. 2010; LUO et al. 2015; MUHAMUD et al. 2012; VADHEGI et al. 2016; WEISS e REEMTSMA, 2008; ZHANG et al. 2017).

A melhoria de eficiência na remoção de DQO e compostos orgânicos recalcitrantes com redução da COV (reflexo do aumento do TDH) também foram observados na literatura para reatores de leito móvel (DUARTE et al. 2019; OLIVEIRA et al. 2014; PEITZ e XAVIER, 2020) e reatores em batelada sequenciais (HOSSEINI e BORGHEI, 2005; KUMAR e SUBRAMANIAN, 2014; MUHAMAD et al. 2012; OSMAN et al. 2013; TAKHUR et al. 2013; VADHEGI et a. 2016) no tratamento de efluente de papel e celulose.

Além da redução da COV e razão A/M pela metade, outro fator que podem ter contribuído com a eficiência de remoção de DQO<sub>s</sub> pode estar relacionado com a quantidade de compostos refratários (potencialmente tóxicos) em contato com a biomassa (CICEK, 2003; HAI et al. 2010; LINDOHOLM-LEHTO et al. 2015; SPONZA, 2003; YANG et al. 2009). A E-2 apresentou uma COV menor e conseqüentemente uma menor concentração desses compostos presentes com a biomassa suspensa e aderida.

### **6.2.3 – Avaliação de compostos derivados da lignina**

Nas Figuras 19 e 20 são apresentadas as variações das absorbâncias nos comprimentos de ondas UV<sub>254nm</sub> e UV<sub>280nm</sub> e eficiência de remoção ao longo dos dias operacionais.

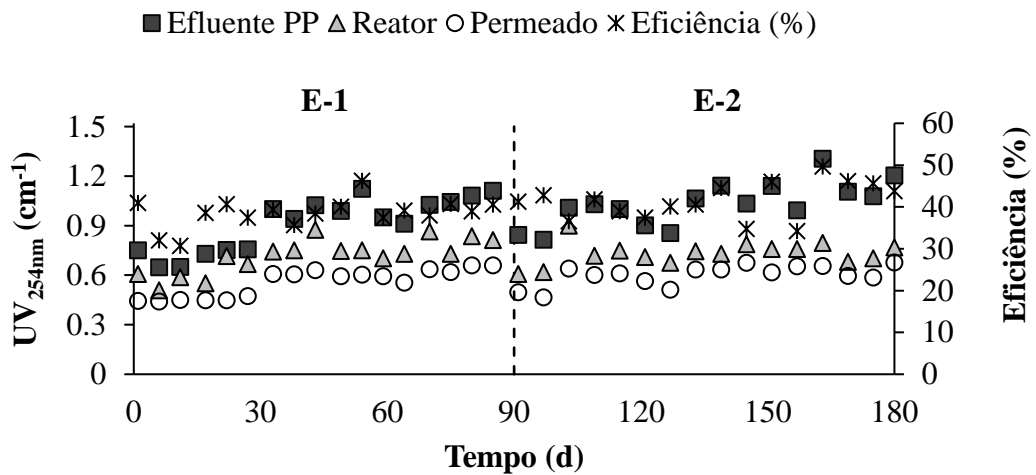


Figura 19 - Variação da absorbância (254 nm) e eficiência de remoção dos compostos aromáticos ( $UV_{254}$ ) ao longo dos dias operacionais.

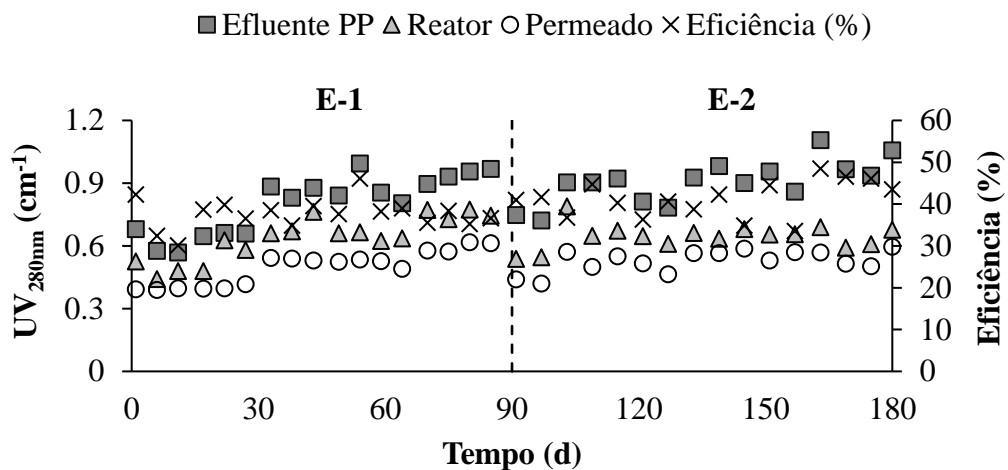


Figura 20 – Variação da absorbância (280 nm) e eficiência de remoção dos compostos lignínicos ( $UV_{280}$ ) ao longo dos dias operacionais.

Os valores médios de absorbâncias para  $UV_{254}$  no efluente PP, reator e permeado foram, respectivamente, de  $0,920 \pm 0,161$ ;  $0,716 \pm 0,105$  e  $0,556 \pm 0,080$   $cm^{-1}$  na E-1, enquanto que na E-2 os valores correspondentes foram de  $1,032 \pm 0,134$ ;  $0,730 \pm 0,070$  e  $0,600 \pm 0,060$   $cm^{-1}$ . Para  $UV_{280}$ , os valores médios de absorbâncias na E-1 foram de  $0,802 \pm 0,140$ ;  $0,637 \pm 0,105$  e  $0,498 \pm 0,082$   $cm^{-1}$  e, na E-2,  $0,905 \pm 0,103$ ;  $0,644 \pm 0,060$  e  $0,529 \pm 0,052$   $cm^{-1}$ .

As eficiências médias globais de remoção para  $UV_{254}$  e  $UV_{280}$  foram, respectivamente, de  $38,5\% \pm 3,5$  e  $37,6\% \pm 3,6$  na E-1 e,  $41,5\% \pm 4,4$  e  $41,3\% \pm 4,3$  na E-2. Com base no teste t de

Student (5%), a E-2 favoreceu ligeiramente a eficiência de remoção dos compostos aromáticos ( $UV_{254}$ ) ( $p=0,03^*$ ) e lignínicos ( $UV_{280}$ ) ( $p=0,01^*$ ). Este comportamento indicou que os compostos derivados de lignina foram removidos ou sofreram alteração na sua estrutura. (DIEZ et al. 2002; LEI et al. 2013). Entretanto, observou-se certa resistência na remoção desses compostos, indicando que compostos aromáticos e lignínicos são de difícil biodegradação e podem inibir o crescimento de bactérias (BRINK et al. 2018).

Os valores em termos de absorvâncias ( $UV_{254}$  e  $UV_{280}$ ) no efluente PP, reator, permeado e, os respectivos valores de absorvâncias retidas pela membrana, são representados pelas Figuras 21 e 22.

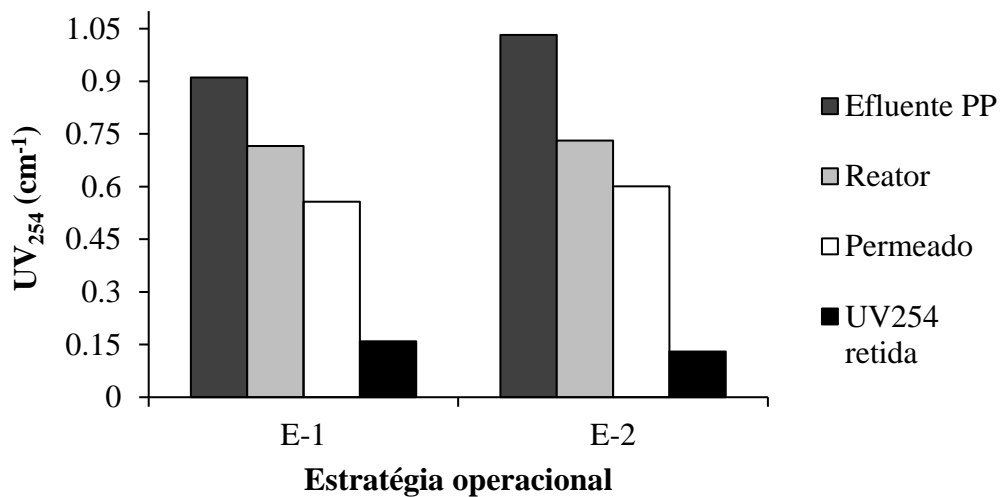


Figura 21 - Valores de absorvâncias ( $UV_{254nm}$ ) no efluente PP, reator, permeado e, quantidade de absorvância retida ( $UV_{254nm}$ ) pela membrana em cada estratégia experimental.

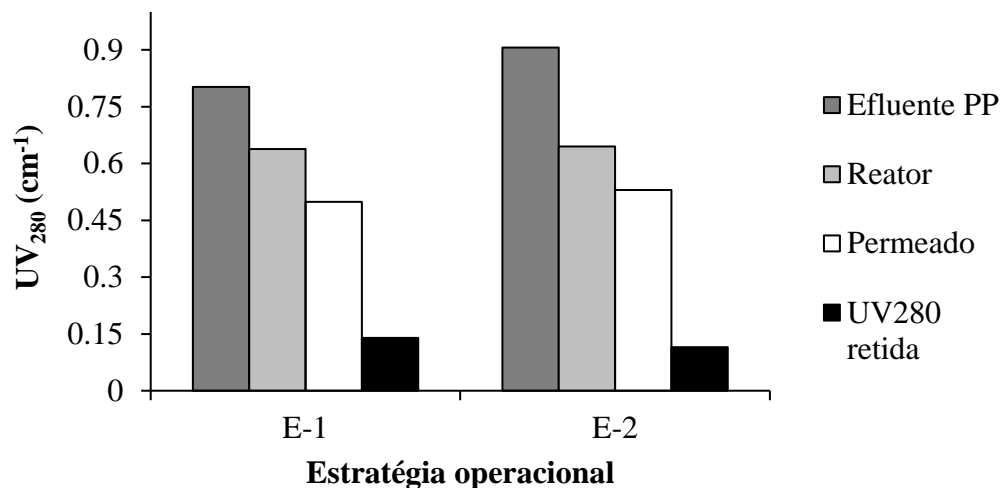


Figura 22 - Valores de absorvâncias ( $UV_{280nm}$ ) no afluente, reator, permeado e, quantidade de absorvância retida ( $UV_{280nm}$ ) pela membrana em cada estratégia experimental.

Os valores médios de absorvância retida pela membrana na E-1 ( $UV_{254} = 0,159 \pm 0,052$ ;  $UV_{280} = 0,139 \pm 0,048 \text{ cm}^{-1}$ ) foram maiores do que na E-2 ( $UV_{254} = 0,130 \pm 0,052$ ;  $UV_{280} = 0,114 \pm 0,036 \text{ cm}^{-1}$ ).

Na E-2 observou-se maior contribuição de remoção dos compostos derivados da lignina durante a fase aeróbia, sendo de  $28,5\% \pm 7,7$  para compostos aromáticos e  $28,3\% \pm 7$  para lignínicos, enquanto que na E-1, os valores correspondentes foram, respectivamente, de  $20,6\% \pm 7,4$  e  $20,1\% \pm 6,6$ . Desse modo e de acordo com o teste t, o adicional removido pela membrana na E-1 foi maior ( $UV_{254}: 17,8\% \pm 6,6$ ;  $UV_{280}: 17,5\% \pm 6,4$ ) em comparação com a E-2 ( $12,9\% \pm 4$ ) ( $p=0,02^*$ ) para ambos os comprimentos de onda.

Segundo Lindholm-Lehto et al. (2015), sistemas de tratamento aeróbios possuem capacidade limitada na remoção de compostos derivados da lignina. Entretanto, nas condições testadas observou-se maior redução desses compostos (em termos de absorvância) sob redução da razão A/M e COV pela metade (E-2). Devido a esse fato, os microrganismos são direcionados a biotransformação de compostos de difícil biodegradação, melhorando a eficiência do tratamento (BITTON, 2005). Vanzetto et al. (2014) também observaram redução na eficiência de compostos aromáticos e lignínicos com o aumento de COV de 0,2 para 1,2 kg DQO  $\text{m}^{-3} \text{d}^{-1}$  para efluente de indústria de celulose Kraft.

Segundo Hai et al. (2010), deve-se levar em consideração que a quantidade de compostos recalcitrantes em contato com a biomassa também pode afetar no desempenho do sistema. Na E-2, a redução da COV proporcionou menor quantidade desses compostos.

Na Figura 23 pode-se observar o perfil de decaimento dos compostos aromáticos ( $UV_{254}$ ) e lignínicos ( $UV_{280}$ ) durante a análise de ciclo.

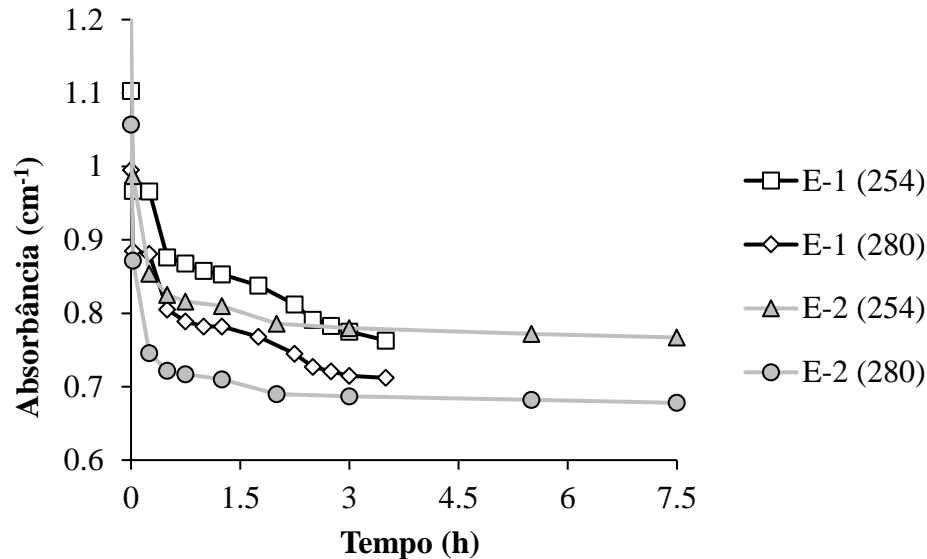


Figura 23 - Perfil do decaimento dos compostos aromáticos ( $UV_{254}$ ) e lignínicos ( $UV_{280}$ ) durante a análise de ciclo para cada estratégia operacional.

Em relação aos compostos aromáticos e lignínicos ( $UV_{254}$  e  $UV_{280}$ ), a E-2 apresentou um ligeiro aumento na taxa de degradação, com os valores médios, respectivamente, de 0,1 e 0,09  $cm^{-1} h^{-1}$  em comparação a E-1, com os valores correspondentes de 0,06 e 0,05  $cm^{-1} h^{-1}$ . Ressalta-se que as taxas de degradação levaram em consideração o tempo a partir de 95 s.

A redução da COV e razão A/M pela metade influenciaram na contribuição do desempenho do BRMLM-BS. Entretanto, ficou evidente que os microrganismos aeróbios apresentaram dificuldade na degradação destes compostos.

Quando comparado com a eficiência de remoção de DQOs, observou-se que as reduções dos compostos orgânicos derivados da lignina foram menores no reator e no permeado. Além disso, quando as absorvâncias (aromáticos –  $UV_{254}$ ; lignínicos –  $UV_{280}$ ) são divididos pela concentração de DQOs, correspondentes para cada ponto de coleta nas estratégias operacionais (Tabela 9), a relação é expressa como compostos orgânicos específicos. Estes indicadores permitem compreender melhor sobre a degradação de grupos orgânicos específicos derivados da lignina; pois, a DQO trata-se de um parâmetro agrupado que inclui todas as substâncias orgânicas que poder ser oxidadas quimicamente (ÇEÇEN, 1999; CHAMORRO et al. 2005; MUNÓZ et al. 2019; LEI et al. 2013).

Tabela 9 - Valores médios dos compostos orgânicos específicos derivados da lignina ( $UV_{254}/DQO_s$  e  $UV_{280}/DQO_s$ ) no BRMLM-BS para cada estratégia experimental.

Pontos	$UV_{254}/DQO_s$ ( $cm^{-1}/mg L^{-1}$ )		$UV_{280}/DQO_s$ ( $cm^{-1}/mg L^{-1}$ )	
	E-1	E-2	E-1	E-2
<b>Efluente PP</b>	0,0029	0,0035	0,0026	0,0031
<b>Reator</b>	0,0032	0,0043	0,0029	0,0038
<b>Permeado</b>	0,0164	0,0222	0,0146	0,0195

Os valores dessas relações encontraram-se abaixo do observado pela literatura ( $\geq 0,01$ ) (ÇEÇEN, 1999; CHAMARRO et al. 2009; DUARTE et al. 2019; LEI et al. 2013), podendo estar relacionado com a natureza do afluente. As pesquisas mencionadas são com efluentes de indústria de celulose Kraft e possuem valores de DQO elevados em comparação com efluentes de indústria de produção de papel a partir de polpa reciclada (KAMALI e KHODOPARAST, 2015; IZADI et al. 2018).

No final da etapa da aeração (reator), observou-se aumento na razão  $UV_{254}/DQO$  (0,0032-0,0043) e  $UV_{280}/DQO$  (0,0029-0,0038), indicando que na E-2 ocorreu mineralização dos compostos aromáticos e lignínicos em menor proporção que matéria orgânica expressa como  $DQO_s$ . Essa conclusão é evidente quando as razões  $UV_{254}/DQO$  e  $UV_{280}/DQO$  no efluente PP são comparadas com o final da etapa da aeração (reator) em cada estratégia experimental: na E-1, houve pouca alteração na relação  $UV_{254}/DQO$  e  $UV_{280}/DQO$  após o tratamento, reforçando a baixa degradação dos compostos aromáticos e lignínicos. Já na E-2, ocorreu preferencialmente remoção de matéria orgânica expressa como  $DQO_s$  do que os compostos aromáticos e lignínicos. O aumento das razões confirma a recalcitrância destes compostos e uma possível biotransformação destes.

Em relação ao permeado, observou-se elevado incremento quando comparado com efluente PP e o final da etapa da aeração e, principalmente entre as estratégias experimentais. Deve-se levar em consideração que a membrana reteve, em ambas as estratégias, maior quantidade de  $DQO_s$  do que os compostos orgânicos derivados da lignina, por isso o elevado incremento das relações. Ressalta-se que o monitoramento dessas relações envolvendo tecnologias de membranas filtrantes são escassos na literatura e precisam ser verificadas para que os resultados obtidos sejam respaldados.

Na Figura 24 é apresentado o comportamento (médias) da razão  $UV_{254}/UV_{280}$  durante cada estratégia experimental no BRMLM-BS para cada ponto de coleta. Este parâmetro possui relação com a constituição da DQO residual.

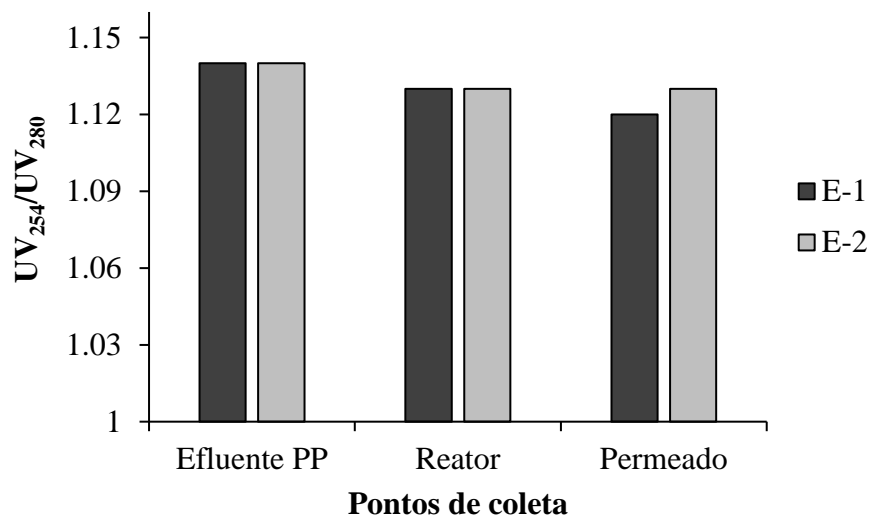


Figura 24 - Valores médios da razão  $UV_{254}/UV_{280}$  nos pontos de coleta para cada estratégia no BRMLM-BS.

Observou-se pouca variação da relação  $UV_{254}/UV_{280}$  (1,12-1,14), reforçando a baixa degradação dos compostos aromáticos e lignínicos. Os valores dessas relações estão similares aos reportados na literatura para tratamento biológicos aeróbios (1,10-1,13) (CHAMORRO et al. 2005; MUNÓZ et al. 2019; PEITZ et al. 2019). Esses resultados sugerem que a DQO<sub>s</sub> residual no reator e permeado em ambas as estratégias são constituídos principalmente por compostos derivados da lignina, sendo majoritariamente por compostos aromáticos (razão  $UV_{254}/UV_{280} > 1,0$ ) (CHAMORRO et al. 2009). Os valores de DQO<sub>s</sub> residual no final da etapa da aeração possuem correlação moderada com os valores de  $UV_{254}$  ( $r_{\text{Pearson}}=0,45$ ;  $p=0,005^*$ ) e  $UV_{280}$  ( $r_{\text{Pearson}}=0,48$ ;  $p=0,002^*$ ).

De maneira geral, a fase aeróbia reduziu (em menor proporção) os compostos derivados de lignina e, a redução COV e razão A/M pela metade (reflexos do aumento do TDH) influenciaram nesta etapa. Observou-se que a eficiência da remoção dos compostos derivados da lignina, em termos de absorvância, foi maior quando houve maior remoção de DQO<sub>s</sub> durante a etapa aeróbia. O mesmo efeito na etapa biológica foi observado por Cai et al. (2019) em um reator de leito móvel operado em batelada sequencial no tratamento de efluente de branqueamento e produção de papel a partir da polpa reciclada.

Nas condições testadas, observou-se melhoria na remoção de DQO<sub>s</sub> (item 6.2.2) e dos compostos derivados de lignina na E-2. Apesar de Wang et al. (2014) relatarem que a extensão do TDH e incremento da concentração da biomassa no sistema melhora a eficiência na remoção de DQO<sub>s</sub> e compostos orgânicos refratários, a presente pesquisa mostrou que mesmo uma baixa



concentração de biomassa (Tabela 7 e item 6.3.1) sob aumento do TDH pode contribuir no aumento da eficiência de remoção desta variável.

### 6.2.3 - Avaliação de fenóis totais

Na Figura 25 é apresentado a variação de fenóis totais e eficiência de remoção no BRMLM-BS durante os dias operacionais.

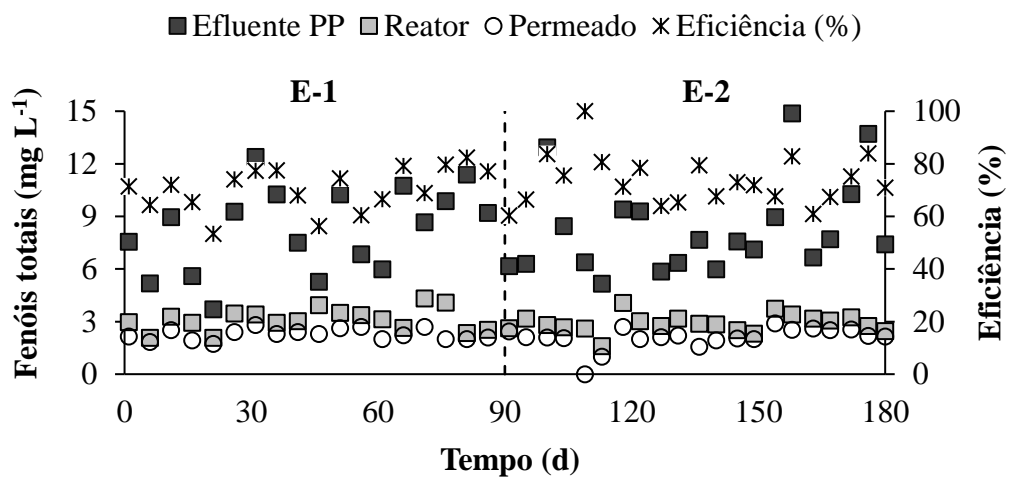


Figura 25 – Variação da concentração de fenóis totais e eficiência de remoção ao longo dos dias operacionais.

A concentração média de fenóis totais no efluente PP foi de  $8,2 \pm 2$  mg L<sup>-1</sup> para ambas as estratégias experimentais e, a concentração média residual no reator e permeado foram de  $3,1 \pm 0,6$  e  $2,2 \pm 0,3$  para E-1 e,  $2,9 \pm 0,5$  e  $2 \pm 0,8$  para E-2.

De acordo com o teste t (5%), as eficiências de remoção global desta variável não apresentaram diferenças estatísticas para ambas as estratégias ( $p=0,27$ ), sendo na E-1 de  $70,5\% \pm 8$  e, na E-2,  $73,6\% \pm 9$ . Desse modo, nenhuma relação entre a eficiência de remoção de fenóis totais e TDH foram observados nas condições testadas.

Na Figura 26 é representada pelas concentrações médias de fenóis totais no efluente PP, reator, permeado e retidas pela membrana.

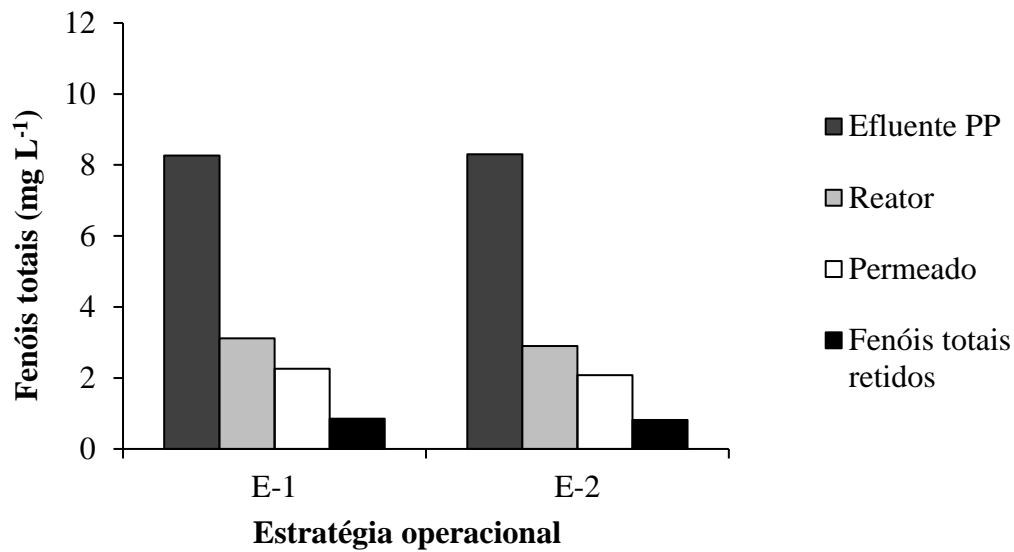


Figura 26 - Concentração média de fenóis totais nos pontos amostrais e retida pela membrana para cada estratégia operacional.

Ambas as condições de TDH foram suficientes para atingir eficiência de 70%. Assim, as concentrações médias retidas pela membrana na E-1 e E-2 foram de  $0,8 \pm 0,5 \text{ mg L}^{-1}$ . De acordo com o teste t (5%), as eficiências médias de remoção pela membrana filtrante (E-1:  $11,2\% \pm 7$ ; E-2:  $10,7\% \pm 8$ ) não apresentaram diferenças (Figura 26) ( $p=0,85$ ).

A contribuição na etapa aeróbia na remoção de fenóis totais (E-1:  $59,2\% \pm 13$ ; E-2:  $62,9\% \pm 9$ ) foi maior do que a remoção pela membrana para ambas as estratégias operacionais. Desse modo, a remoção de fenóis totais na fase aeróbia pode estar relacionados as seguintes questões: (1) baixa e pouca variação na concentração de fenóis totais no efluente PP (HOSSEINI e BORGHEI, 2005; NAKHLI et al. 2014); (2) elevada eficiência de remoção pelos reatores aeróbios de leito móvel operados em batelada sequencial suportada pela eficiência de remoção de DQO, pois ambos os parâmetros possuem correlação ( $r_{\text{kendall}}=0,22; p=0,04^*$ ) (FARABEGOLI et al. 2008); (3) biodegradação desse poluente (recalcitrante) por meio de enzimas extracelulares que utilizam oxigênio molecular (KO et al. 2009) e/ou (4) contribuição de elevado TDH e idade do lodo ( $\theta_c$ ) (DIEZ et al. 2002).

Nas condições testadas, mesmo com baixa concentração de fenóis totais presentes no efluente PP, não foi observado remoção total e, a concentração residual no permeado manteve-se acima dos padrões de emissão para lançamento de efluentes ( $0,5 \text{ mg L}^{-1}$ ) estabelecidas na Resolução 430/2011 do CONAMA (BRASIL, 2011).



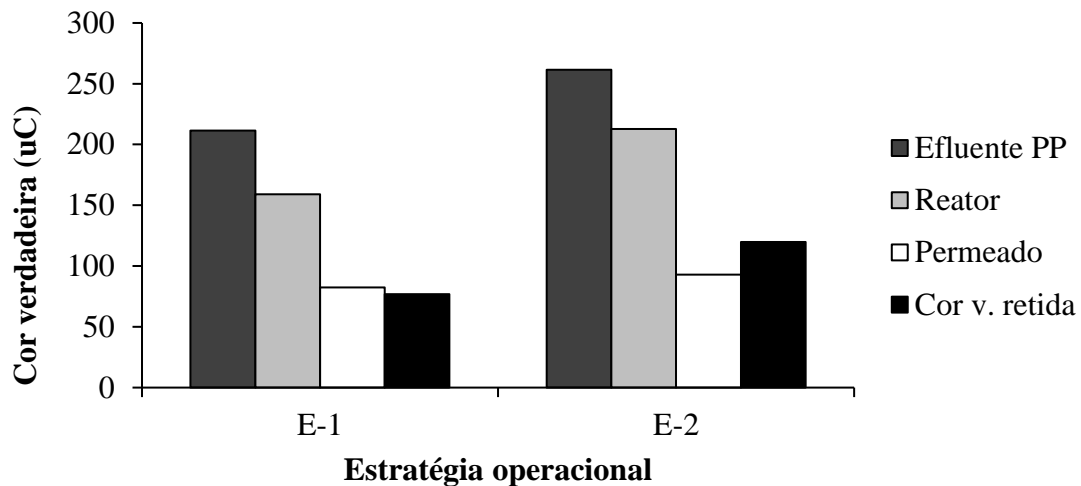


Figura 28 - Concentração média de cor verdadeira nos pontos amostrais e retida pela membrana em cada estratégia operacional.

Assim como na variável DQO<sub>s</sub>, a etapa da filtração foi responsável por maior parte da remoção de cor verdadeira e, ambas as estratégias apresentaram baixo desempenho na etapa aeróbia, com valor de eficiência média de  $18,9\% \pm 26$  na E-1 e  $14,4\% \pm 25$  na E-2. Segundo Diez et al. (2002) e Milestone et al. (2004), tratamentos biológicos de efluentes de indústria de papel e celulose tem pouco efeito na remoção de cor e, em alguns casos podem até produzir cor, principalmente para branqueamentos livres de cloro elementar. Segundo Lindholm-Lehto et al. (2015), o incremento da coloração possui relação com a presença da formação de grupos de carbonila e hidroxila após o tratamento biológico. Nas condições testadas, o mesmo efeito foi observado, o qual foi determinante na etapa aeróbia (apresentando valores próximos ou maiores que no efluente PP) (Figura 29). Entretanto, as eficiências de remoção de cor na presente pesquisa ficaram acima do reportado por Diez et al. (2002): 13% de remoção em sistema LAC no tratamento de efluente de processo Kraft.

Com base nos resultados e incluindo a avaliação dos compostos derivados da lignina, pode-se concluir que as substâncias responsáveis pela coloração do efluente PP são as mais recalcitrantes, mostrando resistência à biodegradação na etapa aeróbia, comprovando a baixa eficiência observado para ambas as estratégias operacionais. Ressalta-se que a cor verdadeira possui correlação moderada com UV<sub>254</sub> ( $r_{\text{Kendal}}=0,34$ ;  $p=0,023^*$ ) e UV<sub>280</sub> ( $r_{\text{Kendal}}=0,38$ ;  $p=0,0007^*$ ), sendo resultado da presença de lignina e seus derivados (SIERRA e LETTINGA, 1991).

A presença dos compostos recalcitrantes resultados da deslignificação e nos processos de branqueamento podem contribuir na cor e dificultar a ação dos microrganismos na

biotransformação dessas substâncias e, muitas vezes requerem a combinação ou uma etapa subsequente de tratamento físico-químico para atingir remoção satisfatória, o que acaba encarecendo (HUBBE et al. 2016).

Apesar do BRMLM-BS não atingir remoção total de cor verdadeira, a concentração dos residuais do permeado não excederam o valor de 95 uC, mostrando que essa tecnologia contribuiu na redução desta variável (CHAMAM et al. 2017). Porém, quando comparado com impurezas físicas (particulado) como turbidez e SST, a membrana atingiu remoção superiores do que os compostos dissolvidos, apresentando eficiência média de remoção de 99% para turbidez e 100% para SST, respectivamente (Tabela 10).

Tabela 10 - Valores médios de turbidez e SST no efluente PP e permeado para cada estratégia empregada.

Pontos	Parâmetros			
	SST (mg L <sup>-1</sup> )		Turbidez (uT)	
	E-1	E-2	E-1	E-2
<b>Efluente PP</b>	78,9±43	91,8±72	56,8±38	94,9±51,2
<b>Permeado</b>	0	0	0,6±0,2	0,6±0,2

### 6.2.5 - Avaliação de nitrogênio amoniacal

A variação da concentração de nitrogênio amoniacal (NH<sub>4</sub><sup>+</sup>) e eficiência de remoção ao longo dos dias operacionais é representada pela Figura 29.

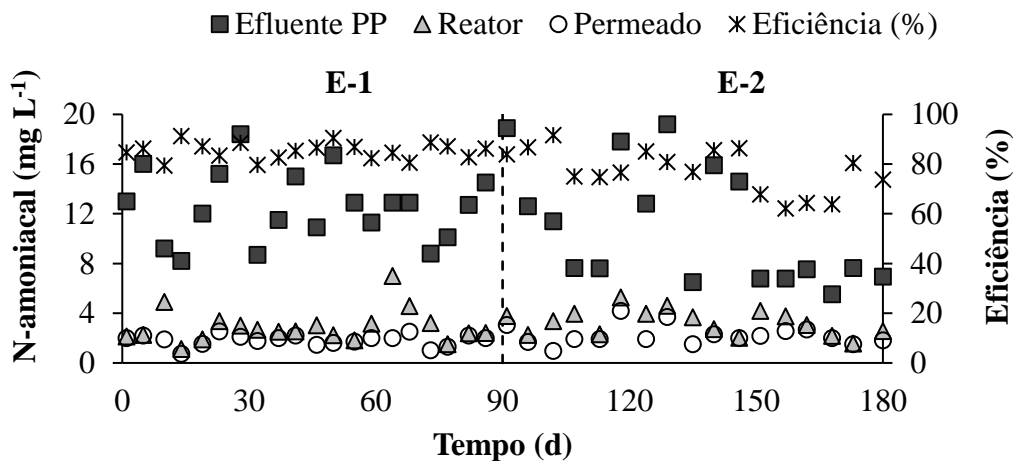


Figura 29 - Variação da concentração de nitrogênio amoniacal ( $\text{NH}_4^+$ ) e eficiência de remoção ao longo dos dias operacionais.

Segundo Muhamad et al. (2015), efluentes oriundos de indústria papelreira são caracterizados por sua baixa concentração de nutrientes, o que torna o seu lançamento em corpos hídricos menos impactantes quanto ao aporte de nitrogênio e fósforo e, muitas vezes requerem adição externa para a manutenção do sistema (como na presente pesquisa).

Os valores médios da concentração de nitrogênio amoniacal do efluente PP, reator e permeado na E-1 foram, respectivamente, de  $12,5 \pm 3$ ;  $2,9 \pm 1$  e  $1,8 \pm 0,4$   $\text{mg L}^{-1}$ , e na E-2, os valores médios foram de  $10,9 \pm 5$ ;  $3,2 \pm 1$  e  $2,2 \pm 0,8$   $\text{mg L}^{-1}$ . Ressalta-se que as concentrações estão abaixo dos padrões de lançamentos de efluentes ( $20 \text{ mg L}^{-1}$ ) estabelecidas na Resolução 430/2011 do CONAMA (BRASIL, 2011).

De acordo com o teste de comparação de Wilcoxon-Mann-Whitney (5%), a E-2 afetou negativamente o desempenho do BRMLM-BS ( $p=0,0035^*$ ), ocasionando redução da eficiência de remoção global de  $85,2\% \pm 3$  (E-1) para  $77,3\% \pm 9$ . Esse comportamento pode estar relacionado com a menor disponibilidade de substrato disponível para as bactérias nitrificantes, uma vez que a E-1 apresentou razão A/M de  $0,012 \pm 0,002 \text{ Kg NH}_4^+ \text{ Kg SSV}^{-1} \text{ d}^{-1}$  e carga nitrogenada volumétrica (CNV) de  $0,025 \pm 0,01 \text{ Kg NH}_4^+ \text{ m}^{-3} \text{ d}^{-1}$  enquanto que a razão na E-2, a concentração da entrada decaiu próximo da metade (A/M de  $0,005 \pm 0,002 \text{ Kg NH}_4^+ \text{ Kg SSV}^{-1} \text{ d}^{-1}$  e CNV de  $0,011 \pm 0,004 \text{ Kg NH}_4^+ \text{ m}^{-3} \text{ d}^{-1}$ ).

Como o pH nas condições testadas encontrava-se próximo da neutralidade em ambas as estratégias, o processo de nitrificação foi o principal mecanismo de remoção de nitrogênio

amoniacal, além da assimilação microbiana. Desse modo, a etapa aeróbia foi responsável pela maior parte de remoção, sendo de  $76,2\% \pm 12$  na E-1 e  $65,3\% \pm 15$  na E-2.

A contribuição pela membrana filtrante foi de apenas  $8,9\% \pm 10$  na E-1 e  $11,6\% \pm 10$  na E-2, não apresentando diferença estatística ( $p=0,46$ ). Como o nitrogênio amoniacal é um composto solúvel, a tendência é que a remoção pela membrana seja insignificante (Figura 30). Os valores de  $\text{NH}_4^+$  retida observados podem estar relacionados com a redução dos poros pelo acúmulo de substâncias na superfície da membrana que pode ocasionar adsorção na camada da mesma, ou seja, retenção de macromoléculas pela membrana de ultrafiltração. Desse modo, a qualidade observada no permeado é resultado do processo da nitrificação. A presença da membrana filtrante em BRM podem facilitar esse processo uma vez que consegue reter essa biomassa de crescimento lento em comparação ao sistema LAC.

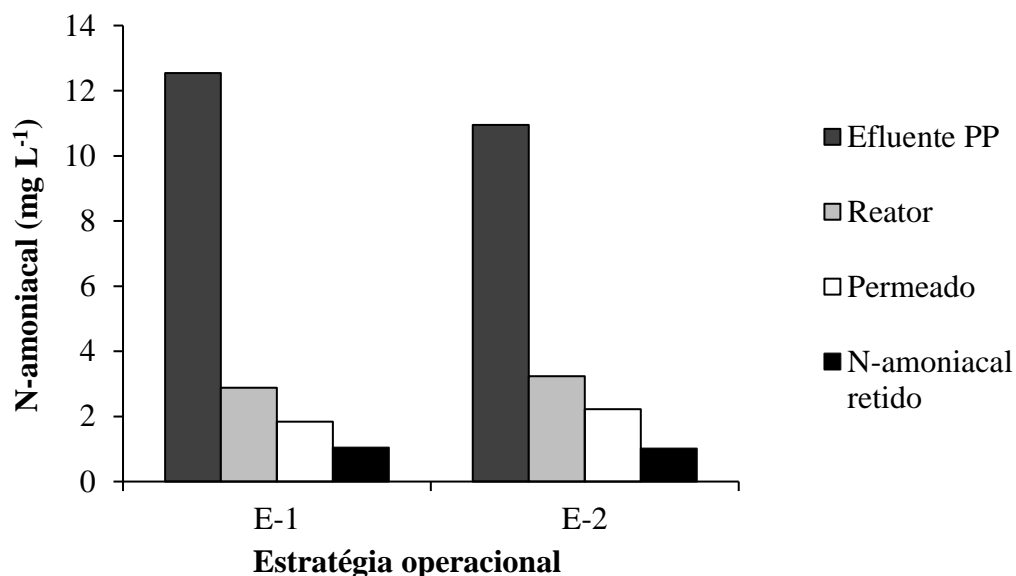


Figura 30 - Concentração média de nitrogênio amoniacal nos pontos amostrais e retida pela membrana para cada estratégia operacional.

### 6.3 - AVALIAÇÃO DAS CARACTERÍSTICAS DA BIOMASSA DO BRMLM-BS

Nessa seção serão apresentados os resultados do comportamento da biomassa suspensa e aderida relativa à cada estratégia operacional, sendo: evolução da biomassa, bioatividade e avaliação qualitativa e, ensaios de bancada com o biofilme. Este último leva em consideração se a presença do biofilme contribui na eficiência de remoção dos parâmetros discutidos anteriormente, durante a E-2.

### 6.3.1 - Crescimento da biomassa em suspensão e aderida no BRMLM-BS.

O comportamento do teor de sólidos suspensos totais e voláteis (SST e SSV), bem como a relação SSV/SST no licor misto é representada na Figura 31 e, na Figura 32, a concentração de sólidos totais e voláteis aderidos ao meio suporte (SAT e SAV) e a relação SAV/SAT para cada estratégia operacional empregada, durante o tempo de operação.

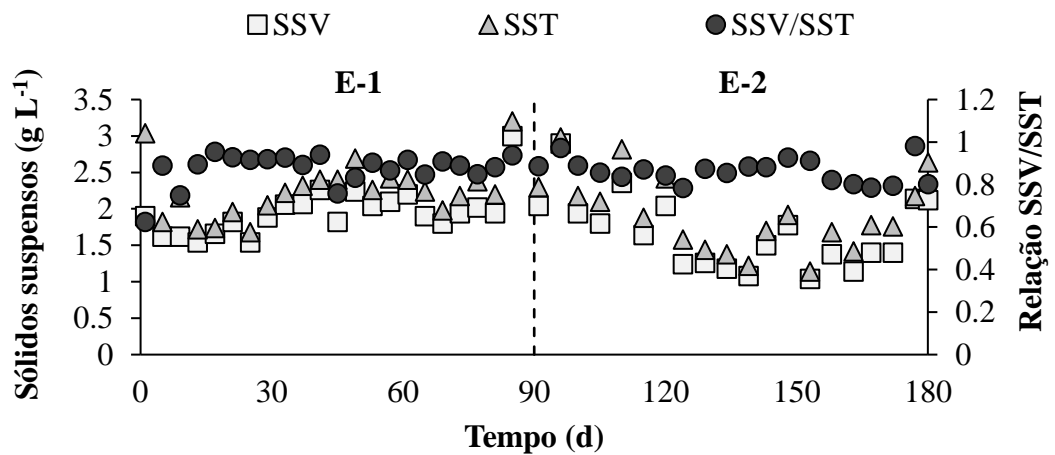


Figura 31 - Concentração da biomassa suspensa no licor misto (SST e SSV) e a relação SST/SSV ao longo dos dias operacionais.

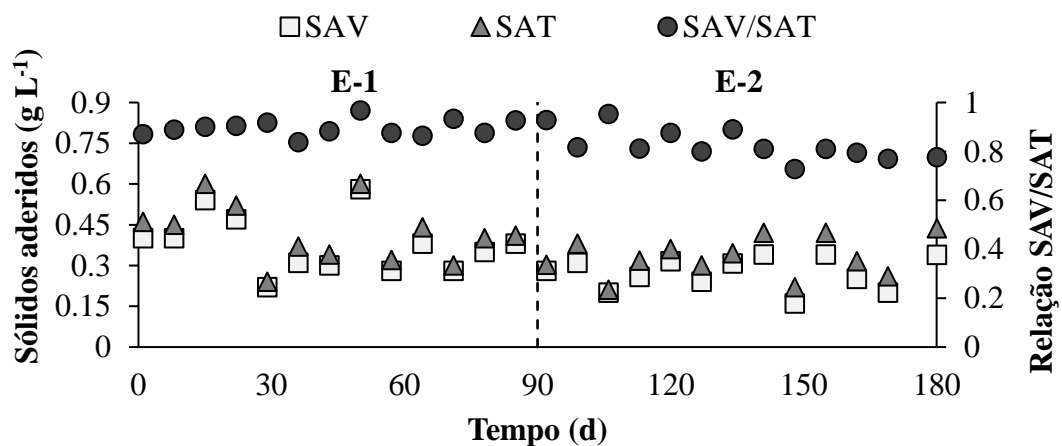


Figura 32 - Concentração da biomassa aderida (SAT e SAV) e relação SAV/SAT ao longo dos dias operacionais.

As médias da concentração de SST e SSV licor misto foram, respectivamente, de  $2,25 \pm 0,38$  e  $1,95 \pm 0,32$  g L<sup>-1</sup> na E-1 e, na E-2 os valores correspondentes foram de  $1,93 \pm 0,52$  e



1,67±0,50 g L<sup>-1</sup> (Figura. 31). Com base no teste t de Student (5%), observou-se que as médias das concentrações de SST (p=0,03\*) e SSV (p=0,03\*) do licor misto foram estatisticamente diferentes nas estratégias experimentais, onde ocorreu redução na E-2. A relação SSV/SST no licor misto apresentou-se estável (p=0,61), o qual apresentou médias de 0,87± 0,07 na E-1 e 0,86±0,05 na E-2.

Em relação os sólidos aderidos ao meio suporte (Figura 32), observou-se decaimento (teste t - 5%) nas concentrações de SAT (p=0,01\*) e SAV (p=0,003\*) e, diminuição na relação SVA/STA (p=0,003\*) de 0,9 para 0,8, constatando uma diminuição na fração orgânica do lodo (diminuição do crescimento). As concentrações médias dos sólidos totais e voláteis aderidos (SAT e SAV) foram de 0,42±0,10 e 0,38±0,10 g L<sup>-1</sup> para E-1 e 0,38±0,10 e 0,27±0,05 g L<sup>-1</sup> para E-2, respectivamente.

Ressalta-se que as relações SSV/SST e SAV/SAT representam o grau de mineralização dos lodos. Em todas as estratégias operacionais foram considerados de baixa mineralização, além de estar dentro do recomendado para reatores biológicos (0,85) (METCALF e EDDY, 2003).

O efeito da redução da concentração de biomassa aderida com a redução do COV foi observado por Peitz e Xavier (2020) no tratamento de efluente do processo Kraft por um reator de leito móvel. Em termos de carga orgânica superficial (COS) os valores médios na E-1 e E-2 foram, respectivamente, de 3,2±1 e 1,5±0,4 g DQO m<sup>-2</sup> d<sup>-1</sup>. Bassin et al. (2016) também observaram redução da concentração de biomassa aderida com a redução da COS, no tratamento de efluente sintético utilizando um reator de leito móvel.

Nas condições testadas, os resultados obtidos foram dependentes do TDH para ambas as concentrações de sólidos (aderidos e suspensos). Com o aumento do TDH de 10,9 para 21,9 h (E-2), as concentrações de sólidos diminuíram, sendo o mesmo efeito observado por Martín-Pascual et al. (2015) para TDH de 24 h e 10 h em um BRMLM. Porém, Mannina et al. (2018) e Costa et al. (2018) observaram decréscimo na concentração de biomassa aderida com a redução do TDH (30 h para 13 h e 12 h para 6 h, respectivamente). Os autores relataram que tal efeito pode estar relacionado com uma maior capacidade de remoção de matéria orgânica da biomassa em suspensão em comparação com a aderida. Todas as pesquisas mencionadas relatam o efeito do TDH na concentração de biomassa aderida em BRMLM no tratamento de efluente doméstico, sendo escassos trabalhos voltados para efluentes oriundos da indústria de produção de papel com essa tecnologia, principalmente mantendo uma mesma idade do lodo ( $\theta_c$ ).

O teor de sólidos suspensos totais (SST) foram 5,8 e 6,1 vezes maiores que a concentração de sólidos totais aderidos (SAT) para E-1 e E-2 respectivamente. A biomassa adicional aderida ao meio suporte resultou em um aumento no teor total de sólidos (suspensos + aderidos) de aproximadamente 16% para ambas as estratégias, resultando na concentração de biomassa (SSV+SAV) de  $2,41 \pm 0,2 \text{ g L}^{-1}$  para E-1 e  $1,97 \pm 0,4 \text{ g L}^{-1}$  para E-2. Ressalta-se que no BRMLM-BS não existe pressão hidráulica para os microrganismos crescerem aderidos ao meio suporte uma vez que a membrana filtrante substitui o decantador quando comparado ao RBS. Desse modo toda biomassa suspensa mantém-se no reator, podendo ser uma possível explicação da predominância da biomassa em suspensão (COSTA et al. 2017). Destacou-se também que as concentrações de biomassa (SSV+SAV) foram próximas de sistemas de lodos ativados convencionais e, a E-2 apresentou razão A/M e COV menor que a compreendida em sistemas de lodos ativados convencionais (A/M:  $0,3-0,6 \text{ kg DQO kgSSV}^{-1} \text{ d}^{-1}$  e COV:  $0,8-2 \text{ kg DQO m}^{-3} \text{ d}^{-1}$ ) (METCALF e EDDY, 2003).

### 6.3.2 - Bioatividade e avaliação qualitativa da biomassa

Os valores médios de TCO<sub>e</sub> (específica) endógena, heterotrófica e autotrófica da biomassa do BRMLM-BS para cada estratégia experimental são representados na Figura 33.

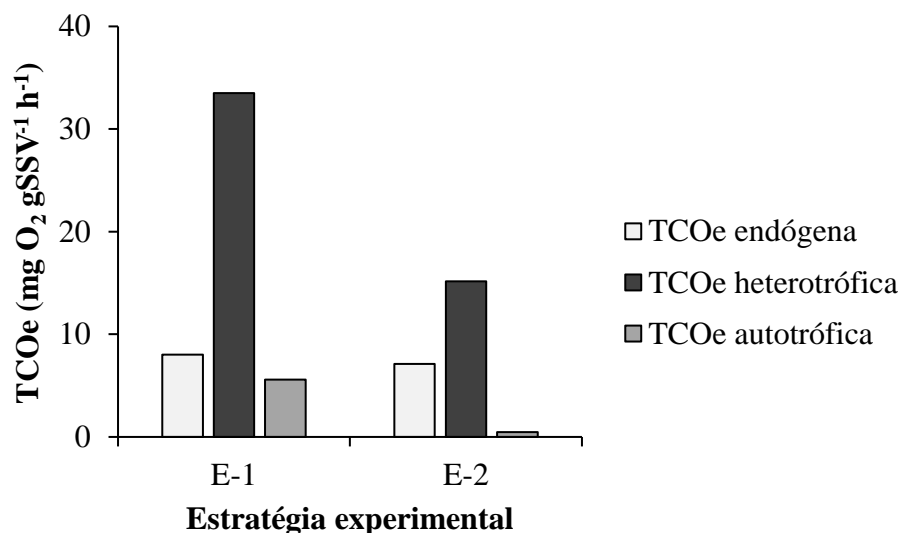


Figura 33 - Valores médios de TCO<sub>e</sub> endógena, heterotrófica e autotrófica da biomassa do BRMLM-BS para cada estratégia experimental.

Os valores médios de TCO<sub>e</sub> endógena foram de 8,0±0,6 para E-1 e 7,1±2,3 mgO<sub>2</sub> gSSV<sup>-1</sup> h<sup>-1</sup> para E-2. O teste t de Student (5%) não considerou expressiva a redução da atividade metabólica endógena da biomassa (p=0,57) com o aumento do TDH de 10,9 h para 21,9 h. Entretanto, observou-se que o valor da TCO<sub>e</sub> heterotrófica decaiu de 33,4±8,1 para 15,2±1,1 mgO<sub>2</sub> gSSV<sup>-1</sup> h<sup>-1</sup> (p=0,01\*) e a autotrófica, de 5,5±3,4 para 0,5±0,2 mgO<sub>2</sub> gSSV<sup>-1</sup> h<sup>-1</sup> durante a E-2 (p=0,01\*).

O decaimento observado na atividade metabólica heterotrófica indicou que o aumento do TDH no BRMLM-BS reduziu a atividade das bactérias heterotróficas aeróbias, uma vez que tal parâmetro refletiu na redução da razão A/M e da COV pela metade. Como pH e temperatura estavam controlados nos valores ideais, neste contexto, ocorreu um crescimento limitado desses microrganismos (condições de endogenia) devido a uma menor quantidade de alimento presente no reator (BUENO et al. 2019; DELGADO, 2010; POLLICE et al. 2004; OUYANG e LIU, 2009; YOON, 2016; ZIELINSKA et al. 2012).

Segundo Pollice et al. (2008), organismos heterotróficos são mais sensíveis às variações de quantidade de matéria orgânica presente no reator. Como a atividade biológica é proporcional a taxa de consumo de oxigênio, desse modo, percebeu-se que a diminuição da atividade da biomassa foi consequência da baixa COV e razão A/M presente no BRMLM-BS (BARR et al. 1996; POLLICE et al. 2004).

Apesar do decaimento da atividade heterotrófica, as eficiências dos parâmetros analisados não foram afetadas. Observou-se inclusive aumento da eficiência de remoção no final da etapa da aeração para DQO<sub>s</sub> e compostos derivados da lignina (UV<sub>254</sub> e UV<sub>280</sub>) como discutidos anteriormente.

Em relação a atividade autotrófica, observou-se que o aumento do TDH (E-2) afetou negativamente a atividade desses microrganismos e também na eficiência de remoção de nitrogênio amoniacal (seção 6.2.5), podendo estar relacionado com a menor disponibilidade de substrato para as bactérias nitrificantes durante a E-2.

Segundo Sabia et al. (2013), tanto as atividades heterotróficas quanto as autotróficas são influenciadas pela razão A/M. Nas condições testadas, a TCO<sub>e</sub> autotrófica foi favorecida na E-1 onde a razão A/M e a COV foi maior em comparação com a E-2. O mesmo efeito foi observado por Costa et al. (2018) em um BRM-BS e BRMLM-BS semelhante a presente pesquisa no tratamento de efluente doméstico. Os autores observaram maior atividade autotrófica na redução do TDH de 12 h (0,084±0,024 kg NH<sub>4</sub><sup>+</sup> m<sup>-3</sup> d<sup>-1</sup>) para 6 h (0,196±0,013 kg NH<sub>4</sub><sup>+</sup> m<sup>-3</sup> d<sup>-1</sup>). Ressalta-se que os valores de TCO<sub>e</sub> autotrófica dos autores foram superiores

ao encontrado na presente pesquisa, uma vez que efluentes domésticos apresentam maiores concentrações de nutrientes em comparação a efluentes de indústria de produção de papel.

Nas Figuras 34 e 35 são apresentados os microrganismos observados no licor misto (SST) e nos meios suporte (SAT) do BRMLM-BS durante cada estratégia experimental. Ressalta-se que essas imagens destacam a diversidade de indivíduos observados em cada estratégia, sendo, portanto, uma análise qualitativa.

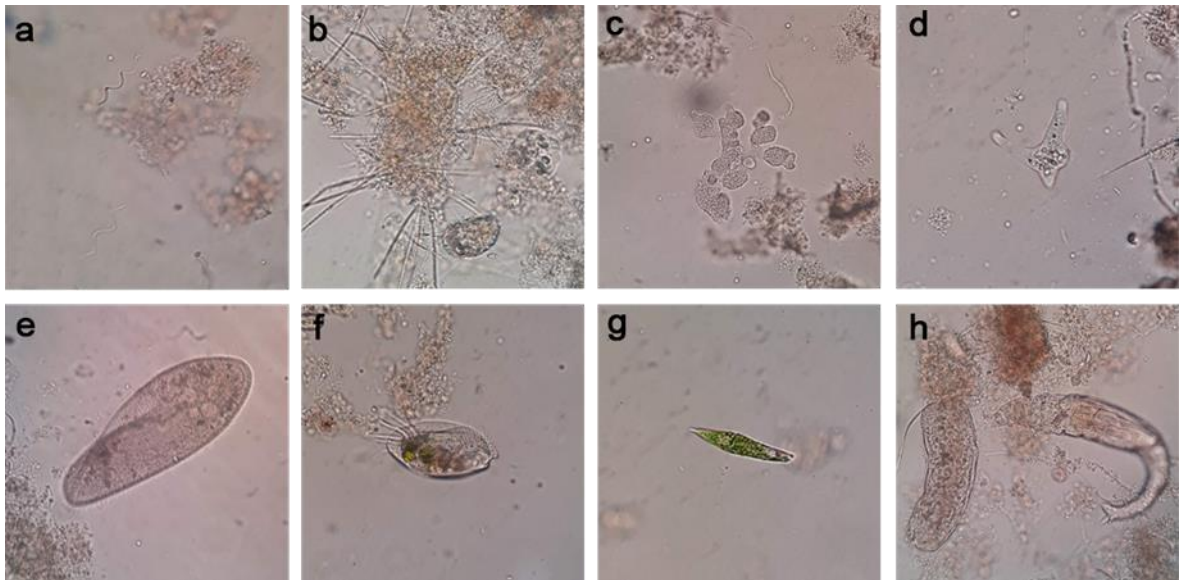


Figura 34 - Diversidade de microrganismos observados no licor misto (SST) e aderidos ao meio suporte (SAT) no BRMLM-BS na E-1: a) Bactérias espiraladas; b) Bactérias filamentosas e *Euglypha sp.*; c) *Zooglea sp.*; d) Ameba nua; e) *Paramecium sp.*; f) *Euplotes sp.*; g) *Euglena sp.*; h) *Rotaria sp* e *Aelosoma sp.*

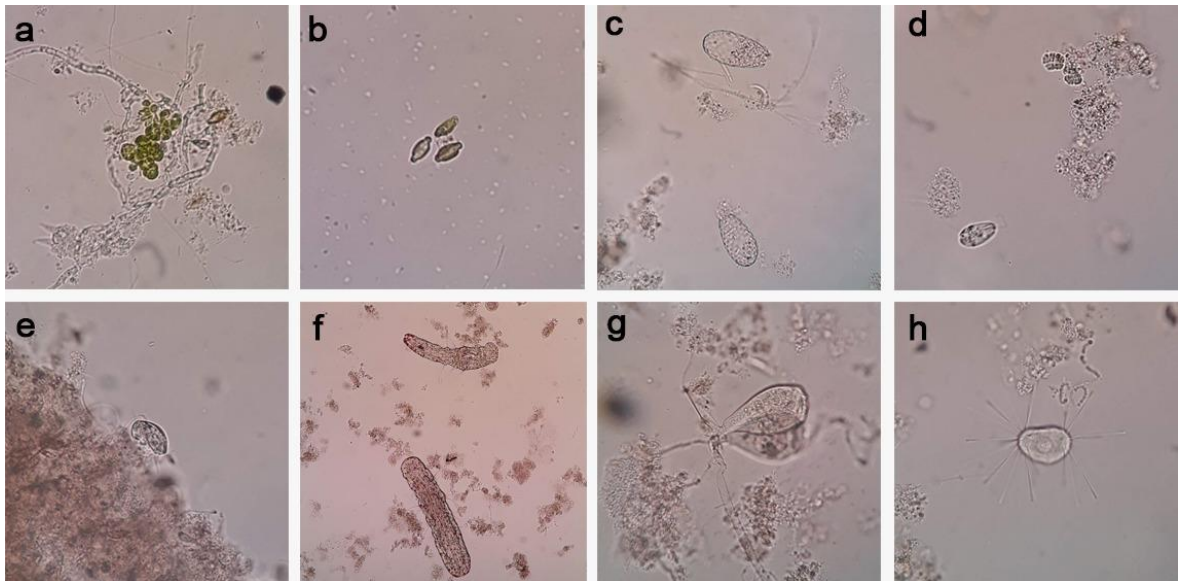


Figura 35 - Diversidade de microrganismos observados no licor misto (SST) e aderidos ao meio suporte (SAT) no BRMLM-BS na E-2: a) Algas clorofíceas; b) Algas diatomáceas; c) *Euglypha* sp.; d) *Aspidisca* sp.; e) *Oikomona* sp. e *Pandorina* sp.; f) *Aeolossoma* sp.; g) *Carchesium* sp.; h) *Podophrya* sp.

Mesmo tratando de um efluente industrial, observou-se no BRMLM-BS diversidade na microfauna responsáveis por realizarem funções distintas e auxiliarem na manutenção do equilíbrio das comunidades. Ressalta-se que ocorreu decaimento do número de indivíduos com a redução da razão A/M (TDH); porém, em ambas as estratégias não ocorreu desaparecimento de nenhum grupo, ou seja, o que foi encontrado na E-1, também foi encontrado na E-2 e vice-versa.

Os sistemas híbridos, tendem a apresentar maior diversidade de microrganismos, pois contam tanto com biomassa em suspensão quanto aderida (LEYVA-DIAZ et al. 2015; YANG et al. 2009). Entretanto, nas condições testadas, não foi observado diferença na comunidade de microrganismos presentes no licor misto e no meio suporte. Assim, o que foi observado nas amostras do licor misto também foi observado nas amostras coletadas no meio suporte.

Na E-1, foi observado a presença de bactérias formadora de flocos (Figura 34, b) e filamentosas (Figura 34, b e c). O equilíbrio dessas duas comunidades é importante na estrutura do floco (BITTON, 2005). Não foi observado excesso de bactérias filamentosas (Figura 34, c), principalmente as responsáveis por gerarem anormalidades operacionais (desbalanceamento populacional), como é o caso de excessiva formação de filamentosas do gênero *Zooglea* (FOEKEL, 2014). Observou-se também a presença de bactérias espiraladas (Figura 34, a) (comuns em ambientes aeróbios), além de diferentes categorias de protozoários, algas e micrometazoários (Figura 34).

Protozoários são comuns em sistemas aeróbios e indicam boa qualidade alimentícia e oxidativa e, podem ser divididos em amebas, flagelados, ciliados livres e nadantes, ciliados fixos e ciliados predadores de flocos (FOEKEL, 2014; MADONI, 2011; MDEQ, 2016). Os gêneros de ciliados livres encontrados no BRMLM-BS foram *Paramecium* (Figura 34, e), *Trachelophylum* e *Litonotus*. Dos predadores de flocos foram encontrados os gêneros *Aspidisca* (Figura 35, d) e *Euplotes* (Figura 34, f) e dos pendunculados ou fixos, *Carchesium* (Figura 35, g) e *Opercularia*.

Amebas nuas (*Amoeba*; Figura 34, d) são encontradas em ambientes com boas quantidades de alimentos e, as tecamebas (*Euglypha*; Figura 34, b; Figura 35, c) são mais resistentes e estão presentes em ambientes com idade de lodo elevada e razão A/M baixas. Ambas são indicadores de boa aeração e quantidades de alimentos (FOEKEL, 2014; PÉREZ-UZ et al., 2010; SAAR, 2015).

Algas são menos frequentes e possuem relação com um lodo mais maduro, além de contribuírem na remoção de nutrientes (BITTON, 2005). Foram encontrados no BRMLM-BS algas diatomáceas, euglenofíceas (*Euglena*; Figura 34, g) e clorofíceas (*Pandorina*; Figura 35, d).

Micrometazoários predam por bactérias e protozoários, além de serem indicadores de ambientes com baixa razão A/M e ricos em oxigênio (BARBARROJA et al., 2019; FOEKEL, 2014). Esses microrganismos dividem-se em rotíferos, os quais são mais comuns e desejados no tratamento aeróbio (Rotaria); anelídeos (*Aeolosoma*) e nematóides (*Philodinavus*) e, foram observados no BRMLM-BS (Figura 34, h).

Na E-2, observou-se diminuição de número de bactérias filamentosas com o aumento do TDH. Tal fato afetou a disponibilidade de alimento no reator e aumentou o grau de competição com outros microrganismos (BITTON, 2005). O monitoramento de bactérias filamentosas é uma ferramenta importante, pois, esses microrganismos possuem relação com a concentração de substâncias poliméricas extracelulares (EPS) e produtos microbianos solúveis (SMP), que contribuem no fenômeno de colmatação da membrana (JUDD, 2006; MENG et al. 2007).

Em relação ao número de protozoários, houve diminuição dos flagelados e nadantes livres, assim como observado para filamentosas (baixa razão A/M e alta competitividade) e, aumento no número de tecamebas, ciliados predadores de flocos e fixos. Lodos com alta diversidade de ciliados em comparação com número de flagelados são considerados estáveis com ótimo desempenho de depuração (MADONI, 2011). Protozoários ciliados fixos como *Vorticella*, *Carchesium* (Figura 35, g), *Opercularia* e *Euglypha* (Figura 35, c) suportam

ambientes com restrições de alimentos e boa aeração (E-2) e, quando em grandes quantidades, são indicadores de baixa eficiência e má qualidade do lodo (AMANATIDOU et al. 2015; MADONI, 2011; PÉREZ-UZ et al. 2010).

Segundo Morgan-Sagastume et al. (2018), a presença de protozoários ciliados também está relacionada com a composição do biofilme em reatores de leito móvel com moderada (10-15g DQO m<sup>-2</sup> d<sup>-1</sup>) e baixa (<5g DQO m<sup>-2</sup> d<sup>-1</sup>) COS, sendo observado nas condições testadas.

A redução da razão A/M e COV, favoreceu também o crescimento de algas clorofíceas (Figura 35, a) e diatomáceas (Figura 35, b), podendo estar relacionado com a diminuição de sólidos em suspensão, que pode ter proporcionado um ligeiro aumento de luminosidade no BRMLM-BS (ARCILA e BUITRÓN, 2016; FOEKEL, 2014).

Os metazoários não foram afetados na E-2, mantendo-se em equilíbrio mesmo com a diminuição da COV pela metade. Esse tipo de microrganismo suporta sistemas com restrição de alimento, pois sua função é predação de partículas e bactérias suspensas, melhorando a qualidade do efluente (FOEKEL, 2014; MADONI, 2011). O gênero *Aeolosoma sp.* (Figura 35, f) é considerado um grande predador e possui crescimento favorecido em ambientes com baixa COV, contribuindo com a qualidade do efluente (DELGADO et al., 2011).

De maneira geral, observou-se grande diversidade de comunidade microbiana nas condições testadas, apresentando similaridades com sistemas de tratamento de esgoto doméstico (LIÉBANA et al. 2015).

### 6.3.3 - Ensaios de bancada com o biofilme do BRMLM-BS

Na Tabela 11 é apresentado os resultados das concentrações médias e eficiências de remoção (%) relativos aos ensaios de bancada, o qual buscava avaliar o efeito da presença do biofilme na contribuição de remoção dos parâmetros DQO<sub>s</sub>, compostos aromáticos (UV<sub>254</sub>) e lignínicos (UV<sub>280</sub>), fenóis totais e cor verdadeira. Ressalta-se que os ensaios de bancada foram realizados durante a E-2.

Tabela 11 - Médias e eficiências de remoção (%) das variáveis DQO<sub>s</sub>, compostos derivados da lignina (UV<sub>254</sub> e UV<sub>280</sub>), fenóis totais e cor verdadeira, nos ensaios sem e com a presença de biofilme.

Parâmetros	Amostras		
	Efluente PP	Sem biofilme	Com biofilme
DOQ <sub>s</sub> (mg L <sup>-1</sup> )	290,3±65,0 [a]	168,6± 4,9 (42,9%) [b]	157,8±21,2 (45,6%) [b]
UV <sub>254</sub> (cm <sup>-1</sup> )	0,943±0,137 [a]	0,684±0,065 (27,4%) [b]	0,680±0,045 (27,9%) [b]
UV <sub>280</sub> (cm <sup>-1</sup> )	0,839±0,103 [a]	0,612±0,058 (26,9%) [b]	0,609±0,040 (27,4%) [b]
Fenóis totais (mg L <sup>-1</sup> )	7,03±1,3 [a]	2,8±0,2 (60%) [b]	2,7±0,2 (61,7%) [b]
Cor verdadeira (uC)	245,8±115,0 [a]	232,0±98,8 (5,6%) [a]	210,2±61,0 (14%) [a]

Médias seguidas pela mesma letra minúscula na horizontal, não diferem estatisticamente pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade.

Com base nos dados observados e da análise de variância de um fator (ANOVA) e do teste t de Tukey (5%), não foi observado contribuição significativa na eficiência de remoção nas amostras com a presença do biofilme para DQO<sub>s</sub>, UV<sub>254</sub>, UV<sub>280</sub> e fenóis totais. e cor verdadeira. A degradação dos compostos analisados ocorreu predominantemente pela biomassa em suspensão. O mesmo efeito foi observado por Yang et al. (2009), onde observaram predominância na oxidação da matéria orgânica e conversão da amônia pela biomassa suspensa em comparação com a aderida quando variaram  $\theta_c$  de 5 para 30 dias, no tratamento de efluente doméstico em BRM.

Em relação a variável cor verdadeira, observou-se que não houve diferença estatística entre as médias nas amostras, indicando que o tratamento aeróbio teve pouca influência na remoção desta variável, assim como observado na Figura 27.

Nas condições testadas, os dados mostraram que a presença do biofilme não teve contribuição significativa na remoção dos parâmetros analisados, o que não justificaria o custo adicional do meio suporte.

Vários são os fatores que podem ter influenciado no crescimento e quantidade da biomassa aderida: propriedade e interações das células microbianas, características físico-químicas do afluente, presença de substâncias tóxicas, COV, COS, TDH, idade do lodo, concentração de OD, hidrodinâmica do reator e condição de estresse (forças de cisalhamento) (BUCHHOLZ et al. 2005; JOHANSSON, 2012; LIU e TAY, 2001; MAHENDRAN et al. 2012; MORGAN-SAGASTUME, 2018; ØDERGAARD, 2006; YANG et al. 2009).

Segundo Morgan-Sagastume (2018) e Ødegaard (2006), elevados valores de COS (>15 g DQO m<sup>-2</sup>d<sup>-1</sup>) tendem a produzir biofilmes compactos e densos; valores menores que 5g DQO m<sup>-2</sup> d<sup>-1</sup> produzem biofilmes menos compactos e de baixa densidade, com característica



“fofa”. Na presente pesquisa, os valores médios de COS na E-1 e E-2 foram, respectivamente, de  $3,2 \pm 1$  e  $1,5 \pm 0,4$  g DQO  $m^{-2} d^{-1}$ . Ambas consideradas menores que  $5$  g DQO  $m^{-2} d^{-1}$ , justificando a baixa concentração de biomassa e as características mencionadas. Desse modo, a baixa contribuição do biofilme no desempenho do reator pode estar relacionada ao crescimento limitado devido aos baixos valores de COS.

Ressalta-se que a presença de biomassa aderida pode conferir uma capacidade adicional em suportar cargas de choque que, eventualmente podem ocorrer quando se trata de efluente industrial. Talvez em um período de monitoramento a longo prazo maiores variações no efluente PP possam ocorrer e, nesse caso é importante destacar essa particularidade da presença do biofilme no reator.

## **6.4 - POTENCIAL INCRUSTANTE DO LICOR MISTO**

Esta seção mostra e discute o efeito do aumento do TDH sobre os parâmetros relacionados ao potencial incrustante do licor misto. Foi avaliado o comportamento da pressão transmembrana (PTM) e os respectivos valores da velocidade de colmatção (VC). Paralelamente, foram realizados ensaios de filtração de bancada e a quantificação de substâncias poliméricas extracelulares (EPS e SMP) sob a forma de proteínas e polissacarídeos. Realizou-se também uma matriz de correlação envolvendo as variáveis DQO<sub>s</sub>, UV<sub>254</sub>, UV<sub>280</sub>, fenóis totais, cor verdadeira, EPS e SMP, buscando investigar nesse caso a sua contribuição no aumento da PTM e na velocidade de colmatção.

### **6.4.1 - Parâmetros relacionados com o aumento da pressão transmembrana (PTM)**

Na Figura 36, é representada o comportamento da pressão transmembrana (PTM) para ambas as estratégias experimentais ao longo dos dias operacionais.

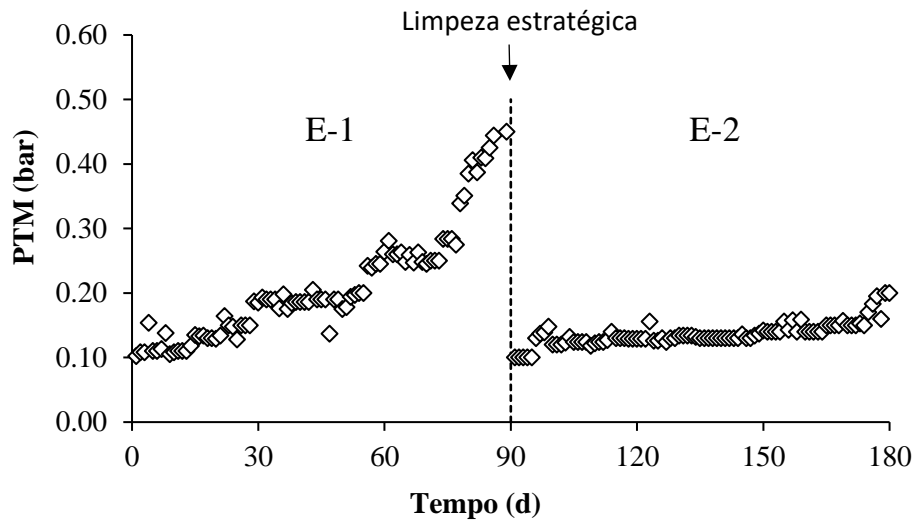


Figura 36 - Valores da pressão transmembrana (PTM) ao longo dos dias operacionais.

Observou-se que os valores da PTM ficaram abaixo do limite de 0,7 bar em ambas as estratégias experimentais (COSTA et al. 2018; MARTÍN-PASCUAL et al. 2014). Em decorrência, não houve necessidade de limpeza corretiva (instruções do fabricante) durante o período experimental, sendo necessário apenas a limpeza nas trocas de estratégias operacionais (dia operacional 90). O perfil da PTM apresentado para ambas as estratégias operacionais situa-se próximos de BRMs operados em condições de fluxo sub-crítico, onde se observa um baixo aumento inicial da PTM seguido de um crescimento mais acentuado ao longo do tempo de operação (ERKAN e ENGIN, 2017; POLLICE et al. 2005). Observou-se também que a PTM exibiu um aumento mais expressivo durante a E-1, atingindo o valor máximo de 0,45 bar (dia operacional 89), ao passo que na E-2, o valor máximo foi de 0,20 bar (dia operacional 180). Em decorrência e com base no teste de Wilcoxon-Mann-Whitney (5%), observou-se maior velocidade de colmatação durante a primeira estratégia, com valor médio de  $8 \pm 2$  mbar  $d^{-1}$ , enquanto na segunda estratégia, o valor médio correspondente foi de  $3 \pm 1$  mbar  $d^{-1}$  ( $p=0,003^*$ ).

Na Figura 37 é apresentada a velocidade de colmatação (VC) nas estratégias operacionais, a qual foi calculada pela diferença da PTM a cada 30 dias de operação no BRMLM-BS.

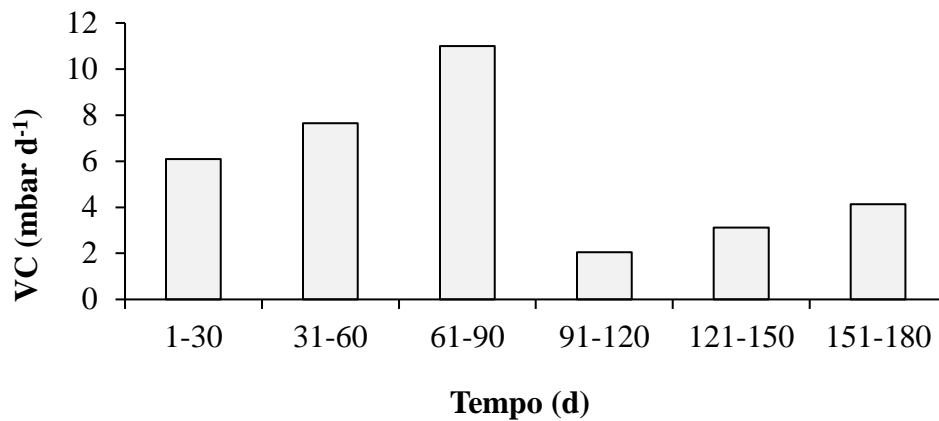


Figura 37 - Velocidade de colmatção (VC) nas estratégias operacionais.

Observou-se pequena variação na velocidade de colmatção no primeiro mês na E-1 (6 mbar d<sup>-1</sup>), seguido de um crescimento gradativo até atingir um valor máximo de 11 mbar d<sup>-1</sup>. Já para a E-2, notou-se pequena variação de VC, atingindo um valor máximo de 4,1 mbar d<sup>-1</sup>. Segundo Boonyungyue et al. (2014), Iorhemen et al. (2016) e Meng et al. (2007), o TDH e/ou a COV são parâmetros determinantes nos processos de colmatção da membrana, assim, quanto maior for o valor da COV, maior a taxa de colmatção. Os resultados indicaram que o aumento do TDH de 10,9 h para 21,9 h, resultou na diminuição da COV e na velocidade de colmatção (CHINNARAJ, et al. 2016). O mesmo efeito foi observado por Isma et al. (2014) no tratamento de efluente sintético com BRM variando idade de lodo ( $\theta_c$ ) (4, 15 e 30 d) e TDH (4, 8 e 12 h). Os autores observaram menor crescimento da PTM para  $\theta_c$  de 30 d e TDH de 12 h.

Na Tabela 12, é representado os valores médios, desvios padrões e a estatística do teste t de Student e Wilcoxon (5%) para os parâmetros relacionados ao potencial incrustante do BRMLM-BS.

Tabela 12 - Valores médios dos parâmetros relacionados ao potencial incrustante do BRMLM-BS.

Parâmetros	Estratégia operacional		p-valor
	E-1	E-2	
<b>Velocidade de colmatação (bar d<sup>-1</sup>)</b>	<b>0,008±0,002</b>	<b>0,003±0,001</b>	0,003*
<b>MFI<sub>SOB</sub> (s mL<sup>-1</sup>)</b>	<b>2,2±1</b>	<b>0,9±0,3</b>	0,04*
<b>MFI<sub>LM</sub> (s mL<sup>-1</sup>)</b>	<b>4,1±1,1</b>	<b>1,4±0,6</b>	0,001*
<b>IVL<sub>diluído</sub> (mg g<sup>-1</sup>)</b>	<b>183,1±40</b>	<b>216,4±47,6</b>	0,09
<b>SMP-prot (mg L<sup>-1</sup>)</b>	<b>17±10,4</b>	<b>20,2±5,2</b>	0,36
<b>SMP-pol (mg L<sup>-1</sup>)</b>	<b>28,9±8,1</b>	<b>18,3±9,1</b>	0,006*
<b>EPS-prot (mg SSV<sup>-1</sup>)</b>	<b>19,9±8,2</b>	<b>21,7±6,5</b>	0,57
<b>EPS-pol (mg SSV<sup>-1</sup>)</b>	<b>49,4±14,4</b>	<b>21,8±8,1</b>	0,00001*

\*: significativo a 5% de probabilidade; MFI<sub>SOB</sub>: índice de incrustação da membrana do sobrenadante; MFI<sub>LM</sub>: índice de incrustação da membrana do licor misto; IVL<sub>diluído</sub>: índice volumétrico de lodo diluído; SMP-prot: produto microbiano solúvel – proteínas; SMP-pol: produto microbiano solúvel polissacarídeos; EPS-prot: substâncias poliméricas extracelulares – proteínas; EPS-pol: substâncias poliméricas extracelulares – polissacarídeos.

Em relação ao MFI<sub>LM</sub>, observou-se que a fração que compõe o licor misto reduziu significativamente na E-2 (p=0,001\*), indicando assim uma melhoria na filtrabilidade. Na presente pesquisa, os fatores que podem estar relacionados com a filtrabilidade do licor misto são o TDH, SST, produção de EPS e SMP e concentração de bactérias filamentosas. Em relação a este último, Meng et al. (2006) reportaram que o crescimento excessivo de bactérias filamentosas pode contribuir negativamente na filtrabilidade do licor misto, prejudicando a performance da membrana. Entretanto, ressalta-se que Li et al. (2008) observaram que a concentração desses microrganismos não possui correlação com aumento da taxa de colmatação e sim, a quantidade de substâncias poliméricas extracelulares (EPS e SMP).

Para o MFI<sub>SOB</sub>, que leva em consideração a filtrabilidade da fração sobrenadante do licor misto (componentes solúveis), também foi observado melhoria na filtrabilidade na E-2 (p=0,04\*), indicando assim uma maior influência dessas substâncias frente à colmatação da membrana na E-1.

Em relação ao IVL<sub>diluído</sub>, não foi detectado diferença estatística entre as médias para ambas as estratégias operacionais (p=0,09). Mesmo sendo um parâmetro que não afeta a diretamente a performance a filtração em BRMs, possui relação com as propriedades do floco biológico. Os valores estão aproximadamente entre 50 e 200 mL g<sup>-1</sup>, faixa considerada

adequada (ABEDINZADEH et al. 2018; PARK et al. 2015). Nas condições testadas, apesar da E-2 apresentar valor  $>200 \text{ ml g}^{-1}$ , não foi observado queda na taxa de sedimentabilidade.

Em relação as substâncias poliméricas extracelulares (EPS e SMP), observou-se que a concentração de proteínas na forma solúvel (SMP-prot) e aderida ao floco (EPS-prot) foram independentes da variação do TDH e apresentaram menor proporção em comparação a concentração de polissacarídeos no BRMLM-BS em ambas as formas. Delgado et al. (2010) observaram o mesmo efeito para EPS-prot e EPS-pol em um BRM em condições limitantes de substrato.

Entretanto, o aumento do TDH para 21,9 h (E-2), reduziu significativamente a concentração de polissacarídeos em ambas as formas (SMP-pol;  $p=0,006^*$ ) (EPS-pol;  $p=0,000001^*$ ). Tal efeito pode estar relacionado com a quantidade de substrato presente para os microrganismos. Como a razão A/M reduziu de  $0,29 \pm 0,09$  para  $0,17 \pm 0,07 \text{ kg DQO}_s \text{ kg SSV}^{-1} \text{ d}^{-1}$ , a produção de polissacarídeos também sofreu redução (DELGADO et al. 2010; GKOTESIS e ZOUBOLIS, 2019). Segundo Bokhary et al. (2019), os SMP estão normalmente relacionados com a colmatagem irreversível.

Para melhor compreensão destas variáveis relacionadas ao potencial incrustante e, incluindo as variáveis discutidas na eficiência do BRMLM-BS (substâncias dissolvidas) no item 6.2, na Tabela 13 é apresentada uma matriz de correlação envolvendo tais parâmetros com o aumento da PTM e concentração de SMP e EPS.

Tabela 13 - Matriz de correlação da PTM com as variáveis SMP, EPS,  $\text{DQO}_s$ ,  $\text{UV}_{254}$ ,  $\text{UV}_{280}$ , Fenóis totais, Cor v. razão A/M, COV e COS.

Parâmetros	PTM		SMP-prot		SMP-pol		EPS-prot		EPS-pol	
	rKendal	p-valor	rKendal	p-valor	rKendal	p-valor	rKendal	p-valor	rKendal	p-valor
<b>PTM</b>										
<b>SMP-prot</b>	-0,1	0,45								
<b>SMP-pol</b>	0,28	0,04*	0,01	0,94						
<b>EPS-prot</b>	-0,2	0,16	0,14	0,34	-0,07	0,59				
<b>EPS-pol</b>	0,22	0,12	-0,28	0,05*	0,41	0,003*	0,04	0,76		
<b>DQO<sub>s</sub></b>	0,13	0,34	-0,07	0,62	0,27	0,05*	0,08	0,59	0,44	0,001*
<b>UV<sub>254</sub></b>	0,45	0,001*	0,13	0,36	0,2	0,14	-0,04	0,76	0,1	0,65
<b>UV<sub>280</sub></b>	0,42	0,003*	0,13	0,36	0,19	0,18	-0,04	0,76	0,06	0,47
<b>Fenóis totais</b>	0,43	0,002*	0,08	0,56	0,22	0,11	-0,1	0,47	0,16	0,25
<b>Cor v.</b>	0,13	0,33	0,3	0,03*	-0,04	0,74	0,07	0,62	-0,13	0,36
<b>A/M</b>	0,18	0,17	-0,3	0,01*	0,37	0,008*	-0,2	0,15	0,44	0,001*
<b>COV</b>	0,26	0,06	-0,3	0,02*	0,4	0,004*	-0,07	0,62	0,58	0,00001*
<b>COS</b>	0,26	0,06	-0,3	0,02*	0,4	0,004*	-0,07	0,62	0,58	0,00001*

\*: significativo a 5% de probabilidade.

Observou-se que a fração de proteínas em ambas as formas, não influenciaram nos processos de colmatção da membrana. Já a fração orgânica solúvel de polissacarídeos (SMP-pol) correlacionou-se com o aumento da PTM ( $r_{\text{Kendal}}=0,28$ ;  $p=0,04^*$ ) e, foi influenciada pela razão A/M ( $r_{\text{Kendal}}=0,37$ ;  $p=0,008^*$ ). Desse modo, o aumento do TDH para 21,9 h (E-2) proporcionou menor velocidade de colmatção podendo estar relacionado com a redução de SMP-pol do licor misto. Segundo Gkotesis e Zouboulis (2019) e Iorhemen et al. (2016), os SMP são considerados os maiores contribuintes na colmatção das membranas e, a fração de polissacarídeos influenciam mais que proteínas, uma vez que essas moléculas são maiores ( $> 1000 \text{ K Da}$ ) e possuem natureza hidrofílica, a qual intensificam os processos de colmatção da membrana.

Observou-se também que os compostos aromáticos ( $\text{UV}_{254}$ ) ( $r_{\text{Kendal}}=0,45$ ;  $p=0,001^*$ ) (também relacionado com substâncias húmicas), lignínicos ( $\text{UV}_{280}$ ) ( $r_{\text{Kendal}}=0,42$ ;  $p=0,003^*$ ) e fenóis totais ( $r_{\text{Kendal}}=0,43$ ;  $p=0,002^*$ ) possuem correlação direta com o aumento da PTM. Segundo Bokhary et al. (2018), substâncias orgânicas e inorgânicas como carboidratos, extrativos e derivados da lignina, são dominantes nos processos de colmatção de membrana em BRM no tratamento de efluentes da indústria de papel e celulose.

Por mais que o teor de matéria orgânica dissolvida ( $\text{DQO}_s$ ) intensifica os processos de colmatção com o aumento da PTM em BRM-LM (IVANOVIC e LEIKNES, 2012), o mesmo não foi observado nas condições testadas ( $r_{\text{Kendal}}=0,13$ ;  $p=0,34$ ). Entretanto, a  $\text{DQO}_s$  influenciou indiretamente, devido ao fato desta variável estar correlacionada com a concentração de SMP-pol ( $r_{\text{Kendal}}=0,27$ ;  $p=0,05^*$ ),  $\text{UV}_{254}$  ( $r_{\text{Pearson}}=0,35$ ;  $p=0,001^*$ ),  $\text{UV}_{280}$  ( $r_{\text{Pearson}}=0,42$ ;  $p=0,0001^*$ ) e fenóis totais ( $r_{\text{kendall}}=0,22$ ;  $p=0,04^*$ ). Os resultados colaboraram com o observado no  $\text{MFI}_{\text{SOB}}$  (Tabela 12), indicando maior predominâncias das substâncias orgânicas dissolvidas no licor misto nos processos de colmatção.

Outra observação interessante foi que a E-2 permitiu uma menor concentração retida de  $\text{DQO}_s$ ,  $\text{UV}_{254}$  e  $\text{UV}_{280}$  pela membrana e, conseqüentemente menores variações da PTM, uma vez que a E-2 apresentou COV menor e maior eficiência de remoção dessas variáveis. Segundo Ivanovic e Leiknes (2012), menores valores de COV em BRMLM, reduzem a concentração de substâncias orgânicas solúveis na superfície da membrana e conseqüentemente diminuem a taxa de colmatção. Os mesmos autores relatam que baixas concentrações de biomassa no sistema pode trazer benefícios como: baixa viscosidade, diminuição da resistência da difusão do OD, menores produção de lodo e problemas com colmatção. Meng et al. (2007) mostraram que o TDH e a COV afetam significativamente o desempenho da membrana nos sistemas BRM. De fato, esses parâmetros afetaram e influenciaram no BRMLM-BS da presente pesquisa.

A vantagem de trabalhar com COV baixas nesse sistema é a não necessidade da limpeza constante do módulo de membranas, contornando a problemática da colmatação irreversível.

## 7- CONCLUSÕES

O aumento do TDH (E-2) contribuiu no desempenho do BRMLM-BS quanto à remoção de DQO<sub>s</sub>, compostos aromáticos (UV<sub>254</sub>) e lignínicos (UV<sub>280</sub>). Em contrapartida, não foram observados melhoria significativa na remoção de fenóis totais e cor verdadeira. A única variável afetada negativamente foi o nitrogênio amoniacal.

A concentração de sólidos voláteis suspensos e aderidos no licor misto, foram influenciadas pelo TDH. A presença do biofilme não teve contribuição significativa na remoção de DQOs, fenóis totais, cor verdadeira, compostos aromáticos (UV<sub>254</sub>) e lignínicos (UV<sub>280</sub>).

No que se refere ao potencial incrustante do licor misto onde, a E-1 foi aquela que apresentou menor filtrabilidade, maior concentração de SMP e EPS sob a forma de polissacarídeos e, conseqüentemente maior velocidade de colmatação. Das variáveis estudadas, o SMP-pol, UV<sub>254</sub>, UV<sub>280</sub> e fenóis totais, possuem correlação direta com o aumento da PTM. A DQO<sub>s</sub> influencia indiretamente.

De maneira geral, a tecnologia BRMLM-BS apresentou desempenho satisfatório no tratamento de efluente oriundo da indústria de produção de papel para ambas as estratégias experimentais, exibindo uma baixa velocidade de colmatação ao longo do período de monitoramento. A E-2 apresentou os melhores resultados quando levada em consideração os processos de colmatação.

### 7.1 – Recomendações:

- Estudar o efeito da variação da taxa de troca volumétrica no desempenho do reator quanto a remoção das variáveis de resposta discutidas.
- Fazer uso de técnicas de biologia molecular para melhor avaliação dos microrganismos presentes.
- Analisar outros subprodutos fenólicos oriundos de processos de branqueamento livre de cloro elementar e quantificar por análises cromatográficas.
- Utilizar efluente após a centrifugação ao invés da decantação da presente indústria.
- Resolver a problemática de fenóis totais na saída do permeado.



## 8- REFERÊNCIAS

ABASS, O. K., WU, X., GUO, Y., ZHANG, K. Membrane bioreactor in China: a critical review. **International Journal of Membrane Science and Technology**, v.2, n.2, p.29–47, 2015.

ABEDINZADEH, N., SHARIAT, M., MONAVARI, S. M., PENDASHTEH, A. Evaluation of color and COD removal by Fenton from biologically (SBR) pre-treated pulp and paper wastewater. **Process Safety and Environmental Protection**, v. 116, 82–91, 2018.

ABU BAKAR, S. N. H., ABU HASAN, H., MOHAMMAD, A. W., SHEIKH ABDULLAH, S. R., YETI HAAN, T., NGTENI, R.; YUSOF, K. M. M. A review of moving-bed biofilm reactor technology for palm oil mill effluent treatment. **Journal of Cleaner Production**, v. 171, p. 1532-1545, 2018.

AMANATIDOU, E.; SAMIOTIS, G.; TRIKOILIDOU, E.; TZELIOS, D.; MICHAILIDIS, A. Influence of wastewater treatment plants' operational conditions on activated sludge microbiological and morphological characteristics. **Environmental. Technology**, v.37, p. 265, 2015.

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

AMARAL, M. C. S., LANGE, L. C., BORGES, C. P. Treatment of bleach pulp mill effluent by MF-MBR. **Water Environment Research**, v. 84, n. 7, p. 547–554, 2012.

APHA, AWWA, WEF. **Standard methods for the examination of water and wastewater**. 20 ed. Washington, 1999, 2670 p.

ARCILA, J. S.; BUITRÓN, G. Microalgae-bacteria aggregates: effect of the hydraulic retention time on the municipal wastewater treatment, biomass settleability and methane potential. **Journal of Chemical Technology & Biotechnology**, v. 91, n. 11, p. 2862–2870, 2016.

ASHRAFI, O.; YERUSSHALMI, L.; HAGHIGHAT, F. Wastewater treatment in the pulp-and-paper industry: A review of treatment process and the associated greenhouse gas emission. **Journal of Environmental Management**, v. 158, p. 146-157, 2015.

ASRI, M., ELABED, S., KORAICHI, S. I., GHACHTOULI, N. E. **Biofilm-sased systems for industrial wastewater treatment**. In: Hussain C. (eds) Handbook of Environmental Materials Management. Springer, Cham, p.1-21, 2018.

BAJPAI, P. **Pulp and papar industry**. 1 ed. Elsevier, 2015, 334p.

BARBARROJA, P.; ZORNOZA, A.; AGUADO, D.; BORRÁS, L.; ALONSO, J. L. A multivariate approach of changes in filamentous, nitrifying and protist communities and nitrogen removal efficiencies during ozone dosage in a full-scale wastewater treatment plant. **Environmental Pollution**, v. 252, p. 1500–1508, 2019.

BARR, T. A., TAYLOR, J. M., DUFF, S. J. B. Effect of HRT, SRT and temperature on the performance of activated sludge reactors treating bleached kraft mill effluent. **Water Research**, v. 30, n. 4, p. 799–810, 1996.

BASSIN, J.P.; DEZOTTI, M. **Reator de leito móvel com biofilme**. In: DEZOTTI, M.; SANT'ANNA JR, G.L.; BASSIN, J.P (Org.) Processos biológicos avançados para tratamento de efluente e técnicas de biologia molecular para o estudo da diversidade microbiana. Rio de Janeiro: Editora Interciência. 2011.

BASSIN, J. P., DIAS, I. N., CAO, S. M. S., SENRA, E., LARANJEIRA, Y., DEZOTTI, M. Effect of increasing organic loading rates on the performance of moving-bed biofilm reactors filled with different support media: Assessing the activity of suspended and attached biomass fractions. **Process Safety and Environmental Protection**, v. 100, p. 131–141, 2016.

BELLI, T. J., BERNARDELLI, J. K. B., AMARAL, P. A. P., COSTA, R. E., AMARAL, M. C. S., LAPOLLI, F. R. Biological nutrient removal in a sequencing batch membrane bioreactor treating municipal wastewater. **Desalination and Water Treatment**, v. 55, n. 6, p. 1654–1661, 2015.

BELLI, T. J., BASTTISTELLI, A. A., BASSIN, J. P., AMARAL, M. C. S., LAPOLLI, F. R. Effect of solids retention time on membrane fouling in a membrane bioreactor treating municipal wastewater. **Engenharia Sanitaria e Ambiental**, v. 24, n. 1, p. 157–168, 2019.

BIELEFELDT, A.R. Water Treatment, Industrial. **Reference Module in Life Sciences**. Elsevier. P. 17. 2017.

BITTON, G. **Wastewater Microbiology**. 3rd ed., New Jersey: John Wiley and Sons, 2005, 750p.

BOKHARY, A., TIKKA, A., LEITCH, M., LIAO, B. Membrane fouling prevention and control strategies in pulp and paper industry applications: A review. **Journal of Membrane Science and Research**, v. 4, n. 4, p. 181–197, 2018.

BOERLAGE, S. F. E. et al. The MFI-UF as a water quality test and monitor. **Journal of Membrane Science**, v. 211, p.271–289, 2003.

BOONYUNGYUEN, W., WONGLERTARAK, W., WICHITSATHIAN, B. (2014). Effect of Organic Loading Rate on the Performance of a Membrane Bioreactor (MBR) Treating Textile Wastewater. In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON CHEMICAL, ENVIRONMENT & BIOLOGICAL SCIENCES (CEBS-2014), 2014, Malaysia. Kuala Lumpur: CEBS, 2014, p. 61-64.

BOTÍA, D. C., RODRÍGUEZ, M. S.; SARRIA, V. M. Evaluation of UV/TiO<sub>2</sub> and UV/ZnO photocatalytic systems coupled to a biological process for the treatment of bleaching pulp mill effluent. **Chemosphere**, v. 89, 732-736, 2012.

BRASIL. Resolução CONAMA nº 430, de 13 de maio de 2011. **Conselho Nacional do Meio Ambiente**: CONAMA, Brasília, DF, maio de 2011

BRINK, A., SHERIDAN, C., HARDING, K. Combined biological and advance oxidation processes for paper and pulp effluent treatment. **South African Journal of Chemical Engineering**, v. 25, p. 116–122, 2018.

BROWN, P., ONG, S. K., LEE, Y. W. Influence of anoxic and anaerobic hydraulic retention time on biological nitrogen and phosphorus removal in a membrane bioreactor. **Desalination**, v. 270, n.1–3, p. 227–232, 2011.

BUCHHOLZ, K., KARSHE, V., BORNSCHEUER, U. **Biocatalysts and enzyme technology**. 2 ed. Wiley-VCH Verlag & Co. KGaA, 2012, 628 p.

BUENO, R. F., PIVELI, R. P., CAMPOS, F. Lodo ativado com aeração prolongada operado sob baixa concentração de oxigênio dissolvido: comportamento cinético das bactérias heterotróficas e autotróficas nitrificantes. **Engenharia Sanitária e Ambiental**, v. 24, n. 5, p. 939–947, 2019.

BUZATU, P., QIBLAWEY, H., NASSER, M. S., JUDD, S. Comparative power demand of mechanical and aeration imposed shear in an immersed membrane bioreactor. **Water Research**, v. 126, p. 208–215, 2017.

BUZZINI, A. P.; PIRES, E. C. Evaluation of a upflow anaerobic sludge blanquet reactor with partial recirculation of effluent used to treat wastewaters from pulp and paper plants. **Bioresource Technology**, v. 98, n. 9, p. 1838-1848, 2007.

CAI, F., LEI, L., LI, Y. Science of the Total Environment different bioreactors for treating secondary ef fl uent from recycled paper mill. **Science of the Total Environment**, v. 667, p. 49–56, 2019.

CHAMAM, B. HERAN, M. AMAR, R. GRASMICK, A. Comparative performances of an activated sludge process and a membrane bioreactor for the treatment of a textile industry effluent. **Journal of Bioprocessing & Biotechniques**, v. 7, n. 5, p. 3–8, 2017.

CHAMORRO, S., XAVIER, C. R., VIDAL, G. Behavior of aromatic compounds contained in kraft mill effluents treated by an aerated lagoon. **Biotechnology Progress**, v. 21, n. 5, p. 1567–1571, 2005.

CHAMORRO, S., XAVIER, C., HERNÁNDEZ, V., BECERRA, J., VIDAL, G. Aerobic removal of stigmasterol contained in kraft mill effluents. *Electronic Journal of Biotechnology*, v. 12, n. 2, p. 1–7, 2009.

CHANG, I S., LE-CLECH, P. JEFFERSON, B., JUDD, S. Membrane fouling in membrane bioreactors for wastewater treatment, **Journal of Environmental Engineering**, v. 128, n. 11, p. 1018–1029, 2002.

CHEN, F., XUEJUN, B., HOW YONG, N. Effects of bio-carriers on membrane fouling mitigation in moving bed membrane bioreactor. **Journal of Membrane Science**, v. 499, p. 134–142. 2016.

CHINNARAJ, S., JOTHILINGAM, M., JEGANATHAN, S. An Evaluation of Biofilm Membrane Bioreactor (Bf-Mbr). **Journal of Mechanical and Engineering**, v. 11, n. 2, p. 5-11, 2016.

COSTA, R. E. **Estudo comparativo das tecnologias de biorreator à membrana de leito móvel e biorreator à membrana convencional no tratamento de esgoto sanitário: avaliação do desempenho na remoção de nutrientes e da colmatação das membranas operando os reatores em batelada sequencial**. Tese (doutorado em engenharia ambiental) – Universidade Estadual de Santa Catarina, Florianópolis, 2018.

COSTA, R. E., BATTISTELLI, A. A., BERNARDELLI, J. K. L., BASSIN, J. P. BELL, T. J., LAPOLLI, F. R. Assessing the performance and microbial community of hybrid moving bed and conventional membrane bioreactors treating municipal wastewater. **Environmental Technology**, 2017.

COSTA, R. E., LOBO-RECIO, M. A., BASTTISTELLI, A. A., BASSIN, J. P., BELL, T. J., LAPOLLI, F. R. Comparative study on treatment performance, membrane fouling, and microbial community profile between conventional and hybrid sequencing batch membrane

bioreactors for municipal wastewater treatment. **Environmental Science and Pollution Research**, v. 25, n. 32, p. 32767–32782, 2018.

ÇEÇEN, F. (1999). Determination of biotreatability of a Kraft pulp bleaching wastewater based on conventional and spectrophotometric parameters. **Toxicological and Environmental Chemistry**, v. 71, n. 1–2, p. 51–62, 1999.

ÇEÇEN, F. The use of uv-vis measurements in the determination of biological treatability of pulp bleaching effluents. In **7th International Water Association Symposium on Forest Industry Wastewaters**, Seattle, USA, 2003, pp. 135–142

DELGADO, S., VILLARROELI, R., GONZÁLEZ, E. Submerged membrane bioreactor at substrate-limited conditions: activity and biomass characteristics. **Water Environment Research**, v. 82, n. 3, p. 202–208, 2010.

DELGADO, S.; VILLARROEL, R.; GONZALEZ, E.; MORALES, M. Aerobic membrane bioreactor for wastewater treatment – performance under substrate-limited conditions, in: MATOVIC, M. D. **Biomass - Detection, Production and Usage**, 1 ed. Croácia: InTech, 2011. Cap. 14. P. 265-288.

DI TRAPANI, D., MANNINA, G., TORREGROSSA, M., VIVIANI, G. (2010). Comparison between hybrid moving bed biofilm reactor and activated sludge system: a pilot plant experiment. **Water Science and Technology**, v. 61, n.4, p. 891–902, 2010.

DIAS, J. C. T., REZENDE, R. P., SILVA, C. M., LINARDI, V. R. Biological treatment of kraft pulp mill foul condensates at high temperatures using a membrane bioreactor. **Process Biochemistry**, v. 40, p.1125–1129, 2005.

DIEZ, M. C., CASTILLO, G., AGUILAR, L., VIDAL, G., MORA, M. L. Operational factors and nutrient effects on activated sludge treatment of *Pinus radiata* kraft mill wastewater. **Bioresource Technology**, v. 83, n. 2, p. 131–138, 2002.

DONG, B.; JIANG, S. Characteristics and behaviors of soluble microbial products in sequencing batch membrane bioreactors at various sludge retention times. **Desalination**, v. 243,

p. 240–250, 2009.

DUAN, L.; TIAN, Y.; LIU, X.; SONG, Y.; YANG, L.; ZHANG, J. Comparison between moving bed-membrane bioreactor and conventional membrane bioreactor systems. Part II: bacterial Community. **Environmental Earth Sciences**, v. 73, p. 4891-4902, 2015.

DUARTE, J. C.; PEITZ, C. XAVIER, C. R. Estudo do tratamento de efluente de celulose Kraft utilizando reator sequencial em batelada (RSB) com meio suporte esponjoso. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA SANITÁRIA E AMBIENTAL, 30, 2019, Natal, RN. **Anais [...]** Natal: ABES, 2019, p. 1-7.

DUBOIS, M.; et al. Colorimetric method for determination of sugars and related substances. **Analytical Chemistry**, v. 28, n. 3, p. 350-356, 1956.

EKAMA, G. A., DOLD, P. L., MARAIS, G. R. Procedures for determining influent COD fractions and the maximum specific growth rate of heterotrophs in activated sludge systems, **Water Science Technology**, v. 18, p.91–114, 1986.

EPE. EMPRESA DE PESQUISA ENERGÉTICA. **Análise da eficiência energética em segmento celulose e papel**. (CT-EPE-004/2017). 2017. 105 p.

ERKAN, H. S.; ENGIN, G. O. The investigation of paper mill industry wastewater treatment and activated sludge properties in a submerged membrane bioreactor. **Water Science Technology**, v.76, n. 7, p. 1715-1725, 2017.

ERKAN, H. S., GUNALP, G., ENGIN, G. O. Application of submerged membrane bioreactor technology for the treatment of high strength dairy wastewater. **Brazilian Journal of Chemical Engineering**, v. 35, n. 1, p. 91–100, 2018.

FARABEGOLI, G., CHIAVOLA, A., ROLLE, E. Remediation of chlorophenol- and phenol-contaminated groundwater by a sequencing batch biofilm reactor. **Water Science and Technology**, v. 58, n. 2, p. 295–301, 2008.

FAZAL, S., ZHANG, B., ZHONG, Z., GAO, L., CHEN, X. Industrial Wastewater Treatment by Using MBR (Membrane Bioreactor) Review Study. **Journal of Environmental Protection**, v. 6, n. 6, p. 584–598, 2015.

FOELKL, C. Aplicações da biotecnologia em processos ambientais da fabricação de celulose Kraft e de papel de eucalipto: processos aeróbicos por lodos ativados para tratamento de efluentes. In: **Eucalyptus Online Book**. 2014. cap. 34. Disponível em: <[http://eucalyptus.com.br/eucaliptos/PT34\\_Lodos\\_Ativados.pdf](http://eucalyptus.com.br/eucaliptos/PT34_Lodos_Ativados.pdf)> Acesso em: julho de 2018.

GALIL, N. I., LEVINSKY, Y. Sustainable reclamation and reuse of industrial wastewater including membrane bioreactor technologies: case studies. **Desalination**, v. 202, p. 411–417, 2007.

GKOTSIS, P. K., ZOUBOULIS, A. I. Biomass characteristics and their effect on membrane bioreactor fouling. **Molecules**, v. 24, n. 16, p. 1–19, 2019.

GUPTA, N.; JANA, N.; MAJUMDER, C. B. Submerged membrane bioreactor system for municipal wastewater treatment process: An overview. **Indian Journal of Chemical Technology**, v. 15, n. 6, p. 604, 2008.

HAI, F. I.; YAMAMOTO, K. (2011). Membrane Biological Reactors. In P. Wilderer (Eds.), **Treatise on Water Science**, 2011, p. 571-613.

HAI, F. I., YAMAMOTO, K., NAKAJIMA, F., FUKUSHI, K. Recalcitrant industrial wastewater treatment by membrane bioreactor (MBR). In: GORLEY, S. **Handbook of membrane research: properties, performance and applications**, 2010, p. 67–104.

HENZE, M.; GRADY, C.P.L.; GUJER, W.; MARAIS, G.V.R.; MATSUO, T. Activated sludge Model No 1. IAWPRC. **Scientific and Technical Reports**, n 1. London UK. 1987.

HUANG, L., CHENG, S., REZAEI, F., LOGAN, B. E Reducing organic loads in wastewater effluents from paper recycling plants using microbial fuel cells. **Environmental Technology**, v. 30, n. 5, p. 499–504, 2009.



HUBBE, M.A., METTS, J. R., HOERMOSILLA, D., BLANCO, M. A., YERUSHALMI, L., HAGHIGHAT, F., LINDHOLM-LEHTO, P., KHODOPARAST, Z., KAMALI, M., ELLIOTT, A. Wastewater treatment and reclamation: a review of pulp and paper industry practices and opportunities. **BioResources**, v.11, n. 3, p. 7953-8091, 2016.

HOSSEINI, S. H., BORGHEI, S. M. The treatment of phenolic wastewater using a moving bed bio-reactor. **Process Biochemistry**, v. 40, p.1027–1031, 2005.

INSTITUTO BRASILEIRO DE ÁRVORES. **Relatório 2019** (report 2019) IBÁ, 2019, 79 p.

IORHEMEN, O. T., HAMZA, R. A., TAY, J. H. Membrane bioreactor (Mbr) technology for wastewater treatment and reclamation: Membrane fouling. **Membranes**, 6, n. 2, p. 1-29, 2016.

ISMA, M. I. A., IDRIS, A., OMAR, R., RAZREENA, A. R. P. Effects of SRT and HRT on treatment performance of MBR and membrane fouling. **International Journal of Chemical, Molecular, Nuclear, Materials and Metallurgical Engineering**, v. 8, n. 6, 488–492, 2014.

IVANOVIC, I.; LEIKNES, T. O. The biofilm membrane bioreactor (BF-MBR) - a review. **Desalination and Water Treatment**, v.37, p. 288-295, 2012.

IZADI, A., HOSSEINI, M., DARZI, G. N., BIDHENDI, G. N., SHARIATI, F. P. Perspectives on membrane bioreactor potential for treatment of pulp and paper industry wastewater :a critical review. **Applied Biotechnology Reports**, v. 5, n.4, p. 139–150, 2018.

IZADI, A., HOSSEINI, M., NAJAFPOUR, G., NABI, G., PAJOU, F. Performance of an integrated fixed bed membrane bioreactor (FBMBR) applied to pollutant removal from paper-recycling wastewater. **Water Resources and Industry**, v. 21, p. 1-8, 2019.

JENKINS, D.; RICHARD, M.G.; DAIGGER, G.T. **Manual on the causes and control of activated sludge bulking, foaming, and other solids separation problems**. (2003), 190 pages, 3rd edition, IWA Publishers.

JOHANSSON, T. **Application of membrane bioreactors in the pulp and paper industry**. (Master Thesis). Environmental and aquatic civil engineering, Uppsala University, 2012.

JUDD, S. **The MBR book: Principles and applications of membrane bioreactors in water and wastewater treatment**. 2<sup>o</sup> ed. Elsevier Ltd, Oxford, UK, 2011. 519 p.

JUDD, S. J. The status of industrial and municipal effluent treatment with membrane bioreactor technology. **Chemical Engineering Journal**, v. 305, p. 37–45, 2016.

KAMALI, M., KHODAPARAST, Z. Review on recent developments on pulp and paper mill wastewater treatment. **Ecotoxicology and Environmental Safety**, V. 114, p. 326–342, 2015.

KAMALI, M., SUHAS, D. P., COSTA, M. E., CAPELA, I., AMINABHAVI, T. M. Sustainability considerations in membrane-based technologies for industrial effluents treatment. **Chemical Engineering Journal**, v. 368, p. 474–494, 2019.

KELLNER, R. L. **Biorreator à membrana de leito móvel em bateladas sequenciais para a remoção de nutrientes e matéria orgânica de efluentes sanitários**. 2014. Dissertação (mestrado em Engenharia Ambiental) – Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2014.

KHAN, S. J.; VISVANATHAN, C.; JEGATHEESAN, V. Effect of powdered activated carbon (PAC) and cationic polymer on biofouling mitigation in hybrid MBRs. **Bioresource technology**, v. 113, p. 165-168, 2012.

KO, J., SHIMIZU, Y., IKEDA, K., KIM, S., PARK, C., MATSUI, S. Biodegradation of high molecular weight lignin under sulfate reducing conditions: lignin degradability and degradation by-products. **Bioresource Technology**, v. 100, p. 1622–1627, 2009.

KOOTENAEI, F. G., AMINIRAD, H. Membrane biological reactors (MBR) and their applications for water reuse. **International Journal of Advanced Biological and Biomedical research**, v. 2, n. 7, p. 2028-2216, 2014.

KUMAR, R.; SUBRAMANIAN, K. **Treatment of paper and pulp mil effluente using sequential batch reactor**. In: **International Conference on Biological, Civil and Environmental Engineering**, p. 39-42, 2014.

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

LEI, L., CHEN, S., LI, Y. Effect of biological treatment on characteristics of soluble organic compounds in hardwood KP bleaching effluent. **BioResources**, v. 8, n. 3, p. 4349–4358, 2013.

LEIKNES, T. O.; ØDEGAARD, H. The development of a biofilm membrane bioreactor. **Desalination**, v. 202, p. 135–143, 2007.

LEVSTEK, M., PLAZL, I., ROUSE, J. D. Estimation of the specific surface area for a porous carrier. **Acta Chimica Slovenica**, v. 57, n. 1, p. 45-51, 2010.

LEYVA-DIAZ, J.C.; CALDERON, K.; RODRIGUEZ, F.A.; GONZALEZ-LOPEZ, J.; HONTORIA, E.; POYATOS, J. M. Comparative kinetic study between moving bed biofilm reactor– membrane bioreactor and membrane bioreactor systems and their influence on organic matter and nutrients removal, **Biochemical Engineering Journal**, v. 77, p. 28–40, 2013.

LEYVA-DÍAZ, L.C.; GONZÁLEZ-MARTÍNEZ, A.; GONZÁLEZ-LÓPEZ, J.; MUÑO, M.M.; POYATOS, J.M. Kinetic modeling and microbiological study of two-step nitrification in a membrane bioreactor and hybrid moving bed biofilm reactor–membrane bioreactor for wastewater treatment. **Chemical Engineering Journal**, v. 259, p. 692702, 2015.

LEYVA-DÍAZ, J. C., POYATOS, J. M. Start-Up of membrane bioreactor and hybrid moving bed biofilm reactor-Membrane bioreactor: Kinetic study. **Water Science and Technology**, v. 72, n.11, p. 1948–1953. 2015.

LEYVA-DÍAZ, J. C., MARTÍN-PASCUAL, J., POYATOS, J. M. (2017). Moving bed biofilm reactor to treat wastewater. **International Journal of Environmental Science and Technology**, v. 14, n. 4, p.881–910, 2017.

LIÉBANA, R.; ARREGUI, L.; BELDA, I.; GAMELLA, L.; SANTOS, A.; MARQUINA, D.; SERRANO, S. Membrane bioreactor wastewater treatment plants reveal diverse yeast and protist communities of potential significance in biofouling. **Biofouling**, v. 31, n. 1, p. 71–82, 2015.

LI, J., LI, Y., OHANDJA, D. YANG, F., WONG, F. CHUA, H. Impact of filamentous bacteria on properties of activated sludge and membrane-fouling rate in a submerged MBR. **Separation and Purification Technology**, v. 59, p. 238–243. 2008.

LIN, H., GAO, W., MENG, F., LIAO, B. Q., LEUNG, K. T., ZHAO, L., CHEN, J., HONG, H. Membrane bioreactors for industrial wastewater treatment: a critical review. **Critical Reviews in Environmental Science and Technology**, v. 42, n. 7, p. 677–740, 2012.

LINDHOLM-LEHTO, P. C., KNUUTINEN, J. S., AHKOLA, H. S. J., HERVE, S. H. (2015). Refractory organic pollutants and toxicity in pulp and paper mill wastewaters. **Environmental Science and Pollution Research**, v. 22, n.9, p. 6473–6499, 2015.

LIU, Y., TAY, J. Strategy for minimization of excess sludge production from the activated sludge process. **Biotechnology Advances**, v. 19, p. 97–107, 2001.

LIU, Q., WANG, X. C., LIU, Y., YUAN, H., DU, Y. Performance of a hybrid membrane bioreactor in municipal wastewater treatment. **Desalination**, v. 258, n. 1–3, p.143–147, 2010.

LOWRY, O. H. et al. Protein measurement with the Folin phenol reagent. **Journal of Biological Chemistry**, v. 193, p. 265–275, 1951.

LUO, Y., JIANG, Q., NGO, H. H., NGHIEM, L.D., HAI, F.I., PRICE, W.E., WANG, J., GUO, W. Evaluation of micropollutant removal and fouling reduction in a hybrid moving bed biofilm reactor-membrane bioreactor system. **Bioresourse Technology**, v. 191, p. 355–359, 2015.

MADONI, P. Protozoa in wastewater treatment processes: A minireview. **Italian Journal of Zoology**, v. 78, n. 1, p. 3–11, 2011.

MAHENDRAN, B., LISHMAN, L., LISSI, S. N. Structural, physicochemical and microbial properties of flocs and biofilms in integrated fixed-film activated sludge (IFFAS) systems. **Water Research**, v. 46, n. 16, p. 5085–5101, 2012.

MANNINA, G.; CAPODICI, M.; COSENZA, A.; DI TRAPANI, D.; EKAMA, G. A. The effect of the solids and hydraulic retention time on moving bed membrane bioreactor performance. **Journal of Cleaner Production**, v. 170, p. 1305-1315, 2018.

MARTÍN-PASCUAL, J., REBOLEIRO-RIVAS, P., LÓPEZ-LÓPEZ, C., GONZÁLEZ-LÓPEZ, J., HONTORIA, E., POYATOS, J. M. Influence of hydraulic retention time on heterotrophic biomass in a wastewater moving bed membrane bioreactor treatment plant. **International Journal of Environmental Science and Technology**, v. 11, n.5, p. 1449–1458, 2014.

MARTÍN-PASCUAL, J., REBOLEIRO-RIVAS, P., LÓPEZ-LÓPEZ, C., LEYVA-DÍAZ, J. C., JOVER, M., MUÑO, M. M., GONZÁLEZ-LÓPEZ, J., POYATOS, J. M. (2015). Effect of the filling ratio, MLSS, hydraulic retention time, and temperature on the behavior of the hybrid biomass in a hybrid moving bed membrane bioreactor plant to treat urban wastewater. **Journal of Environmental Engineering**, v. 141, n. 7, p. 1-10, 2015.

MASHAYEKHI, F., HAZRATI, H., SHAYEGAN, J. Fouling control mechanism by optimum ozone addition in submerged membrane bioreactors treating synthetic wastewater. **Journal of Environmental Chemical Engineering**, v. 6, n.6, p.7294–7301, 2018.

MICHIGAN DEPARTMENT OF ENVIRONMENTAL QUALITY (MDEQ). **Activated sludge process control: training manual for wastewater treatment plant operators**. Michigan, 2016, 105 p.

MENG, F., ZHANG, H., YANG, F., LI, Y., XIAO, J., ZHANG, X. Effect of filamentous bacteria on membrane fouling in submerged membrane bioreactor. **Journal of Membrane Science**, v. 272, p. 161–168, 2006.

MENG, F.; SHI, B.; YANG, F.; ZHANG, H. Effect of hydraulic retention time on membrane fouling and biomass characteristics in submerged membrane bioreactors. **Bioprocess and Biosystems Engineering**, v. 30, n. 5, p. 359–367, 2007.

METCALF E EDDY, INC. **Wastewater engineering – treatment and reuse**. 4 ed. Nova York: McGraw-Hill, 2003. 1819 p.

MILESTONE, C. B., FULTHORPE, R. R., STUTHRIDGE, T. R. The formation of colour during biological treatment of pulp and paper wastewater. **Water Science and Technology**, v. 50, n. 3, p. 87–94, 2004.

MÖBIUS, C. H. 2006. **Water Use and Wastewater Treatment in Papermills**. 1st ed. Augsburg (Germany), 113p.

MORAIS, I. L. H. **Tratamento com lodo aeróbio granular de efluentes de fábrica de papel**. Dissertação (mestrado em ciência florestal) – Universidade Federal de Viçosa, Minas Gerais, 2011.

MORALES, G., PESANTE, S., VIDAL, G. Effects of black liquor shocks on activated sludge treatment of bleached kraft pulp mill wastewater. **Journal of Environmental Science and Health - Part A Toxic/Hazardous Substances and Environmental Engineering**, v. 50, n. 6, p. 639–645, 2015.

MORGAN-SAGASTUME, F. Biofilm development, activity and the modification of carrier material surface properties in moving-bed biofilm reactors (MBBRs) for wastewater treatment. **Critical Reviews in Environmental Science and Technology**, v. 48, n. 5, p. 439-470, 2018.

MUHAMAD, M. H., ABDULLAH, S. R. S., MOHAMAD, A. B.; RAHMAN, R. A. Effect of hydraulic retention time (HRT) on pentachlorophenol (PCP) and COD removal in a pilot GAC-SBBR system for the post-treatment of recycled paper mill wastewater. **Desalination and water treatment**, v. 48, p. 50-59, 2012.

MUHAMAD, M. H., ABDULLAH, S. R. S., HASAN, H. A., REEHAN, R. A. Comparison of the efficiencies of attached- versus suspended-growth SBR systems in the treatment of recycled paper mill wastewater. **Journal of Environmental Management**, v. 163, p. 115–124, 2015.

MUÑOZ, C., GOMEZ, G., STEFANAKIS, A. I., REYES, C. P., VERA-PUERTO, I., VIDAL, G. Aromatic compounds and organic matter behavior in pilot constructed wetlands treating pinus radiata and eucalyptus globulus sawmill industry leachate. **Applied Sciences**, v. 9, p. 1-14, 2019.

MUTAMIM, N. S. A., NOOR, Z. Z., HASSAN, M. A. A., YUNIARTO, A., OLSSON, G. Membrane bioreactor: Applications and limitations in treating high strength industrial wastewater. **Chemical Engineering Journal**, v. 225, p. 109–119, 2013.

NAKHLI, S. A. A., AHMADIZADEH, K., FERESHTEHNEJAD, M., ROSTAMI, M. H., SAFARI, M., BORGHEI, S. M. Biological removal of phenol from saline wastewater using a

moving bed biofilm reactor containing acclimated mixed consortia. **SpringerPlus**, v. 3, n. 112, p. 1-10, 2014.

NEOH, C. H., NOOR, Z. Z., MUTAMIM, N. S. A., LIM, C. K. Green technology in wastewater treatment technologies: Integration of membrane bioreactor with various wastewater treatment systems. **Chemical Engineering Journal**, v. 283, p. 582–594. 2016.

OCHOA, J. C., COLPRIM, J., PALACIOS, B., PAUL, E., CHATELLIER, P. Active heterotrophic and autotrophic biomass distribution between fixed and suspended systems in a hybrid biological reactor. **Water Science and Technology**, v. 46, n. 1–2, p. 397–404, 2002.

ØDEGAARD, H. Innovations in wastewater treatment: the moving bed biofilm process. **Water Science e Technology**. V.53, n. 9, 7, p. 17–33. 2006.

OLIVEIRA, D. V. M., RABELO, M. D., NARIYOSHI, Y. N. Evaluation of a MBBR (Moving Bed Biofilm Reactor) Pilot Plant for Treatment of Pulp and Paper Mill Wastewater. **International Journal of Environmental Monitoring and Analysis**, v. 2, n.4, p. 220-225, 2014.

ORTEGA-CLEMENTE, A., CAFFAREL-MÉNDEZ, S., PONCE-NOYOLA, M. T., BARRERA-CÓRTEZ, J., POGGI-VARALDO, H. M. Fungal post-treatment of pulp mill effluents for the removal of recalcitrant pollutants, **Bioresource Technology**, v. 100, n.6, p. 1885-1894, 2009.

OSMAN, W. H. W.; ABDULLAH, S. R. S.; MOHAMAD, A. B.; KADHUM, A. A. H.; RAHMAN, R. A. Simultaneous removal of AOX and COD from real recycled paper wastewater using GAC-SBBR. **Journal of Environmental Management**, v.121, p.80–86, 2013.

OUYANG, K., LIU, J. (2009). Effect of sludge retention time on sludge characteristics and membrane fouling of membrane bioreactor. **Journal of Environmental Sciences**, v. 21, n. 10, p. 1329–1335, 2009.

PACHECO, S. M.; SOARES, C. H. L. Imobilização e caracterização de lacase e seu uso na biorremediação de efluentes de indústria papelreira. **Química Nova**, V. 37, n. 2, p. 209-214, 2014.

PAN, W.; ZHIWEI, W.; ZHICHAO, W.U.; SUIHAI, M. A. I. Fouling behaviours of two membranes in a submerged membrane bioreactor for municipal wastewater treatment. **Journal of Membrane Science**, v. 382, p.60–69, 2011.

PARK, H. D., CHANG, I. S., LEE, K. J. **Principles of Membrane Bioreactors for Wastewater Treatment**, CRC Press, London, New York, 2015, 445 p.

PEITZ, C., SCHROEDER, L. H., XAVIER, R. C. Avaliação do tratamento biológico de efluente de fábrica de celulose Kraft pela técnica FT-IR. **O Papel**, v. 80, n. 5, p. 84-91, 2019.

PEITZ, C., XAVIER, C. R. Moving bed biofilm reactor for treatment of Kraft pulp effluent with high organic load rate. **Ambiente e Água**, v.15, n. 4, p. 2-10, 2020.

PÉREZ-UZ, B., ARREGUI, L., CALVO, P., SALVADÓ, H., FERNÁNDEZ, N., RODRÍGUEZ, E., ZORNOZA, A., SERRANO, S. Assessment of plausible bioindicators for plant performance in advanced wastewater treatment systems. **Water Research**, v. 44, n. 17, p. 5059–5069, 2010.

POLLICE, A., LAERA, G., BLONDA, M. Biomass growth and activity in a membrane bioreactor with complete sludge retention. **Water Research**, v. 38, n.7, p. 1799–1808, 2004.

POLLICE, A., BROOKES, A., JEFFERSON, B., JUDD S. Sub-critical flux fouling in membrane bioreactors - A review of recent literature. **Desalination**, v. 174, n. 3, p. 221–230, 2005.

POLLICE, A.; LAERA, G.; SATURNO, D.; GIORDANO, C. Effects of sludge retention time on the performance of a membrane bioreactor treating municipal sewage. **Journal of Membrane Science**, v. 317, n. 1-2, p. 65–70, 2008.

POKHREL, D.; VIRARAGHAVAN, T. Treatment of pulp and paper mill wastewater: a review. **Science of Total Environment**, v. 333, p. 37-58, 2004.



QU, X., GAO, W. J., HAN, M. N., CHEN, A., LIAO, B. Q Integrated thermophilic submerged aerobic membrane bioreactor and electrochemical oxidation for pulp and paper effluent treatment - towards system closure. **Bioresource Technology**, v. 116, p.1–8, 2012.

RANJITHKUMAR, R., SUBRAMANIAN, K. Performance study of biofilm aerobic sequencing batch reactor (MBASBR) for the treatment of paper and pulp mil effluente. **Journal of Advances in Chemistry**, v. 12, p. 5667-5671, 2016.

RODRÍGUEZ-SÁNCHEZ, A., LEYVA-DÍAZ, J. C., POYATOS, J. M.; GONZÁLEZ-LÓPEZ, J. Performance and kinetics of membrane and hybrid moving bed biofilm-membrane bioreactors treating salinity wastewater. **AIChE Journal**, v. 63, n. 8, p.3329–3342, 2017.

RODRIGUEZ-SANCHEZ, A., LEYVA-DIAZ, J. C., MUÑOZ-PALAZON, B., RIVADENEYRA, M. A., HURTADO-MARTINEZ, M., MARTIN-RAMOS, D., GONZALEZ- MARTIEZ, A., POYATOS, J. M., GONZALEZ-LOPEZ, J. Biofouling formation and bacterial community structure in hybrid moving bed biofilm reactor-membrane bioreactors: Influence of salinity concentration. **Water**, v. 10, n. 9, p.1–19. 2018.

RUSTEN, B.; EIKEBROKK, B.; ULGENES, Y.; LYGREN, E. Design and operations of the Kaldnes moving bed biofilm reactors. **Aquacultural Engineering**, v. 34, p.322–331, 2006.

SAAR, J. H. **Microbiologia dos lodos ativados: Teoria e aplicações práticas para quem trabalha com processos de tratamento biológico de efluentes industriais e urbanos.**1ª edição. Porto Alegre: Gênese, 2015. 196 p.

SABIA, G.; FERRARIS, M.; SPAGNI, A. Effect of solid retention time on sludge filterability and biomass activity: Long-term experiment on a pilot-scale membrane bioreactor treating municipal wastewater. **Chemical Engineering Journal**, v. 221, p. 176–184, 2013.

SCHIPPERS, J. C.; VERDOUW, J. The Modified Fouling Index, a method of determining the fouling characteristics of water, **Desalination**, v.32, p. 137–148, 1980.

SIERRA, R., LETTINGA, G., The methanogenic toxicity of wastewater lignins and lignin related compounds. **Journal Chemical. Technology and Biotechnology**, v. 50, p. 443- 455, 1991.

SIMSTICH, B., BEIMFOHR, C., HORN, H. Lab scale experiments using a submerged MBR under thermophilic aerobic conditions for the treatment of paper mill deinking wastewater. **Bioresource Technology**, v. 122, p. 11–16, 2012.

SOUZA, E; COSTA, R. E.; LAPOLLI, F. R; BELLI, T. J. Biorreator a membrana de leito móvel em batelada sequencial aplicado ao tratamento de esgoto sanitário. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA SANITÁRIA E AMBIENTAL, 2017, São Paulo, SP. **Anais [...]** São Paulo: ABES/FENASAN, 2017, p. 1-7.

SPONZA, D. T. (2003). Application of toxicity tests into discharges of the pulp-paper industry in Turkey. **Ecotoxology and Environmental Safety**, v. 54, p. 74–86, 2002.

SUBTIL, E. L.; HESPANHOL, I.; MIERZWA, J. C. Submerged Membrane Bioreactor (sMBR): a promising alternative to wastewater treatment for water reuse. **Revista Ambiente & Água**, v. 8, n. 3, 129- 142, 2013.

SUN, C., LEIKNES, T., FREDRIKSEN, R. H., RIVIERE, E. Comparison of membrane filtration performance between biofilm-MBR and activated sludge-MBR. **Desalination and Water Treatment**, v. 48, n. 1–3, p. 285–293. 2012.

TAKHUR, C., MALL, I.D., SRIVASTAVA, V. C. Effect of hydraulic time and filling time on simultaneous biodegradation of phenol. Resorcinol and catechol in sequencing batch reactor. **Archives Environmental Protection**, v. 39, n. 2, p. 69–80, 2013.

TAKIMOTO, Y., HATAMOTO, M., ISHIDA, T., WATARI, T. Fouling development in A / O- MBR under low organic loading condition and identification of key bacteria for biofilm formations. **Scientific Reports**, p.1–9. 2018.

TANG, B., YU, C., BIN, L., ZHAO, Y., FENG, X., HUANG, S., FU, F., DING, J., CHEN, C., LI, P., CHEN, Q. **Bioresource Technology** Essential factors of an integrated moving bed

biofilm reactor – membrane bioreactor: Adhesion characteristics and microbial community of the biofilm. **BIORESOURCE TECHNOLOGY**, v. 211, p. 574–583, 2016.

TOCZYLOWSKA-MAMINSKA, R. Limits and perspectives of pulp and paper industry wastewater treatment – A review. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, V. 78, P. 764–772, 2017.

TSANG, Y. F., HUA, F. L., CHUA, H., SIN, S. N., WANG, Y. J. Optimization of biological treatment of paper mill effluent in a sequencing batch reactor. **Biochemical Engineering Journal**, v.34, n.3, p. 193–199, 2007.

VAIDHEGI, K., SANDHIYA, P., SANTHIYA, M. Moving Bed Biofilm Reactor -A New Perspective In Pulp And Paper **Waste Water Treatment**, v.6, n.6, p. 9–13, 2016.

VANZETTO, S. C.; KLENK, M.; ROSA, S. M. C.; XAVIER, C. R. Tratamento de efluente de indústria de papel e celulose por reator MBBR. **Hydro**, n. 89, p. 42-45, 2014.

VOLPATO, G. L, BARRETO, R. E. **Estatística sem dor**. 2. ed. Botucatu: Best Writing, 2016, 160p.

VON SPERLING, M. **Princípios de tratamento de águas residuárias: Lodos Ativados**. Departamento de Engenharia Sanitária e Ambiental – UFMG, 4. ed. rev. e ampl. – Belo Horizonte, MG, 2016.

WANG, X. C.; HU, Y. S.; LIU, Q. Influence of activated sludge characteristics on membrane fouling in a hybrid membrane bioreactor. **Desalination and Water Treatment**, v. 42, p.3 0–36, 2012.

WANG, D.; JI, M.; WANG, C. Degradation of organic pollutants and characteristics of activated sludge in an anaerobic/anoxic/oxic reactor treating chemical industrial wastewater. **Brazilian Journal of Chemical Engineering**, v. 31, n. 3, p. 703–713, 2014.

WEE, T., KIM, C., HANIF, M. Review on wastewater treatment technologies. **International Journal of Applied Environmental Sciences**, v. 11, n. 1, p. 111–126. 2016.

WEISS, S., REEMTSMA, T. (2008). Membrane bioreactors for municipal wastewater treatment – A viable option to reduce the amount of polar pollutants discharged into surface waters? **Water Research**, v. 42, p. 3837–3847, 2008.

XING, C., TARDIEU, E., QIAN, Y., WEN, X. (2000). Ultrafiltration membrane bioreactor for urban wastewater reclamation. **Journal of Membrane Science**, v. 177, p. 73–82, 2000.

YANG, S.; YANG, F.; FU, Z.; LEI, R., Comparison between a moving bed membrane bioreactor and a conventional membrane bioreactor on organic carbon and nitrogen removal. **Bioresource Technology**, v.100, p. 2369-2374, 2009.

YOON, S. H. **Membrane bioreactor processes**. 1 ed. CRC Press. 2015, 452 p.

ZHANG, Y.; MA, C.; YE, F.; KONG, Y.; Li, H. The treatment of wastewater of paper mill with integrated membrane process. **Desalination**, v. 236, n. 1-3, p. 349–356, 2009.

ZHANG, S.; WANG, Y.; HE, W.; WU, M.; XING, M.; YANG, J.; GAO, N.; PAN, M. Impacts of temperature and nitrifying community on nitrification kinetics in a moving bed biofilm reactor treating polluted raw water, **Chemical Engineering Journal**, v.236, p.242– 250, 2014.

ZHANG, W., TANG, B., BIN, L. Research Progress in Biofilm-Membrane Bioreactor: A Critical Review. **Industrial and Engineering Chemistry Research**, v. 56, n. 24, p. 6900–6909, 2017.

ZHANG, R., WANG, L., CHEN, P., PU, Y. Shifts in microbial community structure and diversity in a novel waterfall bio fi lm reactor combined with MBBR under light and dark conditions. **Royal Society of Chemistry**, v. 8, p. 37462–37471, 2018.

ZHENG, Y., ZHANG, W., TANG, B., BIN, L., DING, J., ZHENG, Y., ZHANG, Z. Membrane fouling mechanism of biofilm-membrane bioreactor (BF-MBR): Pore blocking model and membrane cleaning. **Bioresource Technology**, v. 250, p. 398-405, 2018.

ZIELÍNSKA, M., BERNAT, K., CYDZIK-KWIATKOWSKA, A., WOJNOWSKA-BARYLA, I. Respiriometric activity of activated sludge in sequencing batch reactor depending on substrate and dissolved oxygen concentration. **Environment Protection Engineering**, v. 38, n. 2, p. 41–49, 2012.

ZHU, Y., ZHANG, Y., REN, H. Q., GENG, J. J., XU, K., HUANG, H., DING, L. L. Physicochemical characteristics and microbial community evolution of biofilms during the start-up period in a moving bed biofilm reactor. **Bioresourse Technology**. V.180, p. 345–351, 2015.