

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DO OESTE DO PARANÁ – UNIOESTE**  
**CAMPUS CASCAVEL**

**CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E TECNOLÓGICAS**

**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO STRICTO SENSU EM ENGENHARIA AGRÍCOLA**

**POTENCIAL DE GERAÇÃO DE METANO VIA CODIGESTÃO ANAERÓBIA DE  
LIXIVIADO DE ATERRO SANITÁRIO E EFLUENTES DO TRATAMENTO DE ESGOTO  
SANITÁRIO**

**LEONARDO GUIMARÃES MARQUES**

**CASCAVEL – PARANÁ – BRASIL**

**2025**

**LEONARDO GUIMARÃES MARQUES**

**POTENCIAL DE GERAÇÃO DE METANO VIA CODIGESTÃO ANAERÓBIA DE  
LIXIVIADO DE ATERRO SANITÁRIO E EFLUENTES DO TRATAMENTO DE ESGOTO  
SANITÁRIO**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Agrícola da Universidade Estadual do Oeste do Paraná, em cumprimento parcial aos requisitos exigidos para obtenção do título de Mestre em Engenharia Agrícola, área de concentração Recursos Hídricos e Saneamento Ambiental.

Orientadora: Prof. Dr<sup>a</sup>. Jackeline Tatiane Gotardo

**CASCADEL – PARANÁ – BRASIL**

**2025**

# FICHA CATALOGRÁFICA<sup>1</sup>

Ficha de identificação da obra elaborada através do Formulário de Geração Automática do Sistema de Bibliotecas da Unioeste.

Guimarães Marques, Leonardo  
POTENCIAL DE GERAÇÃO DE METANO VIA CODIGESTÃO ANAERÓBIA DE LIXIVIADO DE ATERRO SANITÁRIO E EFLUENTES DO TRATAMENTO DE ESGOTO SANITÁRIO / Leonardo Guimarães Marques; orientadora Jackeline Tatiane Gotardo. -- Cascavel, 2025.  
87 p.

Dissertação (Mestrado Acadêmico Campus de Cascavel) -- Universidade Estadual do Oeste do Paraná, Centro de Ciências Exatas e Tecnológicas, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Agrícola, 2025.

1. Potencial de Bioquímico de Metano. 2. Reator de leito fixo. 3. Lixiviado. 4. Lodo ativado residual. I. Gotardo, Jackeline Tatiane, orient. II. Título.

---

<sup>1</sup> Revisão de português, inglês e de normas realizada por Silvana de Araújo Vaillões, em junho de 2025.



**unioeste**

Universidade Estadual do Oeste do Paraná  
Reitoria

CNPJ 78.680.337/0001-84  
Rua Universitária, 1619, Jardim Universitário  
Tel.: (45) 3220-3000 - www.unioeste.br  
CEP: 85819-110 - Cx. P.: 701  
Cascavel - PARANÁ



## **LEONARDO GUIMARÃES MARQUES**

### **POTENCIAL DE GERAÇÃO DE METANO VIA CODIGESTÃO ANAERÓBIA DE LIXIVIADO DE ATERRO SANITÁRIO E EFLUENTES DO TRATAMENTO DE ESGOTO SANITÁRIO**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Agrícola em cumprimento parcial aos requisitos para obtenção do título de Mestre em Engenharia Agrícola, área de concentração Recursos Hídricos e Saneamento Ambiental, linha de pesquisa Saneamento Ambiental, APROVADO(A) pela seguinte banca examinadora:

Documento assinado digitalmente  
 **JACKELINE TATIANE GOTARDO**  
Data: 12/03/2025 15:34:48-0300  
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Orientador(a) - Jackeline Tatiane Gotardo

Universidade Estadual do Oeste do Paraná - Campus de Cascavel (UNIOESTE)

Documento assinado digitalmente  
 **THIAGO EDWIGES**  
Data: 12/03/2025 16:34:49-0300  
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Thiago Edwiges

Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR)

Documento assinado digitalmente  
 **SIMONE DAMASCENO GOMES**  
Data: 12/03/2025 22:43:27-0300  
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Simone Damasceno Gomes

Universidade Estadual do Oeste do Paraná - Campus de Cascavel (UNIOESTE)

Cascavel, 12 de março de 2025.

## **BIOGRAFIA**

Leonardo Guimarães Marques, nascido em 28 de outubro de 1997, na cidade de Medianeira, Paraná, Brasil. Formou-se em Engenharia Civil na Universidade Estadual do Oeste do Paraná – UNIOESTE, campus Cascavel, em 2020. Durante a graduação, estagiou na empresa Rocha Engenharia, em 2019, onde realizou trabalhos de regularização de imóveis. Além disso, em 2018 e 2019, foi aluno do Programa Institucional de Bolsas de Iniciação Científica - PIBIC/Fundação Araucária, em pesquisa com tratamento de efluentes e geração de biogás, tema também do seu Trabalho de Conclusão de Curso (TCC). No primeiro semestre de 2023, ingressou como aluno regular de mestrado no Programa de Pós-Graduação em Engenharia Agrícola (PGEAGRI) na UNIOESTE, na área de concentração de Recursos Hídricos e Saneamento Ambiental (RHESA), na linha de pesquisa de Saneamento Ambiental, sob orientação da Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Jackeline Tatiane Gotardo.

“A única luta que se perde é a que se abandona, e nós nunca abandonamos luta”

À minha família, aos meus amigos e a todos aqueles que um dia acreditaram em mim,  
Dedico.

## AGRADECIMENTOS

Aos meus pais, Claudenyr e Ducileia, que foram, e são, os maiores incentivadores dos meus estudos, por apoiarem moral e financeiramente toda a minha caminhada educacional até então; não há dúvidas de que todas as minhas conquistas tenham base na formação que ambos me proporcionaram. Tamanha é minha gratidão, permanente é o meu agradecimento. Agradeço imensamente a meu irmão, Felipe, eterno companheiro de formação pessoal, de caminhada, luta e conquista, por mais uma etapa ao meu lado sendo meu fiel companheiro.

A todos os amigos, que acompanharam a minha trajetória, que tenham a certeza de que também foram essenciais nos principais momentos dessa etapa. Todo o respeito e admiração por vocês.

À minha orientadora, Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Jackeline Tatiane Gotardo, por todo o conhecimento, apoio, atenção, cuidado e companheirismo que me foi dado em todos esses anos da minha trajetória acadêmica, meu eterno carinho e gratidão. Agradeço, também, aos meus colegas de mestrado, Luiz, Gustavo e Fernanda, pelo grupo que formamos, pois certamente foi imprescindível para a conclusão dessa etapa, visto que tornou tudo mais leve e agradável, além de todo o apoio e conhecimento que foi trocado.

À Universidade Estadual do Oeste do Paraná (UNIOESTE), espaço da minha formação acadêmica e profissional, e ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Agrícola (PGEAGRI), pela estrutura e gestão necessária para formação acadêmica de alto nível, de forma pública e gratuita, e que assim permaneça.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (Capes), pelo fomento à pesquisa científica no Brasil, principalmente, por meio do financiamento de bolsas de estudo, o que é primordial para a permanência de pesquisadores em dedicação exclusiva em programas de pós-graduação.

Aos membros da banca da qualificação e dissertação, Prof. Dr. Thiago Edwiges, Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Simone Damasceno Gomes e Dr<sup>a</sup>. Cristiane Lurdes Andreani, pelo conhecimento compartilhado e pelas sugestões oferecidas.

Aos funcionários da UNIOESTE, principalmente ao Edison, Euro e Alessandra, e demais professores do PGEAGRI, pelo apoio técnico-científico fornecido, pelo conhecimento, companheirismo e cafés compartilhados.

MARQUES, Leonardo Guimarães. **Potencial de geração de metano via codigestão anaeróbia de lixiviado de aterro sanitário e efluentes do tratamento de esgoto sanitário.** Orientadora: Prof<sup>a</sup> Jackeline Tatiane Gotardo. 2025. 87 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Agrícola) – Universidade Estadual do Oeste do Paraná, Cascavel, 2025.

## RESUMO

A gestão sustentável de efluentes urbanos, como lodo ativado residual e espuma do tratamento de esgoto sanitário, e lixiviado de aterros sanitários, é crítica para reduzir impactos ambientais e aproveitar recursos energéticos. Este estudo investigou a codigestão anaeróbia desses resíduos, visando maximizar o rendimento de metano ( $\text{CH}_4$ ) e minimizar o potencial poluidor. A escolha desses cossubstratos aconteceu por revisão bibliográfica, que indicou que uma mistura ternária poderia alcançar resultados satisfatórios; além disso, justifica-se pelo fato de serem efluentes que se encontram no aterro sanitário, seja como fonte de origem (lixiviado) ou como destino (lodo ativado residual e espuma), apontando um benefício logístico na disponibilidade desses materiais. A pesquisa foi estruturada em duas fases: (1) ensaios de Potencial Bioquímico de Metano (PBM) com delineamento experimental simplex-centroide (12 misturas), analisando proporções volumétricas de lixiviado (LIX), lodo ativado residual (LAR) e espuma (ESC), e (2) operação de um reator anaeróbio de leito fixo (RALF) e fluxo ascendente de bancada, submetido a tempos de detenção hidráulica (TDH: 15–45 h) e cargas orgânicas volumétricas (COV: 11,58–43,04 g DQO/L.d). No PBM, a mistura relativa ao ponto central do delineamento (33,33% LIX-LAR-ESC) apresentou o maior rendimento de  $\text{CH}_4$  ( $435,4 \pm 13,2$  mL/g SV) e o melhor efeito sinérgico, avaliado por meio do Fator de Impacto de Codigestão (FIC), que faz uma relação entre o rendimento do PBM com o rendimento ponderado pelas proporções dos substratos a partir do resultado do rendimento das monodigestões, com  $\text{FIC} = 1,7 \pm 0,1$ . A monodigestão de LIX não gerou  $\text{CH}_4$  devido à recalcitrância da matéria orgânica constituinte, atribuída à baixa biodegradabilidade do material. A remoção de DQO solúvel alcançou 74,88% em misturas com 66,66% ESC, destacando a contribuição da matéria orgânica biodegradável da espuma. A partir dos resultados do PBM, a análise de desejabilidade recomendou uma mistura otimizada em rendimento de  $\text{CH}_4$  e remoção de DQO solúvel de 25,37% LIX; 36,37% LAR; 38,26% ESC. No RALF, a condição com TDH de 30 h e COV de 21,21 g DQO/L.d foi a mais otimizada, com produtividade de  $0,77 \pm 0,23$  L  $\text{CH}_4$ /L.d, teor médio de  $\text{CH}_4$  de 80,6% e remoção de 44,2% da DQO total. O RALF manteve-se estável nas funções bioquímicas durante todo o experimento, por meio da análise das relações  $\text{AI/AP} = 0,3\text{--}0,4$ ;  $\text{AV/AT} = 0,1\text{--}0,35$ , e da acumulação de ácidos orgânicos voláteis no perfil vertical do reator. No entanto, foram enfrentados desafios operacionais, como colmatagem e lavagem de biomassa, que reduziram a eficiência em função de parâmetros físicos, o que exigiu intervenções para otimizar a retenção de biomassa. Conclui-se que a codigestão anaeróbia é tecnicamente viável para integrar resíduos já disponíveis em aterros sanitários. Recomenda-se, para estudos futuros, a validação da mistura otimizada no PBM, análise metagenômica do consórcio microbiano e melhor avaliação a respeito do tipo de reator para operação do sistema.

**Palavras-chave:** PBM; Reator de leito fixo; Lixiviado; Lodo ativado residual; Espuma.

MARQUES, Leonardo Guimarães. **Potential for methane generation via anaerobic co-digestion of landfill leachate and sewage treatment effluents.** Advisor: Prof. Jackeline Tatiane Gotardo. 2025. 87 p. Dissertation (Master's Degree in Agricultural Engineering) – Western Paraná State University, Cascavel, 2025.

## ABSTRACT

The sustainable management of urban effluents, including activated sludge and scum from sanitary sewage treatment, as well as landfill leachate, is crucial for minimizing environmental impacts and harnessing energy resources. This study investigated the anaerobic co-digestion of these wastes, aiming to maximize methane (CH<sub>4</sub>) yield and minimize pollution potential. These co-substrates were selected based on a literature review, which suggested that a ternary mixture could yield satisfactory results. Furthermore, this choice is justified by the fact that these effluents are found in landfills, either as a source (leachate) or as a destination (residual activated sludge and scum), pointing to a logistical benefit in the availability of these materials. The research was structured in two phases: (1) Biochemical Methane Potential (BMP) tests with a simplex-centroid experimental design (12 mixtures), analyzing volumetric proportions of leachate (LEA), residual activated sludge (RAS), and scum (S), and (2) operation of an anaerobic fixed-bed reactor (AFBR) with upward flow, subjected to hydraulic detention times (HDT: 15–45 h) and volumetric organic loads (VOC: 11.58–43.04 g COD/L.d). In the BMP, the mixture relative to the center point of the design (33.33% LEA-RAS-S) presented the highest CH<sub>4</sub> yield (435.4 ± 13.2 mL/g VS) and the best synergistic effect, evaluated by the Co-digestion Impact Factor (CIF), which relates the PBM yield to the yield weighted by the proportions of the substrates based on the results of the mono-digestion yields, with CIF = 1.7 ± 0.1. LEA mono-digestion did not generate CH<sub>4</sub> due to the recalcitrance of the constituent organic matter, attributed to the low biodegradability of the material. Soluble COD removal reached 74.88% in mixtures with 66.66% ESC, highlighting the contribution of biodegradable organic matter from the scum. Based on the PBM results, the desirability analysis recommended an optimized mixture in terms of CH<sub>4</sub> yield and soluble chemical oxygen demand (COD) removal of 25.37% LEA, 36.37% RAS, and 38.26% S. In the AFBR, the condition with an HDT of 30 h and a VOC of 21.21 g COD/L.d was the most optimized, with a productivity of 0.77 ± 0.23 L CH<sub>4</sub>/L.d, an average CH<sub>4</sub> content of 80.6%, and a removal of 44.2% of the total COD. The AFBR remained stable in its biochemical functions throughout the experiment, as indicated by the IA/PA ratio of 0.3–0.4 and the VFA/TA ratio of 0.1–0.35, as well as the accumulation of volatile organic acids in the vertical profile of the reactor. However, operational challenges were encountered, such as biomass clogging and washing, which reduced efficiency due to physical parameters, requiring interventions to optimize biomass retention. It is concluded that anaerobic co-digestion is technically feasible for integrating waste already available in landfills. For future studies, we recommend validating the optimized mixture in the MBT, performing metagenomic analysis of the microbial consortium, and better evaluating the type of reactor for system operation.

**Keywords:** BMP; Fixed-bed reactor; Leachate; Residual activated sludge; Scum.

## SUMÁRIO

LISTA DE TABELAS.....	xii
LISTA DE FIGURAS.....	xiv
LISTA DE SÍMBOLOS E ABREVIATURAS.....	xv
1.INTRODUÇÃO.....	16
2.OBJETIVOS.....	18
2.1.Objetivo geral.....	18
2.2.Objetivos específicos.....	18
3.REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	19
3.1.Lixiviado de aterro sanitário.....	19
3.2.Lodo ativado residual.....	21
3.3.Escuma.....	22
3.4.Codigestão anaeróbia.....	23
3.4.1.Princípios da digestão anaeróbia.....	23
4.MATERIAL E MÉTODOS.....	31
4.1.Substratos: origem e caracterização físico-química.....	31
4.2.Ensaio de Potencial Bioquímico de Metano (PBM).....	32
4.2.2.Planejamento experimental.....	33
4.2.3.Aparato experimental.....	34
4.2.4.Efeitos sinérgicos.....	35
4.3.Experimento contínuo em reator anaeróbio de leito fixo (RALF).....	36
4.4.Produção de metano e eficiência do processo.....	39
5.RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	42
5.1.Resultados de caracterização físico-química dos cosubstratos.....	42
5.2.Resultados do ensaio de PBM.....	47
5.3.Resultados do ensaio contínuo no RALF.....	63
5.3.1.Estabilidade da digestão do experimento contínuo em RALF: alcalinidade e acidez.....	64
5.3.2.Eficiência em remoção de remoção de matéria orgânica do experimento contínuo em RALF.....	66
5.3.3.Qualidade do biogás no experimento contínuo em RALF: teor de metano (CH <sub>4</sub> ).....	69
5.3.4.Produtividade e rendimento de metano no experimento contínuo em RALF.....	71
6.CONCLUSÕES.....	80
7.CONSIDERAÇÕES FINAIS.....	82
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	83

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 Proporção volumétrica (%) dos substratos para cada condição experimental avaliada .....	33
Tabela 2 Condições operacionais teóricas do reator anaeróbio de leito fixo .....	37
Tabela 3 Frequência de realização de análises físico-químicas no experimento contínuo ...	39
Tabela 4 Caracterização físico-química das coletas de lixiviado realizadas .....	42
Tabela 5 Caracterização físico-química das coletas de lodo ativado residual realizadas e do inóculo utilizado na pesquisa .....	43
Tabela 6 Caracterização físico-química das coletas de espuma de UASB utilizado na pesquisa .....	44
Tabela 7 Caracterização de sólidos na amostra bruta e da fração retida na peneira das coletas de espuma .....	45
Tabela 8 Concentração de metais (mg. L <sup>-1</sup> ) dos substratos utilizados e valores máximos de lançamento segundo resolução CONAMA 430/2011 .....	46
Tabela 9 Concentração afluente, efluente e eficiência de remoção de matéria orgânica .....	47
Tabela 10 Análise de variância para remoção de DQOs.....	48
Tabela 11 Coeficientes do modelo estatístico para remoção de DQOs .....	48
Tabela 12 Resumo da ANOVA para modelo estatístico de remoção de DQOs.....	49
Tabela 13 Resíduos do modelo para remoção de DQOs por reator.....	49
Tabela 14 Alcalinidade e acidez volátil afluente e efluente no experimento de PBM.....	50
Tabela 15 Rendimento de CH <sub>4</sub> em função da concentração de matéria orgânica afluente ..	52
Tabela 16 Análise de variância para rendimento de CH <sub>4</sub> .....	54
Tabela 17 Coeficientes do modelo estatístico para rendimento de CH <sub>4</sub> .....	54
Tabela 18 Resumo ANOVA do modelo estatístico para rendimento de CH <sub>4</sub> .....	55
Tabela 19 Resíduos do modelo para rendimento de CH <sub>4</sub> .....	55
Tabela 20 Coeficientes do modelo de Gompertz modificado para rendimento de CH <sub>4</sub> .....	56
Tabela 21 Fator de Impacto de Codigestão por reator .....	60
Tabela 22 Teste comparativo de médias de remoção de DQOt das condições experimentais do experimento contínuo .....	66
Tabela 23 Médias de DQO afluente e efluente por condição experimental do experimento contínuo em RALF .....	67
Tabela 24 Análise de concentração de sólidos do excesso de biomassa retirado .....	69
Tabela 25 Massa total inoculada e do excesso de lodo retirado durante o experimento contínuo no RALF .....	69

Tabela 26 Teste comparativo de médias de teor de CH <sub>4</sub> das condições experimentais do experimento contínuo .....	70
Tabela 27 Rendimento de CH <sub>4</sub> médio em função da massa de sólidos totais afluyente.....	72
Tabela 28 Teste comparativo de médias de produtividade de CH <sub>4</sub> das condições experimentais do experimento contínuo.....	72
Tabela 29 Médias de rendimento de CH <sub>4</sub> por grama de DQO adicionada nas condições experimentais do experimento contínuo.....	74
Tabela 30 Teste comparativo de médias de rendimento de CH <sub>4</sub> por grama de DQO removida das condições experimentais do experimento contínuo .....	74

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 Quadro de revisão bibliográfica de codigestão anaeróbia em reatores em fluxo batelada.....	28
Figura 2 Quadro de métodos de análises físico-químicas para caracterização e eficiência do processo.....	32
Figura 3 Reator em batelada e esquema de aferição do biogás produzido.....	34
Figura 4 Meio suporte para crescimento microbiano MBBR – PZE 665.....	35
Figura 5 Esquema para montagem e operação de reator de leito fixo de bancada.....	38
Figura 6 Aspecto visual dos substratos utilizados no experimento.....	46
Figura 7 pH e relações AI/AP e AV/AT do experimento de PBM.....	51
Figura 9 Teor de CH <sub>4</sub> por reator durante o experimento de PBM.....	53
Figura 10 Ajuste dos pontos coletados à curva do modelo de Gompertz modificado por reator.....	58
Figura 11 Gráfico de normalização dos resíduos por reator.....	60
Figura 12 Análise de deseabilidade e otimização de mistura.....	62
Figura 13 Superfície resposta de mistura simplex-centroide para remoção de DQOs e rendimento de CH <sub>4</sub> .....	63
Figura 14 Gráfico BoxPlot da COV aplicada nas condições experimentais.....	64
Figura 15 Relações AI/AP e AV/AT durante experimento contínuo em RALF.....	65
Figura 16 Gráfico BoxPlot para remoção de DQO das condições experimentais do experimento contínuo.....	67
Figura 17 Gráfico BoxPlot para teor de metano das condições experimentais do experimento contínuo.....	70
Figura 18 Gráfico BoxPlot da produtividade de CH <sub>4</sub> nas condições experimentais do experimento contínuo.....	73
Figura 19 Gráfico BoxPlot do rendimento de CH <sub>4</sub> nas condições experimentais do experimento contínuo.....	75
Figura 20 Produtividade de CH <sub>4</sub> em comparação com relações de estabilidade do processo de digestão.....	77
Figura 21 Concentração de ácidos orgânicos voláteis nos pontos verticais do RALF por condição experimental.....	78

## LISTA DE SÍMBOLOS E ABREVIATURAS

<b>AGV</b>	Ácidos graxos voláteis
<b>AI/AP</b>	Relação entre alcalinidade intermediária e alcalinidade parcial
<b>AV/AT</b>	Relação entre acidez volátil total e alcalinidade total
<b>C/N</b>	Relação entre carbono e nitrogênio
<b>CH<sub>4</sub></b>	Metano
<b>CNTP</b>	Condições Normais de Temperatura e Pressão
<b>CO<sub>2</sub></b>	Dióxido de carbono
<b>COV</b>	Carga orgânica volumétrica
<b>DQO</b>	Demanda química de oxigênio
<b>ESC</b>	Escuma
<b>ETE</b>	Estações de tratamento de esgoto
<b>FOG</b>	Gorduras, óleos e graxas, do inglês <i>fat, oil and grease</i>
<b>LAR</b>	Lodo ativado residual
<b>LIX</b>	Lixiviado de aterro sanitário
<b>PBM</b>	Potencial bioquímico de metano
<b>RALF</b>	Reator anaeróbio de leito fixo
<b>RSU</b>	Resíduos sólidos urbanos
<b>S/I</b>	Relação entre substrato e inóculo
<b>SSV</b>	Sólidos suspensos voláteis
<b>ST</b>	Sólidos totais
<b>SV</b>	Sólidos voláteis totais
<b>TDH</b>	Tempo de detenção hidráulica
<b>UASB</b>	Reator anaeróbio de manta de lodo de fluxo ascendente, do inglês <i>Upflow Anaerobic Sludge Blanket</i> .

## 1. INTRODUÇÃO

A necessidade por estratégias que busquem a melhoria da abordagem nacional acerca dos resíduos e efluentes gerados pela população brasileira é de notável atenção. O Painel de Indicadores do Sistema Nacional de Informações sobre Saneamento – SNIS (2023) mostra que, em 2022, cerca de 60% do esgoto no território nacional foi coletado; dessa fração, 80,1% receberam algum tratamento. Além disso, as Estações de Tratamento de Esgoto (ETE) são os locais de destino dessas águas residuárias urbanas.

Sistemas biológicos, aeróbicos e anaeróbicos, amplamente utilizados nas ETE, no Brasil, resultam em produtos que podem ser reaproveitados em novos processos. A espuma de um reator anaeróbico (e.g., Reator de Manta de Lodo Anaeróbico de Fluxo Ascendente, sigla em inglês UASB) e o lodo ativado residual de sistemas de lodo ativado são exemplos que serão apresentados nesta pesquisa. O elevado volume de lodo gerado nas ETE é uma das maiores dificuldades operacionais, sendo uma das etapas que demanda maior custo e gestão eficiente (Xu *et al.*, 2020; Girault *et al.*, 2014). Essas são novas estratégias de gerenciamento desses recursos, as quais se efetivam como de grande importância para redução desses problemas.

O Panorama dos Resíduos Sólidos, no Brasil, de 2024, elaborado pela Associação Brasileira de Resíduos e Meio Ambiente (Abrema), com ano-base 2023, mostra que cada cidadão gerou 1,047 kg de Resíduos Sólidos Urbanos (RSU) por dia, somando cerca de 80 milhões de toneladas no ano em todo território. Desse total gerado, 93,4% foram coletados, todavia, apenas 58,5% da coleta teve uma disposição adequada, ou seja, destinada a um aterro, após esgotadas as possibilidades de reciclagem, reutilização e tratamento do RSU.

A operação de um aterro deve se atentar ao lixiviado que é percolado das células em que são dispostos os resíduos. O lixiviado apresenta alto potencial poluidor, com concentrações elevadas de matéria orgânica, contudo, com baixa degradabilidade, podendo causar grave problema ambiental se for mal manejado (Montusiewicz *et al.*, 2018). Tendo isso tudo em mente, deve-se destacar que o aterro sanitário, além de ser o destino de RSU, também é um frequente destino de lodo descartado de ETE, que possuem grande potencial de geração de metano por meio de processos biológicos.

A codigestão anaeróbia vem sendo amplamente estudada pela sinergia positiva que alguns substratos podem garantir para o melhor equilíbrio da metanogênese em comparação a um processo de monodigestão. A disponibilidade de matéria orgânica e a relação Carbono/Nitrogênio (C/N), pH e temperatura, são fatores que promovem a otimização da geração de metano durante o metabolismo das arqueias metanogênicas (Kunz *et al.*, 2022).

A possibilidade de geração de metano a partir de diferentes cossustratos, que podem ser encontrados em um mesmo local - no caso, o aterro sanitário, seja como destino ou fonte de origem -, foi o que motivou os objetivos desta pesquisa

Considerando a matriz energética brasileira, de acordo com o Sistema de Informações de Geração (SIGA) da Agência Nacional de Energia Elétrica (Aneel), em 2024, a geração de energia elétrica a partir de biomassa corresponde a 8,5% do total em termos de potência outorgada. Do total relacionado à biomassa como fonte de energia, o biogás representa menos de 2,0% da origem dos combustíveis para geração de eletricidade, um potencial subestimado.

Além disso, o biogás de processos biológicos, oriundos de aterros sanitários e tratamento de esgoto, pode ser purificado até ser constituído apenas por metano, chamado, então, de biometano e que pode receber diferentes destinos. Isso pode estar relacionado ao uso veicular, instalações residenciais, industriais e comerciais, como é estabelecido e regulamentado pela Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis (ANP) por meio da Resolução nº 886 de 2022.

Desse modo, esta pesquisa tem foco em mostrar a capacidade de geração de metano a partir de efluentes do tratamento de esgoto sanitário, com o intuito de apontar a uma promissora fonte de geração de energia sustentável por meio de um gerenciamento mais eficiente de lodos de ETE e do lixiviado de aterro sanitário, buscando alternativas ao uso de combustíveis fósseis, aliado à remoção de potencial poluidor de ambientes terrestres e aquáticos.

A Organização das Nações Unidas (ONU), junto ao Brasil, está comprometida com os Objetivos de Desenvolvimento Sustentável (ODS), agenda 2030 e suas respectivas metas, que abordam os principais desafios de desenvolvimento enfrentados; dentre elas, destacam-se as metas 6.3, 7.2, 11.6 e 12.4, relacionadas, respectivamente, à ODS de Água potável e saneamento, Energia limpa e acessível, Cidades e comunidades sustentáveis, além de Consumo e produção responsáveis, com as quais este trabalho pretende contribuir.

## **2. OBJETIVOS**

### **2.1. Objetivo geral**

Avaliar a codigestão anaeróbia de lixiviado de aterro sanitário, espuma de UASB e lodo ativado residual de ETE em relação ao potencial de geração de metano e diminuição de potencial poluidor por meio da remoção de matéria orgânica.

### **2.2. Objetivos específicos**

- Identificar o potencial bioquímico de metano em diferentes misturas entre lixiviado de aterro sanitário, espuma de UASB e lodo ativado residual, além de determinar estatisticamente a mistura otimizada em função do rendimento de metano e remoção de matéria orgânica por meio de ensaio de desejabilidade.
- Avaliar o fator de impacto de codigestão para identificar as misturas que apresentem efeitos sinérgicos entre os substratos.
- Avaliar a codigestão anaeróbia em reator de leito fixo de bancada, submetido a diferentes tempos de detenção hidráulica, em função da produtividade e rendimento de metano, qualidade do biogás em função do teor de metano na composição e remoção de matéria orgânica.

### 3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 3.1. Lixiviado de aterro sanitário

Lixiviado de aterro sanitário é um termo usado amplamente na ciência e se refere ao líquido escuro que se forma ao carrear sólidos solúveis, em suspensão e outros materiais que estão presentes no resíduo sólido. Devido a isso, apresenta um nível significativamente alto de compostos orgânicos e biologicamente adversos, que podem retornar ao ambiente (Abdel-Shafy *et al.*, 2023; Pazoki & Ghasemzadeh, 2020).

Qian *et al.* (2024) projetam que a produção mundial anual de resíduos sólidos urbanos (RSU) atingirá 2,2 bilhões de toneladas até 2025, sendo que a maioria dos países, principalmente desenvolvidos, destinam pelo menos metade dessa produção aos aterros sanitários, o que eleva a geração de lixiviado.

De acordo com o Panorama de Resíduos Sólidos no Brasil, em 2022, o brasileiro gerou 1,043 kg de resíduos por dia, o que anualmente somou cerca de 81,8 milhões de toneladas em todo território nacional. O documento ainda registra uma cobertura de coleta de RSU de 93%, com 75,1% dos municípios brasileiros com alguma iniciativa de coleta seletiva e 61% dos resíduos sendo destinados a um aterro sanitário.

O lixiviado de aterro sanitário é formado em duas etapas. O lixiviado primário é gerado no início do processo, após a disposição do resíduo sólido na célula do aterro, e é formado pela umidade inicial do próprio resíduo, sendo resultado da sua compactação. Durante a operação do aterro, combinado à ação ambiental, a umidade que acessa a célula do aterro e permeia os resíduos dispostos forma o lixiviado secundário (Pazoki & Ghasemzadeh, 2020).

O processo de degradação bioquímica dos compostos presentes no lixiviado acontece tanto em aerobiose como em anaerobiose. O primeiro transforma proteínas, carboidratos, lipídios e celulose, que estão em contato com o oxigênio presente nas camadas mais superficiais das células do aterro, em compostos orgânicos mais simples, como aminoácidos, dióxido de carbono (CO<sub>2</sub>), nitratos, sulfatos e ácidos graxos voláteis (Pazoki & Ghasemzadeh, 2020).

Na etapa anaeróbia, ocorre inicialmente fermentação ácida, acumulando ácidos voláteis, o que aumenta a pressão parcial de CO<sub>2</sub>, resultando na redução do pH, formação de íons inorgânicos e precipitação de metais pesados, como ferro e manganês (Pazoki & Ghasemzadeh, 2020). A geração de CO<sub>2</sub>, que ocupa o espaço vazio entre os materiais, antes

preenchidos por oxigênio, consumidos pela aerobiose, resulta também no acréscimo de temperatura (Abdel-Shafy *et al.*, 2023).

As bactérias facultativas reduzem o potencial de oxidação-redução, o que oportuniza o crescimento das arqueas metanogênicas, ocasionando a produção de metano; em contrapartida, diminui a concentração de ácidos voláteis, hidrogênio e CO<sub>2</sub>, o que leva, assim, ao aumento do pH (Pazoki & Ghasemzadeh, 2020).

A maior parte da matéria orgânica presente no lixiviado, parte compreendida como DQO, apresenta-se em compostos recalcitrantes, como os ácidos húmico e fúlvico (Abdel-Shafy *et al.*, 2023). Além disso, apresenta altas concentrações de íons amônio (NH<sub>4</sub><sup>+</sup>), sulfato (SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>), cloreto (Cl<sup>-</sup>), potássio (K<sup>+</sup>), sódio (Na<sup>+</sup>) e cálcio (Ca<sup>2+</sup>), e metais pesados em baixas concentrações, como crômio (Cr), níquel (Ni), cobre (Cu), cádmio (Cd) e chumbo (Pb) (Qian *et al.*, 2024).

Wijekoon *et al.* (2022) citam riscos ambientais causados pela má gestão do lixiviado na poluição do solo, águas superficiais e subterrâneas e para a vida humana. Níveis elevados de metais pesados, amônia e orgânicos voláteis são tóxicos ao ecossistema, com efeitos carcinogênicos, interação com material genético, toxicidade ao sistema gastrointestinal e nervoso, além de danos ao cérebro, rins e pulmões.

Abdel-Shafy *et al.* (2023) apresentam quatro possibilidades de tratamento do lixiviado, dentre eles, a transferência de lixiviado (destinado ao sistema de tratamento de esgoto para tratamento), tratamento biológico, tratamento físico-químico e tecnologia de membrana. Fatores, a exemplo de padrões de concentração efluente, vantagens e desvantagens, devem ser avaliados para selecionar a técnica de tratamento mais aplicável ao lixiviado (Wijekoon *et al.*, 2022).

O aumento substancial do índice de poluentes presentes no lixiviado, causado pelo aumento do uso de aterros sanitários, aponta um obstáculo. Diante disso, destacam-se as técnicas de tratamento integradas para gestão do lixiviado, que demonstram uma melhora nas remoções de amônia, matéria orgânica e outros contaminantes (Mohanty *et al.*, 2023; Wijekoon *et al.*, 2022).

Mohanty *et al.* (2023) citam que ainda são necessárias mais pesquisas em soluções de cobertura de aterros com melhor custo-benefício, visto o potencial de redução de produção de lixiviado. Colocam, ainda, a geração de biogás como uma alternativa de baixo custo e ambientalmente correta para o tratamento do lixiviado.

### 3.2. Lodo ativado residual

Amplamente utilizado no tratamento de águas residuárias municipais, o sistema de lodos ativados utiliza alta concentração de microrganismos em forma de flocos para atingir um efluente de alta qualidade em áreas reduzidas para implantação (Von Sperling, 2007; Nelson *et al.*, 2019).

Von Sperling (2007) e Nelson *et al.* (2019) também configuraram as etapas básicas do processo de lodos ativados em reatores biológicos com aeração, em que ocorrem as reações de consumo de matéria orgânica e aumento da biomassa floculenta e sedimentável, seguido de um sedimentador secundário, com recirculação do lodo ao tanque de aeração e remoção de excesso de lodo.

O tratamento aeróbio caracteriza-se pela necessidade de injeção de oxigênio no reator, bem como pelo uso de sopradores de ar; isso faz com que seja um tratamento com maiores custos em relação a outras tecnologias, com maior emprego de mecanização sofisticada e consumo de energia elétrica, sendo notável a mensuração e definição do potencial redutor de utilização dessa energia (Von Sperling, 2007; Calise *et al.*, 2020).

A mistura da biomassa em forma de flocos com a matéria orgânica particulada afluenta é chamada historicamente de lodo ativado (Nelson *et al.*, 2019). De acordo com Von Sperling (2007), os flocos da biomassa são formados por uma matriz gelatinosa que aglutina microrganismos, como bactérias e protozoários, aumentando o tamanho do floco e facilitando sua sedimentação. O lodo sedimentado, caso não exista sedimentador primário, é chamado de lodo ativado residual (Girault *et al.*, 2012).

A recirculação de parte do lodo ao tanque de aeração garante maior permanência de sólidos no processo, apresentando tempo de retenção de sólidos (TRS) elevado em relação ao baixo tempo de detenção hidráulica (TDH), o que elucida a eficiência do processo (Von Sperling, 2007; Nelson *et al.*, 2019). Contudo, o crescimento em excesso da biomassa pode atrapalhar a distribuição do oxigênio, sobrecarregar o sedimentador secundário e ocasionar a perda de biomassa no efluente. Para isso, é prevista a retirada do excesso de lodo, a fim de manter o balanço do processo (Von Sperling, 2007).

Um dos problemas mais persistentes nas estações de tratamento de águas residuárias municipais é o grande volume de lodo ativado residual produzido, sendo sua disposição adequada um importante tópico ambiental (Aromolaran *et al.*, 2023; Xu *et al.*, 2020). Segundo Von Sperling (2007), considerando um processo de lodo ativado convencional, com menores idades de lodo, que recebe esgoto doméstico com presença de sólidos suspensos, pode-se apresentar uma taxa de produção de lodo entre 0,75 e 0,95 kg de sólidos suspensos por kg

de Demanda Biológica de Oxigênio (DBO<sub>5</sub>). Girault *et al.* (2012) apontam a gestão de lodo como uma das etapas de maiores custos na operação das estações de tratamento de águas residuárias.

Von Sperling (2007) comenta que o desaguamento, espessamento e a digestão do lodo são algumas alternativas para lidar com esse resíduo. Girault *et al.* (2012), contudo, apontam que, mesmo que haja alguma forma de recuperação do digestato, é necessário haver aplicação de métodos para diminuir a produção de lodo ativado residual, diante dos custos relacionados à sua gestão.

A digestão anaeróbia representa uma alternativa de tratamento ao lodo ativado residual. Além de ser capaz de reciclar recursos e prevenir poluição, demanda menor energia de operação e é fonte de energia sustentável (Xu *et al.*, 2020). Em sistemas de lodo ativado convencional, caracterizados por lodo com idade entre 4 e 10 dias, o excesso de lodo, que é retirado do sistema, necessita passar por um processo de estabilização, pois a matéria orgânica presente ainda contém níveis elevados de biodegradabilidade (Von Sperling, 2007). Já em operações de lodo ativado com aeração estendida, o lodo tem uma idade entre 18 e 30 dias e a matéria orgânica presente no excesso de lodo retirado já se encontra mais estabilizada (Von Sperling, 2007).

### 3.3. Escuma

Escuma é um subproduto gerado nas estações de tratamento de águas residuárias, nos tanques de sedimentação primários e secundários. Ademais, também pode aparecer nas superfícies desses reatores, devido à flotação causada pela baixa densidade dos seus compostos, como gordura, óleos e graxas (em inglês, fat, oil and grease, por sigla, FOG), além de resíduos plásticos e metais (Di Bitonto *et al.*, 2020; Bora *et al.*, 2020; Abomohra *et al.*, 2020). O acúmulo da escuma, que possui densidade média, variando entre 0,76 e 0,95 g.ml<sup>-1</sup>, dificulta a sua operação dos reatores e reduz sua eficiência (Abomohra *et al.*, 2020; Bora *et al.*, 2020).

Chernicharo *et al.* (2015) apontam que, na operação de reatores UASB, um dos maiores problemas é a acumulação e remoção irregular da escuma, no separador trifásico, que bloqueia a passagem do biogás produzido, dificultando sua coleta e a recuperação de energia. A retirada da escuma é, então, realizada, sendo que o método usual de disposição é a incineração ou aterramento, entretanto, o destino a aterros eleva os possíveis impactos ambientais e os custos de operação do tratamento (Yusuf *et al.*, 2023; Abomohra *et al.*, 2020; Bora *et al.*, 2020).

Apesar de variadas características, os resíduos FOG são ácidos, com pH entre 4 e 5, apresentando também elevada relação de sólidos voláteis e totais (SV/ST > 90%), elevada DQO total, pela alta concentração de sólidos voláteis, e sólidos totais, compostos, em sua maioria, por lipídios (36 a 50%), compreendido por ácidos graxos livres insaturados e sabões de cálcio (Di Bitonto *et al.*, 2020; Salama *et al.*, 2019).

Considerando a heterogeneidade em suas características, assim como presença de materiais grosseiros que avançam pelo tratamento preliminar de águas residuárias, é necessária uma gestão efetiva e sustentável da espuma, pela separação física e remoção biológica, visto que esse resíduo apresenta riscos de contaminação ambiental e importância financeira (Yusuf *et al.*, 2023; Abomohra *et al.*, 2020; Chernicharo *et al.*, 2015).

Chernicharo *et al.* (2015) alertaram para a importância de pesquisas de caracterização e avaliação do potencial energético da espuma, assim como sua inclusão nas rotinas operacionais das estações de tratamento de águas residuárias. Yusuf *et al.* (2023) comentam que a presença de matéria orgânica de alta biodegradabilidade em resíduos FOG fomenta a recuperação de recursos com seu uso como substrato, criando fontes de energia sustentável e possibilitando a redução de custos de disposição de resíduos.

De acordo com Salama *et al.* (2019), apesar do pH dos resíduos FOG estar em faixa em que o metabolismo das metanogênicas é inibido, sua alta concentração de matéria orgânica o torna um substrato de interesse para codigestão anaeróbia, apontando para estudos que tiveram entre 109 e 197% de aumento na produção de metano com a adição desse efluente. Ainda segundo os autores, a monodigestão de resíduos FOG ainda pode gerar uma limitação para a metanogênese, devido ao acúmulo de ácidos graxos de cadeia longa durante a hidrólise, que interfere na parede celular dos microrganismos e afeta o transporte de massa.

### **3.4. Codigestão anaeróbia**

#### **3.4.1. Princípios da digestão anaeróbia**

Kunz *et al.* (2022) definem a digestão anaeróbia como o processo em que um consórcio de microrganismos em condições ambientais anaeróbias promove reações complexas de conversão de matéria orgânica em dióxido de carbono (CO<sub>2</sub>) e metano (CH<sub>4</sub>). Sidique & Wahid (2018) apontam que essa matéria orgânica é composta basicamente por carboidratos, lipídios e proteínas, formas mais complexas de carbono.

Khanal (2008) apresenta a digestão anaeróbia dividida em fermentação e respiração anaeróbia, que se diferenciam pela presença ou ausência de receptores de elétrons. Na respiração anaeróbia, há a presença de receptores, como  $\text{CO}_2$ , sulfato ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) e nitrato ( $\text{NO}_3$ ), que serão reduzidos, respectivamente, a  $\text{CH}_4$ , sulfeto de hidrogênio ( $\text{H}_2\text{S}$ ) e nitrogênio ( $\text{N}_2$ ).

Processos anaeróbios possuem mais que o dobro de capacidade de conversão de matéria orgânica pelos microrganismos, ou biomassa, que processos aeróbios, entre 0,75 e 1,50 kg DQO.  $\text{m}^{-3}$  SSV, que representa sua atividade biológica específica. Além disso, processos anaeróbios são conhecidos pela capacidade de tratamento de maiores volumes de água residuária em relação ao volume do reator, o que se caracteriza como uma tecnologia que permite aplicar elevadas cargas orgânicas volumétricas (COV) a reatores com menores dimensões (Khanal, 2008).

Chernicharo (2007) aponta que a maior parcela da matéria orgânica biodegradável, entre 70 e 90%, é convertida em biogás na digestão anaeróbia, enquanto 5 a 15% é utilizada pela biomassa para crescimento celular, e entre 10 e 30% deixam o sistema como matéria orgânica não degradada. Assim, a maior parcela do biogás produzido corresponde a  $\text{CH}_4$  e  $\text{CO}_2$  (Sidiqqe e Wahid, 2018).

A digestão anaeróbia é um processo que ocorre em quatro fases: hidrólise, acidogênese, acetogênese e metanogênese (Kunz *et al.*, 2022). A hidrólise consiste na etapa em que a matéria orgânica complexa é convertida a produtos mais simples e solúveis, como aminoácidos, açúcares e ácidos graxos de cadeia longa, e pode ser a fase limitante de todo o processo (Khanal, 2008).

A segunda fase, a acidogênese, corresponde à conversão dos produtos da hidrólise em ácidos graxos voláteis (AGV), como ácido propiônico, butírico, acético, álcoois, óxidos de nitrogênio,  $\text{CO}_2$  e  $\text{H}_2\text{S}$  por bactérias fermentativas (Chernicharo, 2007; Khanal, 2008; Kunz *et al.*, 2022). Kunz *et al.* (2022) ainda comentam que a pressão parcial de hidrogênio influencia diretamente a acidogênese, pois, quanto maior a pressão parcial, maior a quantidade de carbono presente nos produtos dessa etapa.

As bactérias acetogênicas serão responsáveis pela intermediação entre a acidogênese e metanogênese, pois utilizam os ácidos produzidos para oxidação a acetatos, hidrogênio e  $\text{CO}_2$ , que serão posteriormente consumidos pelas metanogênicas. Há, então, uma relação sintrófica entre esses grupos de microrganismos, pois o acúmulo de ácidos pode inibir a formação de metano pelas arqueas, o que é controlado pelo consumo desses ácidos para a formação de acetatos (Chernicharo, 2007; Khanal, 2008; Kunz *et al.*, 2022).

A metanogênese ocorre por duas vias, a saber, a acetoclástica e a hidrogenotrófica, em ambiente estritamente anaeróbio, gerando  $\text{CH}_4$  a partir de acetatos, via menos comum

entre os microrganismos, porém, que produz maior quantidade de metano, ou a partir do hidrogênio pela segunda via, que representa a maior variedade de bactérias em atuação (Chernicharo, 2007; Kunz *et al.*, 2022).

Parâmetros operacionais, como temperatura, pH, além de razão entre carbono, nitrogênio (C/N) e COV, são fatores que governam o volume de gás produzido durante digestão anaeróbia. O estudo de tais parâmetros somados a ensaios de potencial bioquímico de metano (PBM) são estratégias para otimização do processo (Sidiqqe e Wahid, 2018). Khanal (2008) acrescenta que a presença de compostos tóxicos, assim como o tipo de substrato utilizado e a relação ST/SV são fatores que também afetam a produção de biogás.

A temperatura é um parâmetro que afeta diretamente o metabolismo e crescimento celular, sendo possível dividir os microrganismos em três faixas de temperatura ótima de atuação, termofílica (60 °C), mesofílica (37 °C) e psicofílica (15 °C), de maneira que o aumento da temperatura favorece termodinamicamente a ação de bactérias metanogênicas acetoclásticas (Kunz *et al.*, 2022). Os autores ainda citam que a temperatura exerce papel na eliminação de patógenos e na solubilização de compostos tóxicos.

Conforme Chernicharo (2007), o pH ótimo para a metanogênese está entre 6,6 e 7,4, podendo alcançar uma estabilidade de processo em valores entre 6,0 e 8,0; entretanto, mudanças para além dessa faixa são mais sensíveis para as bactérias metanogênicas, em relação às acidogênicas. O acúmulo de AGV, produtos da acidogênese, quando o pH do substrato se encontra abaixo de 6,0, pode ocasionar a inibição da atuação das bactérias metanogênicas, sendo esse um fator limitante da digestão anaeróbia. Dessa forma, o monitoramento da relação entre alcalinidade intermediária e alcalinidade parcial torna-se uma estratégia essencial de controle de processo (Kunz *et al.*, 2022).

#### 3.4.2. Potenciais da codigestão anaeróbia

Com foco no aumento da produção de biogás e metano, o processo de codigestão anaeróbia utiliza uma mistura de dois ou mais substratos para garantir maior estabilidade em relação a uma digestão de substrato único (Sidiqqe e Wahid, 2018). Nguyen *et al.* (2021) apontam para o sucesso recente da utilização dessa técnica e seu potencial de geração de metano em estações de tratamento de águas residuárias, na digestão de lodo das estações, com um ou mais substratos de elevadas cargas orgânicas, como resíduos FOG.

De acordo com Sidiqqe e Wahid (2018), a escolha dos substratos conforme sua composição, assim como a operação do processo, são os principais fatores que influenciam a codigestão anaeróbia. Os autores também indicam o uso de ferramentas, a exemplo de

modelos matemáticos, para a produção de biogás como essenciais tanto para pesquisas em laboratórios quanto para operações em escala real.

O poder calorífico do biogás produzido é proporcional à sua concentração de CH<sub>4</sub>, portanto, a presença de contaminantes, como H<sub>2</sub>S, CO<sub>2</sub>, amônia (NH<sub>3</sub>) e vapor d'água, é responsável pela redução do valor econômico e dos benefícios da utilização do biogás, além de serem compostos corrosivos a tubulações de gás (H<sub>2</sub>S); assim, após combustão, liberam compostos que são tóxicos para a respiração animal e causadores de chuva ácida (óxidos de nitrogênio – NO<sub>x</sub>) (Kunz *et al.*, 2022; Nguyen *et al.*, 2021).

Nguyen *et al.* (2021) e Khanal (2008) destacam a importância da purificação do biogás em biometano, enfatizando seu potencial econômico. Esse gás pode ser aproveitado de diversas formas: diretamente nas próprias plantas de produção, na geração de energia elétrica e térmica, no uso doméstico, como gás de cozinha, combustível veicular e, mais recentemente, em aplicações promissoras com células a combustível. Segundo Khanal (2008), cabe ao governo promover investimentos e oferecer incentivos financeiros que viabilizem a inserção do biometano na matriz energética atual.

Dessa forma, além dos benefícios econômicos, a codigestão anaeróbia é apresentada como técnica de geração de energia renovável do biometano, garantidora de qualidade de vida e desenvolvimento econômico, redutora de gases de efeito estufa, guiada pela importância de atenuar os efeitos responsáveis por um cenário de insegurança energética e de poluição ambiental, os quais se efetivam como os maiores desafios desse século (Sidiqqe e Wahid, 2018; Nguyen *et al.*, 2021).

### 3.4.3. Codigestão anaeróbia de lixiviado, lodo ativado residual e espuma, em reatores de fluxo em batelada

Gao *et al.* (2021) investigaram o efeito da adição de lixiviado de aterro sanitário em codigestão ao lodo ativado residual em experimentos conduzidos em batelada, de maneira que demonstraram que houve melhora na produção de metano e remoção de SV quando houve adição de até 10% de lixiviado (proporção em SV). Além disso, os autores comentam a capacidade do lixiviado de melhorar a solubilidade dos flocos do lodo ativado residual, aumentando a eficiência da hidrólise e metanogênese.

Takeda *et al.* (2022) avaliaram o efeito da adição de glicerol (proveniente de produção de biodiesel a partir de óleo vegetal) ao lixiviado de aterro sanitário em codigestão anaeróbia. Apresentando uma condição operacional ótima com a adição de glicerol em 1,71% e relação

substrato/inóculo (S/I) de 0,37 g DQO. g SSV<sup>-1</sup>, demonstraram a capacidade de produção de biogás e de remoção de matéria orgânica utilizando esses substratos.

Aromolaran *et al.* (2022) tornaram evidente o aumento da produtividade de biogás em função da adição de espuma (com base em SV), proveniente de sedimentador primário de ETE, ao lixiviado de aterro sanitário em processo de codigestão anaeróbia. Os autores apontaram um aumento de 41,4% de produtividade de biogás em condição, contendo 40% de espuma, assim como também houve melhora na biodegradabilidade, causada pelo aumento da matéria orgânica presente, representada pela adição da espuma.

Berenjkar *et al.* (2019) puderam mostrar a redução da produção de biogás nas eficiências de remoção de matéria orgânica, acompanhando o aumento da proporção volumétrica de lixiviado em codigestão anaeróbia a uma mistura de lodo bruto e digerido (60:40), proveniente de sedimentadores primários e secundários. A maior remoção de DQO foi atingida em condição contendo 5,0% de lixiviado, não apresentando diferença significativa do controle; ademais, a maior produção de biogás foi alcançada com adição de 10% de lixiviado.

Tandukar e Pavlostathis (2022) utilizaram uma mistura de lodo de sedimentador primário e lodo ativado espessado (40:60 em relação a ST) como substrato para a codigestão anaeróbia com adição de resíduo FOG concentrado. A melhora na produção de metano e na remoção de DQO e SV do lodo foi alcançada com o aumento de resíduo FOG à codigestão, ao limite de 20% de adição, o que corresponde a uma concentração afluente de 5,8 g DQO. L<sup>-1</sup>.

Ohemeng-Ntiamoah e Datta (2021) analisaram a codigestão anaeróbia entre lodo ativado residual e resíduos FOG (gorduras, óleos e graxas) provenientes de restaurantes, combinados em diferentes proporções de sólidos voláteis (SV). A mistura apresentou uma concentração afluente de 20 g SV·L<sup>-1</sup> e foi operada com uma relação substrato/inóculo (S/I) de 0,2, com base nos SV. Os resultados mostraram um aumento significativo na produção de metano — 11,7 vezes maior — e uma melhora na remoção de SV de aproximadamente 60%, quando 75% do lodo foi substituído por resíduo FOG.

Aromolaran *et al.* (2023) estudaram os efeitos da adição de espuma de sedimentador primário de ETE e de fração orgânica de resíduos sólidos urbanos (FORSU), em termos de SV, ao lodo ativado espessado em codigestão anaeróbia. Os reatores foram inoculados com relação S/I igual a 0,5 (baseado em SV). Os autores destacam que todas as misturas apresentaram melhora na produção de metano e remoção de SV, atingindo máxima sinergia em mistura, a qual continha 20% de espuma, 50% de lodo ativado espessado e 30% de FORSU.

Ao testarem os efeitos da adição de resíduos FOG durante a codigestão anaeróbia de lodo de ETE (proveniente de sedimentador primário e secundário), Bai *et al.* (2023) demonstraram a capacidade de melhorar a produção de metano e remoção de SV. Os testes em batelada, com adição de 9 g. L<sup>-1</sup> de SV, tiveram como resultado uma relação de sinergia entre os substratos. Com o aumento da concentração de resíduos FOG, houve o aumento da biodegradabilidade da mistura, permitindo a melhor remoção de SV, e aumento de 3,8 vezes na produtividade de metano em relação à monodigestão do lodo.

A Figura 1 apresenta um quadro com resumo dos indicadores de desempenho acerca dos trabalhos citados, com a finalidade de comparação e verificação das respostas da atual pesquisa.

Autores	Substratos	Rendimento (mL CH <sub>4</sub> . g SV <sup>-1</sup> )	Proporção de CH <sub>4</sub> (%)
Gao <i>et al.</i> (2021)	Lodo ativado residual e lixiviado de aterro sanitário (razão 10:1)	110,00	-
Takeda <i>et al.</i> (2022)	Lixiviado de aterro sanitário (98,5%) e glicerol (1,5%)	244,59 (mL CH <sub>4</sub> . gDQO <sub>add</sub> <sup>-1</sup> )	78,3
Aromolaran <i>et al.</i> (2022)	Lixiviado de aterro sanitário (60%) e espuma de sedimentador (40%)	493,60	68
Berenjkar <i>et al.</i> (2019)	Lodo de sedimentador primário/secundário (90%) e lixiviado de aterro sanitário (10%)	1010	68
Tandukar & Pavlostathis (2022)	Mistura de lodos (primário e lodo ativado residual espessado) (27,3%) e resíduo FOG (72,7%)	244 (mL CH <sub>4</sub> . gDQO <sub>add</sub> <sup>-1</sup> )	63,3
Ohemeng-Ntiamoah & Datta (2021)	Resíduo FOG (75%) e lodo ativado residual (25%)	878,20	-
Aromolaran <i>et al.</i> (2023)	Escuma de sedimentador (40%), lodo ativado residual espessado (10%) e FORSU (50%)	408,40	58,8
Bai <i>et al.</i> (2023)	Lodo de sedimentador primário/secundário e resíduo FOG (15 a 20%)	383	70

Figura 1 Quadro de revisão bibliográfica de codigestão anaeróbia em reatores em fluxo batelada

### 3.5. Reatores anaeróbios de leito fixo

Também conhecido como filtro anaeróbio, essa tecnologia, datada do final da década de 60 do século XX, utiliza crescimento bacteriano aderido a um material estacionário de preenchimento, o que permite maior retenção de biomassa (tempo de retenção de sólidos geralmente acima de 20 dias) e garante maior concentração de microrganismos para a degradação da matéria orgânica afluenta ao reator (Chernicharo, 2007).

O crescimento bacteriano em forma de biofilme, na superfície dos meios suportes, previne a perda de biomassa por lavagem, permitindo maior retenção de sólidos e melhor separação sólido-líquido; além disso, garante a aplicação de maiores cargas orgânicas em menores tempos de detenção hidráulico para a digestão anaeróbia (Cayetano *et al.*, 2022). Os autores ainda citam vantagens como menor necessidade de área para implantação do reator, flexibilidade operacional e adaptabilidade a mudanças ambientais.

Um dos principais problemas dos reatores de leito fixo está na colmatação do leito por excesso de biomassa, causada geralmente por longos períodos de operação com altas cargas orgânicas, o que resulta na diminuição do volume útil do reator, formação de zonas mortas e consequente redução do tempo de detenção hidráulico (Escudié *et al.*, 2011).

Chernicharo (2007) comenta que a redução no tempo de partida do reator e melhor controle operacional do processo são importantes fatores para garantir a eficiência do sistema. Najafpour *et al.* (2006) demonstraram a capacidade de atingir COV superior a 20 g DQO. L<sup>-1</sup>. d<sup>-1</sup> em 26 dias de partida de reator anaeróbio de leito fixo, utilizando efluente de processamento de óleo de palma, ao aplicar tempo de detenção hidráulico constante de 1,5 dias e COV inicial de 2,63 g DQO. L<sup>-1</sup>. d<sup>-1</sup>; ademais, manteve-se a vazão também constante, elevando gradualmente a DQO afluenta.

De acordo com Escudié *et al.* (2011), durante o período de partida, o rendimento de metano é baixo devido à atividade de fixação da biomassa, sendo um parâmetro importante de avaliação de crescimento do biofilme em reatores de leito fixo, que atingem um rendimento de estabilização em um valor teórico próximo de 0,35 L CH<sub>4</sub>. g DQO<sup>-1</sup>.

Wang *et al.* (2023) realizaram digestão anaeróbia termofílica em reator de leito fixo utilizando lodo ativado residual espessado como inóculo durante a aclimação do reator, em concentração de 25 g SV. L<sup>-1</sup>. Após a partida, o reator alcançou estabilidade em remoção de DQO e SV entre 61,2 e 74,9%, e 70,2 e 81,9%, respectivamente. A máxima eficiência do processo foi obtida com COV de 20 g DQO. L<sup>-1</sup>. d e TDH de 6 dias, com rendimento de metano próximo a 0,45 L CH<sub>4</sub>. g DQO<sup>-1</sup>; a partir desse ponto, o aumento da produção de metano não

foi proporcional ao aumento de COV, de maneira que o excesso de carga provocou acidificação no reator.

Em codigestão anaeróbia de lixiviado de aterro industrial e glicerol, em reator anaeróbio de leito fixo, de Castro *et al.* (2021) demonstraram máximo rendimento no processo com COV de 7,1 g DQO. L<sup>-1</sup>. d<sup>-1</sup>, DQO afluente de 11,09 g. L<sup>-1</sup>, atingindo eficiência de remoção de DQO acima de 96% e relação AV/AT próxima a 0,34. Entretanto, o rendimento de metano reduziu 66,7%, quando a COV de 11,6 g DQO. L<sup>-1</sup>. d<sup>-1</sup> foi aplicada, atingindo o máximo rendimento de 0,18 L CH<sub>4</sub>. g DQO<sup>-1</sup>; com relação AV/AT acima de 0,30, foi verificado o desequilíbrio no processo.

Ahmad *et al.* (2023) atingiram elevada eficiência de degradação de matéria orgânica e produção de metano durante codigestão anaeróbia de resíduo de alimentos e resíduo sólido de abatedouro de aves em reator de leito fixo. Operando com COV de 23,5 g DQO. L<sup>-1</sup>. d<sup>-1</sup> e TDH de 60 h, o sistema apresentou 89% de eficiência em remoção de DQO e produtividade de metano de 7,8 L. L<sub>reator</sub><sup>-1</sup>. d<sup>-1</sup>. Além disso, os autores apontaram para a inibição da metanogênese em COV superior 23,5 g DQO. L<sup>-1</sup>. d<sup>-1</sup> devido ao acúmulo de ácidos voláteis e ácidos graxos de cadeia longa.

## 4. MATERIAL E MÉTODOS

A metodologia deste estudo está dividida em duas etapas. A primeira etapa consiste na realização de um ensaio de potencial bioquímico de metano (PBM) com a finalidade de testar diferentes misturas, variando as proporções volumétricas de lixiviado de aterro sanitário, lodo ativado residual e espuma de UASB, bem como definição da mistura otimizada em relação à eficiência em remoção de matéria orgânica e rendimento de  $\text{CH}_4$ .

A segunda etapa do experimento baseou-se na operação de um reator anaeróbio de leito fixo de bancada, utilizando, como substrato afluyente, a mistura com proporção otimizada encontrada na primeira etapa. Nessa fase, foram testadas diferentes cargas orgânicas volumétricas e tempos de detenção hidráulica, com o intuito de avaliar a melhor eficiência do sistema em relação à remoção de matéria orgânica, produção volumétrica, rendimento e composição de  $\text{CH}_4$ .

### 4.1. Substratos: origem e caracterização físico-química

O lixiviado foi coletado no aterro sanitário do município de Cascavel – PR, classificado como não perigoso e não inerte (classe II-A), conforme NBR 10004/2004 (ABNT, 2004). O aterro possui área de 23 hectares e recebe contribuição de  $0,82 \text{ kg. hab}^{-1} \cdot \text{d}^{-1}$  de resíduos sólidos urbanos (SNIS, 2021). O ponto de coleta do material foi em caixa de inspeção à jusante das células do aterro, com o auxílio de baldes para coleta e de galões para armazenamento e transporte.

O lodo ativado residual foi coletado de reator de lodo ativado sequencial de ETE do município de Corbélia – PR, após etapa de sedimentação. O sistema de tratamento compreende dois reatores em paralelo, com operação independente, com volume aproximado de  $650 \text{ m}^3$  cada (sendo aproximadamente  $150 \text{ m}^3$  de lodo) em operação padrão, com tempo de ciclo de 12 horas e lodo com idade de 12 dias. A espuma foi coletada da superfície de UASB de ETE do município de Cascavel - PR. Os substratos foram transportados para o Laboratório de Reatores Biológicos (LAREB) da Universidade Estadual do Oeste do Paraná (Unioeste) – Campus Cascavel, onde foram identificados, envasados em garrafas de menor volume e refrigerados para posterior utilização. Antes de ser envasado, o lodo ativado foi sedimentado em laboratório em recipientes de 15 L para retirar o excesso de líquido do material.

A fim de determinar suas propriedades físico-químicas, os substratos foram caracterizados em função dos parâmetros apresentados no quadro da Figura 2. As análises foram realizadas no Laboratório de Saneamento da Unioeste – Campus Cascavel.

Parâmetros	Unidade	Método de análise	Referências
Demanda química de oxigênio (DQO)	mg. L <sup>-1</sup>	Espectrofotométrico	APHA 5220-D (2017)
Sólidos totais (ST)	mg. L <sup>-1</sup>	Gravimétrico	APHA 2540-B (2017)
Sólidos fixos totais (SF), suspensos (SSF) e dissolvidos (SDF)	mg. L <sup>-1</sup>	Gravimétrico	APHA 2540-E (2017)
Sólidos voláteis totais (SV), suspensos (SSV) e dissolvidos (SDV)	mg. L <sup>-1</sup>	Gravimétrico	APHA 2540-E (2017)
Sólidos suspensos totais (SS)	mg. L <sup>-1</sup>	Gravimétrico	APHA 2540-D (2017)
Sólidos dissolvidos totais (SD)	mg. L <sup>-1</sup>	Gravimétrico	APHA 2540-C (2017)
pH	-	Potenciométrico	APHA 4500-H+ (2017)
Nitrogênio amoniacal (N-NH <sub>3</sub> )	mg. L <sup>-1</sup>	Titulométrico	APHA 4500-NH <sub>3</sub> C (2017)
Nitrogênio total Kjeldahl (NTK)	mg. L <sup>-1</sup>	Titulométrico	APHA 4500-N <sub>ORG</sub> C (2017)
Alcalinidade	mgCaCO <sub>3</sub> . L <sup>-1</sup>	Titulométrico	APHA 2320 (2017)
Ácidos Voláteis	mg. L <sup>-1</sup>	Titulométrico	DiLallo & Albertson (1961)
Metais	mg. L <sup>-1</sup>	Metais ácido-extraíveis	APHA 3030-H (2017)

Figura 2 Quadro de métodos de análises físico-químicas para caracterização e eficiência do processo

## 4.2. Ensaio de Potencial Bioquímico de Metano (PBM)

### 4.2.1. Inoculação dos reatores em batelada

O inóculo utilizado no experimento foi lodo de reator UASB de uma ETE. O material foi coletado e transportado ao LAREB, onde foi envasado e armazenado em temperatura ambiente. A caracterização do inóculo foi realizada em relação à série de sólidos, com base nos métodos descritos na Tabela 1. A inoculação foi realizada utilizando razão substrato-inóculo (S/I) igual a 0,5 em razão dos sólidos voláteis (SV), conforme VDI-4630 (2016).

O lodo foi pré-incubado por 3 dias, em faixa de temperatura mesofílica ( $37,0 \pm 2,0$  °C), a fim de reduzir a matéria orgânica solúvel e de fácil degradação, que ainda pudesse vir a formar biogás, de modo que a produção de metano pelo substrato não fosse superestimada por esse biogás residual (Angelidaki *et al.*, 2009; VDI-4630, 2016).

No momento da inoculação dos reatores em batelada, para execução do PBM, houve a diluição dos substratos de algumas condições experimentais a fim de evitar carga orgânica muito elevada. Os substratos dos reatores R3 (100% ESC), R6 (50% LAR; 50% ESC), R9 (16,67% LIX; 16,67% LAR; 66,67% ESC), e dos pontos centrais R10, R11 e R12 (33,33% LIX-

LAR-ESC), foram diluídos em quatro partes de volume, os quais tinham a espuma como grande parcela da mistura. Além disso, os reatores dos pontos centrais foram alimentados a partir de uma mesma mistura, dividida entre os três reatores. Já os reatores R5 (50% ESC) e R8 (16,67% LIX; 66,67% LAR; 16,67% ESC), tiveram o substrato diluído com água destilada em duas partes.

#### 4.2.2. Planejamento experimental

Para montagem do PBM, foi realizado delineamento experimental de mistura ternária simplex centroide, aumentado com três repetições para o ponto central, totalizando 12 ensaios (Montgomery, 2013) com diferentes proporções volumétricas entre lixiviado, lodo ativado e espuma, como apresentado na Tabela 1.

Tabela 1 Proporção volumétrica (%) dos substratos para cada condição experimental avaliada

Condição – Reator	Lixiviado	Lodo Ativado Residual	Escuma
1 – R1	100	0	0
2 – R2	0	100	0
3 – R3	0	0	100
4 – R4	50	50	0
5 – R5	50	0	50
6 – R6	0	50	50
7 – R7	66,67	16,67	16,67
8 – R8	16,67	66,67	16,67
9 – R9	16,67	16,67	66,67
10 – R10	33,33	33,33	33,33
11 – R11	33,33	33,33	33,33
12 – R12	33,33	33,33	33,33

Além das doze condições experimentais estabelecidas, foram preparados um reator contendo apenas o inóculo (Branco), para verificação de produção de biogás residual pelo lodo, e três reatores controle contendo 5,0 g de celulose microcristalina ( $SV = 4,80 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ ) para verificação da atividade biológica do lodo utilizado.

O modelo matemático que foi considerado para o planejamento de misturas, conforme Montgomery (2013), é o cúbico especial, descrito na Equação 1, e teve como variável resposta o rendimento de metano total normalizado ( $\text{mL} \cdot \text{g} \text{SV}_{\text{adicionado}}^{-1}$ ) e a remoção de DQO solúvel (DQOs).

$$Y = b_{\text{LIX}} \cdot \text{LIX} + b_{\text{LAR}} \cdot \text{LAR} + b_{\text{ESC}} \cdot \text{ESC} + b_{\text{LIXLAR}} \cdot \text{LIX} \cdot \text{LAR} + b_{\text{LIXESC}} \cdot \text{LIX} \cdot \text{ESC} + b_{\text{LARESC}} \cdot \text{LAR} \cdot \text{ESC} + b_{\text{LIXLARESC}} \cdot \text{LIX} \cdot \text{LAR} \cdot \text{ESC} \quad (1)$$

Em que:

b é o coeficiente do modelo para cada interação;

LIX, LAR e ESC foram as frações decimais de lixiviado, lodo ativado e espuma, respectivamente, compondo a mistura;

e a soma  $LIX + LAR + ESC = 1,0$ .

Foi utilizado software Statistica para validação dos modelos de resposta por Análise de Variância com 10% de nível de significância, além de confecção da superfície de resposta e desejabilidade com otimização das variáveis respostas. Outros resultados de interesse para avaliação do PBM foram analisados com auxílio do software Excel.

#### 4.2.3. Aparato experimental

O PBM foi conduzido em reatores em batelada, utilizando frascos de vidro de 1,0 L de volume, sendo 500,0 mL de *headspace* para o biogás produzido, 50,0 mL de volume preenchido por meio suporte para adesão de biomassa e 450,0 mL de volume útil (Figura 3). A produção de biogás foi verificada e liberada diariamente, com utilização de pressão para aferição da pressão diferencial do reator em relação ao ambiente, e de seringa (60,0 mL de volume), com agulha para realizar a coleta do biogás para aferição do volume produzido, conforme ilustrado na Figura 3.

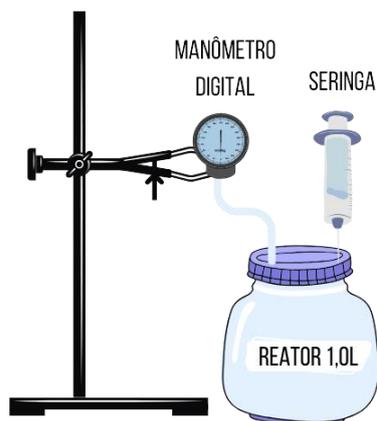


Figura 3 Reator em batelada e esquema de aferição do biogás produzido

O meio suporte escolhido para esse experimento foi a biomédia MBBR – PZE 665 (Enviromex®), fabricado em polietileno de alta densidade (PEAD), com densidade de 0,96 g/cm<sup>3</sup> e área superficial de 850 m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup>, representado na Figura 4.

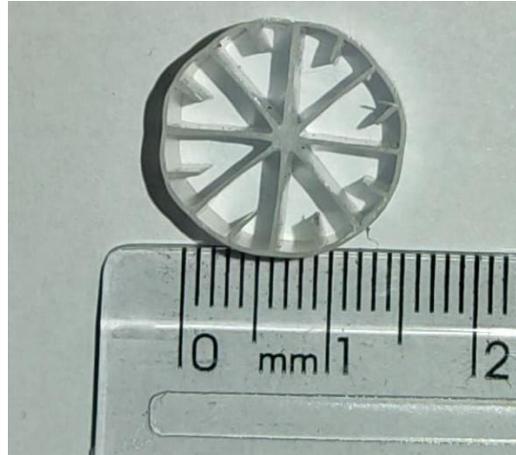


Figura 4 Meio suporte para crescimento microbiano MBBR – PZE 665

Os reatores foram mantidos em câmara de aquecimento em temperatura mesofílica, a  $37 \pm 2$  °C, durante todo o período de condução do experimento, e a agitação foi realizada manualmente, uma vez ao dia. O experimento foi montado no Laboratório de Saneamento, localizado na Universidade Estadual do Oeste do Paraná (Unioeste), Campus Cascavel – PR.

#### 4.2.4. Efeitos sinérgicos

A interação dos diversos componentes de cada cossustrato, durante a codigestão anaeróbia, pode provocar efeitos sinérgicos positivos, negativos ou apenas aditivos. Para o cálculo desse efeito, foi utilizada a Equação 4 e 5 para cada ensaio realizado (Aromoloran *et al.*, 2022; Kumari e Chandel, 2023).

$$RM_{calc} = RM_{LX} \cdot LIX + RM_{LA} \cdot LAR + RM_{ES} \cdot ESC \quad (4)$$

$$FIC = RM_{mistura} / RM_{calc} \quad (5)$$

Em que:

$RM_{CALC}$ : rendimento de metano teórico calculado para cada mistura (mL. g SV<sup>-1</sup>)

$RM_{LIX, LAR, ESC}$ : rendimento de metano das monodigestões obtidas no PBM (mL. g SV<sup>-1</sup>)

LIX, LAR, ESC: fração decimal de cada substrato na mistura (LIX + LAR + ESC = 1,0)

FIC: fator de impacto da codigestão

$RM_{MISTURA}$ : rendimento de metano de cada mistura encontrado no PBM (mL. g SV<sup>-1</sup>)

Para fator de impacto de codigestão acima de 1,1 assume-se que a codigestão anaeróbia apresentou sinergia positiva entre a interação dos substratos. Valores de FIC entre 1,1 e 0,9 indicam efeitos aditivos, ou sem sinergia, e valores abaixo de 0,9 demonstram efeitos sinérgicos negativos ou antagônicos (Kumari e Chandel, 2023).

### 4.3. Experimento contínuo em reator anaeróbio de leito fixo (RALF)

#### 4.3.1. Inoculação do RALF

O inóculo utilizado foi lodo anaeróbio coletado de reator UASB em escala real, proveniente do sistema de tratamento de esgoto sanitário. O RALF teve seu volume útil preenchido com uma mistura contendo 25% do substrato e 75% de inóculo, o que garantiu a aplicação de carga biológica de 0,19 kg DQO de substrato para cada kg SV do inóculo, carga de acordo com Chernicharo (2007), que indica a aplicação de carga entre 0,10 e 0,50 kg DQO de substrato para cada kg SV do inóculo.

O RALF foi preenchido com 10% de seu volume com peças de suporte para crescimento bacteriano modelo MBBR – PZE 665 (Enviromex®), conforme utilizado no experimento do PBM. Com o intuito de promover melhor adesão do inóculo ao meio suporte, as peças foram previamente preparadas sob imersão em solução de agar-agar de dois gramas por litro, por 24 horas; após esse período, o excesso da solução foi descartado. Em seguida, o meio suporte, inóculo e substrato foram adicionados ao RALF, de maneira que todo o aparato foi mantido em repouso, por 24 horas, em temperatura de operação para aclimatação do inóculo.

Após essa etapa, foi iniciada a operação contínua do reator a fim de elevar a COV ao valor da primeira condição experimental de forma gradual; para isso, foi utilizado TDH constante de 1,5 dias e vazão constante de 2,22 L. d<sup>-1</sup>. O afluente do reator foi diluído para que a DQO inicial aplicada fosse de, no máximo, 5,0 g. L<sup>-1</sup>, e a diluição foi reduzida gradualmente até que a COV de trabalho fosse alcançada. Foi realizada a recirculação do efluente do reator durante toda a subida de COV na taxa de 15% do volume de alimentação para alcançar rápido crescimento de biomassa (Ahmad *et al.*, 2023).

O critério para elevação de carga durante a partida do reator foi a remoção de matéria orgânica (mínimo de 60% de remoção em termos de DQO total), além do volume produzido e da concentração de metano no biogás indicar estabilização, com pouca variação diária.

#### 4.3.2. Condições experimentais

Para condução do experimento em reator contínuo, foi testada a COV, aplicada por meio do controle da vazão afluyente e, conseqüentemente, do TDH de operação. Foram estudadas quatro cargas diferentes, com mínimo de 20 dias de coleta de dados, conforme apresentado na Tabela 2.

Tabela 2 Condições operacionais teóricas do reator anaeróbio de leito fixo

Condição	TDH (d)	Vazão (L. d <sup>-1</sup> )	COV <sub>teórica</sub> (g DQO. L <sup>-1</sup> . d <sup>-1</sup> )	Dias acumulados de coleta de dados
C1	1,88	1,48	11,86	20
C2	1,88	1,48	11,82	20
C3	1,25	2,22	17,72	20
C4	0,63	4,44	35,45	20

O substrato utilizado na condição C1 foi a mistura otimizada em rendimento de metano encontrada no ensaio de PBM por meio de análise de desejabilidade (25,37% LIX; 36,37% LAR; 38,26% ESC), contudo o sistema de alimentação do reator indicou dificuldades de operação devido a elevada concentração de sólidos totais afluyente, o que causou uma seqüência de obstruções, dessa forma, as condições C2, C3 e C4 foram operadas com mistura correspondente ao reator R7 (66,66% LIX; 16,67% LAR; 16,67% ESC) do ensaio PBM, que promoveu melhor diluição do substrato.

#### 4.3.3. Aparato Experimental

O experimento foi conduzido em um reator anaeróbio de leito fixo e fluxo ascendente. Todo o aparato foi montado no Laboratório de Reatores Biológicos (LAREB), localizado na Unioeste, campus Cascavel – PR. O experimento foi conduzido com temperatura mesofílica de  $37,0 \pm 2,0$  °C, controle de temperatura por meio de termostato e aquecedor elétrico dentro da câmara onde foi posicionado o reator. A Figura 5 representa um modelo esquemático do sistema montado.

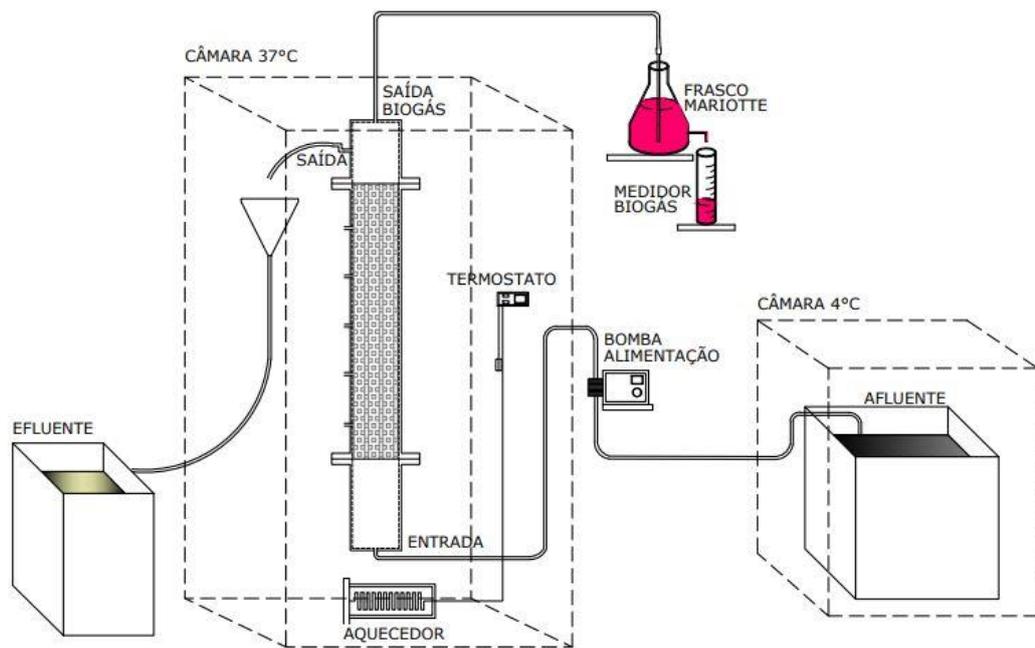


Figura 5 Esquema para montagem e operação de reator de leito fixo de bancada

O reator utilizado é feito de material acrílico, de formato cilíndrico com diâmetro interno de 8,12 cm. A câmara de distribuição afluente possui 16,33 cm de altura, não há meio suporte presente. A câmara de digestão, onde há meio suporte e biomassa, tem altura total de 43,18 cm, e possui 4 aberturas para coleta de amostras com cerca de 8 cm entre elas. A câmara de biogás tem altura de 16,61 cm. Em termos de volume total, são 3,94 L, sendo que 3,08 L é volume da câmara de digestão e 0,86 L corresponde à câmara de biogás. O volume útil do reator corresponde ao volume da câmara de digestão subtraindo o volume ocupado pelo meio suporte de 0,31 L (10% do volume da câmara de digestão), ou seja, 2,77 L de volume útil.

O substrato afluente ao reator foi mantido refrigerado em torno de 4 °C para evitar a ação de microrganismos no tanque de alimentação; ademais, foi alimentada por meio de bomba peristáltica com regulagem de vazão de acordo com a COV aplicada. Além disso, foi utilizada bomba afogada com capacidade de 180 L. h<sup>-1</sup> no tanque de alimentação para garantir a homogeneização do afluente, o que reduziu a sedimentação dos sólidos.

A saída de biogás acontece pela parte superior do headspace do reator; o biogás é direcionado a um frasco Mariotte com volume de dois litros preenchido com solução salina selante, contendo H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (30 mL. L<sup>-1</sup>) e NaOH (30 g. L<sup>-1</sup>). O volume de biogás produzido foi aferido diariamente por meio do volume de solução deslocado no frasco Mariotte, medido com auxílio de proveta graduada; a coleta de biogás para análise dos seus constituintes foi realizada diariamente por meio de seringa na mangueira, logo acima do headspace do reator.

#### 4.3.4. Métodos analíticos de controle de processo

Foram coletadas amostras diárias (dias úteis) do afluente e efluente do reator com a finalidade de acompanhar a codigestão anaeróbia por meio de análises físico-químicas, o que gerou dados que permitirão avaliar a eficiência da metanogênese, assim como parâmetros de estabilidade do processo. A frequência de realização das análises, em dias de coleta por semana, está descrita na Tabela 3.

Tabela 3 Frequência de realização de análises físico-químicas no experimento contínuo

Parâmetros monitorados	Frequência (dias/semana)
DQO	5
Série de sólidos	2
pH	5
AV/AT	5
AI/AP	5
Biogás - volume	5
Composição do biogás	5

A análise de AOV foi realizada ao final de cada condição experimental, em amostras de diferentes pontos verticais do reator, a fim de identificar as concentrações de ácidos durante o processo e como se comporta a degradação da matéria orgânica, assim, cada ponto coletado corresponde a uma fração do TDH em operação. Diante disso, pode-se obter um perfil vertical da concentração de ácido acético, fórmico, butírico e propiônico no reator.

Nesse contexto, foi utilizada a técnica de cromatografia líquida de alta eficiência para análise de AOV, com o auxílio de cromatógrafo Shimadzu® equipado com coluna Aminex® HP-87H (300 mm x 7,8 mm Bio-Rad), forno CTO-20A operando à temperatura de 64 °C, detector UV com arranjo de diodos SPD-20A em comprimento de onda de 208nm, controlador CBM-20A e bomba LC-20AT.

#### 4.4. Produção de metano e eficiência do processo

Para avaliar a composição de metano no biogás, nos ensaios do PBM, amostras de gás foram coletadas, em média, a cada 10 dias, as quais foram analisadas em cromatografia gasosa por meio de CG-2014 (Shimadzu Scientific Instruments, Columbia, MD, USA). Os resultados de cada amostragem foram utilizados como referência para uma média de sete dias anteriores e posteriores ao dia de realização da análise. Foi utilizado gás padrão contendo  $2 \pm 0,02\%$  de oxigênio,  $8 \pm 0,1\%$  de nitrogênio,  $55 \pm 1,0\%$  de metano e  $35 \pm 0,7\%$  de dióxido de carbono para relacionar as áreas de cada gás ao respectivo número de mols.

Além disso, foi utilizado argônio, como gás de arraste, a 25 mL. min<sup>-1</sup>, com aquecimento de coluna de 40 a 145 °C a uma taxa de 20 °C. min<sup>-1</sup>.

Durante a execução do experimento em reator contínuo, foram coletadas amostras diárias de biogás para avaliação da composição de metano no biogás. Para isso, foi utilizada cromatografia gasosa com auxílio de CG-2010 (Shimadzu Scientific Instruments, Columbia, MD, USA) equipado com detector de condutividade térmica. A coluna utilizada foi Carboxen® 1010 Plot (30 m e 0,53 mm), com temperatura de injeção de 220 °C e temperatura de detecção de 230 °C. O aquecimento da coluna foi efetivado a partir de 135 °C, seguindo uma taxa de 46 °C. min<sup>-1</sup>; o processo de calibração foi o mesmo descrito para o CG-2014.

O volume produzido de biogás foi corrigido para as condições normais de temperatura e pressão (CNTP), ou seja, temperatura de 273 K e pressão de 1013 hPa. Para isso, foi utilizada a Equação 6 (VDI-4630, 2016).

$$V_0 = V \cdot \frac{(p-p_w) \cdot T_0}{p_0 \cdot T} \quad (6)$$

Em que:

$V_0$ : Volume de biogás normalizado (mL)

$V$ : Volume de biogás aferido (mL)

$p$ : pressão do gás no momento da aferição (hPa)

$p_w$ : pressão de vapor d'água em relação a temperatura ambiente na aferição (hPa)

$T_0$ : temperatura normal = 273 K

$p_0$ : pressão normal = 1013 hPa

$T$ : temperatura ambiente na aferição (K)

O desempenho da codigestão anaeróbia no PBM foi analisado pelo rendimento de metano em função dos SV adicionados (mL CH<sub>4</sub>. g SV<sup>-1</sup>) e pela eficiência remoção de DQO solúvel. No experimento contínuo, foi avaliado o rendimento de metano em função da DQO adicionada (L CH<sub>4</sub>. g DQO<sub>add</sub><sup>-1</sup>) e DQO removida (L CH<sub>4</sub>. g DQO<sub>rem</sub><sup>-1</sup>), a vazão diária de metano (L CH<sub>4</sub>/ d) e produtividade de metano (L CH<sub>4</sub>. L<sub>reator</sub><sup>-1</sup>. d<sup>-1</sup>), assim como a remoção de matéria orgânica, na forma de DQO e sólidos. Para cálculo da eficiência de remoção, foi utilizada a Equação 7.

$$E = \left( \frac{S_0 - S}{S_0} \right) \times 100 \quad (7)$$

Em que:

E: eficiência de remoção do parâmetro (%)

S<sub>0</sub>: concentração afluente do parâmetro (mg. L<sup>-1</sup>)

S: concentração efluente do parâmetro (mg. L<sup>-1</sup>)

Além disso, para analisar a produção acumulada de metano com base na duração do PBM e identificar etapas limitantes que os substratos podem sofrer durante a digestão anaeróbia (Filer *et al.*, 2019), foi utilizado modelo de Gompertz modificado (Equação 8), assim como realizado por Takeda *et al.* (2022) e Gu *et al.* (2020), para ensaios de PBM com efluentes urbanos. Os resultados foram obtidos com auxílio do software Statistica, com verificação dos efeitos ao nível de 95% de significância.

$$B(t) = B_0 \cdot \exp \left\{ -\exp \left[ \left( \frac{k}{B_0} \right) \cdot (\lambda - t) \cdot e + 1 \right] \right\} \quad (8)$$

Em que:

B(t): rendimento acumulado de metano (mL CH<sub>4</sub>. g SV<sup>-1</sup>)

B<sub>0</sub>: rendimento de metano (mL CH<sub>4</sub>. g SV<sup>-1</sup>)

k: taxa de rendimento de metano (mL CH<sub>4</sub>. g SV<sup>-1</sup>. h<sup>-1</sup>)

λ: fase de latência (horas)

t: tempo (horas)

e: constante de Euler

Para análise dos resultados obtidos no experimente contínuo no RALF, foi realizada análise de variância (ANOVA) para verificação de diferença significativa entre as médias de cada condição e teste comparativo de médias (Teste de Tukey), a fim de identificar quais médias são iguais entre si, com intervalo de confiança de 95%. Para utilização da ANOVA, os dados obtidos devem atender às suas suposições, à homogeneidade das variâncias (homoscedasticidade) e à normalidade dos resíduos, verificadas pelo teste de Levene e de Shapiro-Wilk, respectivamente. No entanto, caso essas suposições não sejam atendidas, foram realizadas análises estatísticas não paramétricas, como o teste de Kruskal-Wallis para testar se as médias são iguais, seguido de teste de Dunn para identificar as médias iguais entre si (Montgomery, 2013). Tais testes foram realizados no software R®.

## 5. RESULTADOS E DISCUSSÕES

### 5.1. Resultados de caracterização físico-química dos cosubstratos

É possível conhecer as características físico-químicas dos efluentes coletados utilizados como cosubstratos nos ensaios realizados neste estudo ao analisarmos as Tabelas 4, 5 e 6. O LIX1, LAR1 e ESC1 foram coletados em setembro de 2023 e utilizados como cosubstratos no ensaio de PBM, na inoculação e aclimatação do RALF na segunda etapa da pesquisa. As demais coletas foram realizadas no ano de 2024: LIX2, em fevereiro, LIX3, em julho, LIX4, em agosto, LIX5, em outubro, LAR2 e ESC2, em junho, e LAR3 e ESC3, em agosto; esses efluentes foram utilizados na operação do RALF. O inóculo, lodo anaeróbio proveniente de ETE, foi o mesmo considerado em ambas as etapas.

Tabela 4 Caracterização físico-química das coletas de lixiviado realizadas

Parâmetros	LIX1	LIX2	LIX3	LIX4	LIX5
DQO <sub>T</sub> (g. L <sup>-1</sup> )	1,70 ± 0,09	0,91 ± 0,03	1,67 ± 0,22	2,73 ± 0,04	2,77 ± 0,05
DQO <sub>S</sub> (g. L <sup>-1</sup> )	1,06 ± 0,01	0,87 ± 0,03	1,32 ± 0,01	1,61 ± 0,01	1,41 ± 0,01
ST (g. L <sup>-1</sup> )	3,56 ± 0,06	3,43 ± 0,00	4,42 ± 0,07	6,20 ± 0,11	5,61 ± 0,04
SV (g. L <sup>-1</sup> )	1,04 ± 0,02	0,95 ± 0,03	1,24 ± 0,05	1,96 ± 0,00	1,89 ± 0,38
SF (g. L <sup>-1</sup> )	2,52 ± 0,04	2,47 ± 0,04	3,19 ± 0,02	4,24 ± 0,11	3,72 ± 0,42
SS (g. L <sup>-1</sup> )	0,06 ± 0,03	0,17 ± 0,07	0,26 ± 0,09	1,18 ± 0,08	1,18 ± 0,08
SSF (g. L <sup>-1</sup> )	0,04 ± 0,04	0,11 ± 0,05	0,10 ± 0,00	0,32 ± 0,00	0,32 ± 0,00
SSV (g. L <sup>-1</sup> )	0,02 ± 0,01	0,06 ± 0,02	0,16 ± 0,09	0,86 ± 0,08	0,86 ± 0,08
SD (g. L <sup>-1</sup> )	3,50 ± 0,03	3,25 ± 0,07	4,16 ± 0,16	5,02 ± 0,03	4,43 ± 0,04
SDF (g. L <sup>-1</sup> )	2,48 ± 0,00	2,36 ± 0,09	3,09 ± 0,02	3,92 ± 0,11	3,40 ± 0,42
SDV (g. L <sup>-1</sup> )	1,02 ± 0,03	0,89 ± 0,02	1,07 ± 0,14	1,10 ± 0,08	1,03 ± 0,46
pH	8,21 ± 0,05	7,99 ± 0,07	8,53 ± 0,02	8,29 ± 0,38	8,23 ± 0,45
AT (mg. L <sup>-1</sup> )	2.650,0 ± 50,0	3.133,5 ± 33,2	4.150,0 ± 70,7	4.825,0 ± 318,2	3.718,8 ± 362,4
AP (mg. L <sup>-1</sup> )	2.300,0 ± 0,0	2.826,0 ± 22,6	3.950,0 ± 70,7	4.475,0 ± 247,5	3.462,5 ± 300,5
Al (mg. L <sup>-1</sup> )	350,0 ± 50,0	307,5 ± 10,6	200,0 ± 0,0	350,0 ± 70,7	256,3 ± 61,9
AV (mg. L <sup>-1</sup> )	220,0 ± 0,0	120,0 ± 0,0	215,0 ± 7,1	250,0 ± 0,0	185,0 ± 21,2
N-NH <sub>3</sub> (mg. L <sup>-1</sup> )	537,0 ± 1,4	676,8 ± 9,9	939,4 ± 0,4	1.073,2 ± 18,6	758,2 ± 4,0
NTK (mg. L <sup>-1</sup> )	620,2 ± 25,2	754,6 ± 85,1	978,6 ± 9,9	1.176,0 ± 7,9	861,0 ± 13,9
C/N	1,9	1,4	1,3	1,8	2,5

LIX1: set/2023; LIX2: fev/2024; LIX3: jul/2024; LIX4: ago/2024; LIX5: out/2024.

O lixiviado de aterro sanitário (LIX) foi o cosubstrato que apresentou maior pH, acompanhado da maior alcalinidade total, parcial e intermediária. Em relação à matéria orgânica, o lixiviado apresentou a menor concentração comparado aos demais cosubstratos, seja em termos de DQO ou em relação à parcela orgânica dos sólidos totais (SV), visto que

cerca de 70% dos sólidos presentes correspondem à fração fixa. Além disso, a matéria orgânica é encontrada em maior concentração na fração dissolvida ou solúvel, visto que menos de 6,0% dos sólidos totais do LIX1, LIX2 e LIX3 correspondiam aos sólidos em suspensão, valor que sobe para cerca de 20,0% nas amostras LIX4 e LIX5.

O lixiviado utilizado nesta pesquisa teve características físico-químicas semelhantes ao lixiviado utilizado por Takeda *et al.* (2022), cujo pH era 8,1, alcalinidade total próxima a 3.400,0 mg. L<sup>-1</sup>, DQO total de 1,4 g. L<sup>-1</sup> e 1,1 g. L<sup>-1</sup> de concentração de sólidos voláteis. Contudo, como o lixiviado apresenta diferenças nas suas características, com base em fatores climáticos e de composição do RSU, é possível notar essa diferença ao comparar o lixiviado de aterro sanitário desta pesquisa com o utilizado por Gao *et al.* (2021), com aproximadamente 6,9 g. L<sup>-1</sup> de DQO total, pH de 7,6 e concentração de sólidos voláteis cerca de 5,7 g. L<sup>-1</sup>.

Tabela 5 Caracterização físico-química das coletas de lodo ativado residual realizadas e do inóculo utilizado na pesquisa

Parâmetros	LAR1	LAR2	LAR3	Inóculo
DQO <sub>T</sub> (g. L <sup>-1</sup> )	9,54 ± 0,24	16,84 ± 0,97	26,05 ± 0,09	-
DQO <sub>s</sub> (g. L <sup>-1</sup> )	1,14 ± 0,01	1,98 ± 0,02	1,32 ± 0,54	-
ST (g. L <sup>-1</sup> )	7,79 ± 0,21	12,67 ± 0,08	23,83 ± 0,20	33,01 ± 6,57
SV (g. L <sup>-1</sup> )	5,61 ± 0,16	9,75 ± 0,08	17,93 ± 0,13	23,05 ± 4,48
SF (g. L <sup>-1</sup> )	2,18 ± 0,05	2,92 ± 0,00	5,90 ± 0,07	9,96 ± 2,09
SS (g. L <sup>-1</sup> )	5,77 ± 0,14	11,98 ± 0,08	23,00 ± 0,02	16,91 ± 2,28
SSF (g. L <sup>-1</sup> )	1,55 ± 0,03	2,48 ± 0,02	5,50 ± 0,18	5,23 ± 0,66
SSV (g. L <sup>-1</sup> )	4,22 ± 0,11	9,51 ± 0,11	17,50 ± 0,20	11,68 ± 1,61
SD (g. L <sup>-1</sup> )	2,02 ± 0,35	0,68 ± 0,00	0,83 ± 0,22	16,10 ± 4,30
SDF (g. L <sup>-1</sup> )	0,63 ± 0,08	0,44 ± 0,02	0,40 ± 0,11	4,73 ± 1,43
SDV (g. L <sup>-1</sup> )	1,39 ± 0,27	0,24 ± 0,02	0,43 ± 0,34	11,37 ± 2,87
pH	7,12 ± 0,14	7,47 ± 0,03	7,30 ± 0,00	-
AT (mg. L <sup>-1</sup> )	107,0 ± 0,0	448,2 ± 1,8	340,3 ± 19,3	-
AP (mg. L <sup>-1</sup> )	96,5 ± 0,5	332,4 ± 5,0	289,2 ± 19,0	-
AI (mg. L <sup>-1</sup> )	10,5 ± 0,5	115,8 ± 3,3	51,0 ± 0,3	-
AV (mg. L <sup>-1</sup> )	6,0 ± 4,0	186,3 ± 1,8	168,3 ± 5,6	-
N-NH <sub>3</sub> (mg. L <sup>-1</sup> )	44,0 ± 2,0	213,9 ± 12,7	315,8 ± 3,2	-
NTK (mg. L <sup>-1</sup> )	123,9 ± 3,5	406,0 ± 11,9	414,4 ± 23,8	-
C/N	127,5	45,8	56,9	-

LAR1: set/2023; LAR2: jun/2024; LAR3: ago/2024.

A espuma (ESC) de UASB apresentou a maior concentração de matéria orgânica, expressa em DQO total ou sólidos voláteis totais, seja na parcela suspensa ou dissolvida. Além disso, a espuma apresentou maior acidez volátil e pH mais baixo que os demais substratos. Os resultados, encontrados por Aromolaran *et al.* (2023), a partir de amostra de

escuma de sedimentador de tratamento de águas residuárias, divergem dos apresentados nas tabelas anteriores, com valor de DQO total de aproximadamente 29,0 g. L<sup>-1</sup> e maior acidez, com pH próximo a 4,80 e acidez volátil cerca de 11.800,0 mg. L<sup>-1</sup>.

Um fator importante a se destacar foi a presença de material grosseiro e inerte na escuma, como plásticos, borrachas e fios de cabelo, que dificultaram a homogeneização do resíduo e foram retirados de forma manual antes da incubação dos reatores. Além disso, durante a operação do RALF, na segunda etapa da pesquisa, foi verificada muita dificuldade de funcionamento do sistema de alimentação por bomba peristáltica, causando obstruções contínuas e persistentes nas mangueiras e na própria bomba.

Tabela 6 Caracterização físico-química das coletas de escuma de UASB utilizado na pesquisa

Parâmetros	ESC1	ESC2	ESC3
DQO <sub>T</sub> (g. L <sup>-1</sup> )	43,7 ± 5,7	41,2 ± 4,7	95,8 ± 10,5
DQO <sub>s</sub> (g. L <sup>-1</sup> )	5,8 ± 0,2	7,1 ± 0,2	8,4 ± 1,4
ST (g. L <sup>-1</sup> )	61,0 ± 7,3	120,9 ± 2,0	56,7 ± 0,4
SV (g. L <sup>-1</sup> )	49,0 ± 4,4	79,5 ± 1,2	43,3 ± 0,3
SF (g. L <sup>-1</sup> )	12,0 ± 2,9	41,4 ± 0,8	13,4 ± 0,2
SS (g. L <sup>-1</sup> )	51,6 ± 0,5	108,5 ± 4,5	53,5 ± 0,6
SSF (g. L <sup>-1</sup> )	9,6 ± 2,2	41,5 ± 3,1	13,2 ± 0,5
SSV (g. L <sup>-1</sup> )	42,0 ± 1,8	67,0 ± 1,5	40,3 ± 0,1
SD (g. L <sup>-1</sup> )	9,4 ± 6,9	12,3 ± 6,5	3,2 ± 0,2
SDF (g. L <sup>-1</sup> )	2,4 ± 0,7	2,7 ± 0,2	0,3 ± 0,2
SDV (g. L <sup>-1</sup> )	7,0 ± 6,2	12,5 ± 2,7	3,0 ± 0,2
pH	6,8 ± 0,0	8,0 ± 0,1	7,2 ± 0,0
AT (mg. L <sup>-1</sup> )	675,0 ± 1,0	856,0 ± 52,2	702,6 ± 24,2
AP (mg. L <sup>-1</sup> )	414,0 ± 1,0	570,4 ± 14,2	351,9 ± 15,6
AI (mg. L <sup>-1</sup> )	261,0 ± 0,0	285,6 ± 38,1	350,7 ± 39,7
AV (mg. L <sup>-1</sup> )	290,0 ± 50,0	450,4 ± 7,2	615,2 ± 3,2
N-NH <sub>3</sub> (mg. L <sup>-1</sup> )	504,8 ± 18,8	484,4 ± 11,9	459,2 ± 7,9
NTK (mg. L <sup>-1</sup> )	901,6 ± 19,6	1.708,0 ± 245,5	1.330,0 ± 669,2
C/N	98,0	164,2	94,3

ESC1: set/2023; ESC2: jun/2024; ESC3: ago/2024.

Desse modo, adotou-se a estratégia de peneiramento da escuma com o intuito de reduzir o tamanho das partículas sólidas e dissolver grãos de gordura solidificados. Assim, a caracterização físico-química completa da ESC2 e ESC3 foi realizada após o peneiramento, apresentado na Tabela 6 anterior, e as diferenças de concentração de sólidos na escuma, após peneiramento, comparando os sólidos na escuma bruta e na fração retida na peneira, estão apresentados na Tabela 7.

Tabela 7 Caracterização de sólidos na amostra bruta e da fração retida na peneira das coletas de espuma

Parâmetros	ESC2 bruta	ESC2 retida*	ESC3 bruta	ESC3 retida*
ST (g. L <sup>-1</sup> )	125,9 ± 11,0	177,4 ± 5,7	87,5 ± 2,4	211,1 ± 14,5
SV (g. L <sup>-1</sup> )	88,5 ± 8,8	140,0 ± 3,8	71,2 ± 2,4	180,3 ± 13,2
SF (g. L <sup>-1</sup> )	37,3 ± 2,2	37,4 ± 1,9	16,4 ± 0,1	30,8 ± 1,2
SS (g. L <sup>-1</sup> )	112,8 ± 0,9	-	68,3 ± 3,5	-
SSF (g. L <sup>-1</sup> )	39,0 ± 0,5	-	14,2 ± 0,5	-
SSV (g. L <sup>-1</sup> )	73,8 ± 1,4	-	54,1 ± 3,0	-
SD (g. L <sup>-1</sup> )	13,0 ± 11,9	-	19,2 ± 1,1	-
SDF (g. L <sup>-1</sup> )	1,7 ± 1,7	-	2,1 ± 0,5	-
SDV (g. L <sup>-1</sup> )	14,8 ± 10,2	-	17,0 ± 0,7	-

\*Valores de concentração de sólidos apresentados em g/g.  
ESC1: set/2023; ESC2: jun/2024; ESC3: ago/2024.

Entre os cossustratos, o LIX teve a maior concentração de nitrogênio em forma amoniacal, seguido pela ESC, que teve a maior concentração de nitrogênio total, sendo que cerca de 60,0% desse total era composto por nitrogênio em fração orgânica. O menor valor de N-NH<sub>3</sub> no LAR reflete a origem desse substrato, proveniente de tratamento de esgoto sanitário em reator com aeração para oxidação da amônia presente.

A concentração de média de N-NH<sub>3</sub> (191,3 ± 137,3 mg. L<sup>-1</sup>) das coletas de LAR teve grande variação, contudo, foi menor que os valores apresentados por Gao *et al.* (2021), 589 ± 30 mg. L<sup>-1</sup>, o que também ocorreu com as concentrações médias de sólidos totais e voláteis totais de 14,8 ± 8,2 g. L<sup>-1</sup> e 11,1 ± 6,3 g. L<sup>-1</sup>, contra os 48,6 ± 3,9 g. L<sup>-1</sup> e 31,2 ± 3,3 g. L<sup>-1</sup> apresentados pelos autores, respectivamente. Por outro lado, houve proximidade nos valores médios de DQO total e solúvel, enquanto as coletas deste estudo tiveram concentração média de 17,5 ± 8,2 g. L<sup>-1</sup> e 1,5 ± 0,4 g. L<sup>-1</sup>, Gao *et al.* (2021) apresentaram valores de 19,6 ± 0,5 g. L<sup>-1</sup> e 1,3 ± 0,07 g. L<sup>-1</sup> e Ohemeng-Ntiamoah e Datta (2021) apresentaram LAR com DQO total de 18,5 ± 0,4 g. L<sup>-1</sup>.

Em relação à presença de metais, exposta na Tabela 8, em forma de média das coletas ± desvio padrão (resultados sem desvio padrão indicam que houve apenas um valor detectado), o lixiviado mostrou as maiores concentrações de cádmio (Cd), potássio (K), manganês (Mn), sódio (Na) e níquel (Ni). O lodo ativado residual (LAR) apresentou maior concentração de alumínio (Al) e cobre (Cu), enquanto foram detectáveis maiores concentrações de cálcio (Ca), crômio (Cr), ferro (Fe), magnésio (Mg), níquel (Ni) e zinco (Zn). Na Tabela 8, ainda são apresentados os valores máximos de lançamento de acordo com a resolução 430 de 2011 do Conselho Nacional do Meio Ambiente (CONAMA). Pode-se verificar que o tratamento desses efluentes é necessário também para a remoção de metais, com

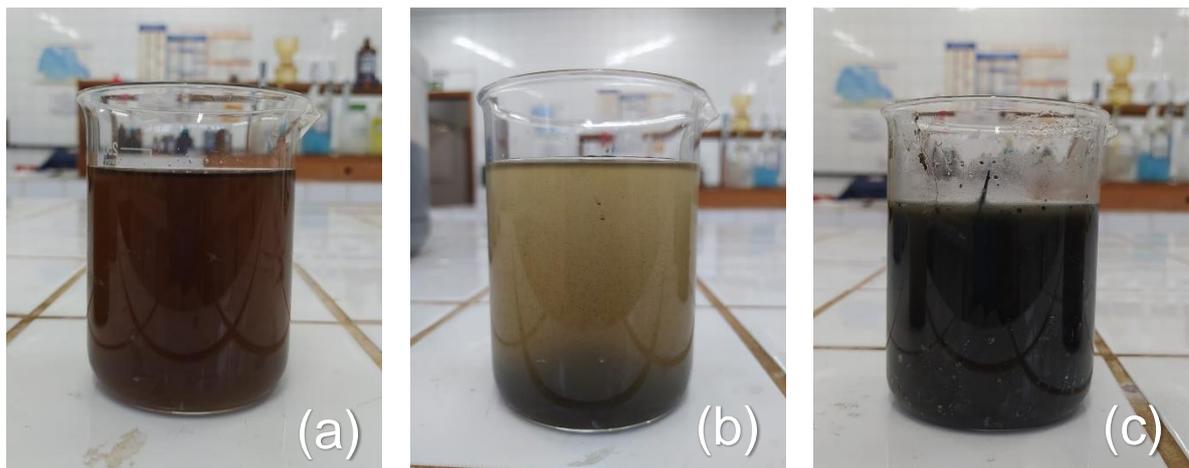
valores superiores aos limites nas concentrações de crômio, cobre, ferro, manganês e zinco, principalmente em relação à ESC.

Tabela 8 Concentração de metais ( $\text{mg. L}^{-1}$ ) dos substratos utilizados e valores máximos de lançamento segundo resolução CONAMA 430/2011

	LIX	LAR	ESC	Máximos permitidos – CONAMA ( $\text{mg. L}^{-1}$ )
Al	22,8	290,5	n.d.	n.c.
Ca	$50,5 \pm 40,4$	$17,4 \pm 4,1$	$471,1 \pm 287,4$	n.c.
Cd	$0,03 \pm 0,01$	0,01	0,01	0,2
Cr	0,4	$0,2 \pm 0,0$	$4,2 \pm 4,8$	0,1
Cu	0,6	$3,5 \pm 1,1$	$8,8 \pm 7,9$	1,0
Fe	$30,6 \pm 27,4$	$54,1 \pm 7,4$	$116,2 \pm 8,5$	15,0
K	$480,3 \pm 111,4$	$114,1 \pm 126,9$	$86,9 \pm 66,2$	n.c.
Mg	$40,2 \pm 12,7$	$49,3 \pm 16,1$	$205,7 \pm 126,6$	n.c.
Mn	$0,7 \pm 0,9$	$1,0 \pm 0,5$	$8,2 \pm 9,0$	1,0
Na	$1.221,7 \pm 687,3$	$138,3 \pm 83,4$	$136,8 \pm 71,5$	n.c.
Ni	$0,2 \pm 0,2$	0,1	$1,2 \pm 1,2$	2,0
Pb	n.d.	n.d.	0,59	0,5
Zn	$0,8 \pm 0,3$	$2,7 \pm 1,3$	$14,8 \pm 7,0$	5,0

n.d.: não detectado. n.c.: não consta

É possível identificar uma variabilidade expressiva nos valores analisados, o que pode vir a ser um empecilho em relação à sazonalidade de fornecimento de nutrientes para uma digestão anaeróbia eficiente. Podemos visualizar o aspecto visual dos substratos utilizados no ensaio de PBM, na Figura 6.



(a) Lixiviado de aterro sanitário (LIX1); (b) Lodo ativado residual (LAR1); (c) Escuma de UASB (ESC1).

Figura 6 Aspecto visual dos substratos utilizados no experimento

## 5.2. Resultados do ensaio de PBM

Todo o experimento teve a duração de 58 dias consecutivos (com exceção do reator R8, que sofreu um choque mecânico durante o processo de medição de biogás e teve 6 dias a menos de duração). De acordo com a Tabela 9, é possível verificar a DQO total e solúvel afluente ( $DQO_{T,AFL}$  e  $DQO_{S,AFL}$ ) para cada reator, assim como a DQO solúvel efluente ( $DQO_{S,EFL}$ ). É apresentada, também, a eficiência de remoção de matéria orgânica, em DQO solúvel, para cada experimento, visto que, após abertos todos os reatores, ficou impossível separar os sólidos pertencentes aos cossustratos dos sólidos do inóculo, já que esse foi adicionado em massa de sólidos suspensos, portanto, a DQO total não forneceria resultado em remoção de matéria orgânica.

Tabela 9 Concentração afluente, efluente e eficiência de remoção de matéria orgânica

Reator (LIX:LAR:ESC)	$DQO_{T,AFL}$ (g. L <sup>-1</sup> )	$DQO_{S,AFL}$ (g. L <sup>-1</sup> )	$DQO_{S,EFL}$ (g. L <sup>-1</sup> )	Remoção de $DQO_s$ (%)
R1 (1:0:0)	1,70	1,06	0,36	65,87
R2 (0:1:0)	9,54	1,15	0,35	69,10
R3 (0:0:1)	10,93	1,50	0,80	44,89
R4 (1/2:1/2:0)	6,06	1,23	0,52	58,03
R5 (1/2:0:1/2)	8,01	1,24	0,45	64,08
R6 (0:1/2:1/2)	9,68	0,46	0,16	65,42
R7 (2/3:1/6:1/6)	6,77	1,59	0,53	66,73
R8 (1/6:2/3:1/6)	10,83	0,81	0,22	72,90
R9 (1/6:1/6:2/3)	13,38	0,96	0,24	74,88
R10 (1/3:1/3:1/3)	9,45	0,54	0,16	70,77
R11 (1/3:1/3:1/3)	9,45	0,54	0,16	70,55
R12 (1/3:1/3:1/3)	9,45	0,54	0,17	68,79

Pode-se observar que o reator R3 (100% ESC) atingiu a menor eficiência em remoção de matéria orgânica de todo o ensaio (44,89%), contudo, o aumento na eficiência foi diretamente proporcional ao aumento da proporção de espuma nas misturas, além de ter alcançado a melhor eficiência em remoção (74,88%) no reator R9 (16,67% LIX; 16,67% LAR; 66,66% ESC). Essa tendência também foi evidenciada por Tandukar e Pavlostathis (2022), que reportaram melhor eficiência em remoção de matéria orgânica ao elevar a proporção de resíduos FOG em codigestão anaeróbia com mistura de lodos do tratamento de esgoto, atingindo 78,5% de remoção de DQO quando o resíduo FOG compunha 72,7% da alimentação.

Takeda *et al.* (2022), ao estudarem codigestão anaeróbia de lixiviado de aterro sanitário em associação a glicerol de origem vegetal, demonstraram máxima eficiência em remoção de DQO (fração solúvel) de 96,46% em mistura, contendo 1,1% de glicerol, com correção de pH para 7,0 com solução de hidróxido de sódio (NaOH). A melhor eficiência nesse

estudo pode ser relacionada à quantidade de DQO solúvel no substrato afluente, cerca de 14,7 g. L<sup>-1</sup>, o que é 15 vezes maior que o verificado no R9 do estudo presente, em que apenas 7,17% da DQO total correspondia à fração solúvel.

As eficiências de remoção de matéria orgânica foram verificadas por análise de variância para o modelo estatístico, adotando 90% de nível de confiança, o que é apresentado na Tabela 10, sendo o modelo quadrático o único significativo ( $p < 0,10$ ), com coeficiente de determinação ( $R^2$ ) igual a 0,733.

Tabela 10 Análise de variância para remoção de DQOs

Modelo	S.Q.	g.l.	Q.M.	S.Q.r.	g.l.r.	Q.M.r.	F	p	R <sup>2</sup>	R <sup>2</sup> ajustado
Linear	139,833	2	69,916	561,207	9	62,356	1,121	0,367	0,199	0,021
Quadrático	374,082	3	124,694	187,125	6	31,187	3,998	0,070*	0,733	0,511
Cúbico Especial	53,528	1	53,538	133,597	5	26,719	2,003	0,216	0,809	0,581
Total ajustado	701,039	11	63,731							

\* Estatisticamente significativo ( $\alpha = 10\%$ )

Quando analisados os coeficientes do modelo estatístico gerado para a eficiência de remoção de matéria orgânica, como resposta, apenas os coeficientes dos efeitos simples de cada substrato foram significativos ( $\alpha = 10\%$ ), o que é apresentado na Tabela 11. Contudo, em se tratando de um planejamento de misturas, não foram descartados os coeficientes não significativos, pois não podemos excluir os efeitos dessas interações.

Tabela 11 Coeficientes do modelo estatístico para remoção de DQOs

Fator	Coeficiente	Erro padrão	t	p	-90,0% $\alpha$	+90,0% $\alpha$
A – LIX	64,981	5,002	12,989	0,000*	54,901	75,061
B - LAR	69,456	5,002	13,884	0,000*	59,376	79,536
C – ESC	47,307	5,002	9,455	0,000*	37,226	57,389
AB	-38,793	25,121	-1,544	0,183	-89,414	11,829
AC	37,963	25,133	1,510	0,191	-12,682	88,607
BC	39,503	25,133	1,571	0,176	-11,141	90,148
ABC	193,475	136,693	1,415	0,216	-81,969	468,919

\* Estatisticamente significativo ( $\alpha = 10\%$ )

O modelo estatístico, para remoção de DQOs (%), a partir da mistura dos substratos utilizados, é apresentado na Equação 9.

$$\text{Remoção DQOs (\%)} = 64,98.LIX + 69,46.LAR + 47,31.ESC - 38,79.LIX.LAR + 37,96.LIX.ESC + 39,50.LAR.ESC + 193,48.LIX.LAR.ESC \quad (9)$$

Em que:

LIX, LAR e ESC foram as frações decimais de lixiviado, lodo ativado e espuma, respectivamente, compondo a mistura;

e a soma  $LIX + LAR + ESC = 1$ .

O modelo foi verificado por análise de variância, como consta no resumo da ANOVA apresentado na Tabela 12. O modelo foi estatisticamente significativo ( $\alpha = 10\%$ ) com  $R^2$  igual a 0,809, assim como a falta de ajuste do modelo também foi significativa, o que pode ser explicado analisando os resíduos para cada condição experimental, em que pelo menos um reator (R9) teve valor observado distante dos valores previstos, exposto na Tabela 13.

Tabela 12 Resumo da ANOVA para modelo estatístico de remoção de DQOs

	S.Q.	g.l.	Q.M.	F	p
Modelo	567,443	6	94,574	3,540	0,093*
Erro total	133,597	5	26,719		
Falta de ajuste	131,241	3	43,747	37,145	0,026*
Erro puro	2,356	2	1,178		
Total ajustado	701,040	11	63,731		

\* Estatisticamente significativo ( $\alpha = 10\%$ )

Tabela 13 Resíduos do modelo para remoção de DQOs por reator

Reator	Observado (%)	Previsto (%)	Resíduo
R1	65,87	64,98	0,89
R2	69,10	69,46	-0,36
R3	44,89	47,31	-2,42
R4	58,03	57,52	0,51
R5	64,08	65,64	-1,56
R6	65,42	68,26	-2,84
R7	66,73	67,48	-0,75
R8	72,90	69,80	3,10
R9	74,88	65,34	9,54
R10	70,77	72,08	-1,31
R11	70,55	72,08	-1,53
R12	68,79	72,08	-3,29

A alcalinidade parcial, intermediária e total, assim como a acidez volátil, é apresentada na Tabela 14, com valores referentes ao afluente e efluente de cada reator. Dessa forma, foram obtidas as relações AV/AT e AI/AP no início e final do processo de digestão, apresentado de forma gráfica na Figura 7, em que também se observa a variação verificada no pH de cada mistura.

Tabela 14 Alcalinidade e acidez volátil afluente e efluente no experimento de PBM

Reator (LIX:LAR:ESC)	AP (mg. L <sup>-1</sup> )		AI (mg. L <sup>-1</sup> )		AT (mg. L <sup>-1</sup> )		AV (mg. L <sup>-1</sup> )	
	Afluente	Efluente	Afluente	Efluente	Afluente	Efluente	Afluente	Efluente
R1 (1:0:0)	2.300,00	1.111,11	300,00	15,56	2.600,00	1.126,67	220,00	44,44
R2 (0:1:0)	97,00	1.256,67	10,00	43,33	107,00	1.300,00	2,00	66,67
R3 (0:0:1)	415,00	878,89	261,00	57,78	676,00	936,67	340,00	77,78
R4 (1/2:1/2:0)	1.253,75	1.611,11	232,50	91,11	1.486,25	1.702,22	250,00	66,67
R5 (1/2:0:1/2)	1.233,75	1.140,00	265,00	67,78	1.498,75	1.207,78	400,00	44,44
R6 (0:1/2:1/2)	263,75	507,78	175,00	88,89	438,75	596,67	250,00	44,44
R7 (2/3:1/6:1/6)	1.428,75	2.310,00	248,75	121,11	1.677,50	2.431,11	300,00	88,89
R8 (1/6:2/3:1/6)	381,25	892,22	206,25	44,44	587,50	936,67	275,00	55,56
R9 (1/6:1/6:2/3)	383,75	952,22	196,25	75,56	580,00	1.027,78	225,00	44,44
R10 (1/3:1/3:1/3)	672,50	804,44	315,00	44,44	987,50	848,89	375,00	44,44
R11 (1/3:1/3:1/3)	672,50	794,44	315,00	70,00	987,50	864,44	375,00	44,44
R12 (1/3:1/3:1/3)	672,50	774,44	315,00	60,00	987,50	834,44	375,00	44,44

AP: Alcalinidade Parcial. AI: Alcalinidade Intermediária. AT: Alcalinidade Total. AV: Acidez Volátil.

É possível observar que o lixiviado foi o principal fornecedor de alcalinidade aos substratos, já que os reatores com maiores valores de alcalinidade possuíam as maiores proporções de lixiviado na mistura (R4, R5, R7). A presença de alcalinidade, principalmente a alcalinidade parcial – fração que expressa a alcalinidade devido à presença de íon bicarbonato – é fundamental no processo de digestão anaeróbia, pois exerce função tampão, evitando a diminuição do pH do substrato pelo acúmulo de ácidos voláteis formados durante a digestão anaeróbia (Kunz *et al.*, 2022), o que pode ser evidenciado pelo consumo de acidez volátil em quase todos os reatores, com exceção do R2.

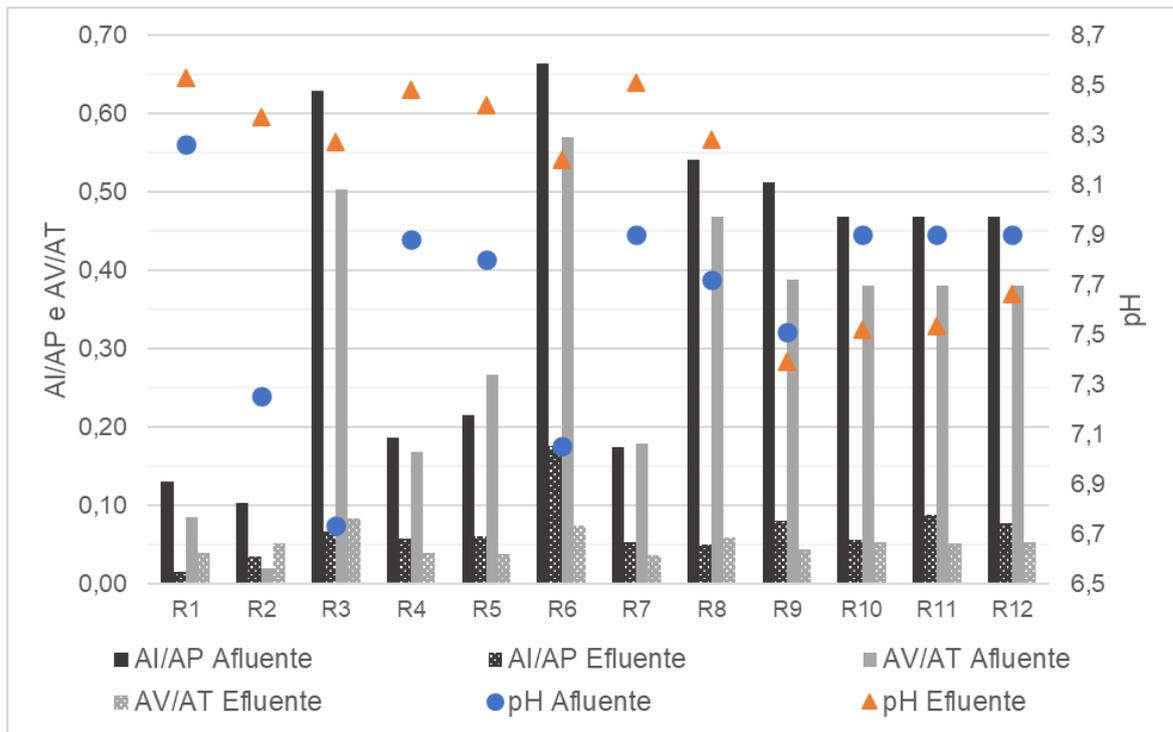


Figura 7 pH e relações AI/AP e AV/AT do experimento de PBM

A partir da Figura 7, foi possível verificar que a codigestão anaeróbia é uma estratégia para equilibrar relações desbalanceadas entre alcalinidade e acidez, notadas nas monodigestões (R1, R2 e R3). Os reatores correspondentes ao ponto central do delineamento, R10, 11 e 12, foram o que apresentaram relação AI/AP afluente mais próxima da faixa ideal apresentada por Kunz *et al.* (2022), entre 0,3 e 0,4.

Quando avaliamos a relação AV/AT afluente, os reatores R6 e R8 ficaram mais distante que os demais da faixa ótima de operação, segundo Ripley, Boyle e Converse (1986), entre 0,1 e 0,35. Entretanto, mesmo que as relações AI/AP e AV/AT não estivessem dentro da faixa ideal para a metanogênese, não foi verificado qualquer tipo de inibição no processo durante a execução dos ensaios, com exceção do reator R1 (100% LIX). A influência de relações mais equilibradas para a eficiência em rendimento de geração de metano ainda será discutida.

O volume de metano ( $\text{CH}_4$ ), produzido durante o experimento, em cada reator, foi totalizado e corrigido para a CNTP; os resultados de produção, assim como o rendimento de metano, relativo à massa de matéria orgânica, adicionada a cada reator, são apresentados na Tabela 15. Foi verificado produção residual no reator Branco, inoculado apenas com lodo anaeróbio, utilizado como biomassa, de 96,5 mL, acumulados de biogás, com produção máxima diária de 11,5 mL.

Os três reatores Controle, inoculados com lodo anaeróbio e celulose microcristalina, tiveram rendimento médio acumulado abaixo de 20 mL CH<sub>4</sub>. g SV<sup>-1</sup>, muito inferior aos 750 mL CH<sub>4</sub>/ g SV, indicado pela norma técnica VDI-4630 (2016). Acredita-se que más condições e tempo prolongado de armazenamento possam ter influenciado o uso da celulose como verificação de atividade da biomassa, que, por sua vez, foi coletada e inoculada em temperatura mesofílica com poucos dias de armazenamento.

Tabela 15 Rendimento de CH<sub>4</sub> em função da concentração de matéria orgânica afluyente

Reator (LIX:LAR:ESC)	DQO <sub>T</sub> (g. L <sup>-1</sup> )	SV (g. L <sup>-1</sup> )	mL CH <sub>4</sub> . g DQO <sup>-1</sup>	mL CH <sub>4</sub> . g SV <sup>-1</sup>	m <sup>3</sup> CH <sub>4</sub> . Kg ST <sup>-1</sup>
R1 (1:0:0)	1,7	1,0	0,00	0,00	0,00
R2 (0:1:0)	9,5	5,6	220,28	374,27	274,15
R3 (0:0:1)	10,9	12,3	426,50	380,42	317,03
R4 (1/2:1/2:0)	6,1	3,6	84,76	141,42	81,82
R5 (1/2:0:1/2)	8,0	8,2	174,21	169,63	101,69
R6 (0:1/2:1/2)	9,7	7,1	216,76	297,66	237,69
R7 (2/3:1/6:1/6)	6,8	13,5	304,03	151,98	117,46
R8 (1/6:2/3:1/6)	10,8	9,0	159,06	191,77	149,78
R9 (1/6:1/6:2/3)	13,4	12,3	376,57	409,44	335,83
R10 (1/3:1/3:1/3)	9,5	7,0	310,16	415,66	320,82
R11 (1/3:1/3:1/3)	9,5	7,0	333,13	446,44	344,57
R12 (1/3:1/3:1/3)	9,5	7,0	331,38	444,10	342,77

DQO<sub>T</sub>: Demanda Química de Oxigênio afluyente. SV: sólidos voláteis afluyente. ST: sólidos totais afluyente.

Verifica-se que, quanto maior foi a concentração de matéria orgânica afluyente, maior foi o volume acumulado de metano gerado no processo, como apresentado pelos reatores R3 (100% ESC) e R9 (16,67% LIX; 16,67% LAR; 66,67% ESC). Também, é notável o maior rendimento de metano pelos pontos centrais (R10, R11 e R12), quando os SV adicionados são analisados (435,4 ± 13,2 mL CH<sub>4</sub>. g SV<sup>-1</sup>), assim como uma das melhores médias de rendimento por massa de DQO adicionada, o que indica uma possível sinergia entre os substratos quando presentes em mesma proporção na mistura.

Esse rendimento pode ser comparado aos reportados por outros autores. Aromolaran *et al.* (2023) realizaram um ensaio de PBM utilizando espuma de sedimentador (40%), lodo ativado residual espessado (10%) e fração orgânica de resíduos sólidos urbanos (50%), como substrato e razão entre substrato e inóculo (S/I) de 0,5, e apresentam um rendimento de 408,4 mL CH<sub>4</sub>. g SV<sup>-1</sup>, resultado próximo ao rendimento obtido pelos reatores do ponto central. Já autores como Gao *et al.* (2021), em ensaio para avaliar a metanogênese de codigestão anaeróbia entre LAR e LIX (10:1), utilizando razão S/I próxima a dois, apresentam rendimento acumulado de apenas 110,0 mL CH<sub>4</sub>. g SV<sup>-1</sup>.

Outro resultado a se destacar foi a não produção de biogás durante todo o experimento no reator R1 (100% LIX). Como exposto por Abdel-Shafy *et al.* (2023), o lixiviado de aterro sanitário tem como característica a presença de matéria orgânica recalcitrante, que é dificilmente degradada pela digestão anaeróbia, em forma de ácido húmico e fúlvico, por exemplo, que pode ser verificada na relação entre acidez volátil total (AV) e DQO total (AV/DQO) do lixiviado utilizado no PBM igual a 0,13, o que indica baixa biodegradabilidade (<0,20) (Contrera *et al.*, 2015).

O volume de biogás foi verificado diariamente, enquanto o teor de metano que o compunha foi analisado em média a cada dez dias, caso houvesse produção mínima de biogás diária para a análise de cromatografia gasosa. Analisando o teor de CH<sub>4</sub> no biogás, em cada reator ao longo do processo, apresentado na Figura 9, verifica-se que, ao final do experimento, todos os reatores que ainda mantinham produção de biogás (todos, com exceção do R1, possuíam baixos volumes de produção, menos que 10% do total acumulado) apresentaram composição mínima de 70% de CH<sub>4</sub>, ao contrário da grande variação dos teores durante os primeiros 21 dias do processo, demonstrando que o metano é um produto mais comum dos estágios finais da digestão anaeróbia.

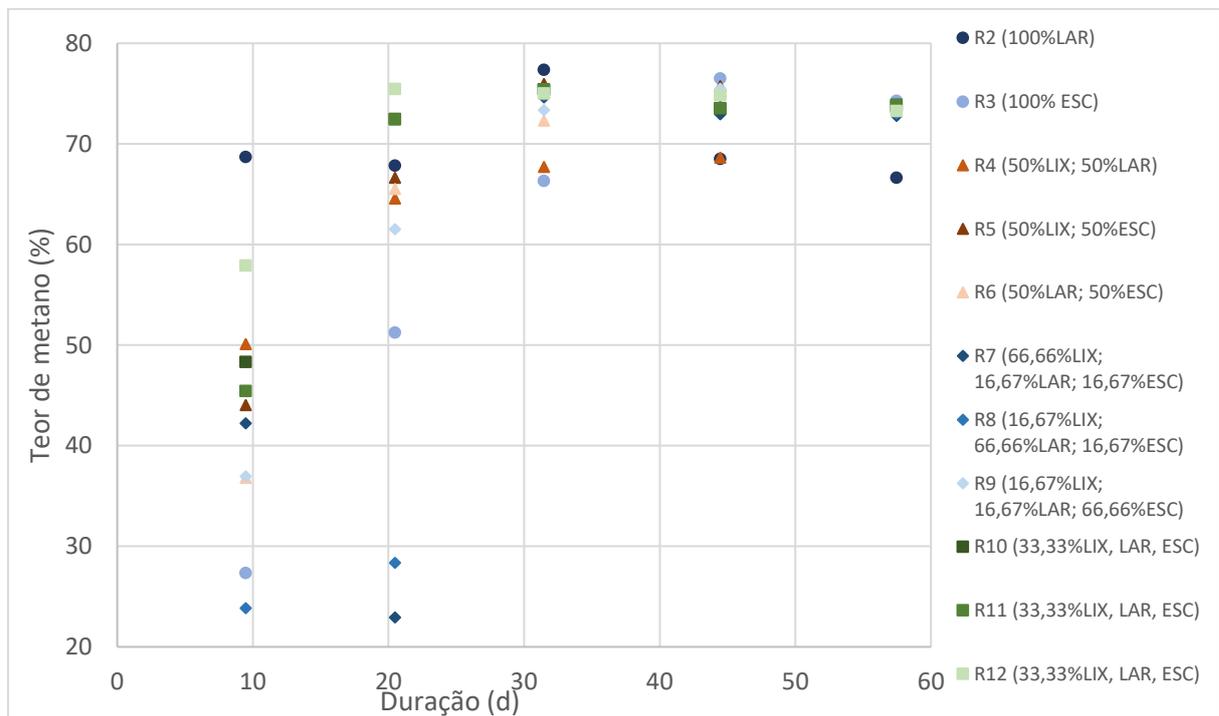


Figura 8 Teor de CH<sub>4</sub> por reator durante o experimento de PBM

Tais resultados são superiores aos de trabalhos utilizados como referência, como de Aromolaran *et al.* (2023), que apresentaram composição de 58,8% de CH<sub>4</sub> no biogás em

ensaio de PBM, a partir de espuma, LAR espessado e fração orgânica de RSU. Berenjkar *et al.* (2019) reportaram uma composição de CH<sub>4</sub> de 68% em codigestão anaeróbia entre mistura de lodos de tratamento de esgoto (primário e secundário) (27,3%) e resíduo FOG (72,7%). Os valores apresentados na Figura 9 são, no entanto, inferiores aos apresentados por Takeda *et al.* (2022), que apresentaram 78,3% de composição de CH<sub>4</sub> no biogás produzido em PBM utilizando lixiviado de aterro sanitário com adição de 1,5% de glicerol.

O rendimento de metano do PBM também foi submetido à análise de variância, apresentada na Tabela 16. A 10% de significância, o modelo estatístico cúbico especial foi o único significativo em termos de volume de CH<sub>4</sub> (mL) por SV adicionados (g), com R<sup>2</sup> igual a 0,863.

Tabela 16 Análise de variância para rendimento de CH<sub>4</sub>

Modelo	S.Q.	g.l.	Q.M.	S.Q.r.	g.l.r.	Q.M.r.	F	p	R <sup>2</sup>	R <sup>2</sup> ajustado
Linear	104901,2	2	52450,59	105656,0	9	11739,56	4,47	0,045	0,498	0,387
Quadrático	24767,1	3	8255,68	80889,0	6	13481,50	0,61	0,631	0,616	0,296
Cúbico Especial	521128,5	1	52128,51	28760,5	5	5752,10	9,06	0,029*	0,863	0,699
Total ajustado	210557,2	11	19141,57							

\* Estatisticamente significativo ( $\alpha = 10\%$ )

Os coeficientes do modelo estatístico para rendimento de CH<sub>4</sub> (mL. gSV<sup>-1</sup>) são apresentados na Tabela 17, sendo que apenas os efeitos simples do LAR e ESC, e a interação entre LIX, LAR e ESC, simultaneamente, foram estatisticamente significativos ( $\alpha = 10\%$ ).

Tabela 17 Coeficientes do modelo estatístico para rendimento de CH<sub>4</sub>

Fator	Coeficiente	Erro padrão	t	p	-90,0% $\alpha$	+90,0% $\alpha$
A – LIX	-5,104	73,398	-0,069	0,947	-153,0	142,80
B - LAR	327,555	73,398	4,462	0,006*	179,65	475,46
C – ESC	346,208	73,407	4,716	0,005*	198,29	494,13
AB	-253,982	368,595	-0,689	0,521	-996,72	488,75
AC	12,286	368,763	0,033	0,974	-730,79	755,36
BC	-311,105	368,763	-0,843	0,437	-1054,18	431,97
ABC	6037,724	2005,620	3,010	0,029*	1996,30	10079,15

Dessa forma, é apresentado, na Equação 10, o modelo estatístico para rendimento de CH<sub>4</sub> (mL. g SV<sup>-1</sup>), a partir dos substratos utilizados, com significância estatística para representar o rendimento acumulado.

$$\text{Rendimento CH}_4 \text{ (mL. g SV}^{-1}\text{)} = -5,10.LIX + 327,56.LAR + 346,21.ESC - 253,98.LIX.LAR + 12,29.LIX.ESC - 311,11.LAR.ESC + 6037,72.LIX.LAR.ESC \quad (10)$$

Em que:

LIX, LAR e ESC são as frações decimais de lixiviado, lodo ativado e espuma, respectivamente, compondo a mistura e a soma  $LIX + LAR + ESC = 1$ .

O modelo foi verificado por análise de variância a 10% de nível de significância, de maneira que apresentou  $R^2$  de 0,863, como mostra a Tabela 18, e foi estatisticamente significativo.

Tabela 18 Resumo ANOVA do modelo estatístico para rendimento de CH<sub>4</sub>

	S.Q.	g.l.	Q.M.	F	p
Modelo	181769,8	6	30299,46	5,268	0,044*
Erro total	28760,5	5	5752,10		
Falta de ajuste	28160,5	3	9386,84	31,292	0,031*
Erro puro	600,0	2	299,98		
Total ajustado	210557,2	11	19141,57		

\* Estatisticamente significativo ( $\alpha = 10\%$ )

Nota-se que a falta de ajuste do modelo também foi significativa ( $\alpha = 10\%$ ), contudo, analisando o resíduo para cada reator (Tabela 19), percebe-se que o reator R8 apresentou resíduo com elevada variação, o que pode ter causado a falta de ajuste, mesmo o modelo sendo significativo.

Tabela 19 Resíduos do modelo para rendimento de CH<sub>4</sub>

Reator (LIX:LAR:ESC)	Observado (mL CH <sub>4</sub> . g SV <sup>-1</sup> )	Previsto (mL CH <sub>4</sub> . g SV <sup>-1</sup> )	Resíduo
R1 (1:0:0)	0,00	-5,10	5,10
R2 (0:1:0)	363,58	327,55	36,03
R3 (0:0:1)	331,74	346,21	-14,47
R4 (1/2:1/2:0)	140,66	97,73	42,93
R5 (1/2:0:1/2)	163,69	173,62	-9,93
R6 (0:1/2:1/2)	281,03	259,10	21,93
R7 (2/3:1/6:1/6)	146,14	190,23	-44,09
R8 (1/6:2/3:1/6)	186,59	326,29	-139,70
R9 (1/6:1/6:2/3)	373,13	357,61	15,52
R10 (1/3:1/3:1/3)	395,67	386,49	9,18
R11 (1/3:1/3:1/3)	428,17	386,49	41,68
R12 (1/3:1/3:1/3)	422,30	386,49	35,81

Além disso, o rendimento de CH<sub>4</sub>, para cada reator, foi descrito a partir do modelo de Gompertz modificado; seus coeficientes cinéticos estão apresentados na Tabela 20. O R1 não produziu CH<sub>4</sub> durante o experimento, portanto, não foi gerado modelo para essa condição.

Todos os coeficientes foram estatisticamente significativos ( $\alpha = 10\%$ ) e o  $R^2$  esteve acima de 0,98 para todos os modelos, indicando ótimo ajuste do modelo aos resultados alcançados.

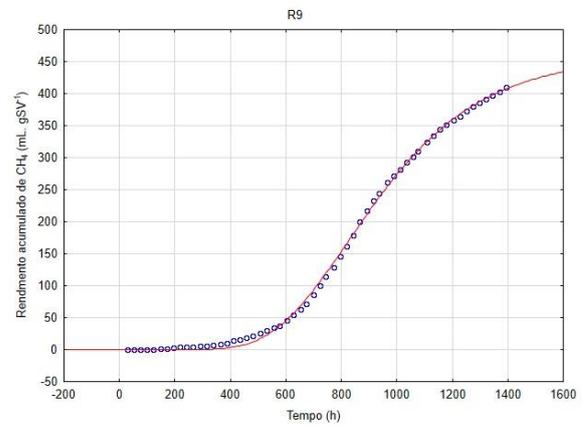
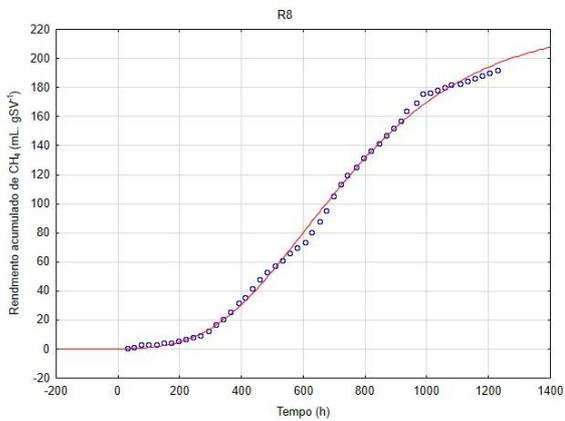
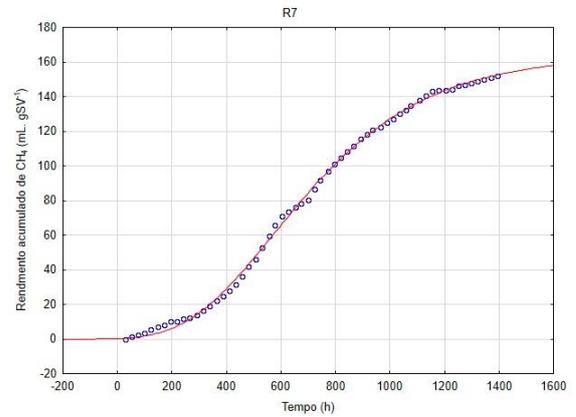
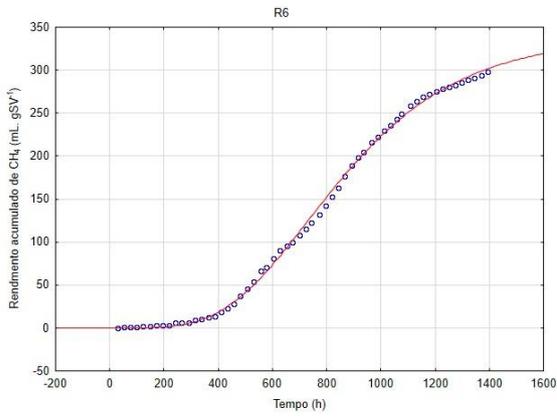
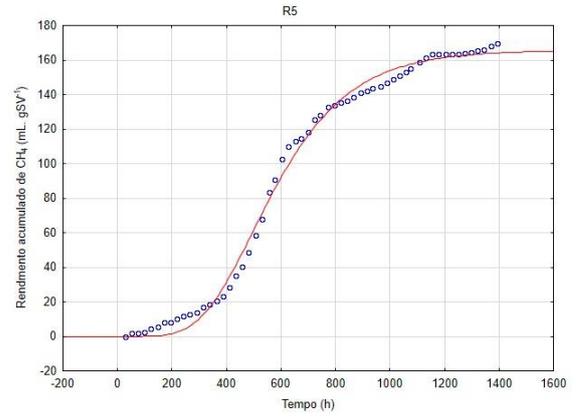
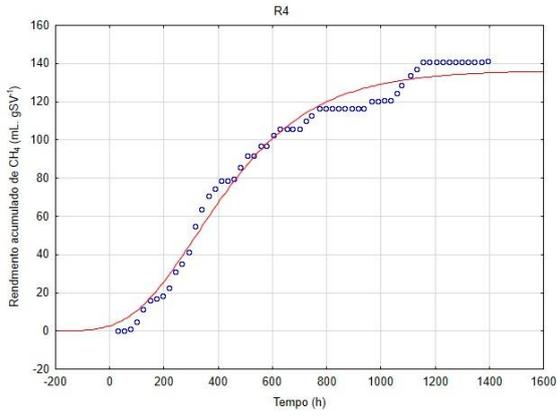
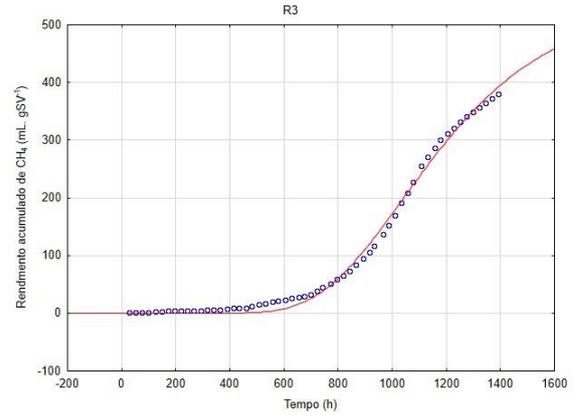
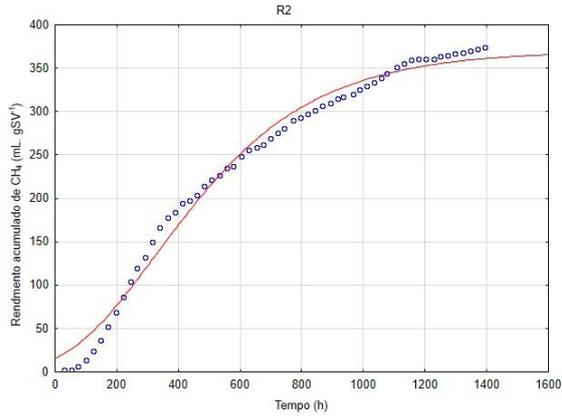
Tabela 20 Coeficientes do modelo de Gompertz modificado para rendimento de CH<sub>4</sub>

Reator (LIX:LAR:ESC)	$\beta_0$ (mL CH <sub>4</sub> . g SV <sup>-1</sup> )	$k$ (mL CH <sub>4</sub> . g SV <sup>-1</sup> . h <sup>-1</sup> )	$\lambda$ (h)	$R^2$
R2 (0:1:0)	369,85	0,48	44,04	0,987
R3 (0:0:1)	536,87	0,65	734,24	0,995
R4 (1/2:1/2:0)	136,51	0,21	85,09	0,982
R5 (1/2:0:1/2)	165,73	0,31	304,97	0,994
R6 (0:1/2:1/2)	338,87	0,40	422,22	0,999
R7 (2/3:1/6:1/6)	164,03	0,19	259,21	0,999
R8 (1/6:2/3:1/6)	223,80	0,27	304,34	0,998
R9 (1/6:1/6:2/3)	458,35	0,63	557,45	0,999
R10 (1/3:1/3:1/3)	427,57	0,61	337,65	0,999
R11 (1/3:1/3:1/3)	471,86	0,63	352,38	0,999
R12 (1/3:1/3:1/3)	453,27	0,63	308,96	0,997

É notável que a fase de latência foi maior para misturas que tinham maior proporção de espuma em sua composição, diante da maior concentração de compostos orgânicos de degradação mais lenta, como lipídios, óleos e graxas. Além disso, quando se avalia a taxa de rendimento de CH<sub>4</sub> (fator  $k$ ), verifica-se que os reatores do ponto central mantiveram taxas praticamente iguais aos dos reatores R3 (100% ESC) e R9 (66,67% ESC); contudo, o período de latência foi reduzido em quase 400 horas nos reatores R10, 11 e 12 em relação à monodigestão de espuma, mas com queda também de rendimento de CH<sub>4</sub>, cerca de 16%.

Usman *et al.* (2020) apontaram os distúrbios causados no período de latência da digestão anaeróbia de lodo anaeróbio a partir da adição de resíduo FOG ao processo, elevando de 20 a 25 dias esse período com a elevação de 0,5 a 1,0% de resíduo FOG, o que também aumentou o volume de CH<sub>4</sub> produzido, ficando cerca de 19 vezes maior quando comparado ao volume produzido pelo grupo controle.

Foram gerados os gráficos de plotagem dos pontos de amostragem com a curva do modelo de Gompertz modificado para cada reator, a fim de verificação visual do ajuste dos pontos ao modelo, assim como a duração da fase lag de cada condição, a exemplo do que é apresentado na Figura 10.



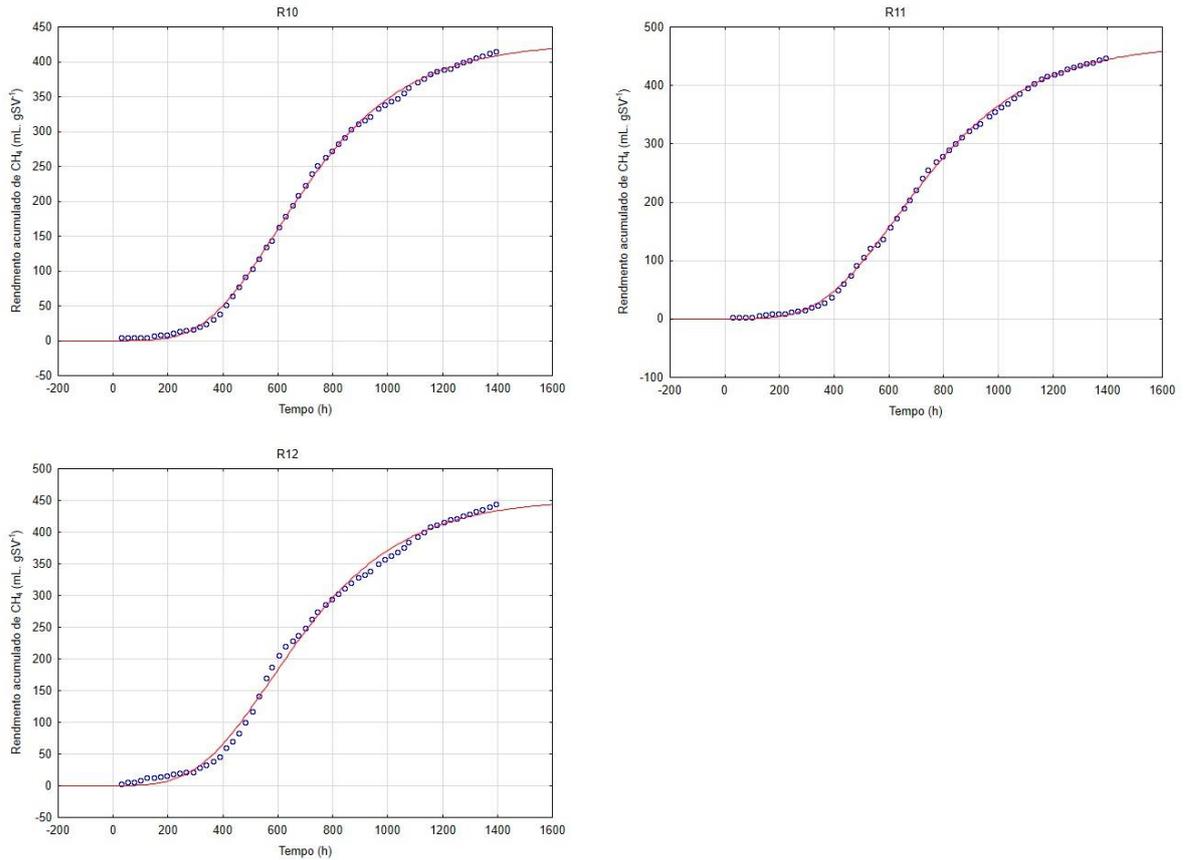
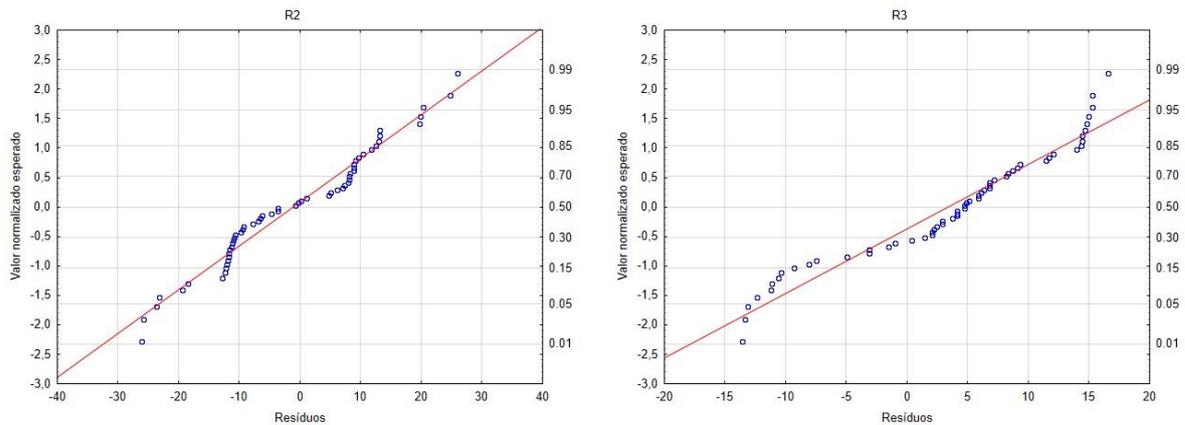
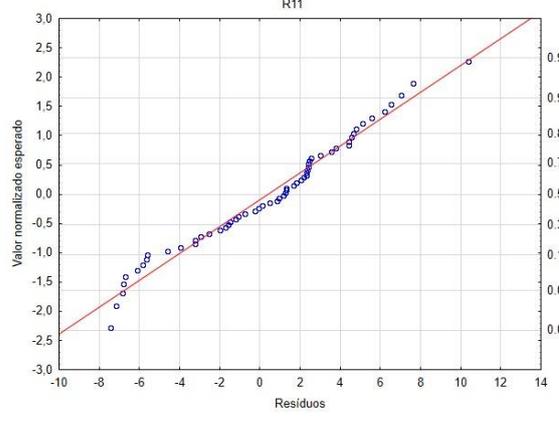
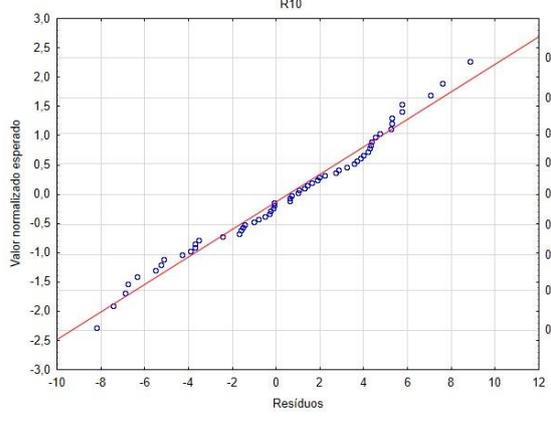
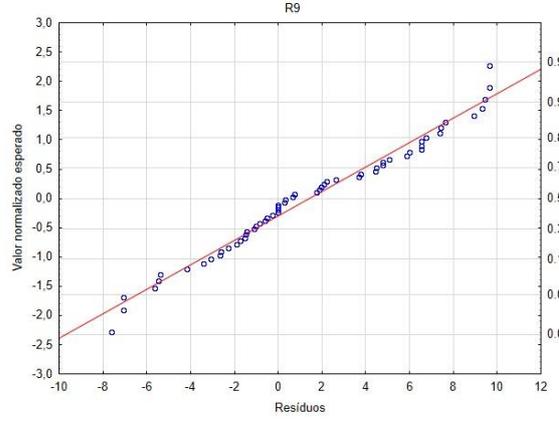
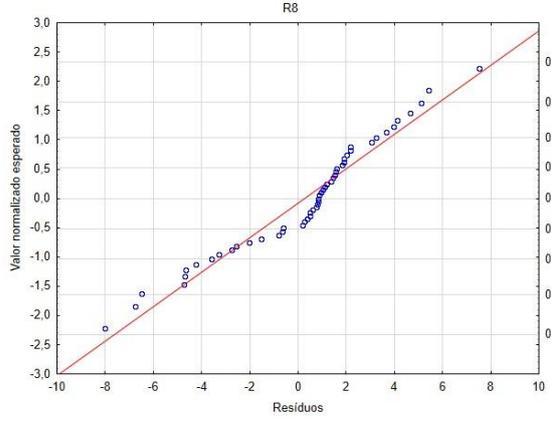
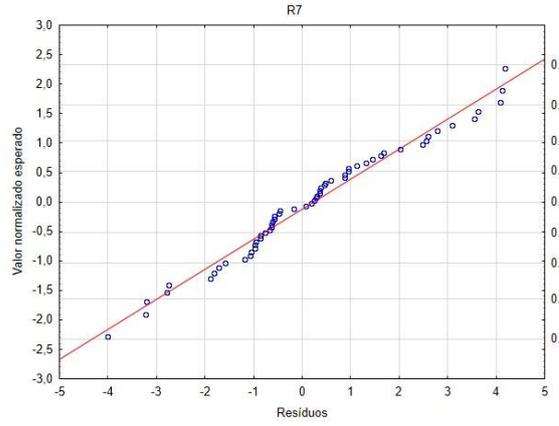
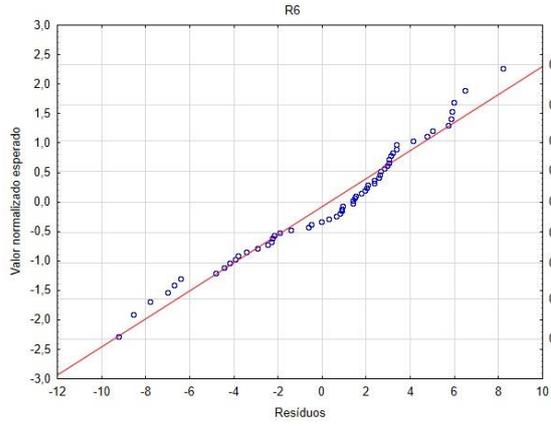
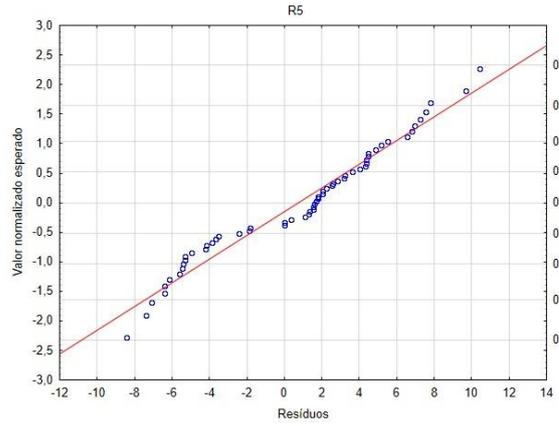
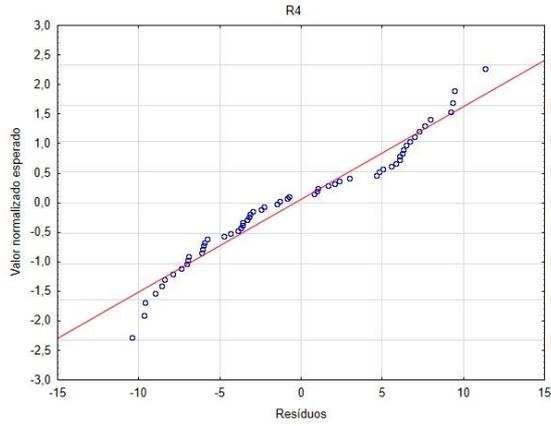


Figura 9 Ajuste dos pontos coletados à curva do modelo de Gompertz modificado por reator

Também, pode-se avaliar a qualidade do ajuste dos pontos amostrados ao modelo, quando analisamos o gráfico de normalidade dos resíduos, apresentados na Figura 11. É possível notar que todas as condições experimentais apresentaram tendência de normalização dos resíduos, garantindo o ajuste ao modelo estatístico.





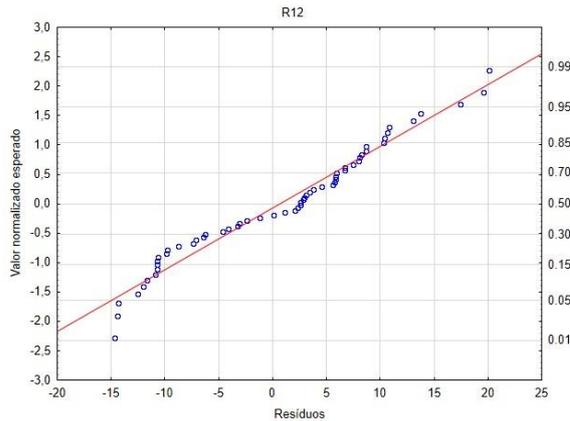


Figura 10 Gráfico de normalização dos resíduos por reator

De outro modo, por meio de análise do fator de impacto de codigestão, apresentado na Tabela 21, apenas os reatores R7 (66,66% LIX;16,67% LAR;16,67% ESC), R9 (16,67% LIX;16,67% LAR;66,66% ESC), R10, R11 e R12 (33,33% LIX-LAR-ESC) apresentaram sinergia positiva ( $FIC > 1,10$ ), ou seja, as misturas utilizadas nesses reatores tiveram rendimentos maiores que os calculados a partir do rendimento obtido pelas monodigestões (R1, R2 e R3), garantindo resultados melhores apenas pelo efeito aditivo de cada substrato.

Tabela 21 Fator de Impacto de Codigestão por reator

Reator (LIX:LAR:ESC)	RM <sub>MISTURA</sub> (mL CH <sub>4</sub> . g SV <sup>-1</sup> )	RM <sub>CALC.</sub> (mL CH <sub>4</sub> . g SV <sup>-1</sup> )	FIC
R1 (1:0:0)	0,00	-	-
R2 (0:1:0)	374,27	-	-
R3 (0:0:1)	380,42	-	-
R4 (1/2:1/2:0)	141,42	187,13	0,76
R5 (1/2:0:1/2)	169,63	190,21	0,89
R6 (0:1/2:1/2)	297,66	377,34	0,79
R7 (2/3:1/6:1/6)	151,98	125,81	1,21
R8 (1/6:2/3:1/6)	191,77	312,94	0,61
R9 (1/6:1/6:2/3)	409,44	316,02	1,30
R10 (1/3:1/3:1/3)	415,66	251,54	1,65
R11 (1/3:1/3:1/3)	446,44	251,54	1,77
R12 (1/3:1/3:1/3)	444,10	251,54	1,77

RM<sub>MISTURA</sub>: Rendimento de metano encontrado no PBM; RM<sub>CALC.</sub>: Rendimento de metano calculado a partir do rendimento das monodigestões; FIC: Fator de Impacto de Codigestão.

O melhor efeito sinérgico foi verificado nos reatores do ponto central, com FIC médio de  $1,73 \pm 0,07$ . Esse resultado indica que, apesar do potencial de geração de metano a partir do lixiviado utilizado neste estudo ser nulo, a sua presença como substrato em codigestão anaeróbia foi capaz de aumentar o potencial de geração de metano de efluentes com cargas orgânicas mais elevadas, como o lodo ativado residual e a escuma.

Uma das possíveis explicações para esse resultado é que a alcalinidade presente no lixiviado (2600,0 mg. L<sup>-1</sup>) foi capaz de equilibrar tanto o pH do substrato, para a faixa de otimização da metanogênese, quanto as relações entre alcalinidade intermediária e parcial, além de alcalinidade total e acidez volátil total (apresentado na Figura 5). Como a hidrólise de resíduos FOG, como a espuma, eleva as concentrações de ácidos voláteis no substrato, a adição de lixiviado pode ter sido fundamental para evitar a redução de pH do meio, além disso, ajuda a reduzir os tempos do período de latência e prevenir possíveis inibições da metanogênese.

Gao *et al.* (2021) apontaram a outro fator que pode ter sido relevante para os resultados obtidos; o lixiviado de aterro sanitário também tem a função de melhorar a quebra dos flocos, característica das partículas sólidas do lodo ativado residual, o que garantiu a melhor solubilização da matéria orgânica e melhor aproveitamento para formação de CH<sub>4</sub>. Os resultados dos autores permitiram avaliar o aumento na concentração de DQO solúvel, durante a fase de hidrólise, quando o lixiviado foi adicionado à codigestão de lodo ativado.

Por outro lado, os reatores R4, R5, R6 e R8 exibiram efeitos sinérgicos negativos (FIC < 0,90); assim, pode-se afirmar que as misturas desses cossustratos nas respectivas proporções atingiram rendimentos de CH<sub>4</sub> menores do que os calculados a partir dos rendimentos das monodigestões (R1, R2 e R3).

O efeito sinérgico obtido pelos reatores do ponto central é melhor que o encontrado por Aromolaran *et al.* (2023), que apresentaram um valor de FIC máximo de 1,20 em ensaio de PBM, utilizando 20% de espuma de sedimentador, 50% de LAR espessado e 30% de fração orgânica de RSU. Contudo, autores, como Aromolaran *et al.* (2022), reportaram sinergias mais eficientes, atingindo FIC de até 2,90 com mistura de 40% de espuma de sedimentador e 60% de lixiviado de aterro sanitário.

A partir das respostas de eficiência de remoção de DQO solúvel (%) e rendimento de CH<sub>4</sub> (mL. g SV<sup>-1</sup>), foi encontrada a condição ótima do processo por meio de análise estatística de desejabilidade para misturas simplex centroide, apresentado na Figura 12, que confirmou os resultados apresentados anteriormente, em que as melhores eficiências foram obtidas pelos reatores do ponto central. Observa-se que a otimização para máxima remoção de DQO e o máximo rendimento de metano determinou uma mistura composta por 25,37% de LIX, 36,37% de LAR e 38,26% de ESC.

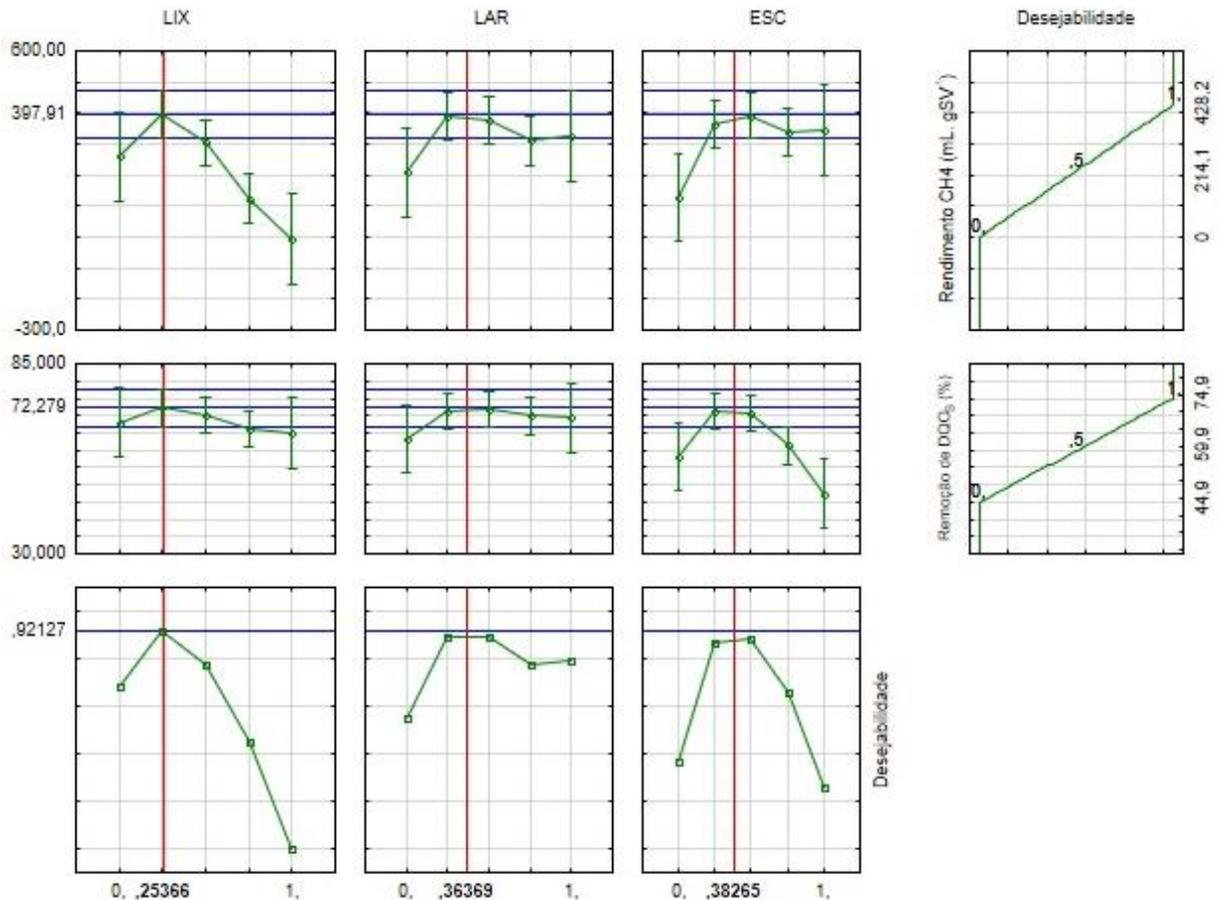


Figura 11 Análise de desejabilidade e otimização de mistura

Esse resultado também é observado ao analisar a superfície de resposta para a desejabilidade da mistura, como mostra a Figura 13, em que a região vermelha mais escura indica respostas para rendimento de CH<sub>4</sub> e remoção de DQO solúvel maiores que 80% do máximo otimizável. Ademais, está localizada ao centro da superfície de resposta, em que se encontram os pontos centrais entre a mistura dos três cossubstratos.

A mistura com proporções otimizadas em função da eficiência remoção de DQO solúvel e do rendimento de CH<sub>4</sub> (25,37% LIX; 36,37% LAR; 38,26% ESC) foi utilizada como parâmetro para a operação de reator anaeróbio de leito fixo, que corresponde à segunda etapa deste experimento.

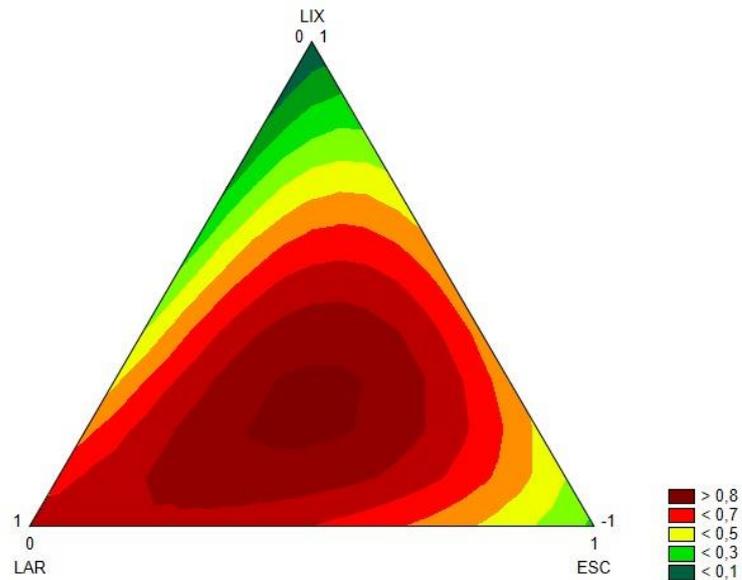


Figura 12 Superfície resposta de mistura simplex-centroide para remoção de DQOs e rendimento de  $\text{CH}_4$

### 5.3. Resultados do ensaio contínuo no RALF

A segunda etapa do experimento consistiu na operação de um reator anaeróbico de leito fixo (RALF) de bancada com 3,08 L de volume útil. Após inoculação e partida do reator, foi verificada, por análises de remoção de DQO total e relações AV/AT e AI/AP, a estabilidade do processo, procedimento também realizado durante mudança de COV aplicada entre as condições experimentais. A mistura de alimentação foi baseada no resultado de desejabilidade com foco na otimização de rendimento de  $\text{CH}_4$  e remoção de matéria orgânica solúvel, que era composta por 25,37% de LIX, 36,37% de LAR e 38,26% de ESC. Durante a operação da condição C1, houve problemas com o bombeamento da mistura pela bomba peristáltica de alimentação do reator, em que uma série de obstruções ocorriam diariamente, o que causou dificuldades de operação do sistema.

Apesar de ter sido possível realizar coleta de dados durante a C1, a critério do pesquisador e orientador, foi escolhida nova mistura para alimentação do reator, a fim de se obter um efluente mais diluído e com melhor capacidade de bombeamento, visto que a mistura otimizada tinha a ESC como maior parcela volumétrica. Dessa forma, a mistura relativa ao reator R7 (66,67% LIX, 16,67% LAR e 16,67% ESC) do ensaio de PBM, que teve rendimento de 304,03 mL de  $\text{CH}_4$  por grama de DQOt adicionada, remoção de 66,73% de DQOs e FIC de 1,21, indicando efeito sinérgico, foi escolhida e utilizada como alimentação das condições C2, C3 e C4.

O TDH foi a variável independente avaliada, testada em 45 horas (C1 e C2), 30 horas (C3) e 15 horas (C4), a partir da mudança de vazão de alimentação da bomba. Assim, as COV aplicadas (g DQO. L<sup>-1</sup>. d<sup>-1</sup>), nas condições C1, C2, C3 e C4, foram, respectivamente, de 20,32 ± 4,06; 11,58 ± 3,93; 21,21 ± 7,80 e 43,04 ± 16,64 g DQO. L<sup>-1</sup>. d<sup>-1</sup>, o que pode ser verificado no gráfico BoxPlot da Figura 14.

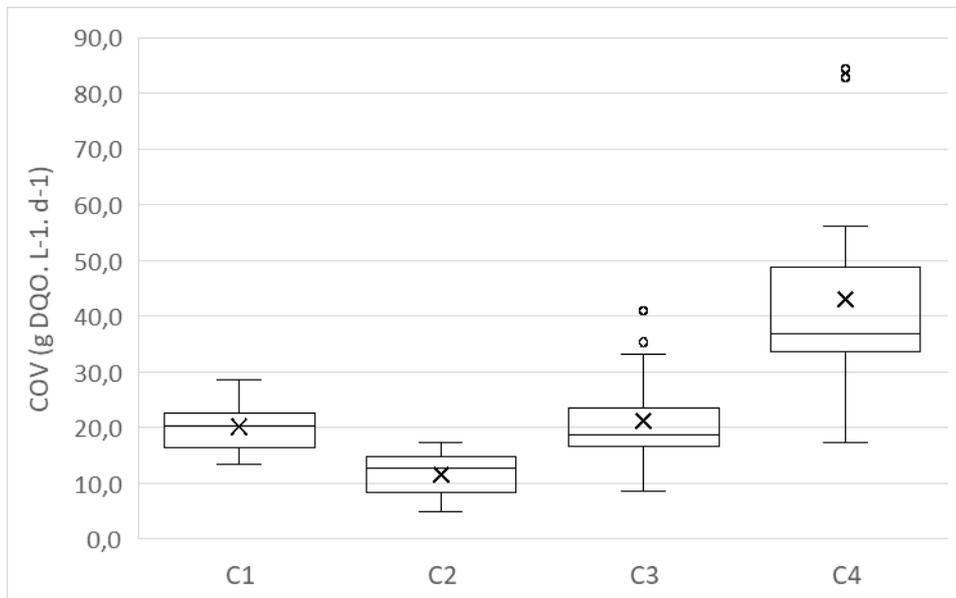


Figura 13 Gráfico BoxPlot da COV aplicada nas condições experimentais

### 5.3.1. Estabilidade da digestão do experimento contínuo em RALF: alcalinidade e acidez

Para verificação da estabilidade do processo, foram analisadas as relações AI/AP e AV/AT efluente, o que nos permite avaliar, por meio da acumulação e consumo de acidez e capacidade de tamponamento da alcalinidade, a estabilidade da digestão anaeróbia em termos de subcarga do reator, sobrecarga ou se a operação está ocorrendo dentro da faixa otimizada. De acordo com Kunz *et al.* (2022), com base na relação AI/AP, valores abaixo de 0,3 indicam subcarga; acima de 0,4, o processo estaria ocorrendo em sobrecarga; a faixa ótima de operação estaria entre 0,3 e 0,4. Já quanto à relação AV/AT, Ripley, Boyle e Converse (1986) estabelecem que valores abaixo de 0,1 indicam processos em subcarga operacional, sobrecarga em relações acima de 0,35 e a faixa ótima entre 0,1 e 0,35.

A partir do gráfico da Figura 15, é possível visualizar a variação nas relações AI/AP e AV/AT, durante a execução do experimento. Pode-se afirmar que o processo de digestão anaeróbia permaneceu estável durante quase todo o experimento. Avaliando a relação AI/AP, pode-se observar que, entre o 13<sup>o</sup> e 17<sup>o</sup> dia de coleta da condição C1, foi notado algum distúrbio, que colocou a relação dentro da faixa ótima e em sobrecarga por um dia, mas, logo,

a estabilidade foi reestabelecida; durante a operação das demais condições experimentais, a digestão anaeróbia esteve em subcarga.

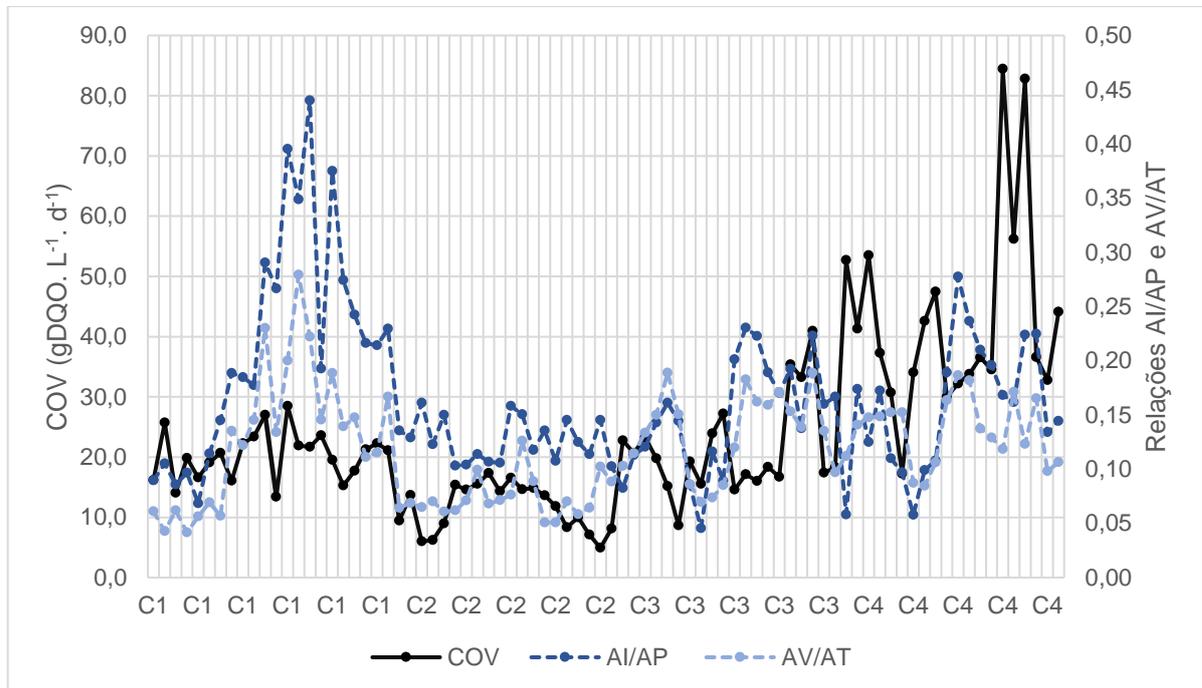


Figura 14 Relações AI/AP e AV/AT durante experimento contínuo em RALF

Quando se avalia a relação AV/AT, também é possível verificar estabilidade no processo de digestão durante o experimento, com relações entre 0,1 e 0,35, indicando a operação do sistema dentro da faixa ótima. Wang *et al.* (2023) também apontaram para estabilidade e eficiência na metanogênese em reator de leito fixo com relações AV/AT abaixo de 0,3. Apenas durante a execução da condição C2 foi verificada relação AV/AT abaixo de 0,1; isso indica subcarga, visto que foi a condição com a menor COV aplicada. Como as condições C2, C3 e C4 tinham, em sua composição, 66,67% de LIX, a alcalinidade presente nesse cossustrato foi o bastante para garantir a estabilidade da digestão anaeróbia e seu sucesso. Os distúrbios, ocorridos durante execução da condição C1, podem ser explicados pela menor participação volumétrica de LIX na mistura, 25,37%, que adicionou em média 1758 mg CaCO<sub>3</sub>. L<sup>-1</sup> de alcalinidade total ao reator, enquanto as demais condições com maior concentração de lixiviado tiveram alcalinidade total média afluente de aproximadamente 2840 mg CaCO<sub>3</sub>. L<sup>-1</sup>.

### 5.3.2. Eficiência em remoção de remoção de matéria orgânica do experimento contínuo em RALF

A DQO total afluente e efluente foi analisada para cada dia de coleta das condições experimentais. Após cálculo de eficiência em remoção de DQO, os resultados foram analisados estatisticamente em software R, com o intuito de verificar diferenças entre as médias obtidas por cada condição, e quais médias foram iguais às outras. O resultado da ANOVA demonstrou p-valor estatisticamente significativo ( $\alpha = 5,0\%$ ), rejeitando a hipótese nula de que as médias de remoção de DQOt são iguais, o que indica pelo menos uma média entre as condições diferente das demais. No entanto, não foi possível inferir a suposição de normalidade dos resíduos do modelo, verificado por p-valor significativo ( $\alpha = 5,0\%$ ) igual a  $2,008e-11$  pelo teste de Shapiro-Wilk.

Dessa forma, mesmo que a análise do teste de Levene tenha resultado indícios de homoscedasticidade, por motivo de robustez estatística, foram realizados testes não-paramétricos de Kruskal-Wallis, seguido de teste de Dunn (Montgomery, 2013). O teste de Kruskal-Wallis, para a variável remoção de DQOt, teve, como resultado, p-valor estatisticamente significativo ( $\alpha = 0,05$ ), ou seja, assim como a ANOVA havia demonstrado, rejeita-se a hipótese nula de que as médias de remoção de DQOt são iguais, indicando que pelo menos uma média entre as condições difere das demais. A partir disso, foi realizado teste de Dunn para comparação entre as médias entre si, o que pode ser analisado na Tabela 22, em que letras iguais após as médias indicam médias estatisticamente iguais ( $\alpha = 0,05$ ). Na mesma tabela, também são apresentadas as médias de remoção de DQO, utilizando, como parâmetro afluente, a DQO total; também, considera, como parâmetro efluente, a DQO solúvel (Remoção de DQO\*), para verificar a remoção de DQO, buscando eliminar as possíveis divergências entre a eficiência operacional com a eficiência biológica do sistema, o que é verificado pelas elevadas eficiências de remoção de DQO\* em comparação com a remoção de DQOt.

Tabela 22 Teste comparativo de médias de remoção de DQOt das condições experimentais do experimento contínuo

Condições experimentais	Remoção DQOt (%)	Remoção de DQO* (%)
C1	68,91 ± 14,43 a	96,72 ± 1,07
C2	79,26 ± 13,64 a	93,35 ± 3,13
C3	44,20 ± 52,68 ab	95,08 ± 1,97
C4	60,27 ± 30,30 ab	95,16 ± 1,76

DQOt: Demanda Química de Oxigênio total.

\*Remoção calculada com DQO total afluente e DQO solúvel afluente

Pode-se avaliar que as médias das condições C2, C3 e C4 foram estatisticamente iguais, quando comparadas à média da condição C1 e às médias de C3 e C4, também iguais entre si, sendo os menores valores de resultado de remoção. A isso se deve uma grande variabilidade nos dados devido à redução da eficiência de remoção de DQOt, nas condições C3 e C4, em que foi verificada perda de biomassa no efluente do reator, resultando valores negativos de remoção. É possível verificar a variação dos dados no gráfico BoxPlot apresentado na Figura 16. A condição C2 (TDH = 45 h; COV =  $11,58 \pm 3,93$  gDQO. L<sup>-1</sup>. d<sup>-1</sup>) apresentou a maior média em termos de remoção de DQOt, além de ter atingido maiores valores máximos e maior mediana. Na Tabela 23, são apresentadas as médias  $\pm$  desvio padrão da quantidade de DQO afluente e efluente por condição experimental.

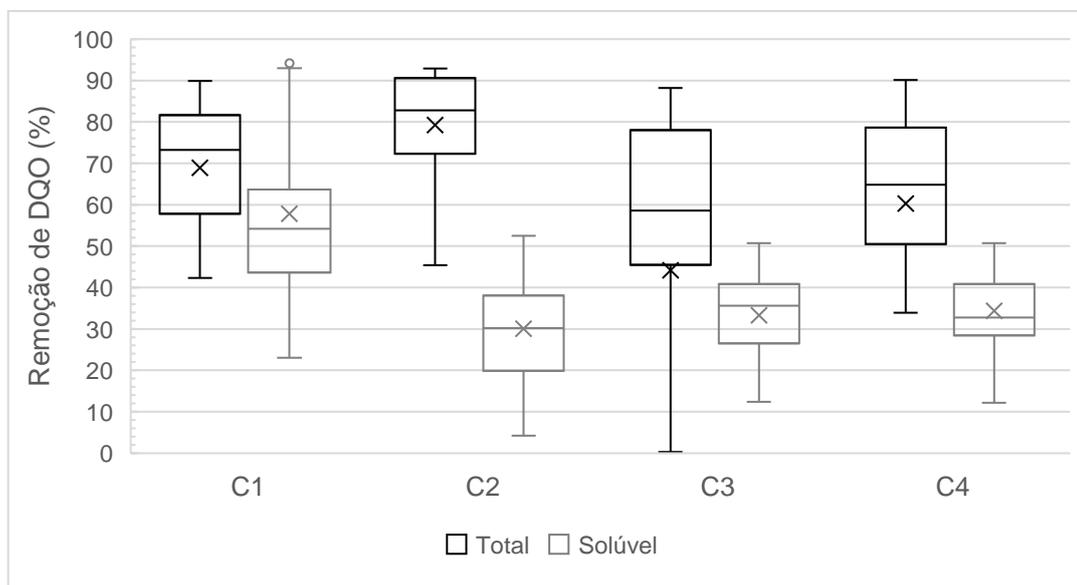


Figura 15 Gráfico BoxPlot para remoção de DQO das condições experimentais do experimento contínuo

Tabela 23 Médias de DQO afluente e efluente por condição experimental do experimento contínuo em RALF

	DQO total (g. L <sup>-1</sup> )		Remoção de DQO (%)
	Afluente	Efluente	
C1	38,32 $\pm$ 7,40	12,89 $\pm$ 6,77	68,91 $\pm$ 14,43
C2	22,06 $\pm$ 7,07	4,02 $\pm$ 2,13	79,26 $\pm$ 13,64
C3	26,81 $\pm$ 9,34	12,83 $\pm$ 7,67	44,20 $\pm$ 52,68
C4	26,95 $\pm$ 9,28	9,17 $\pm$ 3,92	60,27 $\pm$ 30,30

É importante apontar o fato de que, mesmo com eficiências em remoção de DQO satisfatórias, ainda que tenha lavagem de biomassa pelo reator, a DQO efluente ao sistema consiste em valores elevados, como a condição C3 com cerca de 13 g. L<sup>-1</sup> de DQO efluente.

As condições C2, C3 e C4, que foram alimentadas com a mesma proporção volumétrica entre os cossustratos, tiveram pouca variação de DQO total afluente entre si; cerca de 34% de variação de DQO foi aplicada durante cada condição. No efluente, a DQO total variou entre 43 e 60% entre as condições, o que também apontou para perda de biomassa na saída de efluente do reator. Isso indica que o efluente do sistema ainda necessitaria de pós-tratamento, recirculação, outra forma de recuperação energética ou de nutrientes, diante da elevada concentração de matéria orgânica.

Em estudo semelhante, em RALF, alimentado com lixiviado de aterro sanitário e glicerol, Castro *et al.* (2021) reportaram eficiência de 66,7% de remoção de DQO total, inferior ao analisado na condição C2, com praticamente a mesma COV aplicada  $11,6 \text{ g DQO. L}^{-1} \text{ d}^{-1}$ . Já Wang *et al.* (2023), em operação de RALF, em faixa de temperatura termofílica, alimentado com resíduos alimentares, apresentaram uma redução na eficiência para valores abaixo de 60% de remoção de DQOt, quando aplicadas COV acima de  $20 \text{ g DQO. L}^{-1} \text{ d}^{-1}$ , assim como o verificado nas condições C3 e C4 (COV =  $21,21 \pm 7,80$  e  $43,04 \pm 16,64 \text{ g DQO. L}^{-1} \text{ d}^{-1}$ , respectivamente). Contudo, o reator dos autores operou em TDH de 6 dias, enquanto, no presente estudo, além de utilizar faixa de temperatura mesofílica, o TDH médio das condições C3 e C4 foi de  $30,6 \pm 2,0 \text{ h}$  e  $15,2 \pm 1,0 \text{ h}$ , respectivamente.

O crescimento em excesso de biomassa foi o principal problema operacional durante a execução dessa etapa de pesquisa, o que, além de lavagem de biomassa no efluente do reator, também causou colmatação do leito fixo, como citado por Escudié *et al.* (2011). Duas retiradas de biomassa do interior do reator foram realizadas, no décimo sexto dia de coleta da condição C1 e no quinto dia de coleta da condição C2. Não foi notada colmatação durante as condições C3 e C4, mas visualmente era possível identificar zonas mortas de fluxo dentro do reator; acredita-se que o aumento na vazão de alimentação do reator contribuiu para que o excesso de biomassa fosse lavado e não promovesse colmatação do leito, contudo, isso prejudicou a eficiência de remoção de matéria orgânica.

O reator foi aberto e cerca de um quinto das peças de meio suporte foram retiradas; na sequência, foi efetivada lavagem com água destilada; o volume de água utilizado foi mensurado para cálculo de diluição e realizada análise de teor de sólidos para comparação com o inóculo do momento da incubação; após isso, as peças foram recolocadas no reator. Na Tabela 24, é apresentado o resultado da análise de sólidos da biomassa aderida retirada, em que é possível verificar o aumento de concentração de sólidos em relação a todas as frações analisadas, comparando ao inóculo.

Tabela 24 Análise de concentração de sólidos do excesso de biomassa retirado

Parâmetros	1ª retirada	2ª retirada	Inóculo
ST (g. L <sup>-1</sup> )	162,3 ± 21,8	108,1 ± 0,3	33,0 ± 6,6
SV (g. L <sup>-1</sup> )	109,0 ± 15,7	72,2 ± 1,5	23,1 ± 4,5
SF (g. L <sup>-1</sup> )	53,3 ± 6,1	35,9 ± 1,8	10,0 ± 2,1
SS (g. L <sup>-1</sup> )	137,4 ± 5,1	88,0 ± 7,4	16,9 ± 2,3
SSF (g. L <sup>-1</sup> )	44,0 ± 2,0	30,6 ± 3,1	5,2 ± 0,7
SSV (g. L <sup>-1</sup> )	93,4 ± 3,1	57,5 ± 4,3	11,7 ± 1,6
SD (g. L <sup>-1</sup> )	24,8 ± 16,7	20,0 ± 7,1	16,1 ± 4,3
SDF (g. L <sup>-1</sup> )	9,3 ± 4,1	5,3 ± 1,3	4,7 ± 1,4
SDV (g. L <sup>-1</sup> )	15,6 ± 12,6	14,7 ± 5,8	11,4 ± 2,9

Já na Tabela 25, é apresentado o total em massa do sólidos no momento da inoculação, assim como nas retiradas de excesso de lodo do RALF, a fim de avaliação do crescimento de biomassa no reator em relação à quantidade adicionada de inóculo. Apontamos o fato de que a inoculação do reator foi realizada no dia 08 de março de 2024 e as duas retiradas de biomassa aconteceram no mês de setembro, nos dias 05 e 13, respectivamente.

Tabela 25 Massa total inoculada e do excesso de lodo retirado durante o experimento contínuo no RALF

Parâmetros	1ª retirada	2ª retirada	Inóculo
ST (g)	108,73	109,14	68,61
SV (g)	73,02	72,89	48,02
SF (g)	35,71	36,25	20,79
SS (g)	92,08	88,92	35,14
SSF (g)	29,51	30,86	10,81
SSV (g)	62,57	58,06	24,32
SD (g)	16,65	20,22	33,47
SDF (g)	6,20	5,39	9,77
SDV (g)	10,45	14,83	23,70

### 5.3.3. Qualidade do biogás no experimento contínuo em RALF: teor de metano (CH<sub>4</sub>)

A qualidade do biogás produzido durante a operação das condições experimentais foi analisada por cromatografia gasosa e avaliada em termos da proporção de CH<sub>4</sub> presente. Amostras diárias foram coletadas para análise e o resultado foi utilizado para se estabelecer a produtividade e o rendimento de CH<sub>4</sub> diário. Como realizado na análise de remoção de matéria orgânica, o teor médio de CH<sub>4</sub> de cada condição foi avaliado por teste estatístico comparativo de médias.

A princípio, foi realizada análise de pressuposições do modelo para se utilizar a ANOVA como método de avaliar se havia diferenças significativas entre as médias de teor de CH<sub>4</sub>, contudo, apesar do teste de Shapiro-Wilk indicar normalidade dos resíduos (p-valor = 0,1041), o teste de Levene resultou em p-valor de 0,03826, estatisticamente significativo ( $\alpha = 0,05$ ), rejeitando a hipótese nula de homoscedasticidade. Dessa forma, a análise prosseguiu a partir de métodos não-paramétricos; assim, por meio de teste de Kruskal-Wallis (p-valor = 7,479e-06), foi possível afirmar que há diferenças estatisticamente significativas entre pelo menos uma das médias de teor de CH<sub>4</sub> das condições experimentais. Logo, foi utilizado teste de Dunn ( $\alpha = 0,05$ ), para realizar a comparação entre as médias entre si, e o resultado da análise foi apresentado na Tabela 26, com letras iguais nas médias que foram significativamente iguais segundo a análise estatística. É apresentado, na Figura 17, o gráfico BoxPlot para a resposta de teor de CH<sub>4</sub> das condições experimentais.

Tabela 26 Teste comparativo de médias de teor de CH<sub>4</sub> das condições experimentais do experimento contínuo

Condições experimentais	Teor de CH <sub>4</sub> (%)
C1	76,51 ± 3,57 a
C2	70,50 ± 5,12 b
C3	80,64 ± 5,50 ac
C4	78,01 ± 5,57 ac

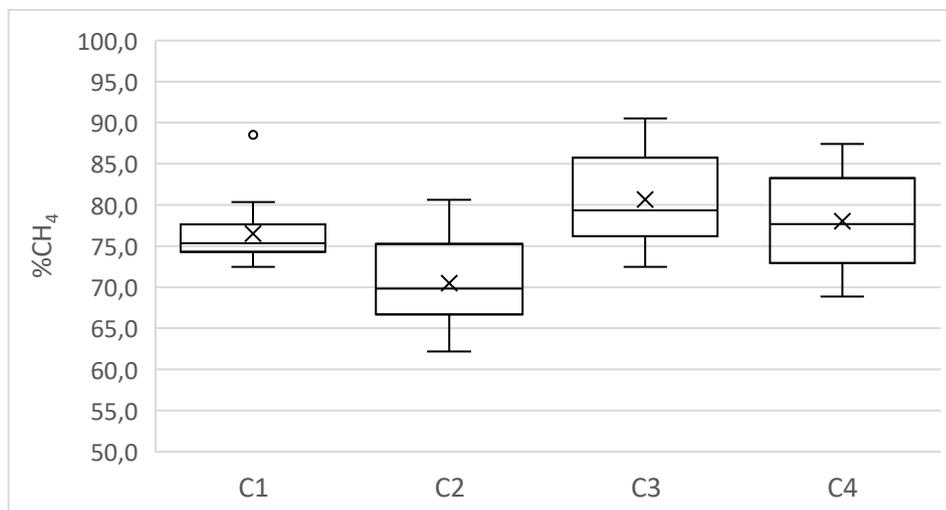


Figura 16 Gráfico BoxPlot para teor de metano das condições experimentais do experimento contínuo

A maior média de teor de CH<sub>4</sub> foi verificada na condição experimental C3 (TDH = 30 h), no entanto, de acordo com o teste de Dunn, esse resultado foi estatisticamente igual ao teor médio de CH<sub>4</sub> da condição C4 (TDH = 15 h), operando com metade do tempo de detenção hidráulico. A condição C2 (TDH = 45 h) teve o menor teor médio de CH<sub>4</sub> entre as condições,

com diferenças significativas do resultado das outras condições. Comparando o resultado da condição C2 com a condição C1, que tinha o mesmo TDH, mas operada com mistura de alimentação baseada na otimização do experimento em batelada (25,37% LIX; 36,37% LAR; 38,26% ESC), a C1 alcançou maior teor médio de CH<sub>4</sub>, estatisticamente igual ao teor médio das condições C3 e C4. Como as médias das condições C3 e C4 foram significativamente iguais entre elas, em termos de otimização de operação de sistemas de geração de biogás e metano, um processo com menores TDH são interessantes por necessitarem menores áreas de implantação e volume de reator, de forma que houve preferência, nesta análise, à condição C4 (TDH = 15 h), com metade do TDH da condição C3.

Os resultados obtidos podem ser comparados ao de estudos semelhantes que realizaram digestão anaeróbia em reatores de bancada. Najafpour *et al.* (2006) alcançaram teor de CH<sub>4</sub> superior aos apresentados neste estudo, em reator anaeróbio de bancada, que combinava processo UASB e de leito fixo alimentado com efluente de processamento de óleo de palma; os autores reportaram um teor de 82,3% de CH<sub>4</sub> com 36 horas de TDH, contudo, a COV de 3,51 g DQO. L<sup>-1</sup>. d<sup>-1</sup> foi inferior às COV aplicadas no presente estudo. Já Liu *et al.* (2022) reportaram teores de CH<sub>4</sub> inferiores, em torno de 60% em todo o experimento contínuo, em reator anaeróbio de manta de lodo granular expandido em codigestão de resíduos alimentares e lixiviado de aterro sanitário, em que foi aplicado COV de 23,6 g DQO. L<sup>-1</sup>. d<sup>-1</sup>, valor comparável ao do presente estudo; contudo, houve TDH mais elevados, com mínimo de 44 horas.

#### 5.3.4. Produtividade e rendimento de metano no experimento contínuo em RALF

A eficiência em geração de CH<sub>4</sub> foi avaliada com base na maior produtividade (L CH<sub>4</sub>. L reator<sup>-1</sup>. d<sup>-1</sup>) e dos maiores rendimentos em função da quantidade de DQO adicionada (L CH<sub>4</sub>. g DQO<sub>add</sub><sup>-1</sup>) e removida (L CH<sub>4</sub>. g DQO<sub>rem</sub><sup>-1</sup>), com o intuito de estabelecer a condição otimizada com base em menor TDH e maior COV aplicada. Para comparação das médias de cada parâmetro, foi utilizado teste comparativo de médias. Também, foi avaliado o rendimento de CH<sub>4</sub> em termos de metros cúbicos produzidos pela média de quilograma de sólidos totais adicionados. Esses resultados são apresentados na Tabela 27 e, quando comparados ao melhor rendimento de CH<sub>4</sub>, alcançado no ensaio de PBM, 89,21 ± 36,39 m<sup>3</sup>. kg ST<sup>-1</sup>, nos pontos centrais (33,33% LIX, LAR, ESC), o melhor rendimento encontrado no experimento contínuo em RALF foi apenas 26,55% desse valor.

Essa diferença de rendimento demonstra como os resultados de um PBM nem sempre retratam o verdadeiro potencial de rendimento de CH<sub>4</sub> atingido em escalas maiores de operação. Por outro lado, também pode indicar algum problema operacional durante o

experimento contínuo, como comentado anteriormente com as obstruções ocorridas devido ao crescimento excessivo de biomassa no reator.

Tabela 27 Rendimento de CH<sub>4</sub> médio em função da massa de sólidos totais afluente

Condições experimentais	Rendimento médio de CH <sub>4</sub> (m <sup>3</sup> . kg ST <sup>-1</sup> )
C1	89,21 ± 36,39
C2	81,92 ± 18,93
C3	72,46 ± 32,96
C4	26,90 ± 4,89

Para as médias de produtividade, rejeitou-se a hipótese que confirma a distribuição normal dos resíduos, a partir do teste de Shapiro-Wilk (p-valor = 0,003281) e, também, da hipótese de que as variâncias são homogêneas, com base no teste de Levene (p-valor = 0,003018), ambas com 95% de intervalo de confiança. Desse modo, foi realizado o teste não-paramétrico de Kruskal-Wallis (p-valor = 6,591e-08), em que foi rejeitada a hipótese nula de que as médias de produtividade entre as condições são estatisticamente iguais ( $\alpha = 0,05$ ). Por meio do teste de Dunn, foi possível identificar quais médias se diferenciaram das demais de forma estatisticamente significativa ( $\alpha = 0,05$ ); esse resultado é apresentado na Tabela 28. É apresentado, na Figura 18, o gráfico BoxPlot para a resposta de produtividade de CH<sub>4</sub> das condições experimentais.

Tabela 28 Teste comparativo de médias de produtividade de CH<sub>4</sub> das condições experimentais do experimento contínuo

Condições experimentais	Produtividade média de CH <sub>4</sub> (L. Lreator <sup>-1</sup> . d <sup>-1</sup> )
C1	0,98 ± 0,28 a
C2	0,55 ± 0,11 b
C3	0,77 ± 0,23 ac
C4	0,62 ± 0,12 bc

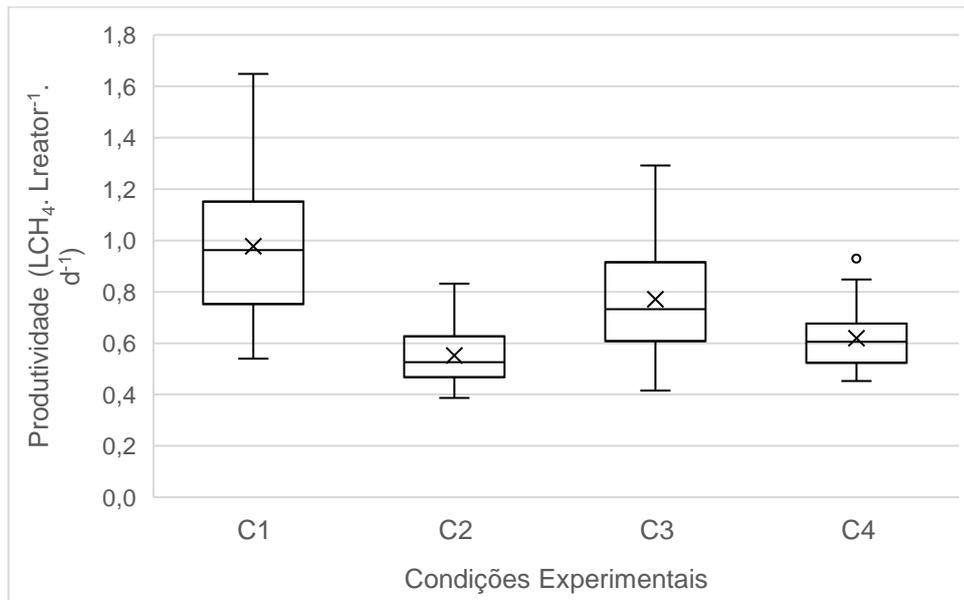


Figura 17 Gráfico BoxPlot da produtividade de CH<sub>4</sub> nas condições experimentais do experimento contínuo

O maior valor foi verificado na condição C1 (TDH = 45h) com mistura de alimentação composta por 25,37% de LIX, 36,37% de LAR e 38,26% de ESC. No entanto, a média de produtividade da C1 foi estatisticamente igual à média da C3 (TDH = 30 h), que, por sua vez, foi igual à média de produtividade da C4 (TDH = 15 h), quando comparadas entre si, e que foram operadas com a mesma proporção de mistura de alimentação de 66,67% de LIX e partes iguais de 16,67% de LAR e ESC. Como a COV da condição C1 ( $20,32 \pm 4,06$  g DQO. L<sup>-1</sup>. d<sup>-1</sup>) foi muito próxima da COV da condição C3 ( $21,21 \pm 7,80$  g DQO. L<sup>-1</sup>. d<sup>-1</sup>), a preferência de escolha entre a condição mais otimizada foi dada à C3, por ter sido operada em menor TDH. A condição C2 (TDH = 45 h e mistura de alimentação igual à C3 e C4) teve a menor média de produtividade e foi estatisticamente diferente das médias das demais condições. O valor das médias e suas variações também podem ser verificados pelo gráfico BoxPlot da Figura 18.

Na análise do parâmetro de rendimento de CH<sub>4</sub> por quantidade de DQO adicionada, foi verificado que os dados não seguem distribuição normal pelo teste de Shapiro-Wilk (p-valor =  $1,587e-07$ ); o teste de Levene indicou a homoscedasticidade (p-valor = 0,4191), ambos os testes feitos a 95% de intervalo de confiança. Desse modo, foi realizado teste não-paramétrico de Kruskal-Wallis, que indicou que as médias de rendimento por DQOadd foram estatisticamente iguais entre si (p-valor = 0,4681, não significativo com  $\alpha = 0,05$ ).

Os resultados foram comparados de forma simples, apenas avaliando a maior média entre as demais. Na Tabela 29, são evidenciados os resultados das médias  $\pm$  desvio padrão do rendimento de CH<sub>4</sub> por DQOadd. Como não houve diferença estatística entre as médias,

as duas melhores condições estabelecidas foram a C3 e C4, que foram operadas com os menores TDH (30 e 15 horas, respectivamente) e com as maiores COVs aplicadas ( $21,21 \pm 7,80$  e  $43,04 \pm 16,64$  g DQO. L<sup>-1</sup>. d<sup>-1</sup>).

Tabela 29 Médias de rendimento de CH<sub>4</sub> por grama de DQO adicionada nas condições experimentais do experimento contínuo

Condições experimentais	Rendimento CH <sub>4</sub> por DQO <sub>add</sub> (L CH <sub>4</sub> . g DQO <sub>add</sub> <sup>-1</sup> )
C1	0,07 ± 0,03
C2	0,08 ± 0,03
C3	0,09 ± 0,05
C4	0,07 ± 0,04

Em relação à resposta de rendimento de CH<sub>4</sub> por grama de DQO removida, foram rejeitadas ambas as hipóteses de normalidade dos resíduos (teste de Shapiro-Wilk, p-valor = 5,785e-05), quanto à homogeneidade das variâncias (teste de Levene, p-valor = 0,01216), com 5% de significância. Desse modo, a análise seguiu com o teste de Kruskal-Wallis, que indicou que haveria ao menos uma média de condição experimental que se diferenciou estatisticamente de forma significativa (p-valor = 6,283e-07,  $\alpha = 0,05$ ). Por meio do resultado do teste de Dunn ( $\alpha = 0,05$ ), foi possível verificar que apenas a média da condição C4 (TDH = 15 h) foi diferente das demais, sendo que as médias das demais condições foram estatisticamente iguais entre si. Dessa forma, são apresentados, na Tabela 30, os resultados de média ± desvio padrão do rendimento de CH<sub>4</sub> por grama de DQO removida (L CH<sub>4</sub>. g DQO<sub>rem</sub><sup>-1</sup>) por condição experimental; as letras iguais, ao lado desses valores, representam os grupos de médias estatisticamente iguais entre si de acordo com o teste de Dunn.

Tabela 30 Teste comparativo de médias de rendimento de CH<sub>4</sub> por grama de DQO removida das condições experimentais do experimento contínuo

Condições experimentais	Rendimento de CH <sub>4</sub> por DQO <sub>rem</sub> (L CH <sub>4</sub> . g DQO <sub>rem</sub> <sup>-1</sup> )
C1	0,08 ± 0,03 a
C2	0,08 ± 0,05 a
C3	0,07 ± 0,05 a
C4	0,02 ± 0,01 c

A condição C4, além de ser a única diferente das demais, em termos da média de rendimento de CH<sub>4</sub> (L CH<sub>4</sub>. g DQO<sub>rem</sub><sup>-1</sup>), foi a condição com menor eficiência. Dentre as demais condições, pode-se afirmar que a condição C3 apresentou o melhor resultado em rendimento de metano, pois, mesmo em operação com menor TDH (30 horas) que as condições C1 e C2 (45 horas) e COV (C3 =  $21,21 \pm 7,80$  g DQO. L<sup>-1</sup>. d<sup>-1</sup>), similar ou superior às condições C1 ( $20,32 \pm 4,06$  g DQO. L<sup>-1</sup>. d<sup>-1</sup>) e C2 ( $11,58 \pm 3,93$  g DQO. L<sup>-1</sup>. d<sup>-1</sup>), teve o

mesmo rendimento que as demais. Na Figura 19, é apresentado o gráfico BoxPlot para ambos os rendimentos de  $\text{CH}_4$ , por DQO adicionada e removida.

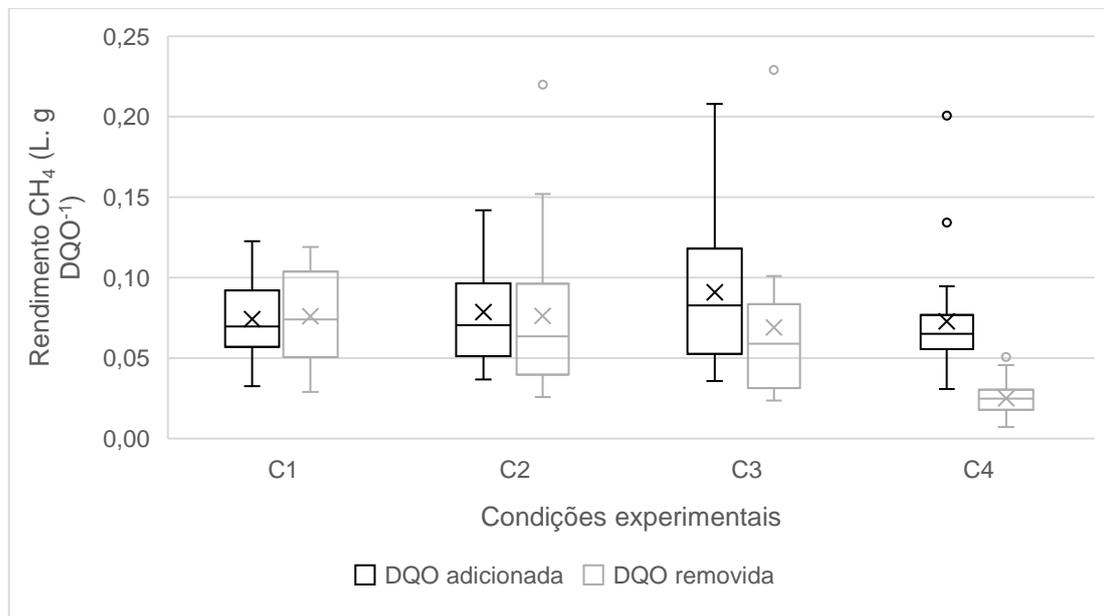


Figura 18 Gráfico BoxPlot do rendimento de  $\text{CH}_4$  nas condições experimentais do experimento contínuo

Além disso, é importante destacar que o reator, durante a condição C3, foi alimentado com mistura mais diluída (66,67% LIX; 16,67% LAR; 16,67% ESC) que a condição C1 (25,37% LIX; 36,37% LAR; 38,26% ESC), por conter mais lixiviado em proporção volumétrica; contudo, essa diluição favoreceu o processo, pois permitiu a operação do reator em menor TDH, aplicando praticamente a mesma COV e mantendo a eficiência do rendimento de  $\text{CH}_4$ . Pelos motivos apresentados, a condição C3 (TDH = 30 h; COV =  $21,21 \pm 7,80$  g DQO.  $\text{L}^{-1}$ .  $\text{d}^{-1}$ ) foi estabelecida como a mais eficiente em termos de produtividade e rendimento de  $\text{CH}_4$ . No entanto, o melhor rendimento encontrado foi cerca de um quarto do rendimento teórico de metano, apresentado por Tchobanoglus, Burton & Stensel (2003), de  $0,35 \text{ L CH}_4$ . g  $\text{DQOrem}^{-1}$ .

Wang *et al.* (2023) apresentaram resultados superiores ao deste estudo, tanto em termos de produtividade quanto de rendimento de  $\text{CH}_4$ . Ao aplicarem COV de  $20 \text{ g DQO. L}^{-1}$ .  $\text{d}^{-1}$ , em RALF aclimatado com LAR e alimentado com resíduos alimentares, bem como com suplementação de alcalinidade, atingiram produtividade de  $5,8 \text{ L CH}_4$ .  $\text{Lreator}^{-1}$ .  $\text{d}^{-1}$  e rendimento de  $0,45 \text{ L CH}_4$ . g  $\text{DQOrem}^{-1}$ . No entanto, a faixa de temperatura de operação do RALF, neste estudo, foi termofílica, o que favorece termodinamicamente a eficiência da digestão anaeróbia. Apesar dos melhores resultados dos autores, foi possível identificar que

a COV mais eficiente esteve próxima em ambas as pesquisas, em torno de 20 g DQO. L<sup>-1</sup>. d<sup>-1</sup>, e COV acima desse valor não mostrou aumento de produtividade ou rendimento de CH<sub>4</sub>.

Os resultados apresentados por Castro *et al.* (2021), em termos de produtividade e rendimento de CH<sub>4</sub>, também foram superiores ao deste estudo. Os autores atingiram a melhor eficiência de 1,51 ± 0,66 L CH<sub>4</sub>. Lreator<sup>-1</sup>. d<sup>-1</sup> e 0,18 ± 0,076 L CH<sub>4</sub>. g DQOrem<sup>-1</sup> em codigestão de lixiviado de aterro industrial e glicerina em RALF sem suplementação de alcalinidade em temperatura mesofílica, contra os 0,77 ± 0,23 L CH<sub>4</sub>. Lreator<sup>-1</sup>. d<sup>-1</sup> e 0,07 ± 0,05 L CH<sub>4</sub>. g DQOrem<sup>-1</sup> verificados na condição C3 neste estudo. Contudo, os autores encontraram desequilíbrio no processo e queda da eficiência em produtividade e rendimento de CH<sub>4</sub> em COV acima de 7,1 g DQO. L<sup>-1</sup>. d<sup>-1</sup> com TDH de 35 horas.

Em pesquisa utilizando RALF alimentado com rejeitos alimentares e rejeitos sólidos de abatedouro de aves, Ahmad *et al.* (2023) apresentaram valor de produtividade de CH<sub>4</sub> também superior ao atingido na condição C3. Com limite de aplicação de COV de 23,5 g DQO. L<sup>-1</sup>. d<sup>-1</sup>, a codigestão anaeróbia atingiu máxima produtividade de 8,23 L CH<sub>4</sub>. Lreator<sup>-1</sup>. d<sup>-1</sup>, cerca de 10 vezes maior que a produtividade na condição C3. Em termos de rendimento por DQO adicionada, o melhor resultado neste estudo também foi inferior ao apresentado por Najafpour *et al.* (2006), em digestão anaeróbia de efluente de processamento de óleo de palma, em reator anaeróbio de manta de lodo e leito fixo combinados, que, em COV aplicada de 23,15 g DQO. L<sup>-1</sup>. d<sup>-1</sup>, alcançaram rendimento de 0,28 L CH<sub>4</sub>. g DQOadd<sup>-1</sup>, cerca de três vezes superior ao rendimento de 0,09 ± 0,05 L CH<sub>4</sub>/ g DQOadd da condição C3.

É apresentado, na Figura 20, um gráfico de produtividade de CH<sub>4</sub> para comparação com as relações AI/AP e AV/AT, que indicam a estabilidade do processo de digestão anaeróbia. Como é possível verificar, não foi identificado qualquer distúrbio no processo em toda o experimento contínuo em RALF, em relação à acúmulo de ácidos, com alcalinidade suficiente para garantir o tamponamento e a eficiência da geração de CH<sub>4</sub>. Acredita-se que os problemas operacionais relacionados à lavagem de biomassa e colmatação do reator tenham influenciado negativamente a eficiência do processo, em que não foi possível estabelecer o verdadeiro potencial que a digestão anaeróbia em reator de bancada poderia fornecer.

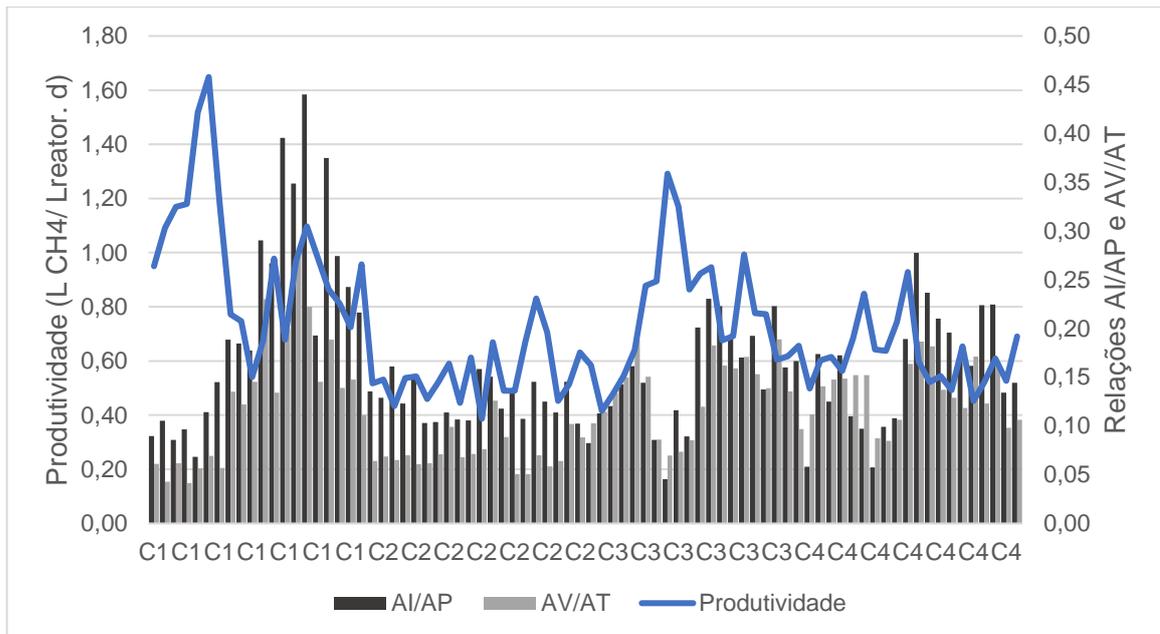


Figura 19 Produtividade de CH<sub>4</sub> em comparação com relações de estabilidade do processo de digestão

### 5.3.5. Concentração de ácidos orgânicos voláteis no experimento contínuo em RALF

Por meio de análise de cromatografia líquida de alta pressão (HPLC), foi verificada a presença de ácidos orgânicos voláteis (AOV), como ácido fórmico, acético, propiônico e butírico, produtos intermediários da digestão anaeróbia. Os resultados são apresentados em função dos pontos verticais de amostragem do RALF, que correspondem a uma fração do TDH de operação, indicados nos gráficos da Figura 21. As amostras foram retiradas no último dia de coleta de cada condição experimental.

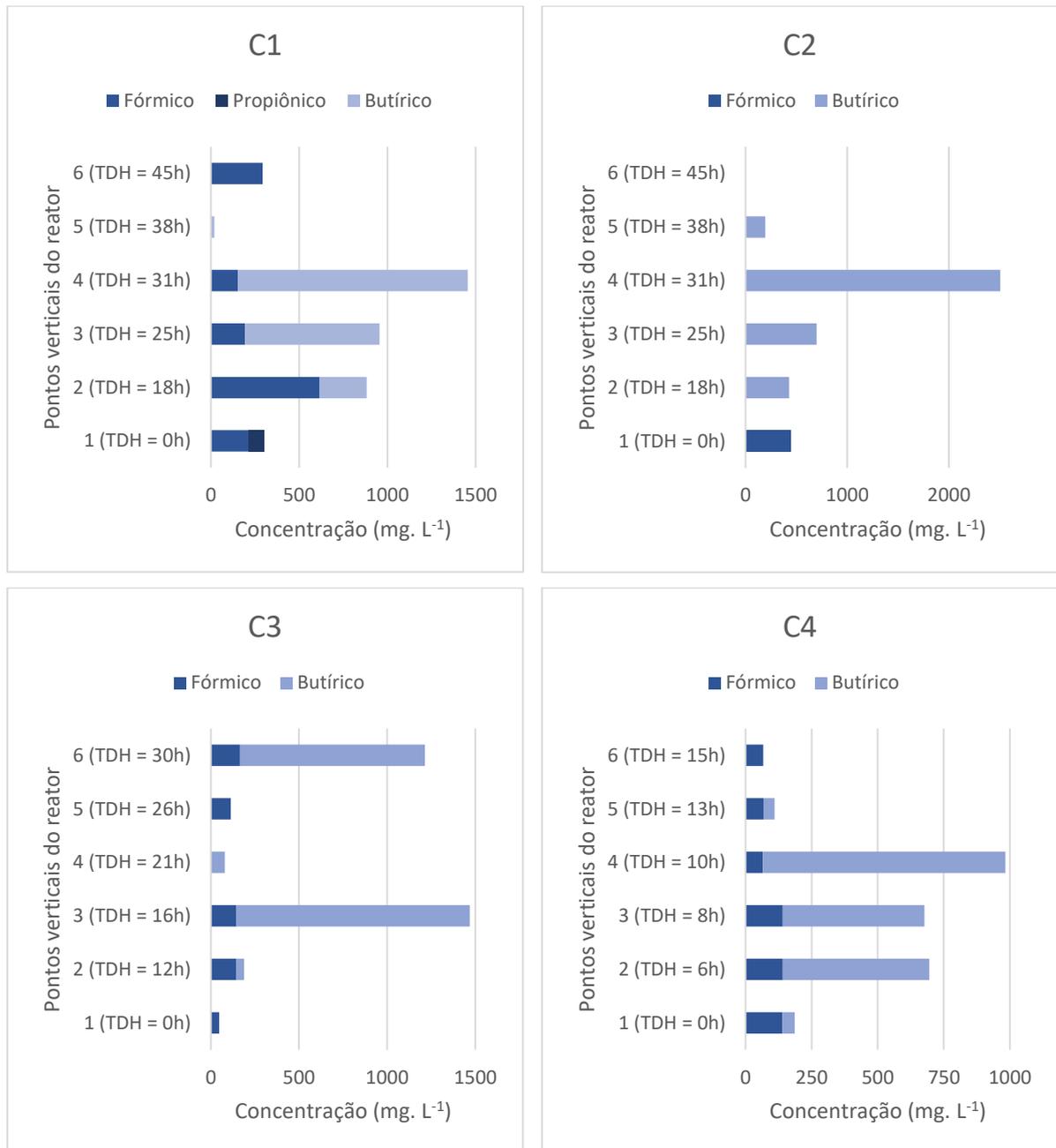


Figura 20 Concentração de ácidos orgânicos voláteis nos pontos verticais do RALF por condição experimental

Foram detectáveis apenas os ácidos fórmico e butírico, como AOV intermediários, em todas as condições experimentais. Nas condições C1, C2 e C4, ocorreu maior concentração no ponto 4, com o ácido butírico como predominante, com grande consumo desse ácido já no ponto seguinte, o que indica estágio final da acidogênese e início da metanogênese logo a seguir, visto que não foi detectada a presença de ácido acético em nenhuma das condições. O mesmo aconteceu na condição C3, no entanto, com uma menor altura do reator, no ponto 3, e verificou-se certo acúmulo de ácido no ponto 6, no efluente do RALF.

A ausência de ácido acético indica distúrbios durante fase da acetogênese, que conduziu a formação de metano a partir de  $H_2$  e  $CO_2$  provenientes da acidogênese, assim como os ácidos fórmico e butírico. Khanal (2008) comenta que a formação de acetatos,  $H_2$  e  $CO_2$  são termodinamicamente favoráveis, em baixas pressões parciais de hidrogênio, e que, em casos contrários, é favorecida a formação de outros ácidos orgânicos, o que pode ter sido o motivo para o verificado durante condução do experimento contínuo. Contudo, para haver alta pressão de hidrogênio, houve também pouco consumo de hidrogênio durante a metanogênese por via hidrogenotrófica. Isso tudo resume um desequilíbrio notado em todas as condições experimentais entre a relação sintrófica existente entre a acetogênese e metanogênese.

O favorecimento da formação de metano pela rota hidrogenotrófica também pode explicar o baixo rendimento de metano em função da DQO removida, que foi cerca de um quarto do rendimento teórico apresentado por Tchobanoglus, Burton e Stensel (2003). A formação de metano a partir de 1,0 mol de  $H_2$  forma apenas um quarto de mol de  $CH_4$ , enquanto 1,0 mol de ácido acético gera 1,0 mol de  $CH_4$ , como exposto por Aquino e Chernicharo (2005). Por outro lado, não houve o acúmulo de ácidos orgânicos voláteis durante o processo, sendo possível notar que os ácidos produzidos ao longo do reator foram transformados em  $CH_4$ . Isso aponta para um processo biológico estável e eficiente, assim como já verificado na análise das relações AV/AT e AI/AP, o que indica que baixas eficiências em rendimento de  $CH_4$  podem ser atribuídas a problemas operacionais de ordem física pelo excesso de biomassa presente no reator.

## 6. CONCLUSÕES

A partir do ensaio de potencial bioquímico de metano (PBM), foi possível verificar que, apesar da baixa biodegradabilidade do lixiviado de aterro sanitário, a sua adição à codigestão anaeróbia de lodo ativado residual e escuma de UASB favoreceu o rendimento de metano em função dos sólidos voláteis adicionados ao reator. Adicionando cerca de 2600 mg  $\text{CaCO}_3 \cdot \text{L}^{-1}$  de alcalinidade total, a adição de lixiviado promoveu melhor equilíbrio das relações entre alcalinidade intermediária e parcial (AI/AP), bem como acidez volátil e alcalinidade total (AV/AT), garantindo melhor estabilidade da digestão anaeróbia. Além disso, a adição de lixiviado foi capaz de melhorar a hidrólise das partículas sólidas do lodo ativado residual e da escuma, que reduziu em cerca de 400 horas o período de latência da digestão da escuma. Os melhores resultados, em termos de remoção de DQO solúvel, foram verificados nos reatores R9 (16,67% LIX; 16,67% LAR; 66,66% ESC) com 74,9% de remoção e no reator R8 (16,67% LIX; 66,66% LAR; 16,67% ESC) com 72,9% de remoção.

Já em termos de rendimento de  $\text{CH}_4$ , o melhor resultado foi verificado nos reatores R10, 11 e 12 (33,33% LIX; LAR; ESC), com média de  $435,4 \pm 13,2 \text{ mL CH}_4 \cdot \text{g SV}^{-1}$ , que também atingiram efeitos sinérgicos de maior valor, com fator de impacto de codigestão (FIC) de  $1,7 \pm 0,1$ , indicando efeitos sinérgicos positivos, ou seja, a mistura com as mesmas proporções volumétricas entre os cossustratos atingiu rendimento de  $\text{CH}_4$  superior ao rendimento ponderado calculado a partir do rendimento de cada monodigestão. Além disso, os três reatores (R10, 11 e 12) tiveram média de  $73,6 \pm 0,3\%$  de  $\text{CH}_4$  na composição do biogás após estabilização. Após análise de desejabilidade, foi encontrada a mistura com parâmetros de remoção de DQO solúvel e rendimento de  $\text{CH}_4$  otimizados, com proporção volumétrica de 25,37% LIX; 36,37% LAR; 38,26% ESC. Essa mistura foi utilizada como alimentação do reator anaeróbio de leito fixo (RALF), na segunda etapa do experimento.

No entanto, após inoculação e aclimação do RALF, durante a condição experimental C1, foram verificadas diversas obstruções das mangueiras afluentes ao reator, além da bomba peristáltica utilizada, que aconteciam mais de uma vez ao dia, prejudicando a operação do sistema. Dessa forma, as demais condições experimentais do experimento contínuo foram alimentadas com mistura de 66,67% LIX, 16,67% LAR e 16,67% ESC, correspondente ao reator R7 do ensaio de PBM, que teve rendimento de  $304,03 \text{ mL CH}_4 \cdot \text{g DQO}_{\text{add}}^{-1}$ , remoção de 66,73% de DQOs e FIC de 1,21, que promoveu melhor diluição da alimentação. Outro problema notável e de interesse nos resultados do experimento contínuo foi a lavagem de biomassa, que prejudicou a eficiência em remoção de matéria orgânica. Isso também influenciou os resultados de rendimento de  $\text{CH}_4$  por quantidade de DQO removida, que

acabaram ocasionando resultados que não demonstram o verdadeiro potencial em rendimento de  $\text{CH}_4$ . No entanto, não foi verificado qualquer desequilíbrio da digestão anaeróbia em todo o experimento, analisado pelas relações AI/AP e AV/AT no efluente do reator.

Em termos de produtividade de  $\text{CH}_4$ , a condição C3 (TDH = 30 h; COV =  $21,21 \pm 7,80$  g DQO.  $\text{L}^{-1}$ .  $\text{d}^{-1}$ ) foi escolhida como mais eficiente dentre as demais com  $0,77 \pm 0,23$  L  $\text{CH}_4$ .  $\text{Lreator}^{-1}$ .  $\text{d}^{-1}$  de produtividade, pois, mesmo com média estatisticamente igual à da condição C1 (TDH = 45 h; COV =  $20,32 \pm 4,06$  g DQO.  $\text{L}^{-1}$ .  $\text{d}^{-1}$ ), com produtividade de  $0,98 \pm 0,28$  L  $\text{CH}_4$ .  $\text{Lreator}^{-1}$ .  $\text{d}^{-1}$ , e carga orgânica volumétrica muito próxima, foi operada com 15 horas a menos de TDH. O resultado de rendimento de  $\text{CH}_4$  por matéria orgânica adicionada também foi maior na condição C3, com rendimento de  $0,09 \pm 0,05$  L  $\text{CH}_4$ . g  $\text{DQO}_{\text{add}}^{-1}$ . Além disso, o melhor resultado, em termos de concentração de  $\text{CH}_4$ , no biogás, foi atingido nas condições C3 ( $80,6 \pm 5,5$  %) e C4 ( $78,0 \pm 5,6$  %), que foram estatisticamente iguais entre si, com preferência à condição C4 (TDH = 15 h; COV =  $43,04 \pm 16,64$  g DQO.  $\text{L}^{-1}$ .  $\text{d}^{-1}$ ), que foi operada com metade do TDH da condição C3.

A análise de AOV permitiu identificar que houve distúrbios na fase acetogênica da digestão anaeróbia, visto que não houve presença de ácido acético em nenhum ponto de amostragem durante todas as condições experimentais. O ácido intermediário mais comum a todas as condições foi o ácido butírico, sucedido do ácido fórmico. O distúrbio na acetogênese pode explicar o baixo rendimento de  $\text{CH}_4$  verificado na operação do experimento em RALF de bancada.

## 7. CONSIDERAÇÕES FINAIS

Embora os resultados do PBM tenham demonstrado potencial de rendimento de  $\text{CH}_4$  satisfatório, condizente com a revisão bibliográfica realizada, e comprovando a suposição de que a adição de lixiviado de aterro sanitário promoveria melhora ao potencial de geração de  $\text{CH}_4$ , na digestão de lodo ativado residual e espuma de UASB, a operação em RALF demonstrou algumas limitações. Além de considerar que a mistura otimizada encontrada no ensaio PBM não seria operacionalmente ideal para o sistema escolhido, em termos de operação de reator em escala real, isso também deveria ser avaliado, visto que há diferenças no volume gerado de cada cossustrato nas suas fontes. Esse fato também justifica a escolha de uma mistura mais diluída com maior participação de lixiviado na mistura. Além disso, a análise metagenômica da biomassa também seria de interesse, a fim de se avaliar quais grupos de microrganismos participaram do processo, buscando compreender os distúrbios causados entre acetogênese e metanogênese.

Além disso, o reator escolhido também poderia sofrer melhor avaliação, pois, como se tratava de codigestão anaeróbia de dois cossustratos, que têm elevada concentração de sólidos e matéria orgânica, efluentes do tratamento de esgoto sanitário, houve dificuldades na operação do RALF, em termos de lavagem de biomassa, em excesso e colmatação, o que prejudicou as eficiências em remoção de matéria orgânica e rendimento de  $\text{CH}_4$ . É sugerido que futuras pesquisas ou operações em maior escala em reator contínuo, com a mesma mistura utilizada neste estudo, levem em consideração a adoção de um reator de mistura completa, para evitar os problemas enfrentados com a elevada concentração de sólidos afluentes e o excesso de biomassa no RALF. Diante disso, levando em consideração o sistema proposto, o efluente do RALF ainda possui elevada concentração em matéria orgânica, muito superior a padrões do lançamento, por exemplo, devendo haver alguma forma de recirculação, outro modo de recuperação energética ou alguma estratégia de recuperação de nutrientes, como método de gerenciamento desses efluentes.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABDEL-SHAFY, H. I. *et al.* Landfill leachate: sources, nature, organic composition, and treatment: an environmental overview. **Ain Shams Engineering Journal**, [s.l.], p. 102293, 2023.

ABOMOHRRA, A. E. F. *et al.* Potential of fat, oil and grease (FOG) for biodiesel production: a critical review on the recent progress and future perspectives. **Progress in Energy and Combustion Science**, [s.l.], v. 81, p. 100868, 2020.

AHMAD, A. *et al.* Enhanced anaerobic co-digestion of food waste and solid poultry slaughterhouse waste using fixed bed digester: performance and energy recovery. **Environmental Technology & Innovation**, [s.l.], v. 30, p. 103099, 2023.

AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION. **Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater**. 23. ed. Washington, DC: American Public Health Association, 2017.

ANGELIDAKI, I. *et al.* Defining the biomethane potential (BMP) of solid organic wastes and energy crops: a proposed protocol for batch assays. **Water Science and Technology**, [s.l.], v. 59, n. 5, p. 927-934, 2009.

ANP. **Resolução nº 886, de 29 de setembro de 2022**. Diário Oficial da União de 29/09/2022. Estabelece a especificação e as regras para aprovação do controle da qualidade do biometano oriundo de aterros sanitários e de estações de tratamento de esgoto destinado ao uso veicular e às instalações eletrificadas. Disponível em: <https://atosoficiais.com.br/anp/resolucao-n-886-2022-estabelece-a-especificacao-e-as-regras-para-aprovacao-do-controle-da-qualidade-do-biometano-oriundo-de-aterros-sanitarios-e-de-estacoes-de-tratamento-de-esgoto-destinado-ao-uso-veicular-e-as-instalacoes>. Acesso em: 11 jun. 2025.

APPIAGYEI OSEI-OWUSU, B., BAIDOO, M. F., ARTHUR, R., & ODURO-KWARTENG, S. Physico-chemical characterization of selected feedstocks as co-substrates for household biogas generation in Ghana. **International Journal of Sustainable Engineering**, [s.l.], v. 16, n. 1, p. 117-128, 2023.

AROMOLARAN, A., SARTAJ, M., ABDALLAH, M. Supplemental Sewage Scum and Organic Municipal Solid Waste Addition to the Anaerobic Digestion of Thickened Waste Activated Sludge: Biomethane Potential and Microbiome Analysis. **Fermentation**, [s.l.], v. 9, n. 3, p. 237, 2023.

AROMOLARAN, A., SARTAJ, M., ALQARALLEH, R.M.Z. Biogas production from sewage scum through anaerobic co-digestion: the effect of organic fraction of municipal solid waste and landfill leachate blend addition. **Biomass Conversion and Biorefinery**, [s.l.], p. 1-17, 2022.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 10004**: Resíduos sólidos: Classificação. Rio de Janeiro, 2004.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE RESÍDUOS E MEIO AMBIENTE (ABREMA). **Panorama dos Resíduos Sólidos no Brasil 2024**. São Paulo: ABREMA, 2024. Disponível em: [https://abrema.org.br/pdf/Panorama\\_2023\\_.pdf#:~:text=O%20Panorama%20dos%20Res%C](https://abrema.org.br/pdf/Panorama_2023_.pdf#:~:text=O%20Panorama%20dos%20Res%C)

3%ADduos%20S%C3%B3lidos%20no%20Brasil%202023,disposi%C3%A7%C3%A3o%20fi nal%20ambientalmente%20adequada%20dos%20res%C3%ADduos%20e%20rejeitos.

BAI, X., FOLK, S., CHEN, Y. C. Co-digestion of sewage sludge and fat, oil, and grease with BioAmp pretreatment under mesophilic conditions. **Biomass Conversion and Biorefinery**, [s.l.], v. 13, n. 6, p. 5023-5034, 2023.

BERENJKAR, P., ISLAM, M., YUAN, Q. Co-treatment of sewage sludge and mature landfill leachate by anaerobic digestion. **International journal of environmental science and technology**, [s.l.], v. 16, p. 2465-2474, 2019.

BORA, A. P., GUPTA, D. P., & DURBHA, K. S. Sewage sludge to bio-fuel: A review on the sustainable approach of transforming sewage waste to alternative fuel. **Fuel**, [s.l.], v. 259, p. 116262, 2020.

BRASIL. Conselho Nacional do Meio Ambiente (CONAMA). **Resolução nº 430, de 13 de maio de 2011**. Dispõe sobre as condições e padrões de lançamento de efluentes, complementa e altera a Resolução nº 357, de 17 de março de 2005, do Conselho Nacional do Meio Ambiente-CONAMA. Diário Oficial da União: seção 1, Brasília, DF, n. 92, p. 89, 2011.

CALISE, F., EICKER, U., SCHUMACHER, J., & VICIDOMINI, M. Wastewater treatment plant: Modelling and validation of an activated sludge process. **Energies**, [s.l.], v. 13, n. 15, p. 3925, 2020.

CAYETANO, R. D. A., KIM, G. B., PARK, J., YANG, Y. H., JEON, B. H., JANG, M., & KIM, S. H. Biofilm formation as a method of improved treatment during anaerobic digestion of organic matter for biogas recovery. **Bioresource technology**, [s.l.], v. 344, p. 126309, 2022.

CHERNICHARO, C. A. L. **Biological wastewater treatment series**. Vol 4: Anaerobic Reactors. London: IWA Publishing, 2007.

CHERNICHARO, C. A. L., VAN LIER, J. B., NOYOLA, A., & BRESSANI RIBEIRO, T. Anaerobic sewage treatment: state of the art, constraints and challenges. **Reviews in Environmental Science and Bio/Technology**, [s.l.], v. 14, p. 649-679, 2015.

CONTRERA, R. C., SILVA, K. C., SILVA, G. H., MORITA, D. M., ZAIAT, M., & SCHALCH, V. The " chemical oxygen demand/total volatile acids" ratio as an anaerobic treatability indicator for landfill leachates. **Brazilian Journal of Chemical Engineering**, [s.l.], v. 32, p. 73-86, 2015.

DE CASTRO, T. M., ARANTES, E. J., DE MENDONÇA COSTA, M. S. S., GOTARDO, J. T., PASSIG, F. H., DE CARVALHO, K. Q., & GOMES, S. D. Anaerobic co-digestion of industrial waste landfill leachate and glycerin in a continuous anaerobic bioreactor with a fixed-structured bed (ABFSB): Effects of volumetric organic loading rate and alkaline supplementation. **Renewable Energy**, [s.l.], v. 164, p. 1436-1446, 2021.

DI BITONTO, L., TODISCO, S., GALLO, V., & PASTORE, C. Urban sewage scum and primary sludge as profitable sources of biodiesel and biolubricants of new generation. **Bioresource Technology Reports**, [s.l.], v. 9, p. 100382, 2020.

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

ESCUDIÉ, R., CRESSON, R., DELGENÈS, J. P., & BERNET, N. Control of start-up and operation of anaerobic biofilm reactors: an overview of 15 years of research. **Water research**, [s.l.], v. 45, n. 1, p. 1-10, 2011.

FILER, J., DING, H. H., CHANG, S. Biochemical methane potential (BMP) assay method for anaerobic digestion research. **Water**, [s.l.], v. 11, n. 5, p. 921, 2019.

GAO, M., LI, S., ZOU, H., WEN, F., CAI, A., ZHU, R., ... & GU, L. Aged landfill leachate enhances anaerobic digestion of waste activated sludge. **Journal of Environmental Management**, [s.l.], v. 293, p. 112853, 2021.

GIRAULT, R., BRIDOUX, G., NAULEAU, F., POUILLAIN, C., BUFFET, J., PEU, P., ... & BÉLINE, F. Anaerobic co-digestion of waste activated sludge and greasy sludge from flotation process: batch versus CSTR experiments to investigate optimal design. **Bioresource Technology**, [s.l.], v. 105, p. 1-8, 2012.

GU, J., LIU, R., CHENG, Y., STANISAVLJEVIC, N., LI, L., DJATKOV, D., ... & WANG, X. Anaerobic co-digestion of food waste and sewage sludge under mesophilic and thermophilic conditions: Focusing on synergistic effects on methane production. **Bioresource technology**, [s.l.], v. 301, p. 122765, 2020.

KHANAL, S. K. Anaerobic biotechnology for bioenergy production. **Principles and Application Willey and Blackwell**, [s.l.], p. 161-86, 2008.

KUMARI, M., & CHANDEL, M. K. Anaerobic Co-digestion of sewage sludge and organic fraction of municipal solid waste: Focus on mix ratio optimization and synergistic effects. **Journal of Environmental Management**, [s.l.], n. 345, p. 118821, 2023.

KUNZ, A., STEINMETZ, R.L.R., DO AMARAL, A.C. **Fundamentals of anaerobic digestion, biogas purification, use and treatment of digestate**. Concórdia: Sbera: Embrapa Suínos e Aves, 2022.

LIMA, J. A. M., FORMAGINI, E. L., DE OLIVEIRA, P. B., & MAGALHÃES FILHO, F. J. C. Methane production in the co-digestion of landfill leachate with domestic sewage and the methanogenic activity of full-scale uasb reactors. **Revista AIDIS de Ingeniería y Ciencias Ambientales. Investigación, desarrollo y práctica**, [s.l.], v. 15, n. 1, p. 311-325, 2022.

LIU, Y., LV, Y., CHENG, H., ZOU, L., LI, Y. Y., & LIU, J. High-efficiency anaerobic co-digestion of food waste and mature leachate using expanded granular sludge blanket reactor. **Bioresource Technology**, [s.l.], v. 362, p. 127847, 2022.

MOHANTY, S. S., VYAS, S., KOUL, Y., PRAJAPATI, P., VARJANI, S., CHANG, J. S., ... & VITHANAGE, M. Tricks and tracks in waste management with a special focus on municipal landfill leachate: Leads and obstacles. **Science of The Total Environment**, [s.l.], v. 860, p. 160377, 2023.

MONTGOMERY, D. C. **Design and analysis of experiments**. 9. ed. Hoboken, NJ: John Wiley & Sons, Inc., 2017.

MONTUSIEWICZ, A., BIS, M., PASIECZNA-PATKOWSKA, S., MAJEREK, D. Mature landfill leachate utilization using a cost-effective hybrid method. **Waste Management**, [s.l.], v. 76, p. 652-662, 2018.

- NAJAFPOUR, G. D., ZINATIZADEH, A. A. L., MOHAMED, A. R., ISA, M. H., & NASROLLAHZADEH, H. High-rate anaerobic digestion of palm oil mill effluent in an upflow anaerobic sludge-fixed film bioreactor. **Process Biochemistry**, [s.l.], v. 41, n. 2, p. 370-379, 2006.
- NELSON, M. I., SIDHU, H. S., WATT, S., & HAI, F. I. Performance analysis of the activated sludge model (number 1). **Food and Bioproducts Processing**, [s.l.], v. 116, p. 41-53, 2019.
- NGUYEN, L. N., KUMAR, J., VU, M. T., MOHAMMED, J. A., PATHAK, N., COMMAULT, A. S., ... & NGHIEM, L. D. Biomethane production from anaerobic co-digestion at wastewater treatment plants: A critical review on development and innovations in biogas upgrading techniques. **Science of The Total Environment**, [s.l.], v. 765, p. 142753, 2021.
- OHEMENG-NTIAMOAH, J., DATTA, T. Biomethane potential test reveals microbial adaptation and increased methane yield during anaerobic co-digestion. **Bioresource Technology Reports**, [s.l.], v. 15, p. 100754, 2021.
- PAZOKI, M., GHASEMZADEH, R. **Municipal landfill leachate management**. Springer International Publishing, 2020.
- QIAN, Y., HU, P., LANG-YONA, N., XU, M., GUO, C., & GU, J. D. Global landfill leachate characteristics: Occurrences and abundances of environmental contaminants and the microbiome. **Journal of Hazardous Materials**, [s.l.], v. 461, p. 132446, 2024.
- RIPLEY, L. E., BOYLE, W. C., & CONVERSE, J. C. Improved alkalimetric monitoring for anaerobic digestion of high-strength wastes. **Journal (Water Pollution Control Federation)**, [s.l.], p. 406-411, 1986.
- SALAMA, E. S., SAHA, S., KURADE, M. B., DEV, S., CHANG, S. W., & JEON, B. H. Recent trends in anaerobic co-digestion: Fat, oil, and grease (FOG) for enhanced biomethanation. **Progress in Energy and Combustion Science**, [s.l.], v. 70, p. 22-42, 2019.
- SIDDIQUE, M. N. I., WAHID, Z. A. Achievements and perspectives of anaerobic co-digestion: A review. **Journal of cleaner production**, [s.l.], v. 194, p. 359-371, 2018.
- TAKEDA, P. Y., GOTARDO, J. T., & GOMES, S. D. Anaerobic co-digestion of leachate and glycerol for renewable energy generation. **Environmental Technology**, [s.l.], v. 43, n. 8, p. 1118-1128, 2022.
- TANDUKAR, M, PAVLOSTATHIS, S. G. Anaerobic co-digestion of municipal sludge with fat-oil-grease (FOG) enhances the destruction of sludge solids. **Chemosphere**, [s.l.], v. 292, p. 133530, 2022.
- TCHOBANOGLUS, G., BURTON, F., & STENSEL, H. D. Wastewater engineering: treatment and reuse. **American Water Works Association. Journal**, [s.l.], v. 95, n. 5, p. 201, 2003.
- VEREIN DEUTSCHER INGENIEURE. **VDI 4630: Fermentation of Organic Materials: Characterisation of the Substrate, Sampling, Collection of Material Data, Fermentation Tests**. Beuth Verlag, Düsseldorf, 2006.
- VON SPERLING, M. **Biological wastewater treatment series**. Vol 5: Activated sludge and aerobic biofilm reactors. London: IWA Publishing, 2007.

- WANG, C., NAKAKOJI, S., NG, T. C. A., ZHU, P., TSUKADA, R., TATARA, M., & NG, H. Y. Acclimatizing waste activated sludge in a thermophilic anaerobic fixed-bed biofilm reactor to maximize biogas production for food waste treatment at high organic loading rates. **Water Research**, [s.l.], v. 242, p. 120299, 2023.
- WIJEKOON, P., KOLIYABANDARA, P. A., COORAY, A. T., LAM, S. S., ATHAPATTU, B. C., & VITHANAGE, M. Progress and prospects in mitigation of landfill leachate pollution: Risk, pollution potential, treatment and challenges. **Journal of hazardous materials**, [s.l.], v. 421, p. 126627, 2022.
- XU, Y., LU, Y., ZHENG, L., WANG, Z., & DAI, X. Perspective on enhancing the anaerobic digestion of waste activated sludge. **Journal of Hazardous Materials**, [s.l.], v. 389, p. 121847, 2020.
- YUSUF, H. H., RODDICK, F., JEGATHEESAN, V., GAO, L., & PRAMANIK, B. K. Tackling fat, oil, and grease (FOG) build-up in sewers: Insights into deposit formation and sustainable in-sewer management techniques. **Science of the Total Environment**, [s.l.], p. 166761, 2023.