# UNIVERSIDADE DE CAXIAS DO SUL ÁREA DO CONHECIMENTO DE CIÊNCIAS EXATAS E ENGENHARIAS PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA E CIÊNCIAS AMBIENTAIS – PPGECAM MESTRADO PROFISSIONAL

ANÁLISE DO COMPORTAMENTO HIDRODINÂMICO DE UM MÓDULO DE MEMBRANAS DE ULTRAFILTRAÇÃO APLICADO AO TRATAMENTO DE EFLUENTES EM MEIO ANAERÓBIO

LETÍCIA MOLIN

CAXIAS DO SUL 2017

#### LETÍCIA MOLIN

# ANÁLISE DO COMPORTAMENTO HIDRODINÂMICO DE UM MÓDULO DE MEMBRANAS DE ULTRAFILTRAÇÃO APLICADO AO TRATAMENTO DE EFLUENTES EM MEIO ANAERÓBIO

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciências Ambientais – PPGECAM da Universidade de Caxias do Sul – UCS, como requisito para a obtenção do título de mestre em Engenharia e Ciências Ambientais.

Área de Concentração: Gestão e Tecnologia Ambiental

Professor Orientador:
Dr. Eng. Juliano Rodrigues Gimenez

Professor Coorientador Dr. Eng. Lademir Luiz Beal

#### M722a Molin, Letícia

Análise do Comportamento Hidrodinâmico de um Módulo de Membranas de Ultrafiltração Aplicado ao Tratamento de Efluentes em Meio Anaeróbio / Letícia Molin. – 2017.

128 f.: il.

Dissertação (Mestrado) - Universidade de Caxias do Sul, Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciências Ambientais, 2017. Orientação: Juliano Rodrigues Gimenez. Coorientação: Lademir Luiz Beal.

 tratamento de efluente anaeróbio.
 fouling.
 resistências em série.
 fluxo de permeado.
 membranas.
 Gimenez, Juliano Rodrigues, orient.
 II. Beal, Lademir Luiz, coorient.
 III. Título.

Elaborado pelo Sistema de Geração Automática da UCS com os dados fornecidos pelo(a) autor(a).

#### "ANÁLISE DO COMPORTAMENTO HIDRODINÂMICO DE UM MÓDULO DE MEMBRANAS DE ULTRAFILTRAÇÃO APLICADO AO TRATAMENTO DE EFLUENTES EM MEIO ANAERÓBIO."

#### Letícia Molin

Dissertação de Mestrado submetida à Banca Examinadora designada pelo Colegiado do Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciências Ambientais da Universidade de Caxias do Sul, como parte dos requisitos necessários para a obtenção do título de Mestre em Engenharia e Ciências Ambientais, Área de Concentração: Gestão e Tecnologia Ambiental.

Caxias do Sul, 31 de outubro de 2017.

#### Banca Examinadora:

Dr. Juliano Rodrigues Gimenez Orientador Universidade de Caxias do Sul

Dr. Lademir Luiz Beal Universidade de Caxias do Sul

Dra. Eloane Malvessi Universidade de Caxias do Sul

Dr. Geraldo Antônio Reichert Universidade de Caxias do Sul

Dr. Luis Alcides Schiavo Miranda Universidade do Vale do Rio dos Sinos

Dr. Luis Olinto Monteggia Universidade Federal do Rio Grande do Sul

#### **RESUMO**

Biorreatores anaeróbios associados a membranas (AnMBR) vem sendo considerados como alternativas atrativas e vantajosas em relação aos sistemas convencionais de tratamento anaeróbio e mesmo de membranas associadas a biorreatores aeróbios (MBR). Apesar de a tecnologia ser relativamente bem desenvolvida, processos de digestão anaeróbia associados a membranas esbarram em desafios inerentes a todos os processos com membranas, quais sejam, os fenômenos relacionados à restrição de fluxo. Para que o reator anaeróbio tenha autonomia operacional para a otimização da produção de biogás, é indispensável que as membranas não constituam um fator limitante ao processo. Neste cenário, este trabalho foi desenvolvido com o propósito de obter e analisar dados experimentais da filtração por membranas poliméricas de fibras ocas de ultrafiltração, de um efluente anaeróbio, avaliando fluxos de permeado (J<sub>P</sub>) e as correspondentes resistências à filtração (R) para concentrações de SST equivalentes à 0,806, 5,0, 10,0, 20,0 e 40,0 g·L<sup>-1</sup> a pressões transmembrana (PTM) constantes de 140, 260 e 380 mbar. Em síntese, os principais resultados demonstram que, para uma mesma concentração, a PTM de 140 mbar foi capaz de atingir volumes de permeado muito próximos ao da maior pressão testada com menor demanda energética por equipamentos de bombeamento. De forma geral, a partir do tempo 40 min ocorre a regularização de J<sub>P</sub> em valores médios variando de 3,0 L·m<sup>-2</sup>·h<sup>-1</sup> para a maior concentração de SST a 6,0 L·m<sup>-2</sup>·h<sup>-1</sup> para as demais concentrações. No entanto, os valores médios de JP não diminuem com o aumento da concentração de SST, demonstrando a interferência de outros fatores no processo de filtração, como a distribuição granulométrica. Diferentemente de JP, a RT apresentou valores crescentes durante todo o ensaio, com valores máximos atingidos aos 240 min de ensaio entre 1,9·10<sup>13</sup> m<sup>-1</sup> para a menor concentração e 3,5·10<sup>13</sup> m<sup>-1</sup> para a maior concentração, neste caso, evidenciando relação entre a concentração e a resistência total. Ficou evidenciado que as membranas não são tecnologias limitadoras para esses reatores, pois podem operar mesmo com cenários de incrementos significativos de arraste de sólidos.

**Palavras-chave:** AnMBR, *fouling*, resistências em série, fluxo de permeado, comportamento hidrodinâmico.

#### **ABSTRACT**

Anaerobic membrane bioreactors (AnMBR) have been evolving as a promising technology for wastewater treatment compared to conventional anaerobic treatment systems and even membranes associated with aerobic bioreactors (MBR). Although the technology is well established, anaerobic membrane bioreactors processes run up against challenges inherent in all membrane processes, which are flow restriction phenomena. It is essential for the bioreactor's operational autonomy for the optimization of biogas production that the membranes are not a limiting factor to the process. In this scenario, this work was developed to obtain and analyze experimental data of hollow fiber polymeric ultrafiltration membranes filtrating an anaerobic effluent. Experimental data refers to permeate fluxes (J<sub>P</sub>) and the corresponding resistances to filtration (R), for TSS concentrations of 0.806, 5.0, 10.0, 20.0 and 40.0 40,0 g·L<sup>-1</sup> and constant transmembrane pressures (TMP) of 140, 260 and 380 mbar. The main results show that, for the same concentration, TMP of 140 mbar reached permeate volumes very close to the highest TMP, with less energy demand for pumping equipment. In general, from the time 40 min, the regularization of JP occurs in average values ranging from 3.0 0 L·m<sup>-2</sup>·h<sup>-1</sup> for the highest TSS concentration and 6.0 0 L·m<sup>-2</sup>·h<sup>-1</sup> for the others. However, the average values of JP do not decrease as TSS concentration increases, suggesting the interference of another factors in the filtration process, such as particle size distribution. Different from JP, total resistance (RT) increased throughout the tests, with maximum values between 1,9·10<sup>13</sup> m<sup>-1</sup> for the lowest TSS concentration and 3,5·10<sup>13</sup> m<sup>-1</sup> for the highest one, at 240 min, suggesting the existence of a relation between TSS concentration and R<sub>T</sub>. The results have shown that the membrane application is not a limiting technology to these reactors, since they can operate even with significant increases in drag of solids.

**Key-words**: AnMBR, fouling, permeate flux, resistance-in-series, hydrodynamic behavior.

#### LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AnMBR Do inglês, Anaerobic Membrane Bioreactor, biorreator anaeróbio

associado a membranas

AnSMBR Do inglês, Anaerobic Submerged Membrane Bioreactor, biorreator

anaeróbio associado a membranas submersas

LATAM Laboratório de Tecnologia Ambiental – Universidade de Caxias do Sul

LATAM Laboratório de Tecnologias Ambientais

MBR Do inglês *membrane bioreactor*, biorreator associado a membranas

PPM Partes por milhão

PSM Processos de separação por membranas

SMBR Do inglês, submerged membrane bioreactor, biorreator associado a

membranas submersas

TDH Tempo de detenção hidráulico

TRC Tempo de retenção celular

UASB Do inglês *Upflow Anaerobic Sludge Blanket*, reator anaeróbio de manta

de lodo de fluxo ascendente

UCS Universidade de Caxias do Sul

UE Unidade Experimental

UF Ultrafiltração

#### LISTA DE SÍMBOLOS

ΔΡ	Pressão transmembrana (bar ou Pa), PTM				
μ	Viscosidade dinâmica do líquido (Pa · s)				
Cc	Coeficiente de curvatura				
COV	Carga orgânica volumétrica				
$C_{U}$	Coeficiente de uniformidade				
d10	Diâmetro efetivo (def). Valor de diâmetro igual e abaixo do qual correspondente a 10% da quantidade de partículas presentes na amostra, ou seja, 90% da amostra tem valores superiores a este.				
d30	Valor de diâmetro igual e abaixo do qual correspondente a 30% da quantidade de partículas presentes na amostra, ou seja, 60% da amostra tem valores superiores a este				
d50	Valor de diâmetro correspondente a mediana da distribuição granulométrica. Valor igual e abaixo do qual correspondente a 50% da quantidade de partículas presentes na amostra				
d60	Valor de diâmetro igual e abaixo do qual correspondente a 60% da quantidade de partículas presentes na amostra, ou seja, 30% da amostra tem valores superiores a este.				
$J_{20}$	Fluxo de permeado padronizado à temperatura de 20°C (m³·m⁻²·s⁻¹)				
PTM	Pressão transmembrana (bar ou Pa), ∆P				
$R_CP$	Resistência referente à polarização por concentração (m <sup>-1</sup> )				
R <sub>F</sub>	Resistência relativa ao fouling (m <sup>-1</sup> )				
$R_M$	Resistência intrínseca da membrana (m <sup>-1</sup> )				
$R_{T}$	Resistência total (m <sup>-1</sup> )				
SST	Sólidos suspensos totais (mg·L <sup>-1</sup> )				
ST	Sólidos totais (mg·L <sup>-1</sup> )				
ρ	Massa específica (g⋅mL <sup>-1</sup> )				

#### SUMÁRIO

LI	STA DE ABREVIATURAS E SIGLAS	7
	STA DE SÍMBOLOS	
SI	UMÁRIO	9
1	INTRODUÇAO	10
2	OBJETIVOS	12
3	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	13
	3.1 MEMBRANAS: ASPECTOS TEÓRICOS E OPERACIONAIS	13
	3.2 TRATAMENTO ANAERÓBIO DE EFLUENTES	30
	3.3 BIORREATORES ASSOCIADOS A MEMBRANAS (MBR) PARA PRODUÇÃO BIOGÁS	) DE 32
4	MATERIAIS E MÉTODOS	40
	4.1 MEMBRANAS	40
	4.2 CONFIGURAÇÃO DA UNIDADE EXPERIMENTAL	42
	4.3 CARACTERÍSTICAS DAS MISTURAS A SEREM FILTRADAS	
	4.4 PRESSÕES TRANSMEMBRANA CONTROLADAS EM CADA ENSAIO	46
	4.5 PREPARAÇÃO DO MÓDULO DE MEMBRANAS	47
	4.6 PROCEDIMENTOS ANALÍTICOS	
	4.7 ROTINA DOS ENSAIOS DE FILTRAÇÃO	54
	4.8 ANÁLISE DOS DADOS REGISTRADOS PELO SISTEMA SUPERVISÓRIO	56
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO	
	5.1 ARTIGO SUBMETIDO A PERIÓDICO	59
	5.2 RESULTADOS COMPLEMENTARES	72
6	CONCLUSÕES	84
7	RECOMENDAÇÕES	
8	REFERÊNCIAS	87
Αl	PÊNDICES	92
Αl	PÊNDICE A	92
Αl	PÊNDICE B	101
Αl	PÊNDICE C	108
Αl	PÊNDICE D	114
۸ ۱	DÊNDICE E	400

#### 1 INTRODUÇÃO

O tratamento de efluentes e, mais recentemente, a valoração de resíduos são temas cujo desenvolvimento é exigido em nível crescente. Neste contexto, sistemas baseados em reatores biológicos anaeróbios vêm se popularizando e representam uma solução atrativa. Isso se deve a aspectos operacionais reconhecidamente vantajosos, como o menor consumo energético e a menor produção de lodo quando comparados aso processos aeróbios, e também à qualidade do efluente final e à potencialidade atrelada à digestão anaeróbia referente à produção de biogás.

Em processos baseados nestes reatores, uma operação cada vez mais explorada como um fator para incremento de eficiência é a separação da biomassa do efluente à saída dos reatores, que tradicionalmente vem sendo feita através de unidades secundárias de sedimentação. Estes processos permitem desvincular e controlar os parâmetros operacionais intimamente relacionados à produção de biogás, como o tempo de detenção hidráulico (TDH) e tempo de retenção celular (TRC). Em substituição aos sedimentadores convencionais, membranas vem sendo empregadas em associação a biorreatores, constituindo os processos de MBR (do inglês, membrane bioreactors) ou, para sistemas anaeróbios, AnMBR (do inglês, anaerobic membrane bioreactors). Além de serem compactas e modulares, as membranas são vantajosas do ponto de vista econômico e energético quando comparadas a processos convencionais de separação.

Contudo, os fenômenos de restrição de fluxo, apesar de inerentes à operação das membranas, são limitantes ao emprego destas em processos de tratamento. A heterogeneidade dos sistemas inviabiliza o estabelecimento de um modelo geral para descrever tais fenômenos, embora seja possível afirmar que a natureza e a extensão dos são relacionadas as características da biomassa, às características da membrana e às condições de operação.

Especificamente na associação com biorreatores, é essencial que os mesmos tenham autonomia para flexibilizar os parâmetros operacionais sem prejuízos ao sistema como um todo. A alteração de parâmetros como o tempo de detenção hidráulico, o tempo de retenção celular e a carga orgânica volumétrica (COV) impactam diretamente nas características do efluente do biorreator em termos de concentração de sólidos totais e distribuição do tamanho de partícula. As membranas, por sua vez, deverão ser tolerantes a estas variações sem que a queda de fluxo de

permeado constitua um impeditivo em termos de condições de operação ou de consumo energético.

Neste contexto, considerando a variedade de condições de operação às quais as membranas podem ser submetidas quando em AnMBR e a falta de modelos que representem os inúmeros processos existentes, justificam-se os estudos de filtração para a produção de dados que contribuam para o entendimento das especificidades das membranas nestes sistemas. Dentre estas, citam-se parâmetros operacionais que, por sua vez, irão respaldar o projeto e a operação dos biorreatores à montante.

Este trabalho, que se trata do estudo do comportamento de membranas quando submetidas à diferentes condições de pressão transmembrana e de concentração de sólidos na alimentação, pretende subsidiar o avanço de pesquisas e aplicações das tecnologias de membranas em processos anaeróbios, conciliando de forma sustentável os aspectos econômicos e ambientais.

#### 2 OBJETIVOS

O objetivo geral deste trabalho é analisar o comportamento hidrodinâmico de um módulo de membranas de ultrafiltração aplicado ao tratamento de efluente anaeróbio.

Com vistas a cumprir com o objetivo geral, são apresentados os objetivos específicos:

- a. avaliar a influência da concentração de sólidos suspensos e da pressão transmembrana na resistência à filtração e no fluxo de permeado a partir de dados experimentais;
- b. identificar a existência de relação entre o padrão granulométrico dos sólidos relacionados ao efluente anaeróbio presentes na solução de filtração a um comportamento específico de fluxo;
- c. interpretar o potencial de uso de membranas associadas a biorreatores na otimização de sistemas de tratamento na tecnologia de produção de biogás.

#### 3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 3.1 MEMBRANAS: ASPECTOS TEÓRICOS E OPERACIONAIS

Membranas são primordialmente empregadas com a finalidade de separação. Mulder (1991), à época de sua publicação, descreveu as membranas como uma tecnologia emergente graças à característica multidisciplinar que permite seu uso em um extenso número de aplicações. Esta característica prevalece até os dias atuais, especialmente na área de tratamento de efluentes. Neste campo, as membranas vêm substituindo os processos convencionais de separação quando é requerida qualidade elevada do efluente final em termos de sólidos totais ou quando uma finalidade específica é estabelecida, tal como a otimização da produção de biogás, que será abordada ao longo deste trabalho.

Como benefícios da tecnologia de membranas, Mulder (1991) cita: a) separação pode ser conduzida de forma contínua; b) o consumo de energia é geralmente baixo; c) os processos com membranas podem ser combinados a outros processos de separação; d) o escalonamento é fácil no que diz respeito à modularidade; e) as propriedades das membranas são variáveis e podem ser ajustadas ao processo. O autor destaca como desvantagem, no entanto, os fenômenos associados ao incremento da resistência ao fluxo ao longo da operação

O conceito de membrana se baseia em um filme fino separando duas fases, constituindo uma barreira seletiva ao transporte de materiais, como é ilustrado na **Erro! Fonte de referência não encontrada.**. Essa definição inclui o aspecto de permeabilidade seletiva, que implica em uma diferença de potencial entre as fases (AWWA, 1996). Nessa condição, o fluxo de alimentação será dividido em dois fluxos distintos, isto é, o permeado e o retentado (Figura 2). De acordo com o objetivo do processo de separação, tanto o permeado quanto o retentado, também chamado retido ou concentrado, pode ser o produto (MULDER, 1991).

Para AWWA (1996), a membrana não consiste em um material passivo, e sim em um material funcional que, embora caracterizado por sua estrutura, seu desempenho em termos de fluxo e seletividade dependem principalmente da natureza dos elementos contidos nas duas fases e da força que é aplicada. Por esse motivo, classificam-se as membranas conforme o tipo de separação promovido e a força motriz aplicada, ao invés de classificá-las somente de acordo com sua estrutura.

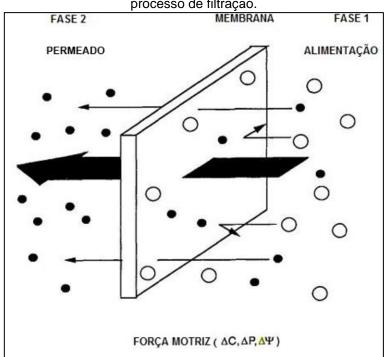
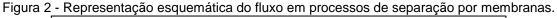
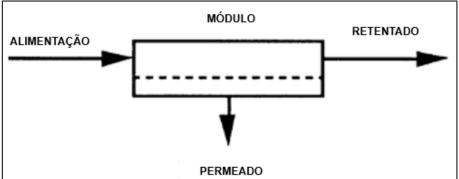


Figura 1 – Representação de uma membrana com permeabilidade seletiva e as fases envolvidas no processo de filtração.

Fonte: Adaptado de AWWA (1996).





Fonte: Adaptado de Mulder (1991).

Uma classificação geral das operações por membranas pode ser obtida considerando os parâmetros (a) força motriz, (b) mecanismo de separação, (c) estrutura da membrana e (d) fases em contato. No Quadro 1 apresentam-se algumas características importantes relacionadas a estas operações.

As operações de separação envolvendo soluções ou misturas, como é o caso de águas residuárias, normalmente são conduzidas pela diferença de pressão, ou seja, a força motriz do processo é a pressão transmembrana. É comum nestes casos o emprego de operações do tipo microfiltração (MF), ultrafiltração (UF), nanofiltração (NF) e, ainda, osmose inversa (OI).

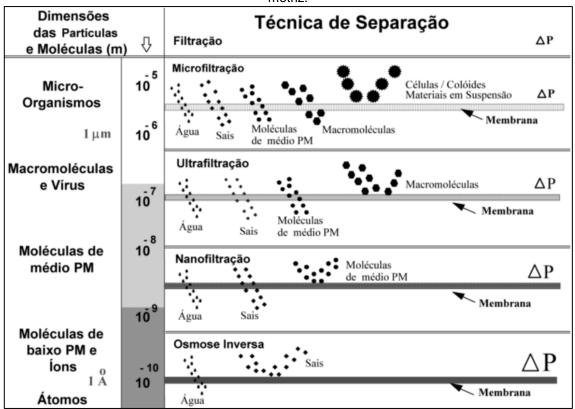
Quadro 1 – Principais operações com membranas tecnicamente relevantes ao tratamento de águas residuárias.

Operação da	Força motriz	Mecanismo de Separação	Estrutura da membrana	Fase	
membrana				1*	2
Microfiltração	Gradiente de pressão hidrostática	Peneira	Macroporos (> 50 nm)	L ou G	L
Ultrafiltração	Gradiente de pressão hidrostática e pequeno gradiente de pressão osmótica	Peneira	Mesoporos (entre 2 e 50 nm)	L	L
Nanofiltração	Gradiente de pressão hidrostática e gradiente de pressão osmótica	Peneira Solução-difusão	Microporos (< 2 nm)	L	L
Osmose inversa	Gradiente de pressão hidrostática e gradiente de pressão osmótica	Sorção preferencial, fluxo capilar, solução-difusão	Densa	L	L

\*As Fases 1 e 2 constituem a alimentação. L=líquido, G=Gás Fonte: Adaptado de AWWA (1996) e Ho e Sirkar (1992).

Na Figura 3 são sumarizadas características referentes aos processos conduzidos por diferença de pressão, incluindo a dimensão das partículas e moléculas retidas em cada processo, fornecendo uma ideia quanto a classificação dos tipos de operação por tamanho de poro.

Figura 3 – Características gerais dos processos que empregam diferença de pressão como força motriz.



Legenda: PM = peso molecular (massa molar);  $\Delta P$  = diferença de pressão;  $\mathring{A}$  =  $\mathring{A}$ ngström ( $10^{-10}m$ ). Fonte: Habert, Borges e Nobrega (2006).

No que se refere à estrutura ou a morfologia, as membranas podem ser porosas, sendo que características dos poros definem o desempenho e a seletividade da membrana, ou densas, nas quais não há virtualmente a presença de poros, e assim a seletividade será principalmente em função do material com o qual a membrana é constituída.

Ainda em relação à morfologia, as membranas, sejam elas porosas ou densas, podem ser simétricas, ou seja, homogêneas ao longo da seção transversal, ou assimétricas, caracterizadas por variações nos tamanhos dos poros ao longo da seção ou ainda pela presença de camadas, que podem variar entre estrutura densa e porosa. Nas membranas assimétricas empregadas no tratamento de efluentes, também denominadas anisotrópicas, são comuns aquelas dotadas de camada de topo ou camada seletiva. Esta é a camada filtrante, que tem as funções principais no que se refere à seletividade da membrana. A camada inferior terá a finalidade de suporte, principalmente.

Quanto à composição, membranas podem ser feitas de materiais orgânicos, destacando-se as membranas poliméricas, ou inorgânicos, sendo que estas, apesar de possuírem estabilidade térmica, mecânica e química superior em relação aos demais materiais poliméricos, tem uso mais restrito especialmente devido ao custo. Ainda em relação às membranas inorgânicas, as de materiais cerâmicos representam o seu principal subtipo.

As membranas orgânicas são amplamente usadas, destacando-se as membranas poliméricas e celulósicas e seus derivados. Apresentam baixo custo e pouca tendência à adsorção, além de sua resistência relativa ao cloro e hidrofilicidade (AWWA, 1996). A maioria das membranas sintéticas comerciais pertence a esta categoria, sendo preparadas a partir de materiais poliméricos com características químicas e físicas variadas e custos atrativos. Segundo Stephenson et al. (2006), o material mais amplamente empregado é o polimérico, especialmente devido ao custo.

Como exemplo de material polimérico, cita-se o fluoreto de polivinilideno ou PVDF (do inglês, *poly(vinylidene fluoride)*). Membranas de PVDF vem sendo empregadas de forma extensiva na pesquisa científica e também em processos industriais, especialmente devido à alta estabilidade térmica, boa resistência química e à propriedade de constituição de membranas (KANG, CAO, 2014). Dentre as aplicações, Kang e Cao (2014) destacam o tratamento de água, processos de micro

e ultrafiltração em geral e também em biorreatores associados a membranas (MBR), entre outros usos, incluindo separação de gases.

Em relação à geometria, existem diversas configurações. De forma geral, as membranas apresentam-se em forma plana ou cilíndrica. As membranas planas costumam ser arranjadas em módulos do tipo placa e quadro ou espiral e as cilíndricas em módulos tubulares e módulos de fibra oca ou capilares. Os módulos de membranas cilíndricas são classificados pelo diâmetro externo, sendo que a configuração tubular tem diâmetros superiores a 10,0 mm, os capilares, 0,5 a 10,0 mm e os de fibra oca possuem diâmetros inferiores a 0,5 mm (MULDER, 1996; BAKER, 2004).

O tipo de módulo no qual as membranas estarão dispostas, em conjunto com as propriedades da própria membrana, terá efeito nos parâmetros custo, faixa de pressão transmembrana empregada e, especialmente, na possibilidade de controlar os fenômenos causadores de queda de fluxo durante a operação, como polarização da concentração e *fouling*.

Os módulos de fibra oca não necessitam de suporte, o que reduz o custo de fabricação e o tornam bastante populares. A relação área de permeação e volume do módulo é elevada e depende do diâmetro da fibra ou do capilar. O módulo consiste em um agrupamento de centenas a milhares de fibras ou capilares e o fluxo pode se dar no interior ou no exterior das fibras (AWWA, 1996). A operação usual, no entanto, é no sentido de fora para dentro da fibra, sendo que o que permeia é a água, para o caso de tratamento de efluentes (STEPHENSON et al., 2006).

Segundo AWWA (1996), os módulos de fibras ocas capilares para microfiltração e ultrafiltração são muito vantajosos nos aspectos custo, densidade de empacotamento (relação m²/m³), facilidade de limpeza por retrolavagem, qualidade requerida do pré-tratamento da alimentação, pressão e volume. Para Baker (2004), os módulos de fibra oca capilares possuem boas condições para controle de polarização da concentração e *fouling* em comparação aos outros tipos de módulo.

Na Figura 4 são representadas duas configurações de módulos de fibras ocas encapsulados usados para separação de gases, osmose reversa e ultrafiltração. A entrada de alimentação impactará em aspectos operacionais como *fouling* e pressão transmembrana.

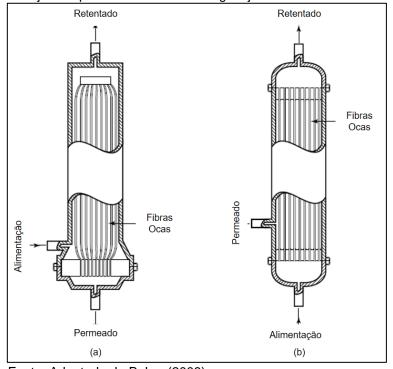


Figura 4 – Representação esquemática de duas configurações de fluxo em módulos de fibras ocas.

Fonte: Adaptado de Baker (2008).

Stephenson et al. (2006) afirmam que a resistência da membrana, a unidade força motriz operacional por unidade de área de membrana, as condições hidrodinâmicas na região de interface entre a membrana e o líquido e o *fouling* e a consequente limpeza da superfície da membrana são os parâmetros fundamentais que influenciam o fluxo de permeado.

A seguir são apresentados os princípios dos processos que utilizam o gradiente de pressão como força motriz e parâmetros operacionais referentes aos processos com membranas.

#### 3.1.1 Fluxo de permeado (J<sub>P</sub>) e permeabilidade hidráulica (L<sub>P</sub>)

Nas operações de separação envolvendo membranas, fluxo é o volume solvente que permeia, por unidade de tempo, por unidade da área da superfície da membrana, transversalmente à sua espessura (IUPAC, 1996). Em termos de unidades de medida, tem-se metros cúbicos por metro quadrado por segundo, ou simplesmente metros por segundo, motivo pelo qual frequentemente o fluxo é referido como velocidade de permeado (STEPHENSON et al., 2006). O fluxo de permeado (J) é dado pela Equação (3.1).

$$J_P = \frac{1}{A} \frac{dV}{dt} \tag{3.1}$$

sendo:

 $J_P = fluxo de permeado (m^3 \cdot m^{-2} \cdot s^{-1});$ 

A = área de permeação da membrana (m²);

dV/dt = volume de permeado (m³) coletado em função do tempo de permeação (s).

Uma vez que a viscosidade do permeado interfere no fluxo e que esta é função da temperatura, é usual que se normalize o fluxo à uma temperatura de operação de 20°C, conforme a equação a seguir:

$$J_{20} = \left(\frac{\mu_T}{\mu_{20}}\right) \left(\frac{1}{A} \frac{dV}{dt}\right) \tag{3.2}$$

sendo:

 $J_{20}$  = fluxo de permeado normalizado a 20 °C (m<sup>3</sup>·m<sup>-2</sup>·s<sup>-1</sup>);

μ<sub>T</sub> = viscosidade dinâmica do permeado na temperatura de operação (Pa · s);

 $\mu_{20}$  = viscosidade dinâmica do permeado a 20 °C (Pa · s);

A = área de permeação da membrana (m²);

dV/dt = volume de permeado (m³) coletado em função do tempo de permeação (s).

O fluxo de permeado (J<sub>P</sub>) relaciona-se com a pressão (P) através da Lei de Darcy, de acordo com a Equação (3.3).

$$J_P = \frac{k}{\mu} \frac{\partial P}{\partial x} \tag{3.3}$$

sendo:

k = permeabilidade absoluta da membrana (m²);

 $\mu$  = viscosidade dinâmica do líquido (Pa · s);

 $\partial P/\partial x$  = gradiente de pressão (Pa) ao longo da espessura da membrana (m).

A permeabilidade hidráulica (L<sub>P</sub>) das membranas, também conhecido como coeficiente de permeabilidade da lei de Darcy (MULDER, 1991) é obtida a partir da divisão do fluxo de permeado para um solvente puro (água) pela pressão transmembrana (PTM), conforme a Equação (3.4).

$$L_P = \frac{J_P}{PTM} \tag{3.4}$$

sendo:

L<sub>P</sub>= permeabilidade hidráulica;

J<sub>P</sub>= fluxo de solvente puro;

 $P_{TM}$  = pressão transmembrana (PTM).

Quando se trata de um solvente puro, o aumento do fluxo é linear para o aumento da pressão. Sendo assim, a LP é descrita pela correlação entre o fluxo de permeado e a pressão transmembrana, ou seja, pelo coeficiente angular da reta obtida pela mensuração do fluxo de permeado a diferentes pressões. Já para soluções, o fluxo de solventes pode ser calculado através de equações do tipo Hagen-Poiseuille ou Kozeny-Carman, dependendo das características da membrana ou do tipo de escoamento.

O modelo de Hagen-Poiseuille é uma aproximação matemática simples e considera poros cilíndricos uniformes e o comprimento de cada cilindro sendo igual ao tamanho do poro, além de regime laminar. O modelo de Kozeny-Carman, por sua vez, considera sistemas compostos por uma matriz esférica regular, com os poros representando os interstícios entre estas esferas.

Segundo Stephenson et al. (2006), o fluxo é determinado pela força motriz e a resistência total oferecida pela membrana e pela região interfacial adjacente a ela. A resistência intrínseca da membrana será fixa, e será aumentada pelo acúmulo de materiais em seu interior. A resistência associada à região interfacial membrana-líquido, por outro lado, é uma função da composição da solução de alimentação e do fluxo de permeado, uma vez que, em um processo conduzido pela pressão, o material rejeitado pela membrana tenderá a acumular-se nesta região de interface em uma taxa dependente do fluxo. Ainda de acordo com os autores, estes materiais poderão, então, contribuir com a incrustação da membrana através de mecanismos físico-químicos. A eficiência do processo será determinada pela extensão que estas resistências irão se opor à força motriz predominante.

#### 3.1.2 Pressão transmembrana (PTM ou △P)

O gradiente de pressão em um sistema de membrana de ultrafiltração é função das características da membrana e da solução e da aplicação da força motriz através de sistemas consumidores de energia, cuja ação irá promover a pressão transmembrana, que é definida conforme a Equação (3.5) (AWWA, 1996):

$$PTM = \frac{P_{entrada} - P_{saida}}{P_P} \tag{3.5}$$

sendo:

PTM = pressão transmembrana (N · m<sup>-2</sup>, ou Pa);

Pentrada = pressão na entrada do módulo (N · m-2, ou Pa);

P<sub>saída</sub>= pressão na saída do módulo (N · m<sup>-2</sup>, ou Pa);

P<sub>P</sub> = pressão no permeado, geralmente próxima à pressão atmosférica. (N · m<sup>-2</sup> ou Pa).

Para membranas de ultrafiltração (UF), AWWA (1996) sugere uma pressão transmembrana de operação baixa, de 0,0005 a 5,0 bar, equivalente a 50 Pa a 500 kPa.

#### 3.1.3 Camada limite de concentração e tipos de filtração

Durante o processo de filtração em membranas porosas, os sólidos presentes na solução de alimentação são trazidos até a superfície da membrana por transporte convectivo, resultando em uma concentração de soluto na superfície da membrana, independentemente de o soluto ter sido parcialmente ou totalmente rejeitado pela membrana (CHERYAN, 1998). Este comportamento é ilustrado na Figura 5.

Na filtração convencional que ocorre de modo frontal, também denominada dead-end (Figura 6.b), enquanto o permeado passa através da membrana, o soluto é continuamente acumulado em sua superfície. Esse depósito, que aumenta com o tempo, denomina-se torta de filtração. No caso do escoamento tangencial, ou *cross-flow* (Figura 6.a), a solução escoa paralelamente à superfície da membrana, enquanto o permeado é transportado transversalmente a esta, limitando o acúmulo do material sobre a membrana.

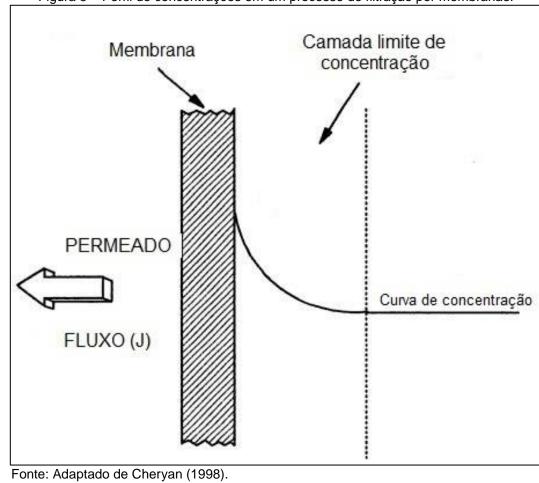


Figura 5 – Perfil de concentrações em um processo de filtração por membranas.

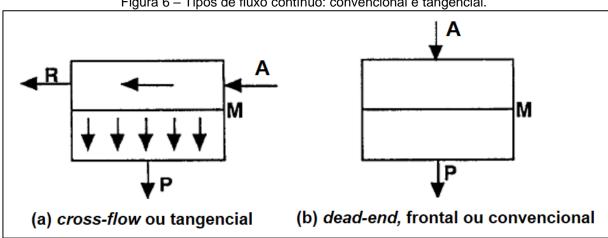


Figura 6 – Tipos de fluxo contínuo: convencional e tangencial.

Legenda: R = retentado ou retido, A = alimentação, P = permeado, M = membrana Fonte: Adaptado de IUPAC (1996).

Na Figura 7, são ilustradas as resistências associadas aos processos de filtração desenvolvidas durante os processos de escoamento frontal e tangencial.

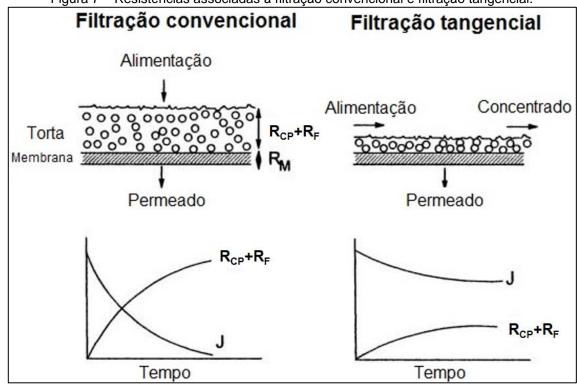


Figura 7 – Resistências associadas à filtração convencional e filtração tangencial.

Legenda: J = fluxo,  $R_{CP} = resistência relacionada à polarização por concentração, <math>R_F = resistencia referente ao$ *fouling* $, <math>R_M = resistência da membrana.$ 

Fonte: Adaptado de Cheryan (1998).

Para as configurações nas quais o módulo de membranas é submerso no conteúdo a ser filtrado, a operação pode ser realizada conforme Figura 8, na qual observa-se a filtração ocorrendo frontalmente.

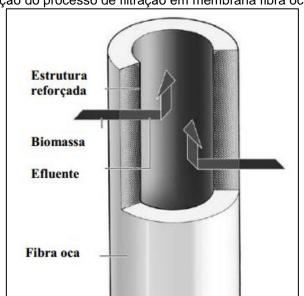


Figura 8 – Representação do processo de filtração em membrana fibra oca operando submersa.

Fonte: Peeters; Theodoulou (2005) apud Veronese (2013).

#### 3.1.4 Modelos de transporte e determinação das resistências

Os parâmetros de operação dos processos de separação por membranas que utilizam a diferença de pressão como força motriz são a pressão transmembrana, que é a própria diferença de pressão, o fluxo e as resistências.

Alguns modelos para representar o transporte através da membrana são o modelo da transferência de massa (teoria do filme) e o modelo da pressão osmótica. AWWA (1996) sugere a aplicação do modelo das resistências em série como o mais frequentemente utilizado para biorreatores associados a membranas. Este modelo iguala o fluxo à pressão transmembrana dividida pela viscosidade do fluido multiplicado pela resistência total, que, por sua vez, pode ser a soma de cada uma das parcelas que a compõe, conforme a Equação (3.6).

$$J_P = \frac{\text{PTM}}{\mu \cdot R_T} \tag{3.6}$$

sendo:

 $J_P$  = fluxo de permeado (m<sup>3</sup>·m<sup>-2</sup>·h-<sup>1</sup>);

 $\mu$  = viscosidade dinâmica do permeado (Pa·s);

PTM =  $\Delta P$  = pressão de operação transmembrana (Pa);

 $R_T$  = resistência total (m<sup>-1</sup>).

Segundo Cheryan (1998), este modelo descreve o comportamento do fluxo em relação à pressão de forma mais abrangente. Com respaldo deste modelo, Sombatsompop (2007) afirma que quanto maior for a pressão transmembrana (PTM) e o fluxo (J<sub>P</sub>), mais rápido os sólidos serão retidos na superfície da membrana formando a torta. A partir de então, o fluxo é independente da pressão transmembrana, e permanece constante, conforme é ilustrado na Figura 9.

A resistência total pode ser desmembrada em vários componentes. Os mais comumente citados são resistência intrínseca da membrana ( $R_M$ ), a resistência devido ao *fouling* ( $R_F$ ) e a resistência pela polarização por concentração ( $R_{CP}$ ), compondo a resistência total ( $R_T$ ), que pode ser descrita genericamente conforme a Equação (3.7). A unidade de medida de resistência é m<sup>-1</sup>.

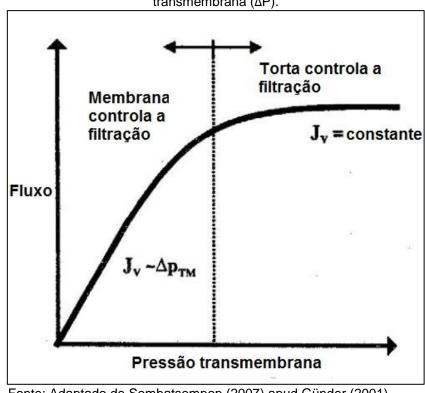


Figura 9 – Gráfico de comportamento do fluxo de permeado (J) em função da pressão transmembrana (ΔP).

Fonte: Adaptado de Sombatsompop (2007) apud Günder (2001).

$$R_T = \frac{\text{PTM}}{\mu \cdot J_P} \tag{3.7}$$

A R⊤ também pode ser escrita em termos de suas componentes. De uma forma geral, pode-se usar a Equação (3.8):

$$R_T = (R_M + R_{CP} + R_F) (3.8)$$

sendo:

 $R_T$  = resistência total (m<sup>-1</sup>);

R<sub>M</sub> = resistência intrínseca da membrana (m<sup>-1</sup>);

R<sub>CP</sub> = resistência referente à polarização da concentração (m<sup>-1</sup>);

R<sub>F</sub> = resistência referente ao fouling (m<sup>-1</sup>).

#### 3.1.4.1 Resistência intrínseca da membrana e a compactação da membrana

A resistência intrínseca da membrana (R<sub>M</sub>) é aquela obtida quando esta encontra-se em operação, sem a influência de fenômenos de colmatação. É originada por fatores geométricos da membrana, tais como tamanho e distribuição dos poros,

espessura, hidrofobicidade e hidrofilicidade, além da compactação. A resistência intrínseca, no entanto, deverá ser novamente medida no início de cada ciclo de filtração, buscando abranger as características reais da membrana depois da operação e da lavagem, que serão diferentes da membrana virgem avaliada no primeiro ensaio. O valor de R<sub>M</sub> relaciona-se ao primeiro valor de fluxo, no tempo zero, de cada ciclo de filtração, constituindo o valor mínimo de resistência e o valor máximo de fluxo para um determinado ensaio.

A determinação da resistência intrínseca da membrana é fundamental para, a partir da determinação da resistência total, após o ciclo de filtração, avaliar as resistências pertinentes aos fenômenos de colmatação. É determinada através da Equação (3.9).

$$R_M = \frac{\text{PTM}}{\mu_{\acute{a}gua} \cdot J_{\acute{a}gua}} \tag{3.9}$$

sendo:

PTM =  $\Delta P$  = pressão de operação transmembrana (Pa);

Jágua = fluxo de permeado, no caso, água destilada (m³·m-²·h-¹);

 $\mu_{\acute{a}gua}$  = viscosidade dinâmica da água (Pa·s).

A compactação da membrana é um fenômeno inerente aos processos que utilizam o gradiente de pressão como força motriz, nos quais o fluxo de permeado é diretamente proporcional ao gradiente de pressão. Trata-se do adensamento da estrutura da membrana quando aplicada uma diferença de pressão. É realizada antes de ensaios de resistência intrínseca.

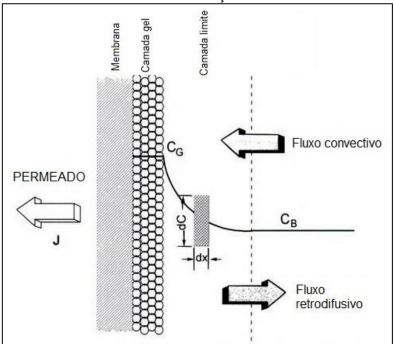
Quando se trata de um solvente puro, o fluxo de permeado deve ser constante para uma dada pressão de operação, indicando a pureza do solvente, a baixa interação entre a solução e a membrana e a estabilidade mecânica da membrana. No entanto, é frequente a observação de uma queda no fluxo de permeado devida ao adensamento da microestrutura da membrana. Neste sentido, a avaliação das características de compactação das membranas é fundamental para evitar erros de interpretação nos resultados dos experimentos. Esta prática permite distinguir implicações decorrentes da compactação daquelas relacionadas ao fouling ou outros fenômenos relacionados ao decréscimo de fluxo.

#### 3.1.4.2 Polarização da Concentração

Independentemente do tipo de filtração, frontal ou tangencial, o acúmulo de material e o aumento da concentração na camada próxima à superfície da membrana irá ocorrer, em maior ou menor grau. Segundo Cheryan (1998), a camada pode apresentar-se viscosa ou gelatinosa, oferecendo uma resistência adicional àquela já oferecida pela membrana e pela camada limite, tendo maior impacto no desempenho em processos de ultrafiltração.

A diferença de concentração (Figura 10) provoca um movimento difusivo do soluto no sentido de retornar ao seio da solução (CHERYAN, 1998 e HABERT, BORGES e NOBREGA, 2006). A polarização da concentração é, portanto, uma consequência natural da seletividade da membrana, que irá ocasionar um acúmulo de partículas em uma camada limite de transferência de massa adjacente à superfície da membrana (FIELD, 2010).

Figura 10 – Esquema representativo do fenômeno de polarização da concentração para membranas de ultrafiltração.



Legenda: J = fluxo,  $C_G = concentração$  na camada gel,  $C_B = concentração$  no seio da solução.

Fonte: Adaptado de Cheryan (1998).

As condições de escoamento afetam diretamente a polarização da concentração, quantificadas pelo número de Reynolds (Re) e, por consequência, o

fluxo permeado já que, diferentemente do *fouling*, a polarização da concentração é dinâmica (HABERT, BORGES e NOBREGA, 2006). Isso significa que a polarização da concentração é reversível, apesar de inevitável (FIELD, 2010) e terá efeitos sob o fluxo de permeado enquanto houver uma pressão estabelecida no sistema.

A resistência relacionada à polarização por concentração é um fenômeno de camada limite que desaparece assim que a operação do processo cessa, podendo ser obtida, então, por subtração simples, conforme Equação (3.10).

$$R_{CP} = R_T - R_F - R_M (3.10)$$

#### 3.1.4.3 Fouling e mecanismos de bloqueio

O fouling consiste em uma espécie de incrustação da membrana inerente ao processo de filtração, que se manifesta como uma diminuição do fluxo de permeado ao longo do tempo de operação (FIELD, 2010).

Cheryan (1998) atribui ao *fouling* uma das razões da restrição da aceitação dos processos de filtração por membranas em suas primeiras aplicações. Ainda segundo o autor, apesar de diversos fatores contribuírem para a redução do fluxo de permeado, tais como mudanças nas propriedades da membrana, mudanças nas propriedades da solução de alimentação e polarização da concentração, o *fouling* da membrana caracteriza uma redução irreversível de fluxo durante a operação. Esta incrustação se dá pela acumulação de solutos presentes na alimentação na superfície ou nos poros da membrana, variando conforme a natureza físico-química da membrana e da solução e suas interações.

A partir de Hermia (1982), diversos trabalhos foram desenvolvidos no sentido de, não apenas compreender, mas também modelar matematicamente os mecanismos de *fouling*, que podem ocorrer conforme a representação esquemática ilustrada na Figura 11. Com a modelagem de Hermia (apud Bowen et al.,1995), diferentemente do que era difundido anteriormente, considera-se que a formação da torta, com sua propriedade de compressibilidade, apresenta outras possibilidades de bloqueio além da maior ou menor restrição. Ou seja, há mecanismos que fazem com que haja redução de fluxo ao longo do tempo, mesmo com pressões constantes. Designações para as causas físicas dos mecanismos de bloqueio são denominadas: (a) bloqueio de poro ou bloqueio completo; (b) bloqueio padrão ou por adsorção direta; (c) bloqueio

intermediário ou de adsorção de longo período; e (d) bloqueio por formação de torta, ou pela resistência da camada limite.

(a) (b) (c) (d) (d)

Figura 11 – Mecanismos de formação do fouling.

Legenda: a) bloqueio completo, b) bloqueio interno, c) bloqueio parcial e d) filtração por torta. Fonte: Field (2010).

Field (2010) relaciona formas de *fouling*, complementares aos mecanismos já citados:

- a. bloqueio de poros: fechamento parcial ou total dos poros, ocasionando redução de fluxo;
- b. adsorção: ocorre em decorrência de interações específicas entre a membrana e o soluto, podendo ocorrer, em alguns casos, inclusive na ausência de fluxo de permeado. Manifestando-se na forma de uma camada superficial, se o grau de adsorção for dependente da concentração do soluto, o fenômeno de polarização por concentração pode exacerbar a adsorção em si;
- c. deposição: o acúmulo continuado de partículas sob a superfície da membrana desenvolvem uma camada relevante na composição das resistências hidráulicas, comumente referida como torta de filtração ou resistência da torta.
- d. Camada gel: para algumas macromoléculas, o nível de polarização da concentração pode levar a formação da camada gel na vizinhança da membrana.

A resistência ao *fouling* (R<sub>F</sub>) é a soma das resistências de adsorção, bloqueio de poros e formação de torta (apresentado graficamente na Figura 11). Pode-se

reescrever a R<sub>F</sub> conforme a Equação (3.11), sendo que esta deve ser calculada após o processo de microfiltração ou ultrafiltração, alterando-se a solução de alimentação por água, apenas, sem que as membranas sofram qualquer tipo de limpeza.

$$R_F = \frac{\Delta P}{\mu_{\acute{a}gua}J_{\acute{a}gua}} - R_M \tag{3.11}$$

O fouling poderá ser revertido através de retrolavagem, com ou sem produtos químicos, ou não, dependendo da natureza da incrustação. Nesse último caso, é denominado fouling irreversível. Pode-se diferenciar ainda a fração correspondente ao fouling irreversível, promovendo-se a limpeza do módulo e submetendo-o à filtração de água pura, tal como na Equação (3.9). O valor obtido, neste caso, corresponderia à resistência intrínseca da membrana somada à resistência do fouling irreversível, adquirida durante a operação do módulo, conforme Equação (3.12).

$$R_{Firreversivel} = R'_{M} - R_{M} \tag{3.12}$$

sendo R'<sub>M</sub> a avaliação da resistência intrínseca da membrana após o ciclo de filtração.

#### 3.2 TRATAMENTO ANAERÓBIO DE EFLUENTES

A digestão anaeróbia é um processo natural de conversão da matéria orgânica complexa que se desenvolve na condição de ausência de oxigênio. Como resultado do conhecimento consolidado sobre este processo, sistemas de tratamento anaeróbio de efluentes, especialmente do tipo UASB (do inglês, *Upflow Anaerobic Sludge Blanket*), ou reatores anaeróbios de fluxo ascendente e manta de lodo, vem ocupando posição de destaque em países tropicais devido a suas condições favoráveis de temperatura, superando uma fase de descrença até o início dos anos 1980 para a fase atual, de aceitação geral (CHERNICHARO, 2007).

Os sistemas de pré-tratamento ou de tratamento anaeróbio representam uma tecnologia comprovada e sustentável para uma ampla gama de efluentes industriais muito diferentes, incluindo aqueles que contêm compostos tóxicos ou inibitórios, e para o tratamento de águas residuais domésticas com temperaturas equivalentes a 14 a 16°C ou ainda inferiores (LETTINGA, 1995), apesar de a tecnologia ser mais aplicada a uma faixa mesofílica de temperaturas (25 a 40°C) (LIER, REBAC,

LETTINGA, 1997). Em comparação com os sistemas de tratamento aeróbio convencionais, o processo de tratamento anaeróbio apresenta somente vantagens (LETTINGA, 1994), como simplicidade de operação, baixo custo de implantação e operação, baixo consumo de nutrientes, baixo consumo energético, tolerância a altas cargas orgânicas e, especialmente, a obtenção de subprodutos como biogás e biofertilizante (CHERNICHARO, 2007). Em suma, o tratamento anaeróbio é considerado a tecnologia mais custo-eficaz para remoção de matéria orgânica de diferentes tipos de águas residuárias (JEISON, KREMER, LIER, 2008).

Através da digestão anaeróbia produz-se o biogás, que se refere genericamente a uma mistura de gases formados a partir da degradação da matéria orgânica na ausência de oxigênio, dentre os quais, o metano e o hidrogênio destacam-se no potencial de recuperação energética como fonte renovável (CHEN et al., 2016 e MAO et al., 2015). Um aspecto relevante no uso de biorreatores anaeróbios para produção de biogás é a possibilidade de utilizar biomassa residual localmente disponível, de várias fontes (resíduo animal, resíduo sólido e efluente doméstico, efluente industrial, resíduos da agricultura, etc.) (CHEN et al., 2016). Nesse contexto, do ponto de vista socioeconômico, o biogás não apenas reduz o custo do tratamento de resíduos, mas também tem um custo relativamente baixo de matéria-prima e também de venda, especialmente comparado aos derivados de petróleo (MAO et al., 2015).

Chen et al. (2016) atribuem o sucesso de uma produção de biogás eficiente à efetiva retenção das bactérias metanogênicas, de crescimento lento, no reator, através da desvinculação do tempo de retenção celular do tempo de retenção hidráulico. Essa desvinculação é tradicionalmente realizada por sedimentadores, incluindo a manta de lodo, para o caso de reatores do tipo UASB. Chen et al. (2016) afirmam que os avanços recentes na produção de biogás se devem justamente à incorporação de técnicas de separação por membranas aos processos anaeróbios, objetivando incrementar a concentração de biomassa no biorreator.

De fato, nesse contexto, para Ho e Sung (2010), o sucesso do tratamento anaeróbio, especialmente para o caso de baixas temperaturas, depende da completa desvinculação entre o tempo de detenção hidráulico e o tempo de retenção celular, que só é possível com a associação de membranas ao biorreator, permitindo a retenção da biomassa no sistema independentemente dos parâmetros associados a sedimentabilidade.

### 3.3 BIORREATORES ASSOCIADOS A MEMBRANAS (MBR) PARA PRODUÇÃO DE BIOGÁS

Biorreatores associados a membranas (em inglês, *membrane bioreactors*, ou MBR) podem ser definidos como a combinação de dois processos básicos - degradação biológica e separação por membranas – em um único processo no qual os sólidos suspensos, incluindo a biomassa participante no processo degradativo, são separadas do efluente tratado por uma unidade de filtração por membranas (AWWA, 1996). O autor cita que, neste processo, a biomassa permanece confinada no sistema, de forma que se tem controle total do tempo de residência dos microrganismos no reator, além da desinfecção do efluente. Processos nos quais a unidade de filtração por membranas consiste em uma operação de polimento ou uma operação terciária não estão inclusas nessa definição, não constituindo, portanto, um processo de MBR.

Stephenson et al. (2006) afirmam que associações de membranas a processos biológicos são mais frequentemente usadas para substituir processos de separação de biomassa convencionais, tais como a sedimentação. Ultrafiltração em substituição à sedimentação em um processo de lodos ativados foi descrita primeiro por Smith et al. em 1969 e, a partir de 1970, passou a ser empregada em escala industrial (STEPHENSON et al., 2006). Por esse motivo, os MBR aeróbios são mais difundidos, embora não sejam a única configuração disponível.

Embora os reatores aeróbios associados a membranas tenham maior popularidade, processos anaeróbios estão sendo aplicados com resultados satisfatórios (DIEZ et al., 2014). Sistemas de membranas associadas a biorreatores anaeróbios (AnMBR) vem sendo considerados alternativas atraentes e vantajosas em relação aos sistemas convencionais de tratamento anaeróbio e mesmo de membranas associadas a biorreatores aeróbios (MBR) (LIN et al., 2013). Biorreatores associados a membranas submersas são denominados SMBR (do inglês, submerged membrane bioreactor).

São inúmeros os tipos de biorreatores que podem ser empregados em associação com membranas. No que se refere aos processos anaeróbios, os AnMBR podem ser convencionais ou modificados. Dentre os primeiros, o reator de mistura completa do tipo CSTR (do inglês, *completely stirred tank reactor*) e o reator de fluxo ascendente de manta de lodo UASB (do inglês, *upflow anaerobic sludge blanket*) são amplamente difundidos. O CSTR é o mais frequentemente utilizado em pesquisas em

sistemas AnMBR para produção de biogás devido à sua facilidade de construção e operação, já que, na maioria dos casos, os CSTR são basicamente tanques cilíndricos ou retangulares, agitados mecanicamente (CHEN et al., 2016). Os reatores UASB, por sua vez, foram desenvolvidos na década de 70 com foco na produção de biometano. Para Chen et al. (2016), a produtividade deste tipo de reator se deve a habilidade deste de reter uma alta concentração de biomassa sedimentável na forma de grânulos em uma manta densa de lodo e, ainda, coletar o biogás produzido através do separador trifásico no topo. É consenso que a tecnologia dos reatores UASB é simples, compacta e de baixo custo (MAO et al., 2015).

Quanto às possíveis configurações do sistema, Skouteris et al. (2012) e Bilad (2017) apresentam dois esquemas genéricos para AnMBR, reproduzidos de forma adaptada na Figura 12. Na primeira configuração, um tanque específico recebe o efluente do biorreator, no qual as membranas estão submersas. É representada na figura uma técnica comum para auxílio no controle do acúmulo de sólidos na superfície da membrana, que é a introdução de bolhas de gases. Na segunda configuração, as membranas também são externas ao biorreator, porém estão encapsuladas e pressurizadas e o processo de separação se dá no sentido da corrente.

Os tipos de membranas usados nestas configurações dependem do tipo de contaminante envolvido no processo de tratamento, sendo que as de ultrafiltração (UF) e microfiltração (MF) são as mais comuns (KANG, CAO, 2014).

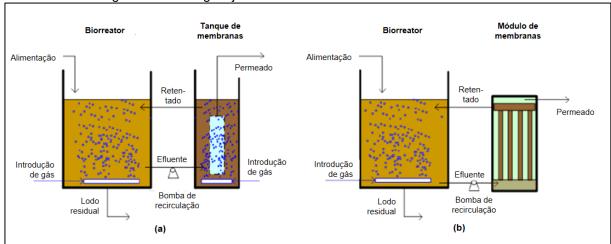


Figura 12 – Configurações de biorreatores associados a membranas.

Legenda: (a) membranas submersas (AnSMBR), (b) membranas externas (*side-stream AnMBR*). Fonte: Adaptado de Skouteris et al. (2012) Bilad (2017).

Mao et al. (2015) afirmam que a teoria e a tecnologia da produção de biogás é madura e bem desenvolvida, sendo que o que deve ser estudado são alternativas de otimização. Para tal, é fundamental a compreensão das particularidades do sistema operando em conjunto e de cada uma das suas partes.

Comportamentos distintos foram observados em um reator UASB que operava isoladamente e depois de ser associado a um módulo de membranas no trabalho de Ozgun et al. (2015). A associação do reator à membrana induziu a acumulação de partículas finas e um decréscimo na concentração de substâncias poliméricas extracelulares (EPS, do inglês, extracellular polymeric substances). Isso resultou na diminuição da distribuição do tamanho de partícula e, consequentemente, na sedimentabilidade. Por sua vez, a deterioração da sedimentabilidade do lodo relaciona-se a um aumento no arraste de sólidos do reator, aumentando a DQO e a concentração de sólidos suspensos totais à saída do reator UASB. Por outro lado, análises demonstraram melhorias no que se refere à riqueza e uniformidade das comunidades microbianas depois do acoplamento da unidade de membranas. De uma forma geral, a qualidade do efluente à saída do sistema AnMBR foi boa, as condições de operação das membranas foram favoráveis e a alternativa de associação de membranas a reatores UASB resultou como adequada.

A seguir, apresentam-se parâmetros operacionais considerados relevantes aos AnMBR no que tange este trabalho.

## 3.3.1 Tempo de detenção hidráulico (TDH), tempo de retenção celular (TRC) e carga orgânica volumétrica (COV)

Os tempos de detenção se referem ao tempo requerido para a completa degradação da matéria orgânica (MAO et al., 2015). Podem se referir tanto ao líquido (tempo de detenção hidráulico, TDH, ou HRT, do inglês, *hydraulic retention time*) ou à biomassa (tempo de retenção celular, TRC, ou SRT, do inglês, *solid retention time*).

O tempo de detenção hidráulico é um parâmetro chave tanto para a produção de biogás, quanto do ponto de vista econômico, no que se refere às dimensões do mesmo (CHEN et al., 2016). É dependente da temperatura e da carga orgânica volumétrica (COV) (MAO et al., 2015).

Apesar do tempo de detenção hidráulico ser definido por variáveis físicas, sendo calculado pela razão do volume do reator e da vazão de entrada (MAO et al., 2015),

interferem neste parâmetro as características físico-químicas da solução de alimentação, as propriedades da biomassa do reator e, especialmente, os aspectos hidrodinâmicos do reator, bem como a tecnologia usada (CHEN et al., 2016). Dessa forma, o tempo de detenção hidráulica para um AnMBR pode variar de 2 horas, para o caso de um biorreator anaeróbio de leito fluidizado (ou AFMBR, do inglês, *anaerobic fluidized bed*) (KIM et al., 2011) até 30 dias, para o caso de um biorreator de duas fases associado a membranas submersas (JEONG et al., 2010).

Peruzzo et al. (2016) estudou os efeitos da variação da carga orgânica volumétrica (COV) sob a produção de biometano na digestão anaeróbia da vinhaça da cana de açúcar em condições mesofílicas (35 °C). Os resultados demonstram um aumento da produção de metano proporcional ao aumento da COV. Em associações de biorreatores UASB com membranas, resultados semelhantes foram obtidos a partir do aumento da COV e redução do TDH.

Huang, Ong e Ng (2011) estudaram a performance de três biorreatores anaeróbios associados a membranas submersas operando com tempos de retenção celular (TRC) e tempos de detenção hidráulica (TDH) distintos. Em relação ao TRC, os reatores operaram com 30, 60 e infinitos dias e em relação ao TDH, com 12, 10 e 8 horas, respectivamente. O estudo reportou produção máxima de biogás no TRC mais alto e TDH mais baixo, devido ao aumento da carga orgânica volumétrica (COV) ou ao domínio estabelecido das bactérias metanogênicas. No entanto, o aumento do crescimento da biomassa resultou em acúmulo de produtos solúveis microbianos, acelerando o processo de *fouling* das membranas.

Situação semelhante foi reportada no trabalho de Peláez, Sagastume e Noyola (2011), que avaliaram a influência do TDH e do *fouling* no tratamento de efluente doméstico sintético em um biorreator UASB associado a membranas de ultrafiltração. O efluente foi tratado em duas modalidades: com e sem adição de fosfato. Os TDH testados foram de 4, 8 e 12 h. Dentre os resultados obtidos, observou-se um aumento da concentração de substâncias biopoliméricas no reator com a diminuição do TDH, provavelmente decorrente do aumento das forças cisalhantes no interior do reator associadas ao aumento na velocidade ascensional e das forças de arraste. Como efeito, ainda, uma queda na taxa de remoção de DQO foi percebida para o TDH de 4 h, de 89% para 81%. O aumento na resistência da torta e a diminuição do tamanho médio das partículas também foram consequência da redução do TDH, indicando que não é recomendável a operação de um sistema AnMBR composto por UASB e

membranas UF com TDH inferior a 4 h devido à queda na performance e aos efeitos adversos no *fouling*. Neste trabalho não foi avaliada a produção de metano.

O trabalho de An et al. (2009) refere-se à um biorreator do tipo UASB associado a um módulo de membranas perpendicular ao fluxo (*side-stream*) com escoamento do tipo tangencial ou *cross-flow*, sem recirculação do retentado. Ao reduzir gradualmente o TDH de reator UASB de 10 h até 5,5 h, reportou-se um aumento linear da taxa de produção de biogás de 61,8 a 120,7 mL·g DQO<sub>removida</sub>-1 enquanto a carga orgânica volumétrica (COV) foi aumentada de 0,3 para 0,9 kg DQO·m<sup>-3</sup>·d<sup>-1</sup>. Com o aumento da COV, constatou-se também um aumento na fração de metano no biogás, de 59,3% para 64,1%. Entretanto, a redução do TDH resultou, como esperado, em uma diminuição na eficiência na remoção de sólidos, provavelmente relacionada ao aumento na velocidade ascensional e à decorrente propensão à expansão da manta e arraste de sólidos. Neste caso, a membrana tem um papel fundamental na remoção dos sólidos do efluente final.

O desempenho de um AnMBR em escala piloto composto por um reator UASB associado a membranas de ultrafiltração submersas foi monitorado durante três anos de operação estável no trabalho de Gouveia et al. (2015). Operado em condição de temperatura psicrofílica e com TDH de 7 h, a eficiência de remoção de DQO ficou em torno de 87±1%. Observou-se variação no rendimento específico de metano dependente da recirculação entre o retentado do módulo de membranas e o reator UASB. A recirculação também interferiu no fluxo de permeado da membrana, sendo maior para o período em que houve recirculação, ou seja, 14-15 L·m<sup>-2</sup>·h<sup>-1</sup> de fluxo de permeado para o período com recirculação em comparação com 10-12 L·m<sup>-2</sup>·h<sup>-1</sup> para o período sem recirculação. A membrana passou por limpeza química em média a cada seis meses. Os resultados obtidos demonstram a confiabilidade e operabilidade da tecnologia AnMBR a longo prazo.

Skouteris et al. (2012) relacionam o *fouling* irreversível da membrana a tempos de retenção celular mais altos e bloqueio interno dos poros relevante, uma vez que tamanhos médios de partícula menores são observados, bem como concentrações maiores de agentes promotores de *fouling* (conhecidos como *foulants*). De forma geral, tempos de retenção celular altos combinados com tempos de detenção hidráulica baixos levam a concentrações de sólidos suspensos e de produtos solúveis microbianos maiores, acelerando a formação da torta de filtração.

# 3.3.2 AnMBR e Fouling

O fouling é o aspecto operacional mais desafiador no emprego de biorreatores associados a membranas (MENG et al., 2017). O trabalho de Chen et al. (2016) consiste em uma pesquisa abrangente sobre as potencialidades e desafios na produção de biogás em sistemas AnMBR. Para os autores, as aplicações destes sistemas têm aumentado devido ao aprimoramento da produção de biogás com o uso de membranas, marcando a evolução dos AnMBR para um próximo nível. No entanto, a possibilidade de empregar tal tecnologia em escala comercial ainda carece de esforços no sentido de superar desafios relacionados a vários aspectos, dentre os quais é citado o fouling.

Chang et al. (2002) afirmam que, embora seja difícil estabelecer um modelo geral para descrever os processos de fouling devido à heterogeneidade inerente aos sistemas, a natureza e a extensão destes fenômenos em processos MBR são fortemente influenciados por três fatores principais: as características da biomassa, as características da membrana e as condições de operação. Skouteris et al. (2012), a partir de uma revisão abrangente da aplicação de biorreatores anaeróbios associados a membranas submersas no período de 2006 a 2012, concluem que os aspectos referentes ao fouling, especificamente a formação da torta, consistem nos parâmetros-chave para a aplicabilidade destes sistemas. Adicionalmente, os autores destacam a importância de levantar dados a respeito do consumo energético nestes sistemas. Lin et al. (2013) enfatizam aspectos semelhantes em seu trabalho, evidenciando, conjuntamente aos autores citados, a necessidade de aprofundar os estudos sobre o tema. Meng et al. (2017) e Krzeminski et al. (2017), por sua vez, atualizam a situação dos sistemas MBR a partir de 2010, especialmente no que se refere ao controle do fouling, que permanece como obstáculo para o crescimento desta tecnologia. Desenvolvimentos mais recentes para controle de fouling demonstram que o desempenho da membrana em si não é o único objetivo destas estratégias: menor consumo de energia e técnicas de controle de fouling ambientalmente mais sustentáveis são mais promissores.

Como estratégias para minimização do *fouling*, Field (2010) cita métodos diretos e indiretos. Em relação aos métodos diretos, cita-se principalmente a promoção de turbulência, fluxo pulsado ou reverso e membranas rotativas ou com vibração. Dentre os métodos indiretos, o autor destaca o pré-tratamento da solução a ser filtrada, a

preparação de membranas adequadas à solução (por exemplo, hidrofílicas) e, principalmente, a seleção de condições de operação adequadas. Field destaca a importância de avaliar o modelo de declínio de fluxo a fim de determinar o método mais adequado para minimizar o *fouling*, já que os parâmetros envolvidos são vários, como já citado.

Quanto aos parâmetros operacionais, é consenso entre pesquisadores e profissionais a operação abaixo do chamado fluxo crítico a fim de obter-se uma operação mais sustentável das membranas. Este conceito foi originalmente apresentado por Field et al. (1995), que consiste, para um processo de UF ou MF, em um fluxo de permeado abaixo do qual um declínio de fluxo com o tempo não ocorre, e acima do qual se passa a observar fenômenos de colmatação.

Em relação à turbulência, é comum a introdução de gases na região de filtração da membrana a fim de promover tensão de cisalhamento de forma a dificultar o estabelecimento da torta. Esta técnica é usada tanto para sistemas aeróbios, comumente utilizando-se ar ou oxigênio, quanto para sistemas anaeróbios. Neste caso, a manutenção da condição de anaerobiose demanda o uso de outros gases, como o próprio biogás, por exemplo. Esta prática implica em custos energéticos para o sistema. Visando reduzir ou substituir o uso da aeração, Aslam et al. (2017) abordam o uso de agentes de limpeza mecânica como auxiliares no controle do *fouling*. Estes agentes são constituídos por materiais granulares, tais como carvão ativado granular ou em pó, são adicionados à solução de alimentação a ser filtrada. Como principal benefício, os autores identificam a possibilidade de o agente mecânico ser capaz de efetivamente atingir a superfície da membrana, diferentemente da turbulência hidrodinâmica ou bolhas de ar, que são limitadas pela camada limite laminar.

O trabalho de Ozgun et al. (2013) destaca como aspecto a ser observado no controle do *fouling* o material de composição da membrana, além do tipo de módulo e de filtração. Gao et al. (2010), por exemplo, demonstram em seu trabalho a diferença no desenvolvimento de *fouling* em membranas de ultrafiltração de polieteramida não revestida (PEI) e de fluoreto de polivinilideno (PVDF) revestidas com copolímero de bloco de amida e de bloco de poliéter (PEBAX). O desenvolvimento de *fouling* desenvolveu-se mais rapidamente na membrana de PEI do que na de PVDF revestido, reafirmando a importância de considerar o material da membrana na análise de *fouling*.

Tendo em vista o exposto, a otimização da produção de biogás em sistemas AnMBR envolve inúmeros aspectos. Intervenções na operação dos reatores vem tendo resultados exitosos em termos de produção de biogás. Contudo, a qualidade do efluente é prejudicada, tornando a unidade de separação de biomassa cada vez mais indispensável, mesmo para biorreatores com manta de lodo. No que se refere às membranas, no entanto, ainda há relativamente poucos trabalhos abordando o comportamento destas em relação aos fenômenos de restrição de fluxo em efluente anaeróbio. A produção de dados experimentais que informem condições favoráveis de operação da unidade de membranas é capaz de auxiliar na determinação de parâmetros de qualidade permitidos à saída do biorreator. Isso se relaciona às faixas de operação (TDH, TRC, COV) do próprio biorreator, refletindo na produtividade de biogás. Assim, embora a determinação de um modelo de predição de comportamento ainda esteja distante, a produção de dados experimentais é fundamental para a continuidade do desenvolvimento da tecnologia de AnMBR para produção de biogás.

# **4 MATERIAIS E MÉTODOS**

Com foco nos objetivos descritos e tomando por base a revisão teórica, foram realizados ensaios para avaliar as condições de filtração de efluente na saída de um reator anaeróbio em cinco diferentes concentrações de sólidos suspensos totais e em três pressões transmembrana distintas.

Durante os ensaios, os parâmetros de controle e análise foram temperatura, massa específica, diâmetro de partícula e vazão de permeado ao longo do tempo. A partir destes dados, considerados primários, construíram-se os dados secundários, relacionados ao aumento da resistência total ao longo do tempo e respectiva queda de fluxo.

Este capítulo descreve os materiais, as condições de ensaio e os métodos e os materiais utilizados.

### 4.1 MEMBRANAS

As membranas empregadas no experimento foram disponibilizadas pelo Laboratório de Tecnologias Ambientais (LATAM) da Universidade de Caxias do Sul (UCS) e, com base na revisão bibliográfica realizada, tem características adequadas ao ensaio proposto. São membranas comerciais do tipo fibra oca reforçada ZeeWeed<sup>®</sup> de ultrafiltração com tamanho de poro nominal de 0,04 µm, desenvolvidas pela ZENON Inc. e atualmente produzidas e comercializadas pela GE Power. O módulo utilizado consta na Figura 13 e suas características estão relacionadas no Quadro 4.1.

Quadro 4.1 – Características das membranas empregadas (dados fornecidos pelo fabricante)

Parâmetro			
Material	Fluoreto de polivinilideno (PVDF)	-	
Tipo	Fibra Oca / Ultrafiltração		
Diâmetro médio nominal de poro	0,04	μm	
Área de permeação	0,047	m²	
Extensão	110	mm	
Morfologia	assimétrica	-	



Figura 13 – Modelo do módulo de membranas empregado no experimento

O módulo de membranas de fibras ocas foi operado submerso na mistura a ser filtrada em um tanque próprio. A filtração se dá do exterior para o interior da fibra, devido à aplicação de pressão negativa na conexão apropriada indicada na Figura 13. A representação do processo de filtração para uma única fibra oca consta na Figura 8. O permeado será recolhido de todas as fibras na câmara interna do cabeçote, sendo escoado através da conexão na qual é aplicada a pressão negativa, a partir de uma bomba peristáltica.

A introdução de ar comprimido ou outros gases com a finalidade de promover agitação na zona de filtração (de dentro para fora) e reduzir o acúmulo de biomassa não foi realizado neste estudo como parte da estratégia para compreensão do comportamento do efluente anaeróbio sob filtração.

# 4.2 CONFIGURAÇÃO DA UNIDADE EXPERIMENTAL

A unidade experimental (UE) utilizada consistiu em um MBR de bancada alocado no Laboratório de Tecnologias Ambientais (LATAM) da Universidade de Caxias do Sul (UCS).

Os componentes mecânicos e de automação da UE estão representados na Figura 14. A instalação de bancada é automatizada para monitoramento e controle, permitindo a operação da com atuadores em malha fechada, ou seja, com ação variável comandada automaticamente pelo próprio sistema com base em parâmetros de controle estabelecidos na busca pelo melhor desempenho; ou em malha aberta, na qual o operador estabelece a ação dos atuadores de forma fixa, independente do desempenho obtido. A comunicação entre os componentes da UE se dá nos dois sentidos, conforme as setas.

Sistema eletrônico informatizado de monitoramento e controle Programa Módulos de controle. Painel eletro supervisório sensores a atuadores eletrônico (computador) →Quatro módulos →Bombas dosadoras; →Controle е independentes que se →Sensor de pressão ramento da operação comunicam com →Sensor de fluxo de →Aquisição de dados programa supervisório. permeado

Figura 14 – Configuração da Unidade Experimental (UE).

Na Figura 15, é ilustrada a tela principal do programa supervisório. Para este experimento, foram utilizadas as funcionalidades referentes ao tanque de membranas: bomba peristáltica de sucção, sensor de pressão e sensor de vazão de permeado. Empregou-se o tanque de membranas existente na UE.

Os procedimentos de ensaio foram concebidos para filtrar efluente de um reator anaeróbio em um módulo de membranas submerso. Assim, para fins de caracterização das condições hidrodinâmicas relacionadas principalmente ao fluxo de permeado e à resistência total, em um sistema de filtração anaeróbia, foram desconsideradas características específicas relacionadas às origens do efluente.

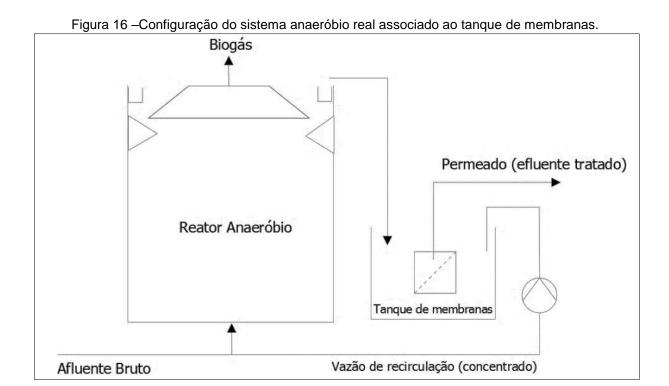
Na Figura 16 ilustra-se a configuração do sistema a fim de representar a condição de operação do módulo de membranas, que atua no pós-tratamento do

efluente do reator anaeróbio constituindo um processo de tratamento do tipo biorreatores anaeróbios associados a membranas submersas (AnSMBR).

🏟 LOUGS ATTYADOS - UCS/PETROBRAS - Neaham método Selecionado NIN X órquivo Aquisição Processo Calibração Comunicação Feset 301 <sup>4</sup>C 729 PH 617 PH 721 PH 735 PH 287 mg/L W PN **F**(3) R4 Al a A4 - agitadores 1 a 4 B0 – bomba de alimentação B3 e B4 – bombas de recirculaçã B5 e B6 - bombas de sucção B0 ( Bretro – bomba de retrolavagem F5 e F6 – membranas de filtração FT5 e FT6 – sensores de vazão de permea mg/L – oxigênio dissolvido (OD1 a OD5) mV – potencial redox (ORP1 a ORP5) N – sensores de nível °C – temperatura (TT1 a TT5) 46 mbar 39 mbar pH – potencial hidrogeniônico (pH1 a pH5)
PT5 e PT6 – sensores de pressão transmemb R1 e R2 – reatores anóxicos 1 e 2 R3 e R4 – reatores aeróbios 3 e 4 R5 – tanque de membranas (TM) Ra – reservatório de alimentação Rp – reservatório de permeado OB Rr - reservatório de solução de retrolavagem RT5 e RT6 - fluxímetros de ar compris 0 mVh uS - condutividade (Cond1 a Cond5) V5 e V6 – válvulas solenóides de retrolavagem VC3 a VC5 - válvulas propo FT5 FT6 AR COMPRIMIDO Ra Rp

Figura 15 – Reprodução da tela principal do programa supervisório de operação da UE.

Fonte: Adaptado de LATAM (2011).



A configuração empregada é representada na Figura 17, que é uma fotografia da bancada, e na Figura 18, na qual é apresentado um esquema da unidade experimental.

Figura 17 - Bancada experimental existente no Laboratório de Tecnologias Ambientais da Universidade de Caxias do Sul empregada no estudo.

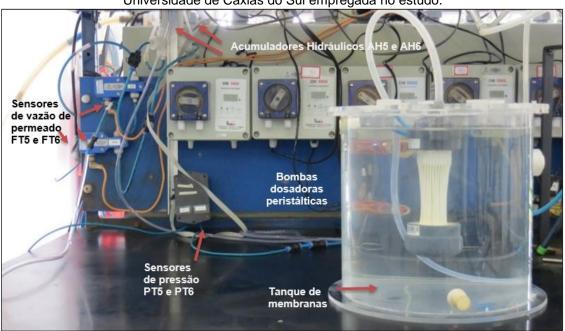


Figura 18 – Esquema do aparato experimental utilizado nos ensaios de permeação.

Sensor de pressão

Retorno do permeado

Peristáltica

Sensor de pressão

Sensor de pressão

Agitador Magnético

O tanque de membranas foi preenchido com uma mistura com concentração prédeterminada constituída por efluente e lodo anaeróbio, ambos de um reator UASB. O ensaio a ser descrito buscou cobrir condições de operação variadas para um reator anaeróbio, com a simulação de diferenças significativas na concentração de sólidos suspensos do efluente que aportará ao tanque de membranas.

Utilizou-se uma bomba peristáltica dosadora controlada a partir do sistema supervisório na modalidade "malha fechada". Nesta configuração, o sistema é controlado automaticamente pela pressão estabelecida para o sistema, já que o ensaio foi conduzido a pressão constante. Para tal, foi empregado um sensor de pressão, além de um sensor de vazão de permeado. Anteriormente ao sensor de vazão, utilizou-se um acumulador hidráulico com a finalidade de homogeneizar a vazão e minimizar erros de medição do sensor devido a oscilações de fluxo inerentes regime de operação da bomba peristáltica. O acumulador hidráulico consiste em um tubo posicionado na vertical com entrada superior e saída inferior para o permeado. A regulagem da vazão é manual através de uma válvula de agulha, a partir do controle visual do nível estabelecido no tubo acumulador hidráulico.

O permeado, depois de passar pelo sensor de vazão, retorna ao tanque de membranas, em circuito fechado. Não há alimentação externa durante a o ensaio. O tanque de membranas fez uso de um agitador magnético com o propósito de manter a mistura homogênea em termos de distribuição das partículas ao longo da altura do tanque.

## 4.3 CARACTERÍSTICAS DAS MISTURAS A SEREM FILTRADAS

O ensaio realizado previu o teste de filtração de cinco misturas com concentrações distintas, incluindo condições extremas. Esta estratégia visa contemplar situações de arraste de lodo críticas, ou ainda configurações nas quais a membrana esteja submersa no próprio reator.

O efluente e o lodo utilizados para elaborar a solução de alimentação foram obtidos em reator anaeróbio do tipo UASB operando em indústria alimentícia (Solae do Brasil Indústria e Comércio de Alimentos, Esteio, RS). O efluente foi coletado na saída do reator e o lodo foi coletado diretamente da manta de lodo. O efluente na saída do reator tem concentração de SST equivalente a 806,67 mg·L-1, enquanto o

lodo anaeróbio tem 86.225,00 mg·L<sup>-1</sup>, previamente analisados conforme método gravimétrico (APHA, 2012).

Estes efluentes foram armazenados em bombonas plásticas em condições refrigeradas ao longo do período de ensaios, que foi de dois meses. A cada amostra ensaiada, cuidados e procedimentos relativos à homogeneização foram efetuados, especialmente no que se refere ao lodo.

A mistura foi preparada mediante adição de lodo ao efluente líquido para atingir os valores de sólidos suspensos totais estabelecidos conforme Tabela 4.1. As concentrações alvo foram estipuladas considerando um incremento percentual de SST com base na diferença entre a concentração de SST do efluente e do lodo.

Tabela	<u> 4.1 – (</u>	Concentrac	ções de SS	ST est	abelecidas	para as	misturas	a serem filt	radas.

Composição	Concentração de SST alvo (mg/L)
Efluente anaeróbio	806,67
Efluente e lodo anaeróbios	5.000,00
Efluente e lodo anaeróbios	10.000,00
Efluente e lodo anaeróbios	20.000,00
Efluente e lodo anaeróbios	40.000,00

## 4.4 PRESSÕES TRANSMEMBRANA CONTROLADAS EM CADA ENSAIO

Para cada solução, foram avaliadas três pressões transmembrana (PTM) distintas: 140, 260 e 380 mbar (respectivamente 14, 26 e 38 kPa). Para manutenção da pressão constante ao longo de todo o ensaio, fez-se uso dos pressostatos na linha de entrada para a bomba peristáltica que promovia a sucção do percolado. O sensor de pressão, conectado ao sistema supervisório, permite O controle a ação das bombas de forma a manter a pressão de sucção na faixa estipulada.

A PTM inicial de 140 mbar é condição dos equipamentos utilizados no ensaio, já que abaixo desta pressão, não foi possível operar a bomba peristáltica. As demais pressões foram estipuladas a partir desta, com base no relatado por Gimenez (2013).

# 4.5 PREPARAÇÃO DO MÓDULO DE MEMBRANAS

A metodologia descrita a seguir foi adaptada de Lovatel (2011) e Gimenez (2013).

# 4.5.1 Lavagem química pré-uso

O módulo de membranas de ultrafiltração (UF) foi devidamente limpo a fim de remover a solução de preservação de glicerol antes de ser utilizado pela primeira vez. Para tal, o fabricante sugere a realização de lavagem com água e com uma solução de hipoclorito de sódio (NaClO).

A limpeza foi realizada conforme a sequência descrita a seguir:

- a. O módulo de membranas foi lavado em água destilada corrente para a remoção superficial da solução de preservação;
- b. O módulo foi mantido submerso em solução de hipoclorito de sódio com concentração inicial de 100 ppm de cloro ativo durante duas horas;
- c. O módulo foi conectado em série com vacuômetro e bomba peristáltica para retrolavagem durante 30 minutos em pressões na faixa de 400 a 500 mbar com nova solução de hipoclorito de sódio à mesma concentração (Figura 19);
- d. No mesmo aparato ilustrado na Figura 19, o módulo foi submetido à retrolavagem durante 60 minutos com água destilada;
- e. Depois da limpeza, o módulo foi mantido submerso em água destilada para prevenir o ressecamento das fibras da membrana.

## 4.5.2 Verificação das membranas e conexões

As membranas foram testadas quanto à integridade das fibras e as conexões foram testadas quanto à estanqueidade.

As conexões do módulo foram vedadas com fita veda-rosca. O módulo foi submerso em água destilada e conectado em série a um vacuômetro e uma bomba peristáltica. O sistema foi submetido ao fluxo de lavagem e retrolavagem com o propósito de verificar possíveis problemas de estanqueidade.

O módulo utilizado nos ensaios apresentou integridade e manutenção de pressão. Para maior estanqueidade, o módulo teve as conexões vedadas com silicone.



Figura 19 – Módulo de membranas submetido à retrolavagem durante a limpeza química.

# 4.5.3 Procedimentos dos ensaios pré-filtração

Os itens a seguir tratam dos procedimentos realizados antes de cada ensaio.

# 4.5.3.1 Compactação da membrana

O procedimento para compactação da membrana foi realizado antes de cada experimento. Em um aparato como o ilustrado na Figura 19, aplicou-se uma diferença de pressão até que se observe um fluxo de permeado estável. Utilizou-se água destilada na condição de solvente puro. Neste ensaio, a pressão aplicada foi de 0,45 bar ou 45 kPa, durante um período de 2 a 2,5 h. A pressão foi mantida constante, através do controle da rotação da bomba. Para membranas de ultrafiltração (UF), AWWA (1996) sugere uma pressão transmembrana de operação baixa, de 0,0005 a 5,0 bar, equivalente a 50 Pa a 500 kPa. É importante não exceder a pressão de

operação das membranas a fim de evitar danos à estrutura da mesma. Para este ensaio, a pressão máxima considerada foi de 0,5 bar ou 50 kPa.

# 4.5.3.2 Caracterização das membranas quanto à permeabilidade hidráulica

Para determinação da permeabilidade hidráulica das membranas procedeu-se com a filtração de solvente puro em temperatura ambiente. A L<sub>P</sub> foi avaliada em um intervalo de pressão de 0,05 a 0,45 bar (5 a 45 kPa), conforme procedimento relatado a seguir:

- a) Conectou-se o módulo de membranas submerso em água destilada em série a um vacuomanômetro e uma bomba peristáltica (Figura 19);
- b) Realizou-se o procedimento de compactação da membrana, acionando-se a bomba peristáltica no sentido de sucção e submetendo-a a uma pressão constante de 0,45 bar durante 2 h, regulada através do controle da rotação da bomba:
- c) Depois de duas horas, realizaram-se três tomadas de volume de permeado em função do tempo, em proveta graduada, indicando a estabilidade do fluxo de permeado à pressão de 0,45 bar;
- d) A partir desta pressão, reduziu-se a pressão de sucção em decrementos de 50 mbar, até pressão tal que não resulte vazão de permeado. Para cada decremento na pressão, realizaram-se três tomadas de volume de permeado em função do tempo, em proveta graduada, indicando a estabilidade do fluxo de permeado a cada valor de pressão;
- e) A partir dos dados obtidos, calculou-se a permeabilidade hidráulica das membranas conforme as Equações (3.4) e (3.6).

# 4.5.3.3 Resistência intrínseca da membrana (R<sub>M</sub>)

A resistência intrínseca da membrana ( $R_M$ ) é determinada analiticamente a partir dos valores obtidos no ensaio de permeabilidade hidráulica. O fluxo relaciona-se com a pressão através da equação da reta do gráfico fluxo de permeado ( $J_P$ ) e pressão transmembrana (PTM). Considerando a equação da reta y = ax, pode-se relacionar:

$$J_P = \Delta P \cdot \frac{1}{\mu_{\acute{a}gua} R_M}$$
$$y = ax$$

sendo 'y' a variável independente equivalente a  $J_P$  e 'x' a variável dependente equivalente a PTM.

Então:

$$a = \frac{1}{\mu_{\acute{a}gua}R_M}$$

E, finalmente, a equação para determinação de R<sub>M</sub>:

$$R_M = \frac{1}{\mu_{\acute{a}gua} \cdot a} \tag{4.1}$$

# 4.6 PROCEDIMENTOS ANALÍTICOS

Os parâmetros físico-químicos analisados constam no Quadro 4.2 e as metodologias de obtenção dos dados é descrita na sequência.

Quadro 4.2 – Parâmetros físicos determinados para cada mistura.

Parâmetro	Técnica Analítica
Sólidos suspensos totais (SST)	Método gravimétrico conforme APHA (2012)
Sólidos totais (ST)	Método gravimétrico conforme APHA (2012)
Massa específica (ρ)	Procedimento adaptado do método da determinação da densidade relativa (SG) de APHA (2012) detalhado no 4.6.1.1.
Granulometria	Equipamento analítico medidor do tamanho de partícula Horiba modelo LA-950.
Viscosidade dinâmica (μ)	Equipamento analítico viscosímetro Brookfield, modelo LVDV-I com adaptador ULA-EY UL

# 4.6.1.1 Massa específica (ρ)

A massa específica é a razão entre a massa de um determinado material e seu volume, medidos em condições específicas de temperatura e pressão. Para determinação da massa específica das soluções adaptou-se a metodologia proposta por APHA (2012) para densidade relativa, utilizando-se um picnômetro de 10 mL e uma balança analítica. O picnômetro foi pesado vazio, e, então, preenchido com lodo ou efluente devidamente homogeneizados, a 4°C. Uma vez cheio, foi pesado novamente. Do valor obtido na segunda pesagem descontou-se o valor obtido na primeira pesagem e dividiu-se pelo volume, equivalente a 10 mL, obtendo-se então a massa específica em g·mL-1. Este valor foi multiplicado por um fator de correção relacionado à temperatura, definido por APHA (2012).

### 4.6.1.2 Interpretação da caracterização física quanto à granulometria

Para determinação do diâmetro médio dos grânulos e demais partículas presentes na solução e parâmetros correlacionados, empregou-se um equipamento analítico específico marca Horiba modelo *Laser Scattering Particle Size Distribution Analyzer* LA-950. Este equipamento permite medir e quantificar partículas com diâmetros na faixa de 0,01 µm a 3 mm. Os resultados são tratados pelo programa computacional do próprio equipamento e apresentados na forma de curva de distribuição granulométrica, além do diâmetro médio, diâmetro mediano e desvio padrão.

A análise granulométrica consiste na determinação das dimensões das partículas de uma amostra e das proporções relativas em que elas se encontram e é representada graficamente pela curva granulométrica. A partir da curva de distribuição granulométrica determinaram-se os valores de diâmetro relacionados a quantidades percentuais de partículas presentes na solução, sendo os principais o valor médio e o valor mediano ( $d_{50}$ ).

O conhecimento da curva granulométrica permite a determinação do coeficiente de uniformidade (Cu) e do coeficiente de curvatura (Cc). Estes parâmetros são comumente utilizados pela área de mecânica dos solos para classificar o comportamento dos solos conforme a distribuição dos tamanhos de partículas, inclusive em relação à permeabilidade, com interpretação ilustrada na Figura 20.

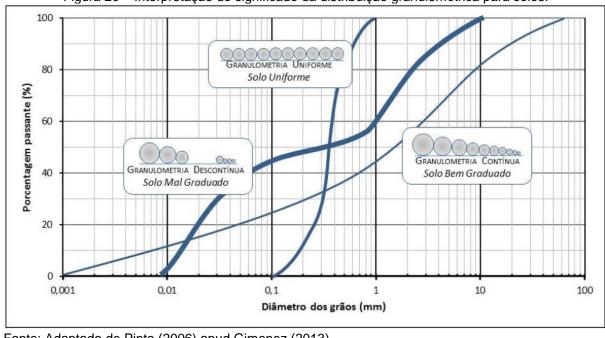


Figura 20 – Interpretação do significado da distribuição granulométrica para solos.

Fonte: Adaptado de Pinto (2006) apud Gimenez (2013).

O coeficiente de uniformidade (C<sub>U</sub>) é determinado a partir da Equação (4.2), de acordo com Caputo (1988).

$$C_U = \frac{d_{60}}{d_{10}} \tag{4.2}$$

sendo:

d<sub>10</sub>: diâmetro efetivo (d<sub>ef</sub>). Valor de diâmetro igual e abaixo do qual correspondente a 10% da quantidade de partículas presentes na amostra, ou seja, 90% da amostra tem valores superiores a este.

de0: valor de diâmetro igual e abaixo do qual correspondente a 60% da quantidade de partículas presentes na amostra, ou seja, 30% da amostra tem valores superiores a este.

Este coeficiente fornece um indicativo da distribuição do tamanho de partículas presentes na amostra, conforme classificação convencional adotada (CAPUTO, 1988):

- a. C<sub>U</sub> < 5: amostra com partículas muito uniformes (para solos, representa um solo mal graduado);
- b.  $5 < C_U < 15$ : amostra com partículas medianamente uniformes;
- c. C∪ > 15: amostra com partículas não uniformes (para solos, representa um solo bem graduado);

O coeficiente de curvatura (Cc) é determinado a partir da Equação (4.3) (PINTO, 2006).

$$C_C = \frac{(d_{30})^2}{d_{10} \cdot d_{60}} \tag{4.3}$$

sendo:

d<sub>30</sub>: valor de diâmetro igual e abaixo do qual correspondente a 30% da quantidade de partículas presentes na amostra, ou seja, 60% da amostra tem valores superiores a este.

Para Caputo (1998), valores de C<sub>C</sub> entre 1 e 3 referem-se a solos bem graduados, ou seja, amostra com granulometria contínua. Valores menores do que 1 inferem que a curva granulométrica tende a ser descontínua, enquanto valores maiores do que 3 implicam granulometrias mais uniformes.

Em linhas gerais, o coeficiente de uniformidade indica a amplitude dos tamanhos dos grãos, enquanto o coeficiente de curvatura refere-se ao formato da curva granulométrica, permitindo identificar eventuais descontinuidades ou concentração de partículas de diâmetro semelhante.

Na Figura 21 é apresentado um exemplo do relatório emitido pelo equipamento analisador de partículas, o qual é acompanhado por uma tabela de dados com os intervalos de diâmetros de percentuais detalhados. A partir deste relatório, foram extraídos os dados referentes ao diâmetro médio, diâmetro mediano e os diâmetros correspondentes aos percentuais 10, 30 e 60 da distribuição granulométrica. Os dois últimos dados foram determinados por interpolação, enquanto os demais foram extraídos diretamente do laudo.

Para cada concentração submetida a teste, realizou-se a caracterização granulométrica em triplicata das amostras antes da filtração, adotando-se o resultado médio como válido.

A exemplo do relatado por Gimenez (2013) e comparativamente com as típicas análises feitas para solos, determinaram-se os coeficientes de uniformidade e de curvatura com o objetivo de relacionar tais parâmetros a propensão de manutenção do fluxo. Analogamente aos estudos em mecânica dos sólidos, supõe-se que uma solução com distribuição granulométrica de partículas criaria uma condição de filtração mais favorável a manutenção do fluxo.

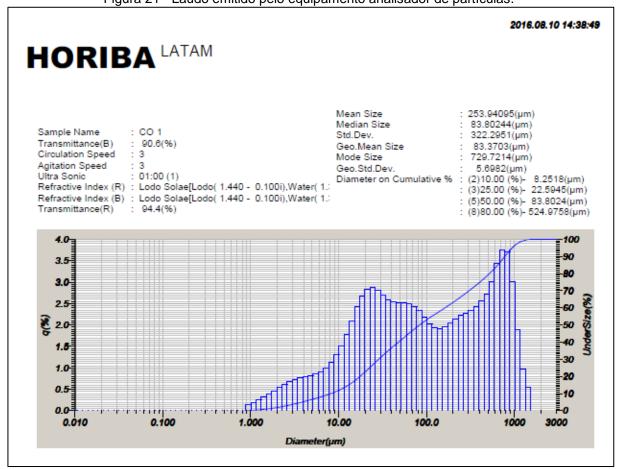


Figura 21 - Laudo emitido pelo equipamento analisador de partículas.

# 4.7 ROTINA DOS ENSAIOS DE FILTRAÇÃO

A metodologia descrita a seguir foi adaptada de Lovatel (2011) e Gimenez (2013).

# 4.7.1 Procedimentos pré-ensaios de filtração

A cada ensaio de filtração, caracterizou-se a membrana quanto à resistência intrínseca. Para tal, realiza-se o procedimento de compactação e posterior determinação da resistência intrínseca conforme descrito nos itens 4.5.3.1 e 4.5.3.3.

# 4.7.2 Ensaios de filtração

Para cada concentração de SST pré-definida, realizaram-se ensaios à pressão de sucção constante nos valores de 140, 260 e 380 mbar na unidade experimental

descrita no item 4.2. Os ensaios foram desenvolvidos em modo de reciclo total e agitação constante.

A seguir, são descritas as duas etapas da rotina de filtração repetidas para cada conjunto de PTM e concentração de SST determinados.

# 4.7.2.1 Etapa 1: filtração com a mistura de efluente e lodo anaeróbios

A primeira fase de cada ensaio de filtração consistiu na submissão do módulo de membranas à operação sob condições de pressão de sucção e concentração de SST da solução de alimentação pré-determinadas. Para tal, a solução foi preparada antes do ensaio, procedendo a concentração do efluente com lodo a fim de atingir o valor de SST alvo.

No programa supervisório, configurou-se a pressão de sucção desejada, que regula a operação das bombas, e também o intervalo de registro automático dos dados lidos pelos sensores de vazão e pressão para 30 s.

Com o tanque de membranas preenchido com a solução de alimentação e as conexões devidamente realizadas, inicia-se a operação do sistema em malha fechada durante 4 h contínuas de filtração em recirculação total.

Durante o período de filtração, a válvula de agulha da tubulação de permeado é controlada manualmente, de forma a manter constante o nível no acumulador hidráulico.

Foram realizadas tomadas manuais de temperatura da solução de alimentação a cada 15 min. Como a solução foi mantida refrigerada antes do ensaio, observou-se um aumento na temperatura ao longo de todas as carreiras de filtração.

Quanto à viscosidade do permeado, tendo-se em mente sua interferência no fluxo de permeado e sua relação com a temperatura, normalizou-se a temperatura de operação para 20 °C conforme a Equação (3.2). Empregou-se a viscosidade dinâmica da água, uma vez que se considera que, devido à propriedade de ultrafiltração da membrana, o permeado tem características muito similares à da água.

## 4.7.2.2 Etapa 2: filtração com água destilada

Ao final de 4 h de ensaio, a bomba peristáltica foi desligada e o módulo de membranas foi mantido conectado à tubulação de sucção. A solução de alimentação

foi substituída, então, por água destilada. A membrana foi submetida à filtração em pressão constante durante 2 h, com procedimento idêntico ao descrito na etapa anterior.

Esta etapa tem como finalidade determinar a resistência ao *fouling* (R<sub>F</sub>) com base no procedimento sugerido por Pertile (2013).

# 4.7.3 Limpeza química pós-uso

Depois de cada carreira de filtração, realizou-se a limpeza do módulo de membranas de forma a remover o material aderido à mesma. O procedimento de limpeza varia conforme as características da solução filtrada e da membrana empregada e a metodologia adotada é descrita a seguir. O aparato empregado para lavagem consta na Figura 19.

- a. O primeiro passo consiste em promover a remoção do material solto e da solução residual através da lavagem com água destilada, utilizando-se uma pisseta.
- b. Em seguida, utiliza-se uma solução de hipoclorito de sódio para desinfecção e remoção do material aderido, para o qual sabe-se que a membrana é resistente conforme determinação do fabricante. Submergiu-se a membrana em solução de hipoclorito de sódio com 100 ppm de cloro livre durante 30 min. A solução foi descartada.
- c. Na sequência, o módulo de membranas é submetido à retrolavagem durante
   30 minutos com solução de hipoclorito de sódio com 100 ppm de cloro livre.
- d. Para remoção de residuais de cloro livre, o módulo de membranas é submetido
   à retrolavagem com água destilada durante 30 min.
- e. O módulo é mantido submerso em água destilada quando fora de uso.

# 4.8 ANÁLISE DOS DADOS REGISTRADOS PELO SISTEMA SUPERVISÓRIO

O sistema supervisório da Unidade Experimental foi configurado para registrar dados de vazão (volume em função do tempo) a cada 30 s de ensaio. A cada 30 min de ensaio o programa gerou um arquivo no formato .txt, os quais foram convertidos no formato .xls para análise com o programa *Microsoft Excel 2016* e obtenção dos dados secundários.

Os conjuntos de dados de fluxo de permeado e de resistências referem-se às cinco concentrações alvo e três pressões transmembrana testadas, conforme sumarizado Tabela 4.2. As inter-relações entre os dados foram avaliadas por curvas de isoconcentração e isopressão.

Tabela 4.2 – Cruzamento dos dados de concentração de SST e PTM para obtenção das 15

condições distintas de ensaio.

Concentrações x pressões	C1 (mg·L <sup>-1</sup> )	C2 (mg·L <sup>-1</sup> )	C3 (mg·L <sup>-1</sup> )	C4 (mg·L <sup>-1</sup> )	C5 (mg·L <sup>-1</sup> )
P1 = 140 mbar					
P2 = 260 mbar	806,67	5.000,00	10.000,00	20.000,00	40.000,00
P3 = 380 mbar					

# 5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Este trabalho gerou quatro artigos, sendo que um deles, por conter resultados mais abrangentes, é apresentado neste capítulo e os demais são apresentados nos Apêndices B, C e D.

O artigo intitulado "Permeate flux and resistance-in-series behavior analysis in ultrafiltration membranes treating anaerobic effluent in the context of biogas production optimization" foi submetido ao periódico Water Science and Technology no dia 22 de agosto de 2017. O comprovante consta no Apêndice D.

Este capítulo também apresenta resultados complementares que não constam em artigos.

# 5.1 ARTIGO SUBMETIDO A PERIÓDICO

# Permeate flux and resistance-in-series behavior analysis in ultrafiltration membranes treating anaerobic effluent in the context of biogas production optimization

L. Molin\*, J. R. Gimenez\*, L. L. Beal\* and A. P. R. Torres\*\*

- \* Environmental Technologies Laboratory, Universidade de Caxias do Sul (UCS), Caxias do Sul, RS, Brazil (E-mail: lmolin@ucs.br; juliano.gimenez@ucs.br; llbeal@ucs.br)
- \*\* CENPES / Petrobras, Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ), Rio de Janeiro, Brazil (E-mail: aptorres@petrobras.com.br)

#### Abstract

In recent years, anaerobic membrane bioreactors (AnMBR), particularly submerged ones, have been evolving as a promising technology for wastewater treatment because, in addition to its many operational advantages, there is also the generation of biogas, which represent an important renewable energy resource. Even though hydraulic and solid retention times (HRT and SRT, respectively) are not the only conditions affecting anaerobic digestion processes, they represent key parameters for efficient biogas production. Well succeed experiences in AnMBR showed that not only decoupling SRT and HRT but also retaining the biomass within the system is crucial. Membranes have been playing an important role in this scenario, providing a full control over these parameters. However, the behavior prediction in membrane operations is especially complex, and it still lacks models to represent membrane fouling in AnMBRs. The aim of this study was to obtain and analyze experimental data on permeate flux and resistance-in-series in the filtration of an effluent of a UASB (Upflow Anaerobic Sludge Blanket) reactor in five different conditions of total suspended solids concentration and transmembrane pressure through submerged polymeric hollow fiber ultrafiltration membranes. From the economic and energetic points of view, the results showed that the lowest suction pressure (140 mbar) can reach permeate volumes very close to the highest pressure tested (380 mbar) with lower energy demand, in the same period. The results help providing AnMBR project and operation with information regarding membrane limitations due to total solids concentration, which may be associated to HRT and SRT decoupling, fundamental for biogas production optimization.

#### Keywords

AnMBR, biogas production, fouling, permeate flux, resistance-in-series

### INTRODUCTION

The need of solutions regarding not only wastewater treatment but also renewable resources availability and cost has been bringing up emergent applications to anaerobic membrane bioreactors (AnMBR) in the past two decades.

Anaerobic treatment is considered the most cost-effective technology for organic removal from different kinds of wastewaters, so well succeeding due to its low operation and maintenance costs and the higher loading potentials that are brought about by biomass immobilization (Jeison *et al.* 2008).

Through anaerobic digestion of certain categories of biomass it is possible to obtain biogas, which is generically referred to a mixture of different kinds of gas, and, among them, methane and hydrogen stand out in the potential of energy recovery as a renewable source (Mao *et al.* 2015; Chel *et al.* 2016).

Processes based on anaerobic membranes associated to membranes (AnMBR) have been exploring the biomass separation using membranes as a factor for efficiency increase. Different anaerobic reactor configurations are used, although CSTR (completely stirred tank reactor) and UASB (upflow anaerobic sludge blanket) are the most popular ones. Regarding membranes, micro and ultrafiltration are the most commonly used (Kang & Cao 2014).

Besides factors regarding the feed solution, parameters affecting anaerobic digestion process and biogas production rate are, mainly, temperature, pH, hydraulic and solid retention times (HRT and SRT, respectively) and organic loading rate (OLR) (Mao et al. 2015; Chel et al. 2016). The most important challenge in developing an appropriate reactor technology for anaerobic treatment is the retention of slow growing anaerobic biomass (Ozgun et al. 2013). HRT is a key parameter from an economic perspective, once shorter HRT represent smaller reactors treating the same wastewater volume as a bigger one. Therefore, efficient biogas production depends on the appropriate retention of methanogenic bacteria in the reactor through decoupling HRT and SRT (Hu, Sung 2010; Mao et al. 2015). Solid and hydraulic retention times unlinking can be achieved by conventional settlers or, in UASB reactors, by the sludge bed. Membranes, however, can guarantee a total retention of biomass, providing a full control over SRT and HRT once the presence of suspended solids in the reactor's effluent is not an issue any longer. Well succeed experiences in AnMBR showed that not only decoupling SRT and HRT but also retaining the biomass within the system is crucial (An et al. 2009; Huang et al. 2011; Peláez et al. 2011). Furthermore, it was evidenced by the studies that effects of coupling membranes to a bioreactor may vary from case to case.

Configurations also may vary. The retentate in the membrane tank or module can be returned to the reactor or not, whatever is more convenient for the whole process. Gouveia *et al.* (2015) for example, monitored a UASB reactor coupled to submerged ultrafiltration membranes during three-year stable operation. The results in terms of biogas production rate and membrane permeate flux were better when recirculation was performed.

Despite particularities in operation of AnMBR systems, fouling is the most challenging operational aspect in AnMBR (Meng *et al.*2017). Skouteris et al. (2012) affirm membrane fouling in AnMBRs is more intense than in aerobic MBRs as AnMBRs experience lower sludge filterability

As biogas production technology and theory are well established (Mao *et al.* 2015) and so is anaerobic digestion, optimization alternatives must be built up, based on the comprehension of particularities regarding the whole system and each part of it.

The behavior prediction in biological systems is especially complex, but efforts in the sense of establishing models are required. Experimental bench studies, even though they demand time and investment, are indispensable for the particularities of each biomass involved and its interactions with different system configuration. However, establishing a general model to describe membrane fouling in such a process is made difficult by the inherent heterogeneity of the system, the nature and extent of fouling in MBR are strongly influenced by three factors: biomass characteristics, operating conditions and membrane characteristics (Chang *et al.* 2002).

The main objective of this study is to obtain and analyze experimental data on permeate flux and the correspondent resistances for the effluent of a UASB (Upflow Anaerobic Sludge Blanket) reactor through submerged polymeric hollow fiber ultrafiltration membranes. The results aim to contribute to the progress of research and applications of membrane technology associated with anaerobic reactors. The development of this technology is related to the generation of commercially valuable products, mainly biogas, merging in a sustainable way the economic and environmental aspects.

# MATERIALS AND METHODS

### Configuration

A hollow fiber ultrafiltration PVDF membrane module manufactured by GE Power was used in the experiment. The pore size is 0.04 µm and each fiber is 110 mm length, resulting in a

permeation area of 0.047 m<sup>2</sup>.

The experiment was run in a lab-scale unit, using a peristaltic pump which was automatically controlled by the pressure established for the system, since the test was conducted in constant pressure. A pressure sensor was used, as well as a flux sensor for the permeate, that was returned to the membrane tank ensuring the same solid concentration in the feeding solution along the whole experiment. The flux after the membrane was manually controlled by a needle valve connected to a tube working as a hydraulic accumulator whose purpose was to minimize irregularities in the flow established by the peristaltic pump before the flux sensor.

A magnetic stirrer was used in the membrane tank to keep the total suspended solids concentration constant throughout the height of the tank. The membranes operated submerged in the feeding solution. In this configuration, the filtration is dead-end.

The feeding solution consists in real effluent and sludge of a UASB reactor treating wastewater in a food industry. Five different concentrations of Total Suspended Solids (TSS, g·L<sup>-1</sup>) were tested to simulate variations in the operating conditions of the upstream reactor. The lowest value of TSS, 0.806 g TSS·L<sup>-1</sup>, refers to UASB effluent at the real bioreactor's outlet. The other four concentrations were obtained by adding anaerobic sludge from the reactor' sludge blanket to the effluent and correspond to 5.0 g TSS·L<sup>-1</sup>, 10.0 g TSS·L<sup>-1</sup>, 20.0 g TSS·L<sup>-1</sup> and 40.0 g TSS·L<sup>-1</sup>.

The feeding solution was submitted to a particle size analysis in a Laser Scattering Particle Size Distribution LA-950 Horiba. Permeate dynamic viscosity was determined using a viscometer Brookfield, model LVDV-I+ and ULA-EY UL adapter.

Each feeding solution TSS concentration was submitted to three independent filtration 6 hours' length cycles, with 140, 260 and 380 mbar transmembrane pressure (TMP). During the test, TMP and permeate flux were automatically measured and registered every 30 seconds. The solution and the environment temperature were manually monitored and registered every 15 minutes.

In the first 4 hours, the feeding solution was anaerobic effluent in the concentrations already specified. Then, the solution was replaced by distilled water for the following 2 hours. In the transition, the membrane was kept pressurized and no cleaning process was conducted. The 4-hour cycle aimed to provide information about total resistance and the 2-hour-cycle's goal was to determine the fouling resistance.

In the interval of each cycle, the membrane module was submitted to chemical cleaning using sodium hypochlorite and backwashing using distilled water. It was later characterized as to the intrinsic membrane resistance ( $R_M$ ,  $m^{-1}$ ) before the following cycle.

### Achieved data and resistance-in-series model

The permeate flux (J<sub>P</sub>, m<sup>3</sup>·m<sup>-2</sup>·s<sup>-1</sup>) and the total resistance (R<sub>T</sub>, m<sup>-1</sup>) were obtained according to the resistance-in-series model (Eq.(1)) which describes the flux trough each in-series medium using Darcy's law: the permeate (V, m<sup>3</sup>) is driven through each medium by a difference in transmembrane hydraulic pressure (TMP, mbar) and the total filtration resistance (R<sub>T</sub>, m<sup>-1</sup>) is assumed to be the sum of the different assumed partial resistances (Robles *et al.* 2013) (Eq.(2)).

$$J_{P} = \frac{1}{A} \frac{dV}{dt} = \frac{TMP}{UR_{TP}} \tag{4}$$

where A is the permeation area (m<sup>2</sup>), dt the permeation time (s) and  $\mu$  is the dynamic viscosity of fluid (Pa·s).

$$R_T = R_{CP} + R_{\scriptscriptstyle E} + R_{\scriptscriptstyle M} \tag{5}$$

where  $R_T$  is the total resistance,  $R_{CP}$  is the polarization concentration resistance,  $R_F$  is the fouling resistance and  $R_M$  is the intrinsic membrane resistance. The polarization concentration resistance ( $R_{CP}$ ,  $m^{-1}$ ) is a reversible, despite inevitable, phenomenon (Field *et al.* 2010) and only has effects on the permeate flux as long as there is a transmembrane pressure on the system. The fouling resistance ( $R_F$ ,  $m^{-1}$ ) refers to an accumulation or buildup of material on or in the membrane surface and its interactions. Fouling may take the forms of absorption, pore blockage, deposition and gel formation (Field *et al.* 2010).

The resistance-in-series model is the most frequently used to membrane bioreactors, among several other models (AWWA 1996). It describes the flow behavior in relation to the pressure more comprehensively (Cheryan 1998). According to this model, the bigger the TMP, the faster TSS are going to be retained on the membrane surface, forming the cake layer. From some moment, J<sub>P</sub> becomes independent from TMP, remaining constant (Sombatsompop *et al.* 2006).

As for the permeate viscosity, having in mind its interference in  $J_P$  and its dependence on temperature, it was necessary to normalize the operation temperature to  $20^{\circ}$ C to adjust the permeate flux ( $J_{20}$ ,  $m^3 \cdot m^{-2} \cdot s^{-1}$ ) (Eq. (3)).

$$J_{20} = \frac{\mu_T}{\mu_{20}} \frac{1}{A} \frac{dV}{dt}$$
 (6)

where  $\mu_T$  refers to viscosity on the operation temperature and  $\mu_{20}$  is the viscosity on 20°C. For calculation purposes, water dynamic viscosity has been used once it was verified to be very close to the permeate viscosity.

The system was set to achieve flux and TMP data every 30 seconds. The primary data was then turned into  $J_P$  using the presented equations.

Intrinsic membrane resistance (R<sub>M</sub>, m<sup>-1</sup>) was also measured before each cycle of tests. It was determined by performing the filtration using pure (distilled) water as feeding solution, decreasing the TMP after the compaction of the membrane, and registering the flow rate.

### **RESULTS AND DISCUSSIONS**

### Particle size analysis of filtration solutions

The physical characteristics regarding particle size distribution are presented in Table 1 and consist of the average of triplicate analyses for each concentration sample. The results show an increase in the median diameter (D50) with the increasing of TSS concentration, consisting of a significant difference in the particle size distribution of each solution with potential impact on the hydrodynamic behavior during filtration.

TSS (g·L·1)	0.806	5.00	10.00	20.00	40.00
Mean diameter (µm)	20.66	176.09	203.72	247.07	842.39
Median diameter (D50) (µm)	7.24	73.53	65.52	84.95	781.20
Standard deviation (µm)	31.79	251.97	270.11	327.26	716.12

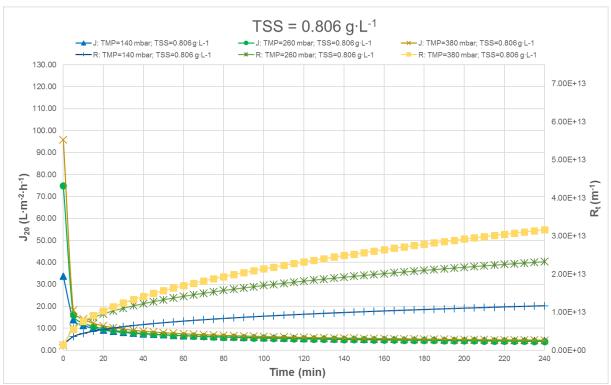
**Table 1. Particle Size Parameters** 

# **Total Resistance and Permeate Flux**

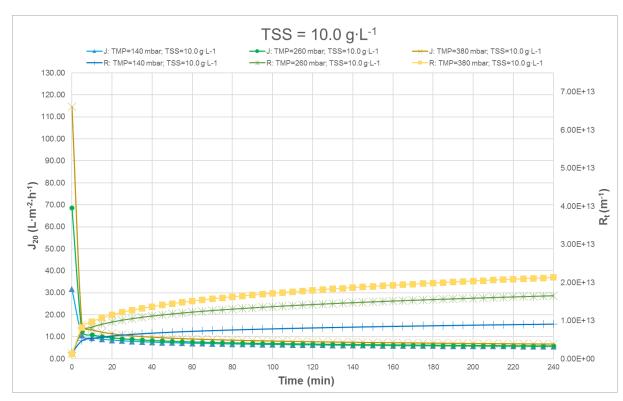
The results below are organized into two data sets: isoconcentration and isopressure. The total resistance ( $R_T$ ) data include intrinsic membrane resistance ( $R_M$ ). Its initial value was  $1.43 \cdot 10^{12}$  m<sup>-1</sup>.  $R_M$  was determined before each test; however, the data set didn't point to any conclusive pattern regarding irreversible fouling, mainly due to the test duration. The range of values for  $R_M$  was  $1.06 \cdot 10^{12}$  m<sup>-1</sup> to  $1.67 \cdot 10^{12}$  m<sup>-1</sup>.

### **Isoconcentration**

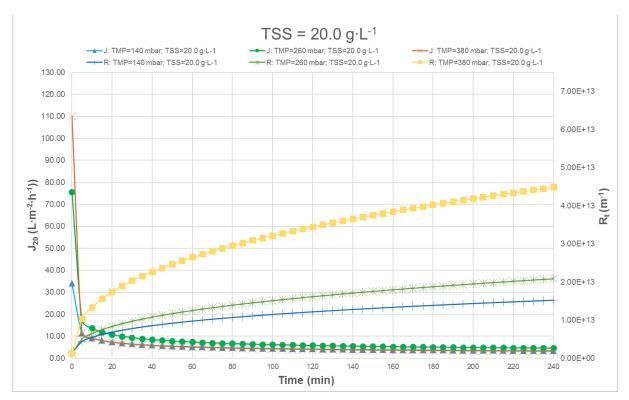
Permeate flux  $(J_P)$  drop behavior in relation to the increase in total resistance  $(R_T)$  is shown in the following figures for each TSS concentration. As predicted, a strong influence of transmembrane pressure (TMP) on total resistance  $(R_T)$  in the data sets is evident: the higher TMP, the faster RT increases. However, the permeate flux  $(J_P)$  does not follow the same  $R_T$  pattern. The isoconcentration curves show that the permeate flux has similar behavior at all pressures, although the increase in TMP suggests a proportional increase in  $J_P$ , which is not observed. Similar behavior is observed for each condition tested. Concentrations  $0.806 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$  and  $5.0 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ , specially, had very similar performance in terms of permeate flux and total resistance, reason why the graph referring to  $5.0 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$  was not presented.



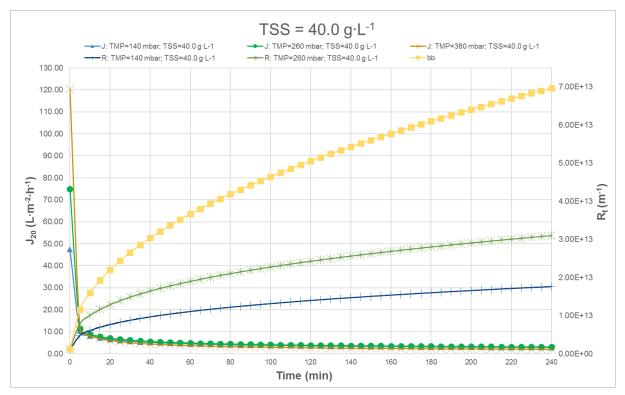
**Figure 1**. J at 20°C and R<sub>T</sub> behavior for operational conditions 0.806 g TSS·L<sup>-1</sup> and TMP 140, 260 and 380 mbar.



**Figure 2**. J at 20°C and R<sub>T</sub> behavior for operational conditions 10.0 g TSS·L<sup>-1</sup> and TMP 140, 260 and 380 mbar



**Figure 3**. J at 20°C and R<sub>T</sub> behavior for operational conditions 20.0 g TSS·L<sup>-1</sup> and TMP 140, 260 and 380 mbar

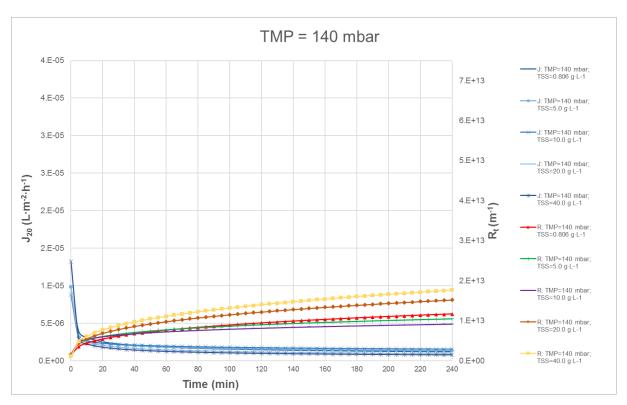


**Figure 4**. J at 20°C and R<sub>T</sub> behavior for operational conditions 40.0 g TSS·L<sup>-1</sup> and TMP 140, 260 and 380 mbar

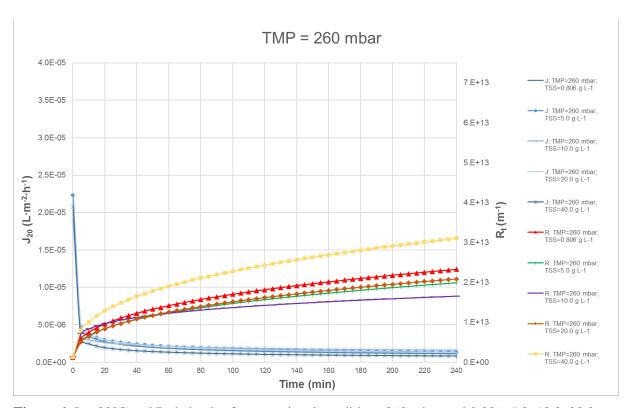
Flow regularization was very similar for all conditions tested. For the performed tests, it can be said that the period that comprises the first 40 min of operation is the one that presents the greatest variation in  $J_P$ . After this point, all combinations of TSS concentration and pressure have similar permeate flux average values varying to 7.4 to 4.3  $L \cdot m^{-2} \cdot h$ , showing a weak relation between TSS concentration with the permeate flux.

## **Isopressure**

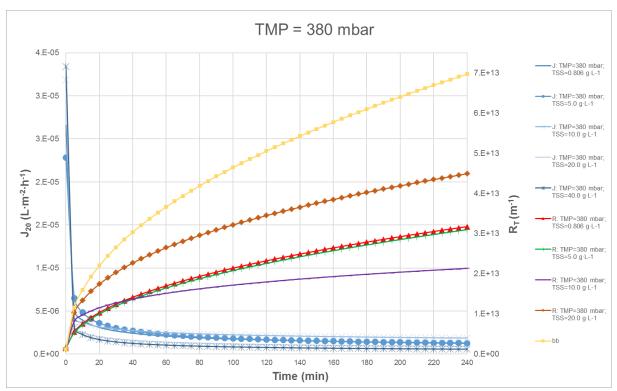
The behavior of the flow drop in relation to the increase of the total resistance is presented in the following figures. Each figure represents the five TSS concentrations tested for each transmembrane pressure: 140, 260 and 380 mbar.



**Figure 5**. J at 20°C and  $R_T$  behavior for operational conditions 140 mbar and 0.806, 5.0, 10.0, 20.0 and 40.0 g TSS·L<sup>-1</sup>.



**Figure 6**. J at 20°C and  $R_T$  behavior for operational conditions 260 mbar and 0.806, 5.0, 10.0, 20.0 and 40.0 g TSS·L<sup>-1</sup>.



**Figure 7**. J at 20°C and  $R_T$  behavior for operational conditions 380 mbar and 0.806, 5.0, 10.0, 20.0 and 40.0 g TSS·L<sup>-1</sup>.

Comparing isoconcentration and isopressure curves for total resistance, it is observed that, for the same pressure, regardless the concentration of solids in the feed solution, this parameter is very similar. R<sub>T</sub> in this case, proves to be more dependent on TMP than J<sub>P</sub>.

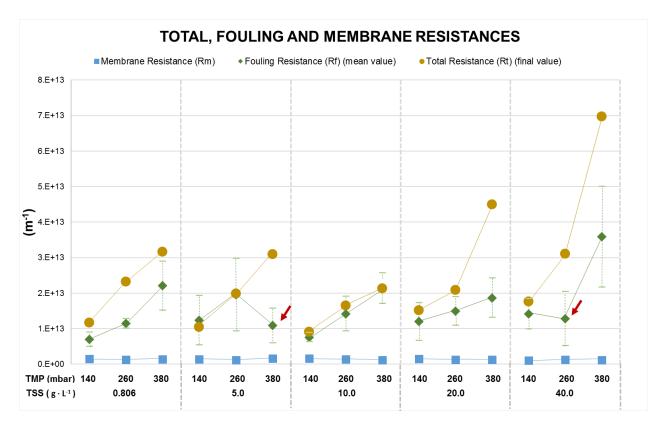
An aspect that was not observed in the isoconcentration curves and evidenced in Figure 5, 6 and 7 is  $R_T$  behavior in lower concentrations, specifically the range of values from 0.806 to 10.0 g·L<sup>-1</sup>. In these conditions, the development of total resistance was accentuated over time more clearly than the immediately higher concentration, equivalent to 20.0 g·L<sup>-1</sup>. An explanation for this behavior lies in the even subtle differences in the particle size distribution of these solutions. The small particle size associated with the concentration 0.806 g·L<sup>-1</sup>, which is the pure effluent, is highlighted. The median diameter of the particles present is 7.24  $\mu$ m, equivalent to the size of common microorganisms present in anaerobic effluents, especially bacteria. The probable blocking mechanism associated with this TSS concentration should, therefore, refer to this characteristic.

### Fouling resistance and resistance-in-series

The second stage of the filtration test was performed with distilled water for 2 h without the membrane undergoing any type of cleaning aiming to obtain data for a better understanding of the resistance resulting from fouling phenomena alone.

Resistance data set over time was analyzed, excluding numbers bigger than mean value plus three times standard deviation value and results lower than mean value minus three times standard deviation value. This data set was compared to membrane intrinsic resistance  $(R_M)$  and total resistance  $(R_T)$  last registered value in the first stage of the test.

This comparison is represented in Figure 8. The R<sub>F</sub> data consist on the mean (central point) and the standard deviation for each data set.



**Figure 8**. Experimental data on total resistance  $(R_T)$ , fouling resistance  $(R_F)$  and membrane intrinsic resistance  $(R_M)$  for each combination of TSS concentration and PTM tested.

During the experiment, it was observed that the established cake, unlike that observed in similar aerobic processes, was not completely adhered to the surface of the membrane. Due to this characteristic, in the transition from step 1 and 2, loss of plaque material was observed to a lesser or greater degree in some of the assays. In Figure 8, the arrows indicate two data points which analysis is infeasible due to this type of interference during the experimental procedure.

According to the resistance-in-series model, the total resistance can be dismembered into several components (Eq. (2)). The most commonly cited are intrinsic membrane resistance ( $R_M$ ), fouling resistance ( $R_F$ ) and concentration polarization resistance ( $R_{CP}$ ), composing the total resistance ( $R_T$ ). Thus, the difference between  $R_T$  and  $R_F$  as shown in Figure 8 represents the resistance of the concentration polarization, which manifests itself as long as there is established pressure in the system. In this case, considering the standard deviation of the  $R_F$ , it can be said that, for the conditions tested, the resistance due to fouling is more relevant than the resistance related to the concentration polarization.

Particle size distribution and resistance-in-series relation is observed in Figure 8. Considering  $R_{CP}$  as stated in Eq. (2), pure effluent, 0.806 g TSS·L<sup>-1</sup> and the lowest median diameter, is the condition where  $R_{CP}$  was more significant, suggesting the establishment of consistent boundary layer is proportional to the applied transmembrane pressure.

With very similar particle median diameter, 5.0, 10.0, and 20.0 g TSS·L<sup>-1</sup> developed very similar fouling-related resistance. On the other hand, the increase in concentration for each solution is the result of the introduction of granular anaerobic sludge, which impaired the homogeneity of the particle size curve for the solutions with concentration bigger than 0.806 0 g TSS·L<sup>-1</sup> (pure effluent). This fact is evidenced by the difference between particle mean and median diameter for each solution (Table 1).

The presence of granular material showed a very particular behavior regarding the development of the boundary layer and associated phenomena, especially concentration polarization. In the outer region of the membrane module fibers, exposed to turbulence coming from constant agitation, the granules acted as mechanical scouring agents.

The work of Aslam *et al.* (2017) discusses the use of such agents, which are comprised of granular materials added to the solution to be filtered, like granular activated carbon (GAC) or powder (PAC). As the main benefit, the authors identify the possibility of the mechanical agent being able to effectively reach the surface of the membrane, unlike hydrodynamic turbulence or air bubbles. These ones are limited by the laminar boundary layer.

Regarding this issue, Figure 8 shows that, in intermediate concentrations (5.0, 10.0 and 20.0 g TSS·L<sup>-1</sup>), the difference between  $R_T$  and  $R_F$  and  $R_M$ , consisting of the polarization concentration resistance ( $R_{CP}$ ), was practically non-existent, despite the maintenance of  $R_T$ .

The highest concentration tested, equivalent to 40.0 g TSS·L<sup>-1</sup>, was predominantly composed of larger diameter particles with origin of granular sludge. The relation between mean and median particle size (Table 1) is very close to this solution. In this case, due to the high concentration, the agitation was less efficient, and thus, the granules acted to a lesser extent in the mechanical scouring.

A significant  $R_T$  increase in relation to the previous tests was evidenced in Figure 8. This increase was already observed in the pressure of 380 mbar of the immediately lower concentration, equivalent to  $20.0~g~TSS\cdot L^{-1}$  and it was accentuated in the higher pressure of concentration  $40.0~g~TSS\cdot L^{-1}$ .

Table 2 presents the resistance-in-series average values for all 15 combinations of TSS concentration and TMP tested for reference. Standard deviations show that there is a great variation between the tests. R<sub>CP</sub> was obtained according to Eq (2), but for some tests, the result was negative (as predicted by the data presented Figure 8).

Resistance-in-series		Standard Deviation	% of R <sub>T</sub>
R <sub>M</sub>	1.3	0.18	5%
R <sub>CP</sub>	7.9	-	32%
$R_{\mathrm{F}}$	15.7	7.2	63%
$R_{T}$	24.9	15.6	100%

Table 2. A series of resistances for the UF membrane at the end of 4 hours' operation

Choo and Lee (1996) studied the fouling mechanisms in an UF membrane-coupled anaerobic reactor and found  $R_T$  value equivalent to  $209.1\cdot10^{12}$  m<sup>-1</sup> for a 200 days' operation test.  $R_M$  value was  $1.1\cdot10^{12}$  m<sup>-1</sup>. The membranes were plate and frame and the total solids concentration tested was 0.417 g TS·L<sup>-1</sup>. The authors analyzed the other resistances in terms of  $R_{ef}$ , described as the external fouling resistance, formed by a strongly deposited cake layer from physicochemical interactions of solids with the membrane surface,  $R_{if}$ , described as the internal fouling resistance due to irreversible adsorption, and finally,  $R_p$ , defined as the portion of the total resistance dislodged only by the water flushing, while  $R_{ef}$  term is the resistance to be removed by manual cleaning of the membrane surface. In this study,  $R_P$  dominantly affected the permeation flux, corresponding to 82.8% of  $R_T$ .

In a similar work, Choo and Lee (1998) studied the hydrodynamic behavior of anaerobic biosolids during crossflow filtration in an UF membrane anaerobic bioreactor treating alcoholdistillery wastewater. The total suspended solids concentration tested was 1.15 g TSS·L<sup>-1</sup>. For two different operating conditions, changing fluid velocity and initial MLVSS, the authors reported  $R_T$  value equivalent to  $63.7\cdot10^{12}$  m<sup>-1</sup> and  $11.9\cdot10^{12}$  m<sup>-1</sup> for a 6.7 days' operation test.  $R_M$  value was  $2.16\cdot10^{12}$  m<sup>-1</sup> and  $1.14\cdot10^{12}$  m<sup>-1</sup>.  $R_p$  was also dominant, corresponding to 92.6 and 73.1% of  $R_T$ .

## **CONCLUSIONS**

In this study, experimental data of anaerobic effluent post-treatment in submerged membranes are presented for 15 different combinations of TMP and TSS concentration. From the economic and energetic point of view, the results show that the lowest suction pressure (140 mbar) can reach volumes of permeate very close to the highest pressure tested (380 mbar) with lower energy demand, in the same period.

The results suggest that permeate flux is not controlled by the TMP and neither by TSS concentration alone, but by the total resistance associated with the membrane.

Regarding the resistances, the physical characteristics of the tested solutions related to the granulometry suggest a greater interference of the particle size distribution itself than the total suspended solids concentration. The granulometric distribution of the samples used, therefore, is associated with a pattern of flux behavior whose correlation should be verified more deeply.

Even more important than features related to the operation of membranes, this study supports projects of association of anaerobic bioreactors to submerged membranes. The high total suspended solids concentrations tested show that membrane technology is not a limiting alternative in relation to increases in drag of solids from the reactor due to adjustments in hydraulic and solids retention time, aiming to optimize the degradation of organic matter and the production of biogas or increment the volume treated in an already established reactor.

Although it is necessary to expand these studies to other situations of scale, pressures and solids concentrations, from these results it is already possible to infer that the focus on maintaining constant and low pressures is configured as a design guideline to be considered a way to optimize treatment processes, associated with a lower energy consumption.

The importance of this type of research is undeniable since data availability would help to develop and increase the application of AnMBR systems and its well-known advantages.

#### REFERENCES

AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION (AWWA). Water Treatment Membrane Processes. Nova Iorque: McGraw-Hill, 1996.

AN Y. Y., YANG F., BUCCIALI B. & WONG F. 2009 Municipal wastewater treatment using a UASB coupled with cross-flow membrane filtration. *Journal of Environmental Engineering*, **135**(2), 86-91.

ASLAM M., SHARFI A., LESAGE G., HERAN M. & KIM, J. 2017 Membrane bioreactors for wastewater treatment: A review of mechanical cleaning by scouring agents to control membrane fouling, *Chemical Engineering Journal*, **307**, 897-913.

CHANG I., LE CLECH P., JEFFERSON B. & JUDD S. 2002 Membrane Fouling in Membrane Bioreactors for Wastewater Treatment. *Journal of Environmental Engineering*, **128**(11), 1018-1029.

CHEN C., GUO W., NGO H. H., LEE D., TUNG K., JIN P., WANG J. & WU Y. 2016 Challenges in biogas production from anaerobic membrane bioreactors, *Renewable Energy*, **98**, 120-134.

CHERYAN M. 1998 Ultrafiltration and microfiltration: handbook. Lancaster Technomic Publishing Company, Inc. USA.

- CHOO K. H. & LEE C.H. 1998 Hydrodynamic behavior of anaerobic biosolids during crossflow filtration in the membrane anaerobic bioreactor. *Water Research*, **32**(11), 3387-3397.
- CHOO K. H. & LEE C.H. 1996 Membrane fouling mechanisms in the membrane-coupled anaerobic bioreactor. *Water Research*, **30**(8), 1771-1780.
- FIELD, R. 2010 Fundamentals of Fouling. In: *Membranes for Water Treatment*, K. Peinemann, S. P. NUNES, 4, Wiley, England.
- GOUVEIA J., PLAZA F., GARRALON G., FDZ-POLANCO F. & PEÑA, M. 2015 Long-term operation of a pilot scale anaerobic membrane bioreactor (AnMBR) for the treatment of municipal wastewater under psychrophilic conditions. *Bioresource Technology*, **185**, 225-233.
- HO, J. & SUNG, S. 2010 Methanogenic activities in anaerobic membrane bioreactors (AnMBR) treating synthetic municipal wastewater. *Bioresource Technology*, **101**(7), 2191-2196.
- HUANG Z., ONG S. L. & NG H. Y. 2011 Submerged anaerobic membrane bioreactor for low-strength wastewater treatment: Effect of HRT and SRT on treatment performance and membrane fouling. *Water Research*, **45**(2), 705-713.
- JEISON D., KREMER B., VAN LIER J. B. 2008 Application of membrane enhanced biomass retention to the anaerobic treatment of acidified wastewaters under extreme saline conditions. *Separation and Purification Technology*, **64**(2), 198-205.
- KANG G. & CAO Y. 2014 Application and modification of poly(vinylidene fluoride) (PVDF) membranes A review. *Journal of Membrane Science*, **463**, 145-165.
- MAO C., FENG Y., WANG X. & REN G. 2015 Review on research achievements of biogas flor anaerobic digestion. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, **45**, 540-555.
- MENG F., ZHANG S., OH Y., ZHOU Z., SHIN H. & CHAE S. 2017 Fouling in membrane bioreactors: an updated review. *Water Research*, **114**, 115-180.
- OZGUN H., DERELI R. K., ERSAHIN M. E., KINACI C, SPANJERS H. & VAN LIER J. B. 2013 A review of anaerobic membrane bioreactors for municipal wastewater treatment: Integration options, limitations and expectations. *Separation and Purification Technology*, **118**, 89-104.
- PELÁEZ M. L. S., SAGASTUME J. M. M. & NOYOLA A. 2011 Influence of hydraulic retention time on fouling in a UASB coupled with an external ultrafiltration membrane treating synthetic municipal wastewater. *Desalination*, **277**(1), 164-170.
- ROBLES A., RUAN M. V., RIBES J., SECO A., FERRER J. 2013 A filtration model applied to submerged anaerobic MBRs (SAnMBRs). *Journal of Membrane Science*, **444**, 139-147.
- SKOUTERIS G., HERMOSILLA D., LÓPEZ P., NEGRO C. & BLANCO Á. 2012 Anaerobic membrane bioreactors for wastewater treatment: A review. *Chemical Engineering Journal*, **198-199**, 138-148.
- SOMBATSOMPOP K., VISVANATHAN C. & AIM R. B. 2006 Evaluation of biofouling phenomenon in suspended and attached growth membrane bioreactor systems. *Desalination*, **201**(1), 138-149.

### 5.2 RESULTADOS COMPLEMENTARES

# 5.2.1 RESISTÊNCIA INTRÍNSECA DA MEMBRANA

A determinação dos valores de resistência intrínseca é feita através da reta gerada pelo ensaio descrito no item 4.5.3. O fluxo relaciona-se com a pressão através da equação da reta do gráfico fluxo de permeado (J<sub>P</sub>) x pressão transmembrana (P), evidenciada na Figura 22. A partir da equação da reta, determinaram-se os valores de R<sub>M</sub>.

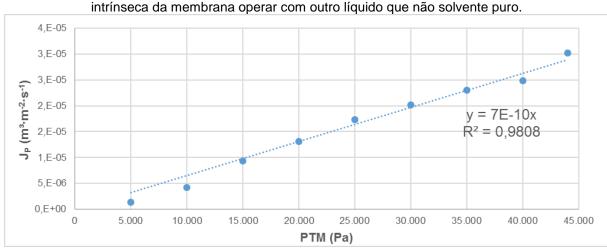


Figura 22 – Fluxo de permeado (J<sub>P</sub>) *versus* pressão transmembrana (PTM) para a resistência intrínseca da membrana operar com outro líquido que não solvente puro.

Uma vez que o ensaio foi conduzido em temperatura constante e normalizado à  $20^{\circ}\text{C}$ , tem-se que a  $R_{\text{M}}$  é

$$R_M = \frac{1}{1,001 \cdot 10^{-3} \cdot 7 \cdot 10^{-10}}$$
$$R_M = 1,43 \cdot 10^{12} m^{-1}$$

De forma idêntica, a R<sub>M</sub> foi determinada antes de cada ensaio de filtração. Os dados obtidos são apresentados na Tabela 5.1. A evolução da R<sub>M</sub> ao longo dos ensaios não demonstrou padrão que permitisse interpretação conclusiva quanto ao desenvolvimento de fouling irreversível. Atribui-se a variação observada ao procedimento de lavagem mecânica e química da membrana após cada ensaio, já

que não se observou relação com a concentração de sólidos ou pressão transmembrana do ensaio associado à R<sub>M</sub> medida.

Tabela 5.1 – Resistência intrínseca da membrana (R<sub>M</sub>) (m<sup>-1</sup>) medida após cada ensaio com

concentração e pressão relacionados. PTM (mbar) ST (mg·L-1) 140 260 380 Valor original 1,43E+12 1,49E+12 1,25E+12 1,43E+12 806,67 5.000,00 1,43E+12 1,16E+12 1,67E+12 10.000,00 1,59E+12 1,36E+12 1,19E+12 20.000,00 1,48E+12 1,24E+12 1,24E+12 40.000,00 1,06E+12 1,25E+12 1,14E+12

## 5.2.2 FLUXO DE PERMEADO E RESISTÊNCIA TOTAL

Complementarmente aos resultados apresentados de forma gráfica, as tabelas apresentadas a seguir tratam do comportamento da queda de fluxo em relação ao aumento da resistência total para concentrações iguais em formato numérico. Cada tabela trata-se de um extrato dos valores de  $J_{20}$  e  $R_T$  em valores numéricos e em percentuais que representam o declínio para o caso de  $J_{20}$  e o incremento na  $R_T$  em função do tempo de ensaio.

Para todos os ensaios realizados, pode-se dizer que, de forma geral, o período que compreende os primeiros 40 minutos de operação é o que apresenta maior variação de JP entre as concentrações e pressões avaliadas, sendo que, a partir deste, observa-se regularização do fluxo bastante similar para todas as condições ensaiadas. Neste estado, todas as combinações de concentração e pressão tem valores de fluxo de permeado, semelhantes, entre 1,5 e 2,0 · 10-6 avaliado em m³·m²-2·s-1, evidenciando fraca relação entre a concentração de sólidos suspensos totais com o fluxo de permeado.

Tabela 5.2 – Extrato de valores absolutos e respectivos percentuais relativos para fluxo de permeado (J₂₀) e resistência (R⊤) da filtração à concentração 806,67 mg·L⁻¹

Tempo		14	0 mbar		260 mbar				380 mbar			
de ensaio	Fluxo de permeado J20	J20	Resistência total Rt	Resistência total Rt	Fluxo de permeado J20	J20	Resistência total Rt	Resistência total Rt	Fluxo de permeado J20	J20	Resistência total Rt	Resistência total Rt
min	L·m- <sup>2</sup> ·s	%	m <sup>-1</sup>	%	L·m- <sup>2</sup> ·s	%	m <sup>-1</sup>	%	L·m- <sup>2</sup> ·s	%	m <sup>-1</sup>	%
0	33,75	-	1,5E+12	-	74,88	-	1,2E+12	-	95,76	-	1,4E+12	-
20	9,16	-73%	5,4E+12	264%	9,79	-87%	9,6E+12	665%	11,12	-88%	1,0E+13	623%
40	7,43	-19%	6,7E+12	24%	7,63	-22%	1,2E+13	28%	9,67	-13%	1,2E+13	19%
60	6,58	-11%	7,6E+12	13%	6,60	-14%	1,4E+13	16%	7,50	-22%	1,7E+13	38%
80	6,03	-8%	8,3E+12	9%	5,95	-10%	1,6E+13	11%	6,77	-10%	1,9E+13	14%
100	5,64	-6%	8,9E+12	7%	5,50	-8%	1,7E+13	8%	6,25	-8%	2,1E+13	11%
120	5,34	-5%	9,4E+12	6%	5,15	-6%	1,8E+13	7%	5,85	-6%	2,3E+13	9%
140	5,10	-5%	9,9E+12	5%	4,87	-5%	1,9E+13	6%	5,60	-4%	2,5E+13	6%
160	4,90	-4%	1,0E+13	4%	4,65	-5%	2,0E+13	5%	5,60	0%	2,5E+13	0%
180	4,73	-3%	1,1E+13	4%	4,45	-4%	2,1E+13	4%	5,06	-10%	2,8E+13	13%
200	4,67	-1%	1,1E+13	1%	4,29	-4%	2,2E+13	4%	4,88	-4%	2,9E+13	5%
220	4,67	0%	1,1E+13	0%	4,15	-3%	2,3E+13	3%	4,71	-3%	3,0E+13	4%
240	4,67	0%	1,08E+13	0%	4,02	-3%	2,33E+13	3%	4,57	-3%	3,17E+13	4%

Tabela 5.3 - Extrato de valores absolutos e respectivos percentuais relativos para fluxo de permeado (J₂₀) e resistência (R⊤) da filtração à concentração 5.000,00 mg·L⁻¹

Tomas	140 mbar					260 mbar				380 mbar			
Tempo de ensaio	Fluxo de permeado J20	J20	Resistência total Rt	Resistência total Rt	Fluxo de permeado J20	J20	Resistência total Rt	Resistência total Rt	Fluxo de permeado J20	J20	Resistência total Rt	Resistência total Rt	
min	L·m- <sup>2</sup> ·s	%	m <sup>-1</sup>	%	L·m-²⋅s	%	m <sup>-1</sup>	%	L·m-²⋅s	%	m <sup>-1</sup>	%	
0	35,28	-	1,4E+12	-	43,24	-	1,2E+12	-	30,24	-	1,7E+12	-	
20	8,37	-76%	6,0E+12	322%	10,88	-75%	8,4E+12	621%	13,12	-57%	9,8E+12	491%	
40	7,16	-14%	7,0E+12	17%	8,62	-21%	1,1E+13	28%	9,72	-26%	1,4E+13	38%	
60	6,54	-9%	7,7E+12	9%	7,53	-13%	1,2E+13	15%	8,17	-16%	1,6E+13	21%	
80	6,13	-6%	8,2E+12	7%	6,84	-9%	1,4E+13	11%	7,23	-12%	1,9E+13	14%	
100	5,84	-5%	8,6E+12	5%	6,35	-7%	1,5E+13	8%	6,57	-9%	2,1E+13	11%	
120	5,61	-4%	9,0E+12	4%	5,98	-6%	1,6E+13	7%	6,08	-7%	2,3E+13	9%	
140	5,42	-3%	9,3E+12	3%	5,68	-5%	1,7E+13	5%	5,69	-6%	2,4E+13	7%	
160	5,26	-3%	9,6E+12	3%	5,44	-4%	1,7E+13	5%	5,38	-6%	2,6E+13	6%	
180	5,12	-3%	9,8E+12	3%	5,23	-4%	1,8E+13	4%	5,11	-5%	2,7E+13	6%	
200	5,01	-2%	1,0E+13	2%	5,05	-3%	1,9E+13	4%	4,89	-4%	2,8E+13	5%	
220	4,90	-2%	1,0E+13	2%	4,89	-3%	1,9E+13	3%	4,70	-4%	3,0E+13	4%	
240	4,88	0%	1,03E+13	0%	4,75	-3%	1,99E+13	3%	4,53	-4%	3,09E+13	4%	

Tabela 5.4 - Extrato de valores absolutos e respectivos percentuais relativos para fluxo de permeado (J₂₀) e resistência (R⊤) da filtração à concentração 10.000,00 mg⋅L⁻¹

Tempo		1	40 mbar			2	60 mbar		380 mbar			
de ensaio	Fluxo de permeado J20	J20	Resistência total Rt	Resistência total Rt	Fluxo de permeado J20	J20	Resistência total Rt	Resistência total Rt	Fluxo de permeado J20	J20	Resistência total Rt	Resistência total Rt
min	L·m-²·s	%	m <sup>-1</sup>	%	L·m-²·s	%	m <sup>-1</sup>	%	L·m-²·s	%	m <sup>-1</sup>	%
0	31,67	-	1,6E+12	-	36,95	-	1,4E+12	-	42,23	-	1,2E+12	-
20	8,44	-73%	5,9E+12	274%	9,34	-75%	9,8E+12	619%	11,05	-74%	1,2E+13	893%
40	7,50	-11%	6,7E+12	13%	7,50	-20%	1,2E+13	26%	9,47	-14%	1,4E+13	20%
60	7,00	-7%	7,2E+12	7%	6,61	-12%	1,4E+13	14%	8,66	-9%	1,6E+13	11%
80	6,67	-5%	7,6E+12	5%	6,04	-9%	1,6E+13	10%	8,13	-6%	1,7E+13	8%
100	6,42	-4%	7,8E+12	4%	5,63	-7%	1,7E+13	8%	7,74	-5%	1,8E+13	6%
120	6,23	-3%	8,1E+12	3%	5,32	-6%	1,8E+13	6%	7,43	-4%	1,9E+13	5%
140	6,07	-3%	8,3E+12	3%	5,07	-5%	1,9E+13	5%	7,19	-3%	1,9E+13	4%
160	5,94	-2%	8,5E+12	2%	4,86	-4%	1,9E+13	4%	6,98	-3%	2,0E+13	3%
180	5,82	-2%	8,7E+12	2%	4,69	-4%	2,0E+13	4%	6,80	-3%	2,1E+13	3%
200	5,72	-2%	8,8E+12	2%	4,54	-3%	2,1E+13	3%	6,76	-1%	2,1E+13	1%
220	5,63	-2%	9,0E+12	2%	4,54	0%	2,1E+13	0%	6,76	0%	2,1E+13	0%
240	5,58	-1%	9,0E+12	1%	4,54	0%	2,1E+13	0%	6,76	0%	2,1E+13	0%

Tabela 5.5 - Extrato de valores absolutos e respectivos percentuais relativos para fluxo de permeado (J₂₀) e resistência (R⊤) da filtração à concentração 20.000,00 mg⋅L⁻¹

Tempo	po 140 mbar					2	60 mbar		380 mbar			
de ensaio	Fluxo de permeado J20	J20	Resistência total Rt	Resistência total Rt	Fluxo de permeado J20	J20	Resistência total Rt	Resistência total Rt	Fluxo de permeado J20	J20	Resistência total Rt	Resistência total Rt
min	L·m-²·s	%	m <sup>-1</sup>	%	L·m-²·s	%	m <sup>-1</sup>	%	L·m-²·s	%	m <sup>-1</sup>	%
0	34,05	-	1,5E+12	-	40,74	-	1,2E+12	-	40,53	-	1,2E+12	-
20	7,40	-78%	6,8E+12	360%	10,86	-73%	8,3E+12	571%	5,57	-86%	2,3E+13	1758%
40	5,91	-20%	8,5E+12	25%	8,52	-22%	1,1E+13	30%	4,42	-21%	3,0E+13	29%
60	5,19	-12%	9,7E+12	14%	7,40	-13%	1,2E+13	16%	3,87	-13%	3,5E+13	16%
80	4,74	-9%	1,1E+13	10%	6,70	-9%	1,4E+13	11%	3,52	-9%	3,8E+13	11%
100	4,41	-7%	1,1E+13	7%	6,20	-7%	1,5E+13	9%	3,27	-7%	4,2E+13	8%
120	4,16	-6%	1,2E+13	6%	5,82	-6%	1,6E+13	7%	3,08	-6%	4,4E+13	7%
140	3,96	-5%	1,3E+13	5%	5,52	-5%	1,7E+13	6%	2,93	-5%	4,7E+13	6%
160	3,80	-4%	1,3E+13	4%	5,27	-5%	1,8E+13	5%	2,80	-4%	4,9E+13	5%
180	3,66	-4%	1,4E+13	4%	5,06	-4%	1,9E+13	4%	2,70	-4%	5,1E+13	4%
200	3,54	-3%	1,4E+13	3%	4,88	-4%	1,9E+13	4%	2,61	-3%	5,3E+13	4%
220	3,53	0%	1,4E+13	0%	4,73	-3%	2,0E+13	4%	2,53	-3%	5,5E+13	4%
240	3,53	0%	1,4E+13	0%	4,59	-3%	2,1E+13	3%	2,52	0%	5,6E+13	0%

Tabela 5.6 - Extrato de valores absolutos e respectivos percentuais relativos para fluxo de permeado (J₂₀) e resistência (R⊤) da filtração à concentração 40.000,00 mg·L⁻¹

	40.000,00 mg·L ·											
Tempo		14	0 mbar			26	0 mbar		380 mbar			
de ensaio	Fluxo de permeado J20	J20	Resistência total Rt	Resistência total Rt	Fluxo de permeado J20	J20	Resistência total Rt	Resistência total Rt	Fluxo de permeado J20	J20	Resistência total Rt	Resistência total Rt
min	L·m- <sup>2</sup> ·s	%	m <sup>-1</sup>	%	L·m-²·s	%	m <sup>-1</sup>	%	L·m-²·s	%	m <sup>-1</sup>	%
0	47,50	-	1,1E+12	-	40,32	-	1,2E+12	-	44,30	-	1,1E+12	-
20	6,59	-86%	7,6E+12	618%	7,13	-82%	1,3E+13	924%	5,14	-88%	2,6E+13	2187%
40	5,22	-21%	9,6E+12	27%	5,62	-21%	1,6E+13	28%	3,88	-24%	3,5E+13	34%
60	4,55	-13%	1,1E+13	15%	4,89	-13%	1,9E+13	16%	3,30	-15%	4,1E+13	18%
80	4,13	-9%	1,2E+13	10%	4,44	-9%	2,1E+13	11%	2,94	-11%	4,6E+13	13%
100	3,84	-7%	1,3E+13	8%	4,11	-7%	2,3E+13	8%	2,69	-9%	5,1E+13	10%
120	3,61	-6%	1,4E+13	6%	3,87	-6%	2,4E+13	7%	2,51	-7%	5,5E+13	8%
140	3,43	-5%	1,5E+13	5%	3,67	-5%	2,6E+13	6%	2,36	-6%	5,8E+13	7%
160	3,28	-4%	1,5E+13	5%	3,51	-4%	2,7E+13	5%	2,23	-5%	6,2E+13	6%
180	3,16	-4%	1,6E+13	4%	3,37	-4%	2,8E+13	4%	2,13	-5%	6,5E+13	5%
200	3,05	-3%	1,7E+13	4%	3,25	-4%	2,9E+13	4%	2,05	-4%	6,8E+13	4%
220	2,95	-3%	1,7E+13	3%	3,17	-3%	3,0E+13	3%	1,97	-4%	7,0E+13	4%
240	2,87	-3%	1,8E+13	3%	3,17	0%	3,0E+13	0%	1,95	-1%	7,1E+13	1%

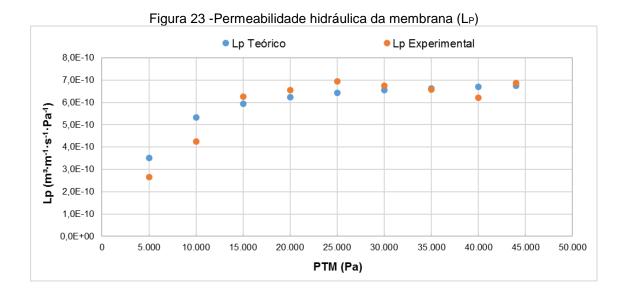
### 5.2.3 PERMEABILIDADE HIDRÁULICA

Os dados obtidos no ensaio de permeabilidade constam na Tabela 5.7. Os dados teóricos de J<sub>P</sub> referem-se àqueles obtidos a partir da equação da reta formada pelos valores de fluxo de permeado *versus* pressão transmembrana. Neste caso, a equação obtida foi y=0,0121x-0,3079 com um R² igual a 0,99, sendo y o fluxo de permeado e x a pressão transmembrana. Já os valores teóricos de L<sub>P</sub> referem-se à aplicação da área de permeação e dos dados teóricos de J<sub>P</sub> na Equação (3.4).

Tabela 5.7 – Dados teóricos e experimentais do ensaio de permeabilidade hidráulica.

Pressão	<b>A</b> -1	J <sub>P</sub> Teórico	J <sub>P</sub> Experimental	L <sub>P</sub> Teórico	L <sub>P</sub> Experimental
kPa	m⁻²	m³·m-¹·s-¹·Pa-¹	m³·m-¹·s-¹·Pa-¹	m³·m-¹·s-¹·Pa-¹	m³·m-¹·s-¹·Pa-¹
44	21,28	3,0E-05	3,0E-05	6,74E-10	6,88E-10
40	21,28	2,7E-05	2,5E-05	6,70E-10	6,21E-10
35	21,28	2,3E-05	2,3E-05	6,63E-10	6,59E-10
30	21,28	2,0E-05	2,0E-05	6,54E-10	6,74E-10
25	21,28	1,6E-05	1,7E-05	6,42E-10	6,95E-10
20	21,28	1,2E-05	1,3E-05	6,24E-10	6,56E-10
15	21,28	8,9E-06	9,4E-06	5,94E-10	6,26E-10
10	21,28	5,3E-06	4,3E-06	5,33E-10	4,26E-10
5	21,28	1,8E-06	1,3E-06	3,51E-10	2,66E-10

Na Figura 23 é ilustrada a curva de permeabilidade hidráulica em função da pressão.



## 5.2.4 CONCENTRAÇÕES DE SÓLIDOS TOTAIS E MASSA ESPECÍFICA

O cálculo para a preparação das misturas levou em conta a concentração do efluente anaeróbio e do lodo anaeróbio. A fim de verificar a compatibilidade da concentração real com a concentração alvo, foram realizadas análises de sólidos suspensos totais e sólidos totais.

Nos resultados analíticos, identificaram-se variações em torno da média bastante significativas, justificadas pela heterogeneidade da mistura de filtração. Por esse motivo, os resultados referentes a sólidos totais foram considerados mais representativos do que aqueles de sólidos suspensos totais, e são apresentados na Tabela 5.8. O procedimento analítico não demonstrou repetibilidade para as amostras das misturas, evidenciando uma particularidade do próprio material analisado. Dessa forma, assumiu-se que a concentração alvo foi atingida de forma satisfatória.

Tabela 5.8 – Resultados analíticos referentes a sólidos totais

Amostra	ST (média) (mg·L <sup>-1</sup> )
Lodo anaeróbio	86.225,00
Efluente anaeróbio	806,67
Concentração alvo: 5.000,00 mg·L <sup>-1</sup>	5.236,00
Concentração alvo: 10.000,00 mg·L <sup>-1</sup>	9.675,00
Concentração alvo: 20.000,00 mg·L <sup>-1</sup>	16.748,00
Concentração alvo: 40.000,00 mg·L <sup>-1</sup>	79.792,67

Quanto a massa específica, a Tabela 5.9 apresenta os resultados analíticos médios para análises realizadas em triplicata.

Tabela 5.9 – Resultados analíticos referentes a massa específica

Amostra	ST (média) (kg·m³¹)
Lodo anaeróbio	1,3201
Concentração alvo: 5.000,00 mg·L <sup>-1</sup>	1,3827
Concentração alvo: 10.000,00 mg·L <sup>-1</sup>	1,2151
Concentração alvo: 20.000,00 mg·L <sup>-1</sup>	1,2100
Concentração alvo: 40.000,00 mg·L <sup>-1</sup>	1,1994

## 5.2.5 ANÁLISE GRANULOMÉTRICA

As características físicas referentes à granulometria de cada concentração testada são apresentadas na Tabela 5.10 e consistem na média de análises em triplicata para cada concentração. Os resultados evidenciam um incremento nos diâmetros com o aumento da concentração de sólidos totais, constituindo uma diferença significativa quanto a constituição granulométrica de cada solução com impacto potencial no comportamento hidrodinâmico durante a filtração.

Tabela 5.10 – Parâmetros determinados a partir da curva granulométrica.

Dovê-motivo	Uni-	Concentração (mg SST·L <sup>-1</sup> )							
Parâmetro	dade	806,67	5.000,00	1.000,00	20.000,00	40.000,00			
Diâmetro médio	μm	20,66	176,09	203,72	247,07	842,39			
Desvio padrão	μm	31,79	251,97	270,11	327,26	716,12			
Diâm. efetivo - d <sub>10</sub>	μm	1,58	7,76	8,90	10,80	22,05			
d <sub>30</sub>	μm	3,67	26,92	26,30	31,22	215,73			
Diâm. Mediano - d <sub>50</sub>	μm	7,24	73,53	65,52	84,95	781,20			
<b>d</b> <sub>60</sub>	μm	15,72	135,51	114,85	152,99	1042,14			

Na Figura 24, é apresentada em forma gráfica as características físicas principais no que se refere aos diâmetros para cada concentração analisada.

A Figura 25 por sua vez, refere-se aos resultados determinados para o coeficiente de uniformidade (C<sub>U</sub>) e o coeficiente de curvatura (C<sub>C</sub>) e respectiva interpretação. Os valores obtidos não fornecem um resultado conclusivo, no entanto, tem utilidade como referência para análises futuras. Em uma primeira avaliação, os valores para C<sub>U</sub> indicam que a concentração de 40.000,00 mg·L<sup>-1</sup>, em comparação às demais, tem mais probabilidade de apresentar restrições ao fluxo devido a distribuição mais uniforme das partículas. Esse tipo de distribuição, respaldado pelo respectivo C<sub>C</sub>, indica uma curva granulométrica contínua com a presença de partículas de todos os tamanhos, como é ilustrado na Figura 26. Levando-se em conta somente a granulometria, materiais com essa característica apresentam maior possibilidade de compactação, indicando que esta concentração resultará maior resistência ao fluxo.

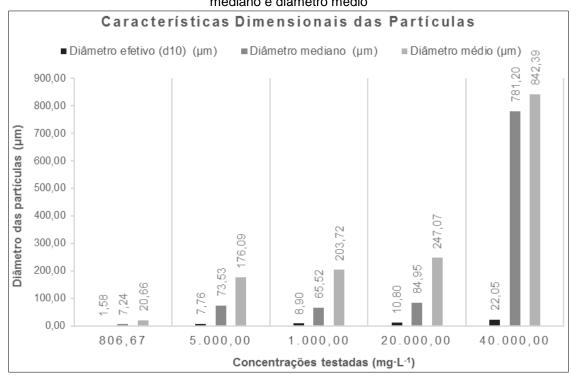


Figura 24 – Caracterização física das soluções quando à granulometria: diâmetro efetivo, diâmetro mediano e diâmetro médio

No caso das concentrações inferiores a 40.000,00 mg·L-¹, apesar de os coeficientes C<sub>U</sub> e C<sub>C</sub> indicarem boas condições de fluxo devido a graduação mais uniforme, deve-se levar em conta os dados constantes na Tabela 5.10. Para a concentração mais baixa, equivalente a 806,67,00 mg·L-¹ existe uma grande concentração de partículas de pequeno diâmetro, com d₅0 igual a 7,24 μm. Situação semelhante ocorre nas concentrações de 5.000,00 mg·L-¹ e 10.000,00 mg·L-¹, que apresentam uma distribuição bastante semelhante. Este aspecto deverá intervir no comportamento relacionado aos mecanismos de bloqueio.

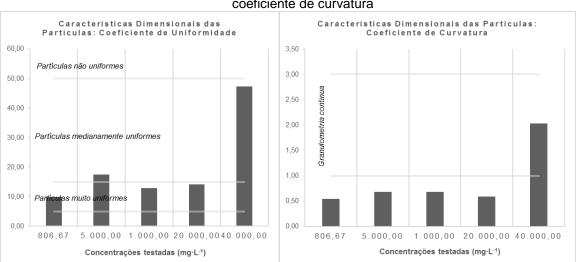


Figura 25 - Caracterização física das soluções quando à granulometria: coeficiente de uniformidade e coeficiente de curvatura

Figura 26 – Representação da interpretação da curva granulométrica para solos



Fonte: Caputo (1988)

## 6 CONCLUSÕES

Um dos fenômenos comuns nos processos com membranas é o declínio do fluxo de permeado com o tempo, devido ao aumento das parcelas que compõem a resistência total da membrana. Para efluentes e processos de tratamento anaeróbios, no entanto, esta relação ainda é pouco conhecida.

Avaliando os resultados em termos de fluxo de permeado para cada concentração de SST nas pressões ensaiadas, foi possível observar que a curva do fluxo resultou bastante semelhante, em termos de valores iniciais, intermediários e finais. Para uma mesma concentração, os valores de fluxo de permeado a partir de 100 minutos de ensaio são bastante semelhantes em todas as PTM testadas, como é evidente nos extratos numéricos constantes no item 5.2.2. Ao comparar os valores da resistência total para o mesmo período de ensaio, para uma mesma concentração observa-se um incremento significativo no valor de RT com o aumento da PTM. Esse aumento, como comentado, não reflete um aumento proporcional de fluxo de permeado.

Isso significa que, para o caso do efluente anaeróbio testado, o fluxo de permeado não é controlado pela pressão estabelecida no sistema de filtração ou mesmo pela concentração de sólidos suspensos na solução de filtração, e sim pelas resistências associadas à membrana.

Para esta condição de efluente, do ponto de vista econômico e energético, os resultados obtidos permitem concluir que a pressão de sucção de 140 mbar é capaz de atingir volumes de permeado muito próximos ao da maior pressão testada com menor demanda energética por equipamentos de bombeamento, sendo, portanto, a mais adequada para quaisquer uma das concentrações testadas.

Mais importante do que particularidades relacionadas à operação das membranas, este estudo serve de apoio a projetos de associação de biorreatores anaeróbios a membranas submersas. A alteração de parâmetros operacionais visando otimizar a degradação da matéria orgânica em reatores no sentido de incrementar a produção de biogás ou, ainda, aumentar do volume tratado em um reator estabelecido decorrem, com frequência, no aumento do arraste de sólidos à saída do reator. As altas concentrações de sólidos testadas, por sua vez, evidenciam que a tecnologia de membranas é capaz de manter condições operacionais favoráveis, mesmo com carga de sólidos relativamente altas, como as que foram

testadas. Logo, as membranas não limitam mudanças operacionais que venham a acarretar eventuais aumentos no arraste de sólidos.

Ainda que se faça necessário a ampliação destas pesquisas para outras situações de escala, de pressões e de concentrações de sólidos; a partir destes resultados já é possível inferir que há a necessidade de reverem-se parâmetros de projeto relacionados ao dimensionamento de plantas de tratamento que contemplem este tipo de tecnologia e processos em escala real. O foco em manter pressões constantes e baixas configura-se como diretriz de projeto e operação a ser considerada, como forma de otimizar o processo de tratamento, associado a um menor consumo de energia.

## 7 RECOMENDAÇÕES

Os resultados registrados indicam que o padrão granulométrico das amostras utilizadas se associa a um padrão de comportamento de fluxo cuja correlação deverá ser verificada de forma mais aprofundada. Neste contexto, sugere-se avaliação mais criteriosa dos efeitos de maceração do lodo durante os ensaios.

Baseado nos resultados apresentados, reitera-se a importância de avaliar os mecanismos de bloqueio associados ao processo de filtração do efluente, no sentido de compreender a relação entre as características dos sólidos em suspensão, além da concentração, e sua relação com a resistência total.

## 8 REFERÊNCIAS

AN, Y. Y., YANG, F., BUCCIALI, B., WONG, F.. Municipal wastewater treatment using a UASB coupled with cross-flow membrane filtration. **Journal of Environmental Engineering**, v. 135, p. 86-91, 2009.

AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION (APHA); AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION; WATER ENVIRONMENT FEDERATION. **Standard methods for the examination of water and wastewater**. 22. ed. Washington, Estados Unidos: APHA, 2012.

ASLAM, Muhammad, SHARFI, Amine, LESAGE, Geoffroy, HERAN, Marc, KIM, Jeonghwan, Membrane bioreactors for wastewater treatment: A review of mechanical cleaning by scouring agents to control membrane fouling, **Chemical Engineering Journal**, v. 307, p. 897-913, 2017.

AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION (AWWA). Water Treatment Membrane Processes. Nova lorgue: McGraw-Hill, 1996.

BAKER, Richard W.. **Membrane Technology and Applications.** West Sussex: John Wiley & Sons Ltd., 2004. 2 ed.

BILAD, Muhammad Roil. Membrane Bioreactor for domestic wastewater treatment: principles, challenges and future research directions. **Indonesian Journal of Science & Technology**, v. 2, p.97-123, 2017.

BOWEN, W. R.; CALVO, J. I.; HERNÁNDEZ, A. Steps of membrane blocking in flux decline during protein microfiltration. **Journal of Membrane Science**, v. 101, n. 1-2, p. 153–165, maio 1995.

CAPUTO, Homero Pinto. **Mecânica dos Solos e suas Aplicações.** 6. ed. Rio de Janeiro: Livros Técnicos e Científicos Editora, 1988.

CHANG, I., LE CLECH, P., JEFFERSON, B., JUDD, S.. Membrane Fouling in Membrane Bioreactors for Wastewater Treatment. **Journal of Environmental Engineering**, v. 128(11), p. 1018-1029, 2002.

CHEN, Cheng, GUO, Wenshan, NGO, Huu Hao, LEE, Duu-Jong, TUNG Kuo-Lun, JIN Pengkang, WANG Jie, WU Yun. Challenges in biogas production from anaerobic membrane bioreactors, **Renewable Energy**, v. 98, p. 120-134, 2016.

CHERNICHARO, Carlos Augusto de Lemos. **Anaerobic Reactors**. Londres, UK: IWA Publishing, 2007 (Coleção Biological Wastewater Treatment Series, Volume 4)

CHERYAN, M. **Ultrafiltration and microfiltration: handbook.** Lancaster Technomic Publishing Company, Inc. USA. 1998.

CHOO, K.H., LEE, C.H.. Membrane fouling mechanisms in the membrane-coupled anaerobic bioreactor. **Water Research**, v. 30, p. 1771-1780, 1996.

- CHOO, K.H., LEE, C.H.. Hydrodynamic behavior of anaerobic biosolids during crossflow filtration in the membrane anaerobic bioreactor. **Water Research,** v. 32, p. 3387-3397, 1998.
- DIEZ, V., EZQUERRA, D., CABEZAS, J.L., GARCÍA, A., RAMOS, C.. A modified method for evaluation of critical flux, fouling rate and in situ determination of resistance and compressibility in MBR under different fouling conditions. **Journal of Membrane Science**, v. 453, p. 1-11, 2014.
- FIELD, R. W., WU, D., HOWELL, J.A., GUPTA, B. B.. Critical flux concept for microfiltration fouling. **Journal of Membrane Science**, v. 100, n. 3, p. 259–272, 1995
- FIELD, Robert. Fundamentals of Fouling. In: PEINEMANN, Klaus-Viktor, NUNES, Suzana Pereira. **Membranes for Water Treatment.** v. 4. Inglaterra: Wiley, 2010.
- GAO, D. W., ZHANG, T., YANG, C. Y. Y., WU, W. M., WONG, C. Y., LEE, Y. H., YEH, H., Y., CRIDDLE, C. S.. Membrane fouling in an anaerobic membrane bioreactor: Differences in relative abundance of bacterial species in the membrane foulant layer and in suspension. **Journal of Membrane Science**, v. 364, p. 331-338, 2010.
- GIMENEZ, J. R. Efeitos da concentração de biomassa e pressão transmembrana na filtração com membranas de fibras ocas em biorreatores. Tese (Doutorado em Recursos Hídricos e Saneamento). Porto Alegre: Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS), 2013.
- GOUVEIA, J., PLAZA, F., GARRALON, G., FDZ-POLANCO, F., PEÑA, M.. Long-term operation of a pilot scale anaerobic membrane bioreactor (AnMBR) for the treatment of municipal wastewater under psychrophilic conditions. **Bioresource Technology**, v. 185, p. 225-233, 2015.
- HABERT, A. C.; BORGES, C. P.; NOBREGA, R. **Processos de Separação por Membranas.** Rio de Janeiro: E-papers, 2006.
- HERMIA, J. Constant pressure blocking filtration laws. Chemical **Engineering Research and Design**, v. 60a, p. 183–187, 1982.
- HO, W. S. W.; SIRKAR, K. K. **Membrane Handbook**. New York: Van Nostrand Reinhold, 1992.
- HO, J., SUNG, S.. Methanogenic activities in anaerobic membrane bioreactors (AnMBR) treating synthetic municipal wastewater. **Bioresource Technology**, v. 101, p. 2191-2196, 2010.
- HUANG, Z., ONG, S. L., NG, H. Y.. Submerged anaerobic membrane bioreactor for low-strength wastewater treatment: Effect of HRT and SRT on treatment performance and membrane fouling. **Water Research**, v. 45, p. 705-713, 2011.
- INTERNATIONAL UNION OF PURE AND APPLIED CHEMISTRY (IUPAC). Terminology for membrane and membrane processes (IUPAC Recommendation 1996). **Journal of Membrane Science**, v. 120, p.149-159, 1996.

- KANG, I. J., YOON, S.H., LEE, C. H.. Comparison of the filtration characteristics of organic and inorganic membranes in a membrane-coupled anaerobic bioreactor. **Water Research**, v. 36, p. 1803-1813, 2002.
- KANG, G., CAO, Y.. Application and modification of poly(vinylidene fluoride) (PVDF) membranes A review. **Journal of Membrane Science**, v. 463, p. 145-165, 2014.
- KIM, J. H., KIM, K. H., YE, H. Y., LEE, E. Y., SHIN, J. H., MCCARTHY, P. L., BAE, J. H.. Anaerobic fluidized bed membrane bioreactor for wastewater treatment. **Environmental Science & Technoloy,** v. 45, p. 576-581, 2011.
- KRZEMINSKI, P., LEVERETTE, L., MALAMIS, S., KATSOU, E.. Membrane bioractors A review on recent developments in energy reduction, fouling control, novel configurations, LCA and market prospects. **Journal of Membrane Science**, v. 527, p. 207-227, 2017.
- JEISON, D., KREMER, B., LIER, J. B. van. Application of membrane enhanced biomass retention to the anaerobic treatment of acidified wastewaters under extreme saline conditions. **Separation and Purification Technology**, v. 64, p. 198-205, 2008.
- JEONG, E., KIM, H. W., NAM, J. Y., SHIN, H. S.. Enhancement of bioenergy production and effluent quality by integrating optimized acidification with submerged anaerobic membrane bioreactor. **Bioresource Technology**, v. 101, p. S7-S12, 2010.
- LABORATÓRO DE TECNOLOGIAS AMBIENTAIS DA UNIVERSIDADE DE CAXIAS DO SUL (LATAM). Unidade Experimental de Tratamento de Águas Residuárias (UETAR) MBR PETRO: Manual de Instruções. 79 p. 2011. Não publicado.
- LETTINGA, G. Anaerobic digestion and wastewater treatment systems. **Antonie van Leeuwenhoek**, v. 67, p. 3-28, 1995.
- LIER, Jules B. van, REBAC, Salih, LETTINGA, Gatze. High-rate anaerobic wastewater treatment under psychrophilic and thermophilic conditions. **Water Science and Technology**, v. 35, p. 199-206, 1997.
- LIN, H., PENG, W., ZHANG, M., CHEN, J., HONG., H., ZHANG, Y.. A review on anaerobic membrane bioreactors: Applications, membrane fouling and future perspectives. **Desalination**, v. 314, p. 169-188, 2013.
- LOVATEL, A. A.. Geração de EPS no Tratamento de Água Residuária de Refinaria de Petróleo em MBR e sua Influência em Micro e Ultrafiltração. Dissertação (Mestrado em Materiais). Caxias do Sul: Universidade de Caxias do Sul (UCS), 2011.
- MAO, C., FENG, Y., WANG, X., REN, G.. Review on research achievements of biogas flor anaerobic digestion. **Renewable and Sustainable Energy Reviews,** v. 45, p. 540-555, 2015.
- MENG, F., ZHANG, S., OH, Y., ZHOU, Z., SHIN, H., CHAE, S.. Fouling in membrane bioreactors: an updated review. **Water Research**, v. 114, p. 115-180, 2017.

- MULDER, Marcel. **Basic principles of membrane technology.** Springer-Science+Business Media, B.V., 1991
- MULDER, Marcel. **Basic principles of membrane technology.** Holanda: Kluwer Academic Publishers, 1996. 2 ed.
- OZGUN, H., DERELI, R. K., ERSAHIN, M. E., KINACI, C, SPANJERS, H., LIER, J. B. v.. A review of anaerobic membrane bioreactors for municipal wastewater treatment: Integration options, limitations and expectations. **Separation and Purification Technology**, v. 118, p. 89-104, 2013.
- OZGUN, H., GIMENEZ, J.B., ERSAHIN, M. E., TAO, Y., SPANJERS, H., LIER, J. B. van. Impact of membrane addition for effluent extraction on the performance and sludge characteristics of upflow anaerobic sludge blanket reactors treating municipal wastewater. **Journal of Membrane Science**, v. 479, p. 95-104, 2015.
- PELÁEZ, M. L. S., SAGASTUME, J. M. M., NOYOLA, A.. Influence of hydraulic retention time on fouling in a UASB coupled with an external ultrafiltration membrane treating synthetic municipal wastewater. **Desalination**, v. 277, p.164-170, 2011.
- PERTILE, Carine. Avaliação de Processos de Separação por Membranas como Alternativas no Tratamento de Lixiviado de Aterro Sanitário. Dissertação (Mestrado em Engenharia). Porto Alegre: Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS), 2013.
- PERUZZO, V. V., BEAL, L.L., SACHET, F.H., TORRES, A.P.R., SOUZA, M.P. de. Influence of differents F/M ratios and organic volumetric load on anaerobic digestion of vinasse. In: XII DAAL, 2016, Cusco. **Anais...** Cusco, 2016.
- ROBLES, A., RUANO, M.V., RIBES, J., SECO, A., FERRER, J. A filtration model applied to submerged anaerobic MBRs (SAnMBRs). **Journal of Membrane Science**, v. 444, p. 139-147, 2013.
- SAALBACH, J.; HUNZE, M. Flow Structures in MBR Tanks. Water Science & Technology, v. 57, n. 5, p. 699–705, 2008.
- SKOUTERIS, G., HERMOSILLA, D., LÓPEZ, P., NEGRO, C., BLANCO, Á.. Anaerobic membrane bioreactors for wastewater treatment: A review. **Chemical Engineering Journal**, V 198-199, p. 138-148, 2012.
- STEPHENSON, Tom, JUDD, Simon, JEFFERSON, Bruce, BRINDLE, Keith. **Membrane Bioreactors for Wastewater Treatment.** Londres: IWA Publishing, 2006.
- SOMBATSOMPOP, K. **Membrane Fouling Studies in Suspended and Attached Growth Membrane Bioreactor Systems.** Tese (Doutorado em Engenharia e Gestão Ambiental). Tailândia: Asian Institute of Technology, 2007.
- SOMBATSOMPOP, K.; VISVANATHAN, C., AIM, R. B.. Evaluation of biofouling phenomenon in suspended and attached growth membrane bioreactor systems. **Desalination**, v. 201, p.138-149, 2006.

VERONESE, Cristina Gravina. **Estudo de Tratabilidade dos Efluentes da Refinaria do Vale do Paraíba (REVAP).** Dissertação (Mestrado em Engenharia de Processos e Tecnologias). Caxias do Sul: Universidade de Caxias do Sul (UCS), 2013.

### **APÊNDICES**

#### APÊNDICE A

## UNIDADE EXPERIMENTAL: CALIBRAÇÃO DOS EQUIPAMENTOS

Este apêndice objetiva documentar procedimentos realizados na unidade experimental para subsidiar trabalhos posteriores.

A calibração objetiva parametrizar os valores representados no sistema eletrônico informatizado de monitoramento e controle através de valores obtidos em ensaios experimentais, pela elaboração das curvas de calibração. A calibração das bombas dosadoras e dos sensores de pressão e de vazão de permeado foram realizadas conforme o procedimento proposto pelo Manual de Instruções (LATAM, 2011) cuja adaptação encontra-se descrita nos itens a seguir. Para maiores informações, sugere-se consultar o referido manual.

NOTA: A inserção de valores decimais via supervisório deve ser feita utilizando o símbolo de ponto " . " ao invés de vírgula " , ".

## A.1. CALIBRAÇÃO DAS BOMBAS DOSADORAS

O desempenho das bombas peristálticas em termos de vazão é dependente da relação entre o conjunto motor, redutor e o tubo peristáltico. Em caso de substituição de algum destes componentes, a calibração é necessária.

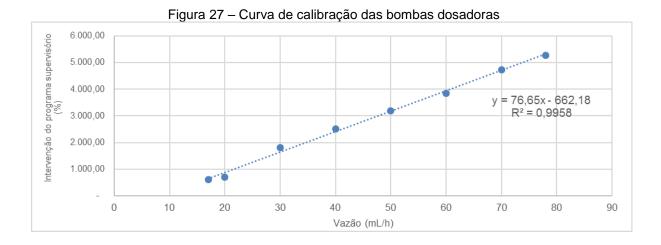
A fim de calibrar a bomba dosadora "B4" usada no experimento, executou-se o procedimento descrito a seguir.

- a. A tela de controle das bombas dosadoras pode ser acessada diretamente da tela principal do supervisório, clicando-se nos ícones que representam bombas, ou selecionando a opção do menu principal Processo > SetPoint Bombas Dosadoras.
- b. Na bomba de interesse, inicializar com os valores:

Lim. Inferior: 0; Lim.Superior: 100; a: 1; b: 0

c. O primeiro aspecto a ser determinado é qual é o menor valor que é capaz de acionar a bomba a partir do supervisório, valor esse que constitui o limite inferior de

- operação. Para tal, move-se o cursor de controle a partir do limite à esquerda em direção à direita. Clicando-se na faixa branca ou arrastando a barra, obtém-se incrementos unitários. Clicando-se nas setas obtém-se incrementos decimais. A cada incremento, aciona-se o botão "Atualiza SP>>". O valor no qual o eixo das rodas de compressão da mangueira peristáltica se movimente, é o limite inferior (Lim Inferior). Para o procedimento de calibração realizado, o valor obtido foi igual a 17.
- d. Da mesma forma, a fim de parametrizar o valor superior, no painel de controle da bomba em calibração pressiona-se o botão "Lig Desl" até que o LED situado a direita do painel digital se apague, indicando a manutenção da resposta eletrônica e interrupção da ação mecânica. Na tela do supervisório, em Bombas Dosadoras, repetir o procedimento descrito em 'c' de incrementar os valores da esquerda para a direita, acionando-se "Atualiza SP>>" até que o valor exibido no painel digital da bomba seja igual a 100. Este valor consistirá no valor de potência máxima da bomba, e deverá ser inserido no campo 'Lim Superior'. Para o procedimento de calibração realizado, o valor obtido foi igual a 80.
- e. Move-se o cursor até o limite à esquerda e acionar "Atualiza SP>>"
- f. Pressiona-se o botão "Lig Desl" até que o LED situado a direita do painel digital se acenda, indicando o restabelecimento da ação mecânica
- g. Uma vez definidos os valores superior e inferior, procede-se a determinação da curva da bomba. Para tal, submerge-se uma das extremidades da tubulação da bomba em água. A extremidade de saída pode ser posicionada no mesmo recipiente ou não, conforme for mais conveniente, pois é indiferente para o procedimento.
- h. A partir da tela e comando das Bombas Dosadoras no supervisório, submetese a bomba à ação até que a vazão se estabilize (um ou dois minutos).
- i. Posiciona-se a extremidade de saída da tubulação da bomba sobre uma proveta graduada e tomar o volume "V" em tempo "t', cronometrado. Sugere-se repetir o procedimento três vezes para um mesmo percentual de intervenção sobre a bomba, obtendo-se uma vazão média para cada percentual.
- j. Repete-se o procedimento cerca de dez vezes à diferentes percentuais da potência da bomba.
- k. Elaborou-se o gráfico dos valores de vazão *versus* os percentuais e intervenção, obtendo-se a linha de tendência linear, a equação da reta e o respectivo coeficiente de relação, que deve ser em torno de 0,99, conforme a Figura 27.



I. Da equação da reta, obtêm-se os coeficientes 'a' e 'b' de acordo com a equação y = ax + b, que são, então, inseridos na tela "Procedimentos de Calibração" conforme a rotina geral já descrita. Observar que se deve utilizar ponto ao invés de vírgula para identificar a parte decimal dos coeficientes.

# A.2. CALIBRAÇÃO DOS SENSORES DE PRESSÃO E DE VAZÃO DE PERMEADO

A calibração para cada um dos sensores de pressão e de vazão de permeado possui uma rotina em comum descrita a seguir. Sugere-se realizar a rotina depois de obtidas as curvas de calibração para cada sensor de interesse.

- a. Na faixa de opções da tela principal do supervisório, escolhe-se a opção "Calibração".
- b. A tela "Procedimentos de Calibração" será aberta. Nesta, escolher o sensor desejado no menu "Calibrações de Entradas Analógicas", o qual estará escrito "Selecione entrada". A identificação dos sensores desejados tem diferença na tela de calibração em relação à tela principal e à bancada experimental. A relação entre elas está representada no Quadro 0.1.

Quadro 0.1 – Relação entre a identificação dos sensores na tela de calibração e na bancada / tela principal.

Sensores de pressão	)	Sensores de vazão de permeado				
Supervisório	Bancada	Supervisório	Bancada			
PRESSÃO DE SAÍDA - R7	PT5	VAZÃO DE SAÍDA - R7	FT5			
PRESSÃO DE SAÍDA - R8	PT6	VAZÃO DE SAÍDA - R8	FT6			

- c. Após identificar o sensor de interesse, selecionar a opção "Inicializar coeficientes". Os parâmetros 'a' e 'b' representam, respectivamente, os coeficientes angular e de inclinação do ajuste linear das curvas de calibração. O supervisório apresenta como padrão os valores 1 para 'a' e 0 para 'b'.
- d. Obter a curva de calibração para cada sensor conforme procedimentos específicos (a seguir).
- e. Inserir os valores obtidos para 'a' e 'b' a partir da curva de calibração e selecionar "Atualizar coeficientes". Deve-se usar ponto ao invés de vírgula para representação decimal.
- f. Sair da tela "Procedimentos de calibração".
- g. Sugere-se validar a calibração através da submissão dos sensores a grandezas conhecidas.

#### A.1.1. SENSORES DE PRESSÃO

Os sensores PT5 e PT6 instalados na UE operam conectados em série aos módulos de membranas, permitindo medir a pressão aplicada a eles. São de pressão diferencial, ou seja, indicam a diferença entre a pressão atmosférica e a pressão a eles aplicada mediante a diferença de potencial elétrico em comportamento linear (LATAM, 2011).

A faixa de operação dos sensores está entre ± 500 mbar e, a fim de coincidir com o aspecto vetorial da teoria da filtração, estabeleceu-se que os valores de pressão são positivos na sucção e negativos para a compressão (retrolavagem).

A fim de obter a curva de calibração dos sensores de pressão, executou-se o procedimento descrito a seguir.

a. Conectaram-se em série o sensor a ser calibrado, um vácuo-manômetro uma seringa de 20 mL com a extremidade de vedação do êmbolo junto à extremidade da agulha Figura 28.



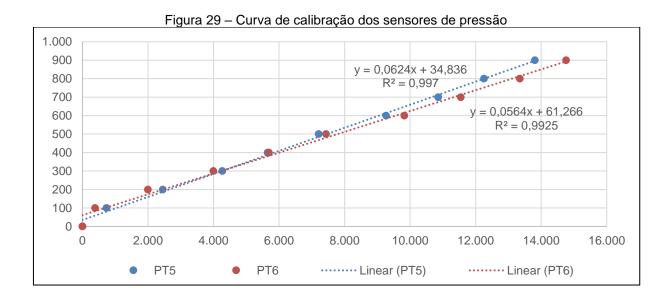
Figura 28 – Aparato de calibração dos sensores de pressão.

- b. Movimentando-se o êmbolo da seringa, promoveu-se força de sucção em valores progressivos conforme a Tabela 0.1, registrando, para cada um, o valor medido no vácuo-manômetro e o valor parametrizado correspondente indicado no sistema supervisório. Para cada movimento, aguardou-se a estabilização do valor no sistema supervisório.
- c. Realizou-se a despressurização do sistema através da desconexão das mangueiras e repetiu-se o procedimento descrito em 'a' e 'b' com a seringa com o êmbolo em posição oposta à agulha, de forma que a movimentação do êmbolo provoque a compressão do ar na tubulação.
- d. Os valores lidos no manômetro devem ter o sinal invertido para que correspondam à convenção do sistema. Depois de invertidos, somar 500 unidades a fim de obter a pressão do controlador (sensor).
- e. Elaborou-se o gráfico dos valores corrigidos *versus* valores parametrizados, obtendo-se a linha de tendência linear, a equação da reta e o respectivo coeficiente de relação, que deve ser em torno de 0,99, conforme a Figura 29.

f. Da equação da reta, obtêm-se os coeficientes 'a' e 'b' de acordo com a equação y = ax + b, que são, então, inseridos na tela "Procedimentos de Calibração" conforme a rotina geral já descrita.

Tabela 0.1 – Resultados da calibração dos sensores de pressão

	PT5   R7		PT6   R8				
P <sub>manômetro</sub> (mbar)	(-1*P <sub>manômetro</sub> )+500	Valor parametrizado (mbar)	P <sub>manômetro</sub> (mbar)	(-1*P <sub>manômetro</sub> )+500	Valor parametrizado (mbar)		
-400	900	13.809	-400	900	14.762		
-300	800	12.254	-300	800	13.348		
-200	700	10.857	-200	700	11.548		
-100	600	9.266	-100	600	9.821		
0	500	7.209	0	500	7.432		
100	400	5.652	100	400	5.691		
200	300	4.267	200	300	3.995		
300	200	2.454	300	200	1.998		
400	100	732	400	100	384		
500	0	0	500	0	0		



#### A.1.2. SENSORES DE VAZÃO DE PERMEADO

Os sensores de vazão para líquidos com viscosidade semelhante à da água e com princípio de operação termodinâmico atualmente instalados na UE apresentam resposta não linear e a resposta que melhor se ajusta para essa linha de tendência corresponde à de um polinômio de terceiro grau. Como a rotina geral de calibração relaciona-se a uma linha de tendência linear, a rotina de calibração emprega o monitor serial de forma alternativa para informar ao sistema de controle os índices das curvas

de ajuste (LATAM, 2011). Ainda segundo o manual de instruções, a amplitude total de leitura de FT5 e FT6 é de 12,0 a 12.000,00 mL·h<sup>-1</sup> com resposta mediante emissão de corrente elétrica entre 4 e 20 mA.

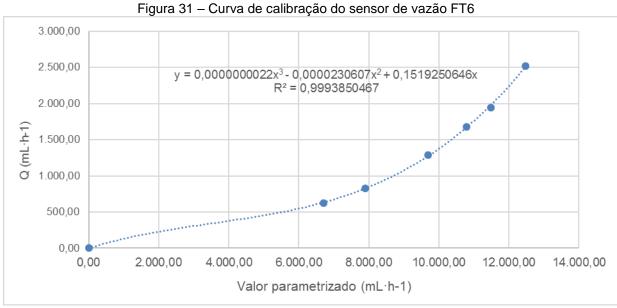
A fim de calibrar os sensores de vazão de permeado FT5 e FT6 executou-se o procedimento descrito a seguir, iniciando pela obtenção da curva de calibração.

- a. No menu 'Comunicação' da tela principal do programa supervisório, selecionase a opção 'MonitorSerial. A tela 'Fluxo de Dados' (Figura 32) será aberta. No campo 'Comandos', inserem-se os valores de MOD, ID e PAR conforme Quadro 0.2. Habilitase, então, a leitura e aquisição dos dados dos sensores pelo programa supervisório.
- b. Preenche-se até o transbordamento com água os acumuladores hidráulicos correspondentes a cada sensor de vazão mediante a ação de bomba, mantendo-se constante a carga hidráulica do sistema.
- c. Ajustando-se a válvula de agulha, varia-se a vazão de escoamento. Uma vez estabilizada, realizam-se tomadas de volume em determinados intervalos de tempo.
- d. Antes de promover a passagem de fluxo pelo sensor de vazão, registra-se o valor denominado *offset*, que consiste no valor exibido pelo programa supervisório quando a vazão é igual a zero.
- e. Para cada vazão, registra-se o valor parametrizado indicado pelo programa supervisório. Foram realizadas três tomadas para cada vazão, utilizando-se a média dos valores obtidos. De cada valor lido, desconta-se o valor de *offset*, resultando no valor parametrizado corrigido.
- f. Para a mesma vazão, mede-se a corrente de resposta com um multímetro nos bornes 66/67 para o sensor FT5 e 72/73 para o sensor FT6. O multímetro deve estar habilitado para medição de corrente na escala 20 mA. A forma de medição está ilustrada na Figura 30. Os valores de corrente lidos deverão ser os mesmos para cada vazão avaliada.

Os dados obtidos foram organizados na curva apresentada na Figura 31., com a respectiva equação da linha de tendência que apresentou o melhor ajuste constituída por um polinômio de terceira ordem.

Uma vez obtida a curva de calibração, procede-se com as atividades a seguir, acessa-se o monitor serial através do menu principal "Comunicação". No campo 'Comandos' da tela 'Fluxo de Dados' (Figura 32) inserir os valores segundo instruções do Quadro 0.2, respeitando a sequência, e selecionando 'OK' para confirmar a inserção.

Figura 30 – Medição da corrente com multímetro



Fluxo de Dados Fluxo de Dados Entrada Valor Saida Mod Valor Comandos - Mod

Figura 32 - Tela 'Fluxo de Dados'

Quadro 0.2 – Identificação e instruções para inserção dos parâmetros de calibração dos sensores FT5 e FT6 via 'MonitorSerial'

MOD	ID		VALOR (1)					
MOD	FT5	FT6	VALOR					
2	d	1	Offset (2)	0				
2	e	t	Coeficiente de x <sup>3 (3)</sup>	0				
2	f	u	Número de casas decimais do índice de x <sup>3 (4)</sup>	0				
2	g	v	Coeficiente de x <sup>2</sup> (3)	0				
2	i	X	Número de casas decimais do índice de x <sup>2 (4)</sup>	0				
2	j	у	Coeficiente de x (3)	1				
2	k	Z	Número de casas decimais do índice de x (4)	0				

<sup>(1)</sup> Os valores indicados na coluna '**PAR**' deverão ser inseridos quando for necessário que a resposta do sistema a um determinado estímulo aplicado ao(s) sensor(es) seja em **valores parametrizados**, que é o caso quando da calibração do sinal modulado pelas placas eletrônicas. (2) O valor do offset é equivalente ao 'zero' do sistema, ou seja, **o valor parametrizado** indicado pelo sistema quando os sensores FT5 e FT6 não estão recebendo nenhum estímulo físico. (3) Os coeficientes de x³, x² e x admitem valores entre 0 e 9999 se positivos ou entre 10.000 e 19999 se forme negativos. Para isso, soma-se 10.000 ao módulo do coeficiente de sinal negativo. Exemplo: se o coeficiente fosse -7.000, o valor a ser inserido no monitor serial seria 17.000. (4) O número de casas decimais dos coeficientes de x³, x² e x deve ser informado conforme segue: coeficiente calculado = 0,000007382, inserido = 7382, número de casas decimais = 9, ou; coeficiente inserido = 738, número de casas decimais = 8.

Fonte: LATAM (2011).

Sendo assim, os valores utilizados foram conforme segue:

Quadro 0.3 - Parâmetros de calibração do sensor FT6 via 'MonitorSerial'

MOD	ID	VALOR		
2	l	3.295		
2	t	22		
2	u	10		
2	V	10231		
2	Х	7		
2	у	152		
2	Z	3		

## **APÊNDICE B**

Artigo apresentado na forma de pôster no III Simpósio sobre Sistemas Sustentáveis, realizado em Porto Alegre em outubro de 2016 (ISBN: 978-85-7193-398-9).

Figura A - 1: Comprovante de apresentação de artigo científico III Simpósio sobre Sistemas Sustentáveis **CERTIFICADO** de Apresentação de Artigo Científico Certificamos que, Leticia Molin; Juliano Rodrigues Gimenez; Lademir Luiz Beal; Ana Paula Rodrigues Torres apresentaram o trabalho SSS314 intitulado "AVALIAÇÃO DO COMPORTAMENTO HIDRODINÂMICO EM BIORREATORES ANAERÓBIOS ASSOCIADOS A MEMBRANAS SUBMERSAS" durante o III Simpósio sobre Sistemas Sustentáveis, realizado em Porto Alegre/RS nos dias 20 e 21 de outubro de 2016, sendo o mesmo registrado sob o ISBN 978-85-7193-398-9. Porto Alegre, 21 de outubro de 2016. Comissão Organizadora: Dr. Cristiano Poleto Dr.3 Cristhiane M. P. Okawa Dr.ª Edna Possan MSc. Felippe Fernandes

# AVALIAÇÃO DO COMPORTAMENTO HIDRODINÂMICO EM BIORREATORES ANAERÓBIOS ASSOCIADOS A MEMBRANAS SUBMERSAS

Letícia Molina, Juliano Rodrigues Gimenezb, Lademir Luiz Bealc, Ana Paula Rodrigues Torresd

<sup>a</sup>Universidade de Caxias do Sul, e-mail: Imolin@ucs.br; <sup>b</sup>Universidade de Caxias do Sul, e-mail: juliano.gimenez@ucs.br; <sup>c</sup>Universidade de Caxias do Sul, e-mail: Ilbeal@ucs.br; <sup>d</sup>CENPES / Petrobras, e-mail: aptorres@petrobras.com.br

#### Introdução

No campo de tratamento de efluentes, membranas são empregadas em associação a biorreatores, constituindo os processos de MBR (do inglês, *membrane bioreactors*), combinando dois processos básicos: a degradação biológica e a separação por membranas. Além de serem compactas e modulares, são vantajosas do ponto de vista econômico e energético quando comparados a processos convencionais de separação.

O projeto de sistemas de MBR abrange três grupos de parâmetros independentes: fatores biológicos; fatores hidrodinâmicos; e características das membranas. No que se refere aos fatores hidrodinâmicos, a queda do fluxo de permeado decorrente dos fenômenos de *fouling* é um fator limitante à empregabilidade de membranas em processos de tratamento dos pontos de vista operacional e econômico. Esta problemática pode ser minimizada através de técnicas de projeto e de controle operacional decorrentes do conhecimento aprofundado da solução a ser filtrada através de membranas. A biomassa, em especial, é significativamente variável de acordo com o tipo de reator biológico e da origem do efluente. Um dos fatores que torna sua aplicação viável em processos aeróbios, é a possibilidade de promoção de uma tensão de cisalhamento na superfície da membrana através de aeração, reduzindo o acúmulo de solutos nesta região e evitando os consequentes aumento das resistências e redução do fluxo de permeado.

No entanto, os processos anaeróbios têm como vantagem sobre os processos aeróbios a economia energética e a potencial valoração de resíduos, além de que a associação de membranas à biorreatores deste tipo, embora menos explorada, apresenta vantagens principalmente relacionadas ao controle sobre o tempo de residência dos microrganismos no reator e à qualidade do efluente final.

De forma geral, a predição do comportamento de reatores biológicos para tratamento de efluentes é complexa. Apesar de demandarem tempo e serem por vezes considerados dispendiosos, os trabalhos experimentais em escala de bancada são imprescindíveis, tanto devido às particularidades de cada tipo de biomassa, bem como das interações desta com as diferentes alternativas de configurações de membranas. Chang et. al. (2002) afirma que, embora seja difícil estabelecer um modelo geral para descrever os processos de *fouling* devido à heterogeneidade inerente aos sistemas, a natureza e a extensão destes fenômenos em processos MBR são fortemente influenciados por três fatores principais: as características da biomassa, as características da membrana e as condições de operação.

Skouteris et. al. (2012), a partir de uma revisão abrangente da aplicação de biorreatores anaeróbios associados a membranas submersas no período de 2006 a 2012, conclui que os aspectos referentes ao *fouling*, especificamente a formação da torta, consistem nos parâmetros-chave para a aplicabilidade destes sistemas. Adicionalmente, os autores destacam a importância de levantar dados a respeito do consumo energético nestes sistemas. Estes aspectos também foram enfatizados no trabalho de Lin et. al. (2013).

Neste cenário, este trabalho objetiva a obtenção e análise de dados experimentais referentes ao fluxo de permeado e à correspondente resistência total no tratamento de um efluente anaeróbio por meio de um módulo de membranas poliméricas de ultrafiltração do tipo fibras ocas submersas.

Os resultados pretendem subsidiar o avanço de pesquisas e aplicações das tecnologias de membranas em processos anaeróbios, que poderão estar associados à geração de subprodutos de valor comercial, conciliando de forma sustentável os aspectos econômicos e ambientais, e, dessa forma, oportunizando a adoção de parâmetros de projetos mais otimizados para processos similares.

#### Material e Métodos

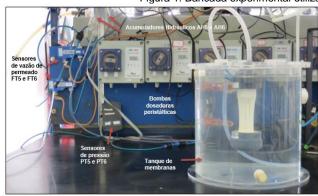
As membranas empregadas no experimento tratam-se um módulo comercial do tipo fibra oca reforçada ZeeWeed® de ultrafiltração com tamanho de poro nominal de 0,04 µm, desenvolvidas pela ZENON Inc. e atualmente produzidas e comercializadas pela GE Power. São constituídas por fluoreto de polivinilideno (PVDF), e o módulo com fibras de 110 mm de comprimento resulta em área de permeação de 0,047 m².

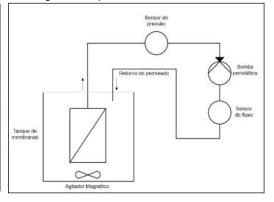
A solução de alimentação empregada no ensaio experimental consiste em efluente real de pós-tratamento de um reator UASB (do inglês, *Upflow Anaerobic Sludge Blanket*), de uma indústria alimentícia, concentrado com lodo anaeróbio do mesmo reator. O efluente à saída do reator tem concentração de sólidos suspensos totais equivalente a 806,67 mg·L<sup>-1</sup>, que aqui neste trabalho foi codificado como C00. As outras duas concentrações, obtidas através da adição de lodo anaeróbio com concentração de sólidos suspensos totais superior a 80.000,00 mg·L<sup>-1</sup>, tem concentrações: C02, de 5.000,00 mg·L<sup>-1</sup>; e C03, de 10.000,00 mg·L<sup>-1</sup>. Cada concentração foi submetida a três carreiras de filtração com duração de quatro horas cada, com pressões de sucção de 140, 260 e 380 mbar.

A cada intervalo de ciclo, o módulo de membranas foi submetido à limpeza química e retrolavagem, sendo caracterizada quanto à resistência intrínseca da membrana antes de cada novo ensaio.

Os ensaios foram desenvolvidos em uma unidade experimental estruturada para um sistema MBR (biorreatores associados a membranas) completo, localizada no Laboratório de Tecnologias Ambientais (LATAM) na Universidade de Caxias do Sul. A unidade é constituída por componentes de diversos fabricantes e gerenciada por um sistema eletrônico informatizado e por um programa computacional supervisório. Para este experimento, empregaram-se um tanque de membranas, uma bomba dosadora peristáltica, um sensor de pressão e um sensor de fluxo de permeado (Figura 1). Para esta configuração, o tipo de filtração é frontal ou *dead-end*.

Figura 1: Bancada experimental utilizada - fotografia e esquema.





O fluxo de permeado (J<sub>P</sub>) foi calculado pela vazão de permeado por unidade de área da membrana, conforme equação:

$$J_P = \frac{1}{A} \frac{dV}{dt} \tag{1}$$

sendo J<sub>P</sub> o fluxo de permeado (m·s<sup>-1</sup>), A é a área de permeação da membrana (m²) e dV/dt o volume de permeado (m³) coletado em função do tempo de permeação (s).

Alguns modelos para representar o transporte através da membrana são o modelo da transferência de massa (teoria do filme) e o modelo da pressão osmótica. AWWA (1996) sugere a aplicação do modelo das resistências em série como o mais frequentemente utilizado para biorreatores associados a membranas. Este modelo iguala o fluxo à pressão transmembrana dividida pela viscosidade do fluido multiplicado pela resistência total, que, por sua vez, pode ser a soma de cada uma das parcelas que a compõe, conforme a equação:

$$J_P = \frac{\Delta P}{\mu \cdot R_T} \tag{2}$$

sendo  $J_P$  o fluxo de permeado (m·s-¹),  $\Delta P$  a pressão transmembrana (Pa),  $\mu$  a viscosidade do fluido (Pa·s), e  $R_T$  a resistência total.

Segundo Cheryan (1998), este modelo descreve o comportamento do fluxo em relação à pressão de forma mais abrangente. Com respaldo deste modelo, Sombatsompop (2006) afirma que quanto maior for a pressão transmembrana (ΔP) e o fluxo (J<sub>P</sub>), mais rápido os sólidos serão retidos na superfície da membrana formando a torta. A partir de então o fluxo é independente da pressão transmembrana, e permanece constante

As resistências ao fluxo avaliadas neste experimento consistem na resistência intrínseca da membrana  $(R_M)$  e na resistência total  $(R_T)$ , que inclui a anterior, ambas avaliadas na unidade  $m^{-1}$ . Determinou-se a  $R_M$  realizando tomadas de fluxo a diferentes pressões com água destilada, depois de compactar a membrana. A  $R_T$  foi obtida através do ensaio com efluente a pressão constante, sendo que esta varia ao logo do tempo. Para ambas, emprega-se a equação deduzida diretamente da equação do fluxo de permeado:

$$R_T = \frac{\Delta P}{\mu J_P} \tag{3}$$

sendo ΔP a pressão transmembrana (Pa), μ a viscosidade do fluido (Pa·s) e J<sub>P</sub> o fluxo de permeado (m³·m⁻²·s⁻¹). Quanto à viscosidade do permeado, tendo-se em mente sua interferência no fluxo de permeado e sua relação com a temperatura, normalizou-se a temperatura de operação para 20 °C conforme a Equação 3. Para fins de cálculo, empregou-se a viscosidade dinâmica da água, uma vez que se verificou através de determinação em viscosímetro do tipo rotativo da marca Brookfield, modelo LVDV-I+ com adaptador ULA-EY UL que a viscosidade da água é muito próxima a do permeado.

$$J_{20} = \left(\frac{\mu_T}{\mu_{20}}\right) \left(\frac{1}{A} \frac{dV}{dt}\right)$$

(4)

sendo J20 o fluxo de permeado normalizado a 20°C ( $m^3 \cdot m^2 \cdot s^{-1}$ ),  $\mu_T$  a viscosidade dinâmica do permeado na temperatura de operação ( $N \cdot s \cdot m^{-2}$ ) e  $\mu_{20}$  a viscosidade dinâmica do permeado a 20°C ( $N \cdot s \cdot m^{-2}$ ).

#### Resultados e Discussão

Os resultados apresentados a seguir estão organizados em conjuntos de dados de isoconcentração e isopressão. Os valores referentes à resistência total incluem a parcela correspondente à resistência intrínseca, relacionados na tabela a seguir e medidos experimentalmente com água destilada antes de cada ensaio e calculados a partir da Equação 2. A evolução da R<sub>M</sub> ao longo dos ensaios não foi conclusiva quanto ao desenvolvimento de *fouling* irreversível.

Tabela 0.2 – Resistência intrínseca da membrana medida experimentalmente antes de cada ensaio (R<sub>M</sub>)

PTM (mbar)	140	260	380	140	260	380	140	260	380
SST	C00	C00	C00	C02	C02	C02	C03	C03	C03
SST (mg·L <sup>-</sup> 1)	806,67	806,67	806,67	5.000,00	5.000,00	5.000,00	10.000,0 0	10.000,0 0	10.000,0
Rm (m <sup>-1</sup> )	1,49E+1 2	1,25E+1 2	1,43E+1 2	1,43E+1 2	1,16E+1 2	1,67E+1 2	1,59E+1 2	1,36E+1 2	1,19E+1 2

O comportamento da queda de fluxo em relação ao aumento da resistência total é apresentado nas figuras a seguir, para concentrações iguais. Conforme previsto, é evidente uma forte influência da pressão transmembrana ( $\Delta P$ ) sobre a resistência total ( $R_T$ ) nos conjuntos de dados obtidos: quanto maior  $\Delta P$ , mais rápido o aumento de  $R_T$ . No entanto, o fluxo de permeado (J) não segue o mesmo padrão de  $R_T$ . As curvas de isoconcentração evidenciam que o fluxo de permeado tem comportamento similar em todas as pressões, apesar do incremento da  $\Delta P$  sugerir um aumento proporcional em J, o que não se observa.

Para todos os ensaios realizados, pode-se dizer que o período que compreende os primeiros 40 minutos de operação é o que apresenta maior variação de J entre as concentrações e pressões avaliadas, sendo que, a partir deste, observa-se a regularização do fluxo bastante similar para todas as condições ensaiadas. Neste estado, todas as combinações de concentração e pressão tem valores de fluxo de permeado, semelhantes, entre 1,5 e 2,0 · 10-6 avaliado em m³·m-²-s-¹, evidenciando fraca relação entre a concentração de sólidos suspensos totais com o fluxo de permeado.

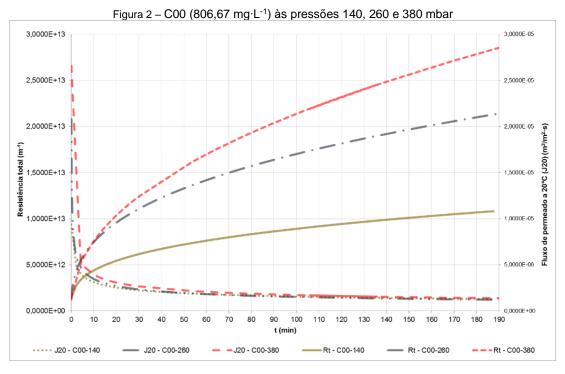
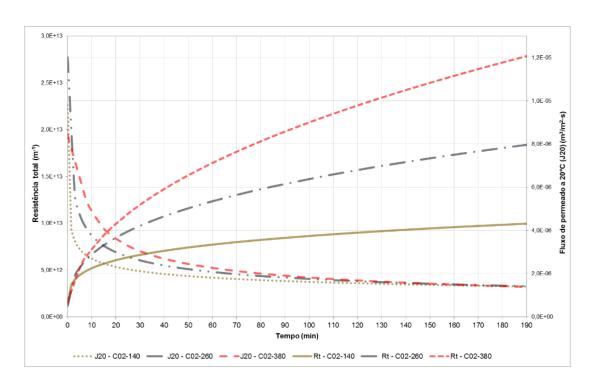
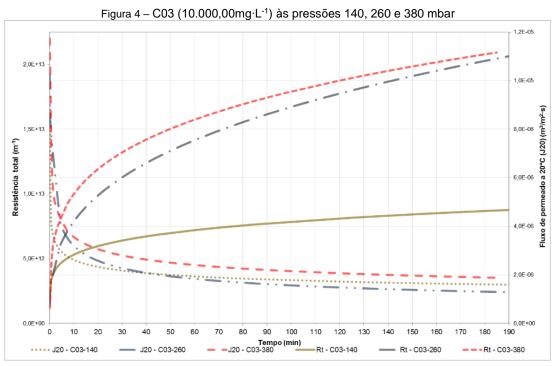


Figura 3 - C02 (5.000,00mg·L<sup>-1</sup>) às pressões 140, 260 e 380 mbar





O comportamento da queda de fluxo em relação ao aumento da resistência total é apresentado nas figuras a seguir, para as mesmas pressões. Através destas curvas, observa-se que o mesmo padrão de comportamento do fluxo de permeado se repete para as pressões submetidas.

Comparando-se as curvas de isoconcentração e de isopressão quanto à resistência total, observa-se que, para uma mesma pressão, independentemente da concentração de sólidos na solução de alimentação, este parâmetro é muito similar. A resistência total, neste caso, se comprova mais dependente da pressão transmembrana do que o fluxo de permeado.

Figura 5 – Pressão de 140 mbar e concentrações de C00: 806,67 mg·L<sup>-1</sup>, C02: 5.000,00 mg·L<sup>-1</sup> e C03: 10.000,00 mg·L<sup>-1</sup>

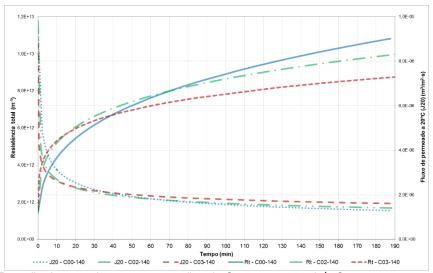


Figura 6 – Pressão de 260 mbar e concentrações de C00: 806,67 mg·L<sup>-1</sup>, C02: 5.000,00 mg·L<sup>-1</sup> e C03: 10.000,00 mg·L<sup>-1</sup>

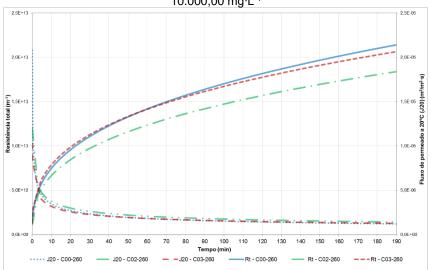
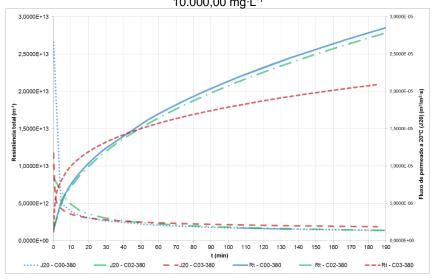


Figura 7 – Pressão de 380 mbar e concentrações de C00: 806,67 mg·L<sup>-1</sup>, C02: 5.000,00 mg·L<sup>-1</sup> e C03: 10.000,00 mg·L<sup>-1</sup>



#### Conclusões

Um dos fenômenos comuns nos processos com membranas é o declínio do fluxo de permeado com o tempo, devido ao aumento das parcelas que compõem a resistência total da membrana. Para efluentes e processos de tratamento anaeróbios, no entanto, esta relação ainda é pouco conhecida.

Avaliando os resultados em termos de fluxo de permeado para cada concentração de sólidos suspensos totais nas três pressões, pode-se observar que a curva do fluxo é praticamente idêntica. Ainda, os valores obtidos para o parâmetro fluxo de permeado também não apresentarem variações significativas entre as condições ensaiadas. Isso significa que, para o caso do efluente anaeróbio testado, o fluxo de permeado não é controlado pela pressão estabelecida no sistema de filtração ou mesmo pela concentração de sólidos suspensos na solução de filtração, e sim pelas resistências associadas à membrana. Baseado nestes resultados, sugere-se a avaliação individual de cada uma das resistências em série, a fim de compreender a relação entre as características dos sólidos em suspensão, além da concentração, e sua relação com cada componente da resistência total.

Para esta condição de efluente, do ponto de vista econômico e energético, os resultados obtidos permitem concluir que a pressão de sucção de 140 mbar é capaz de atingir volumes de permeado muito próximos ao da maior pressão testada com menor demanda energética, sendo, portanto, a mais adequada para quaisquer uma das concentrações testadas.

Ainda que se faça necessário a ampliação destas pesquisas para outras situações de escala, de pressões e de concentrações de sólidos, a partir destes resultados já é possível inferir que há a necessidade de reverem-se parâmetros de projeto relacionados ao dimensionamento de plantas de tratamento que contemplem este tipo de tecnologia e processos em escala real. O foco em manter pressões constantes e baixas configura-se como um diretriz de projeto a ser considerada, como forma de otimizar o processo de tratamento, associado a um menor consumo de energia.

#### Referências Bibliográficas

AWWA (American Water Works Association. 1996. Water Treatment Membrane Processes. Nova lorque: McGraw-Hill, p. 17.1-17.13.

Chang, I., Le Clech, P., Jefferson, B., and Judd, S. 2002. Membrane Fouling in Membrane Bioreactors for Wastewater Treatment. Journal of Environmental Engineering, v. 128(11), p. 1018-1029.

Cheryan, M.. 1998. Ultrafiltration and microfiltration: handbook. Lancaster.

Lin, H., Peng, W., Zhang, M., Chen, J., Hong., H., Zhang, Y.. 2013. 2013 A review on anaerobic membrane bioreactors: Applications, membrane fouling and future perspectives. Desalination, v. 314, p. 169-188.

Skouteris, G., Hermosilla, D., López, P., Negro, C., Blanco, Á. 2012. Anaerobic membrane bioreactors for wastewater treatment: A review. Chemical Engineering Journal, V 198-199, p. 138-148.

Sombatsompop, K.; Visvanathan, C., Aim, R. B. 2006. Evaluation of biofouling phenomenon in suspended and attached growth membrane bioreactor systems. Desalination, v. 201, p.138-149.

## **APÊNDICE C**

Artigo aprovado para apresentação oral na 15th IWA World Conference on Anaerobic Digestion (AD-15) que será realizada em Beijing, China, no período de 17 a 20 de outubro de 2017.

Figura A - 2: Comprovante de aceite de artigo científico. The 15th IWA World Conference on Anaerobic Digestion 22/09/2017 Personal Center ₩ My Page Personal Information (MSRD:0010033169) 请点此下载会议通知。(http://www.medmeeting.org/Upload/user/546848/fie/20170811/20170811154055\_9158.pdf) Individual Registration Operation (/useren/sign/3169) Excursion (/useren/event/3169? eventid=123) Gala Dinner (/useren/event/3169? Oral eventid=132) (/useren/event/3169? eventid=133) Side Events (/useren/event/3169? eventid=217) Registration Category My Events (/useren/eventlist/3169) Early Bird for Student (Exclude Gala Dinner) Print Registration Form (/use Accompanying Person (/UserEn/AccompanyingList/3169) Invitation Letter (/UserEn/Invitation/? Unit Price id=3169&act=Index) Password Modification (/useren/changepwd/3169) 京ICP备17016358号-2 🚇 京公网安备 11010502032692号(http://www.bei minfo?recordcode=11010502032692) 🔼 (https://www.51.la/? 18963671) http://ad15.medmeeting.org/UserEN/Index/3169 1/1

# **Submerged Anaerobic Membrane Bioreactors Hydrodynamics**

L. Molin\*, J. R. Gimenez\*, L. L. Beal\* and A. P. R. Torres\*\*

\* Environmental Technologies Laboratory, Universidade de Caxias do Sul (UCS), Caxias do Sul, RS. Brazil

(E-mail: Imolin@ucs.br; juliano.gimenez@ucs.br; Ilbeal@ucs.br)

\*\* CENPES / Petrobras, Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ), Rio de Janeiro, Brazil (E-mail: aptorres @petrobras.com.br)

#### **Abstract**

In recent years, anaerobic membrane bioreactors (AnMBR), particularly submerged ones, have been evolving as a promising technology for wastewater treatment because, in addition to its many operational advantages, there's also the generation of biogas, which can be used as a renewable energy resource. However, the behavior prediction in these systems is especially complex, and it still lacks models to represent membrane fouling in AnMBRs. The aim of this study was to obtain and analyze experimental data on permeate flux and the correspondent total resistance in the post-filtration of the effluent of a UASB (Upflow Anaerobic Sludge Blanket) reactor through submerged polymeric hollow-fiber ultrafiltration membranes. The experimental tests provided data regarding total resistance of the membrane versus permeate flux in five different conditions of total suspended solids concentration and transmembrane pressure. From the economic and energetic point of view, the results show that the lowest suction pressure (140 mbar) can reach permeate volumes very close to the highest pressure tested with lower energy demand, in the same time. The results evidenced the importance of this type of research and the need for expansion, since the definition of adequate parameters and models would help to develop and increase the application of AnMBR systems and its well-known advantages.

### Keywords

AnMBR, membrane, wastewater, fouling, total resistance, permeate flux

# INTRODUCTION

The need of solutions regarding not only wastewater treatment, but also renewable resources, especially energy, has been bringing up emergent applications to anaerobic membrane bioreactors (AnMBR). Processes based on this kind of reactors have been exploring the biomass separation using membranes as a factor for efficiency increase. Membranes represent an effective solution, despite the lack of project parameters and detailed operational conditions.

The behavior prediction in biological systems is especially complex, but efforts in the sense of establishing models are required, once membrane fouling in AnMBRs is more intense than in aerobic MBRs as AnMBRs experience lower sludge filterability [1]. Experimental bench studies, although they demand time and investment, are indispensable for the particularities of each biomass involved and its interactions with different system configuration. However, establishing a general model to describe membrane fouling in such a process is made difficult by the inherent heterogeneity of the system, the nature and extent of fouling in MBRs is strongly influenced by three factors: biomass characteristics, operating conditions and membrane characteristics [2].

The main objective of this study is to obtain and analyze experimental data on

permeate flux and the correspondent total resistance in the post-filtration of the effluent of a UASB (Up flow Anaerobic Sludge Blanket) reactor through submerged polymeric hollow-fiber ultrafiltration membranes. The results aim to contribute to the progress of research and applications of membrane technology associated do anaerobic reactors which can be related do the generation of commercially valuable by-products, reconciling in a sustainable way the economic and environmental aspects and allowing the adoption of process parameters for similar processes.

# **MATERIALS AND METHODS**

# Configuration

A hollow-fiber ultrafiltration membrane module GE Power was used in the experiment. The pore size is  $0.04~\mu m$  and each fiber is 110 mm length, resulting in a permeation area of  $0.047~m^2$ .

The feeding solution consists in real effluent and sludge of a UASB reactor treating wastewater in a food industry. Five different concentrations of Total Suspended Solids (TSS, mg·L<sup>-1</sup>) were tested to simulate variations in the operation conditions of the upstream reactor. The lowest value of TSS, 806.67 mg TSS·L<sup>-1</sup>, refers to UASB effluent at the exit of the reactor. The other four concentrations were obtained by adding anaerobic sludge from the sludge blanket of the reactor to the effluent and correspond to 5,000 mg TSS·L<sup>-1</sup>, 10,000 mg TSS·L<sup>-1</sup>, 20,000 mg TSS·L<sup>-1</sup> and 40,000 mg TSS·L<sup>-1</sup>.

Each concentration was submitted to three independent filtration processes 4 hours' length, with 140, 260 and 380 mbar suction pressure. In the interval of each cycle, the membrane module was subjected to chemical cleaning and backwashing, and it was later characterized as to the intrinsic membrane resistance (R<sub>M</sub>, m<sup>-1</sup>) before the following cycle.

The experiment was run in a lab-scale unit, using a peristaltic metering pump which was automatically controlled by the pressure established for the system, since the test was conducted in constant pressure. A pressure sensor was used, as wells as a flow sensor for the permeate, that was returned to the membrane tank. A magnetic stirrer was used in the membrane tank to keep the total suspended solids concentration constant throughout the height of the tank. In this configuration, the filtration is deadend.

# Data achieved and resistance-in-series model

The permeate flux ( $J_P$ ,  $m^3 \cdot m^{-2} \cdot s^{-1}$ ) and the total resistance ( $R_T$ ,  $m^{-1}$ ) were obtained according to the resistance-in-series model (Eq.(1)) which describes the flux trough each in-series medium using Darcy's law: the permeate ( $V_T$ ,  $m^3$ ) is driven through each medium by a difference in transmembrane hydraulic pressure ( $V_T$ ,  $V_T$ ) and the total filtration resistance ( $V_T$ ,  $V_T$ ) is assumed to be the sum of the different assumed partial resistances [3].

$$J_{P} = \frac{1}{A} \frac{dV}{dt} = \frac{TMP}{\mu R_{T}} \tag{7}$$

where A is the permeation area ( $m^2$ ), dt the permeation time (s) and  $\mu$  is dynamic viscosity of fluid ( $Pa\cdot s$ ). The resistance-in-series model is the most frequently used to membrane bioreactors, among several other models [4]. It describes the flow behavior in relation to pressure more comprehensively [5]. According to this model, the bigger

the TMP, the faster TSS are going to be retained on membrane surface, forming the cake layer. From some moment, JP becomes independent from TMP, remaining constant [6].

As for the permeate viscosity, having in mind its interference in  $J_P$  and its dependence on temperature, it was necessary to normalize the operation temperature to 20°C to adjust the permeate flux ( $J_{20}$ ,  $m^3 \cdot m^{-2} \cdot s^{-1}$ ) (Eq. (2)).

$$J_{20} = \frac{\mu_T}{\mu_{20}} \frac{1}{A} \frac{dV}{dt}$$
 (8)

where  $\mu_T$  refers to viscosity on the operation temperature and  $\mu_{20}$  is the viscosity on 20°C. For calculation purposes, water dynamic viscosity has been used once it was verified to be very close to the permeate using a viscometer Brookfield, model LVDV-I+ and ULA-EY UL adapter.

The system was set to achieve flux and TMP data every 30 seconds, for 4 hours each test. The primary data was then turned into J<sub>P</sub> using the presented equations.

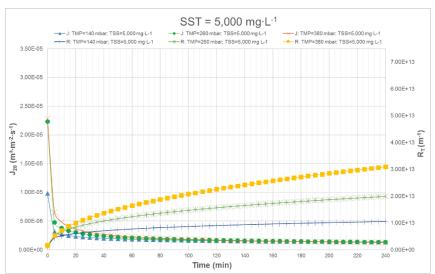
Intrinsic membrane resistance (R<sub>M</sub>, m<sup>-1</sup>) was also measured before each cycle of tests. It was determined by performing the filtration using pure (distilled) water as feeding solution, decreasing the TMP after the compaction of the membrane, and registering the flow rate.

# **RESULTS AND DISCUSSIONS**

The results are organized into two data sets: isoconcentration and isopressure. The total resistance (R<sub>T</sub>) data include intrinsic membrane resistance (R<sub>M</sub>), whose initial value was  $1.43\cdot10^{12}$  m<sup>-1</sup>. R<sub>M</sub> was determined before each test; however, the data set didn't point to any conclusive pattern regarding irreversible fouling. The range of values for R<sub>M</sub> was  $1.06\cdot10^{12}$  m<sup>-1</sup> to  $1.67\cdot10^{12}$  m<sup>-1</sup>.

### Isoconcentration

Permeate flux (J<sub>P</sub>) drop behavior in relation to the increase in total resistance (R<sub>T</sub>) is shown in Figure 2 for the concentration of 5,000 mg TSS·L<sup>-1</sup>. As predicted, a strong influence of transmembrane pressure (TMP) on total resistance (R<sub>T</sub>) in the obtained data sets is evident: the higher TMP, the faster RT increases. However, the permeate flux (J<sub>P</sub>) does not follow the same R<sub>T</sub> pattern. The isoconcentration curves show that the permeate flux has similar behavior at all pressures, although the increase in TMP suggests a proportional increase in J<sub>P</sub>, which is not observed. Similar behavior is observed for the other conditions tested.



**Figure 2**. J at 20°C and R<sub>T</sub> behavior for operational conditions 5,000 mg TSS·L⁻¹ and TMP 140, 260 and 380 mbar

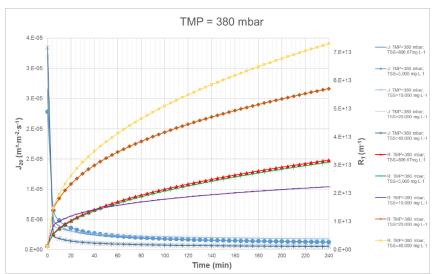
Flow regularization was very similar for all conditions tested. For the tests performed, it can be said that, in general, the period that comprises the first 40 min of operation is the one that presents the greatest variation in J<sub>P</sub>. After this point, all combinations of TSS concentration and pressure have similar permeate flux values between 1.5 and 2.0·10<sup>-6</sup> evaluated in m³·m<sup>-2</sup>·s<sup>-1</sup>, showing a weak relation between the concentration of total suspended solids with the permeate flux.

# Isopressure

The behavior of the flow drop in relation to the increase of the total resistance is presented in Figure 3 for the pressure of 380 mbar, which was evidenced quite like the pressures of 140 and 380 mbar also tested.

Comparing the isoconcentration and isopressure curves for total resistance, it is observed that, for the same pressure, regardless of the concentration of solids in the feed solution, this parameter is very similar.  $R_T$  in this case proves to be more dependent on TMP than  $J_P$ .

An aspect not observed in the isoconcentration curves and evidenced in Figure 3 is the  $R_{\rm T}$  behavior of the lower concentrations, specifically the range of values from 806.67 to 10,000  $\rm mg\cdot L^{-1}$ . In these conditions, the development of total resistance was accentuated over time more clearly than the immediately higher concentration, equivalent to 20,000  $\rm mg\cdot L^{-1}$ . The possible justification associated with this behavior lies in the even subtle differences in the particle size distribution of these solutions. The small particle size associated with the concentration 806.67  $\rm mg\cdot L^{-1}$ , which is the pure effluent, is highlighted. The median diameter of the particles present is 7.24  $\mu m$ , equivalent to the size of common microorganisms present in anaerobic effluents, especially bacteria. The probable blocking mechanism associated with the concentration of 806.67  $\rm mg\cdot L^{-1}$  should therefore refer to this characteristic.



**Figure 3**. J at 20°C and  $R_T$  behavior for operational conditions 380 mbar and 806.67, 5,000, 10,000, 20,000 and 40,000 mg TSS·L<sup>-1</sup>.

# **CONCLUSIONS**

In this study, experimental data of anaerobic effluent post-treatment in submerged membranes are presented for 15 different combination of TMP and TSS concentration. From the economic and energetic point of view, the results show that the lowest suction pressure (140 mbar) can reach volumes of permeate very close to the highest pressure tested with lower energy demand, in the same period. The results suggest permeate flux is not controlled by the TMP and neither by TSS concentration, but by the total resistance associated to the membrane. The importance of this type of research is undeniable, since data availability would help to develop and increase the application of AnMBR systems and its well-known advantages.

### REFERENCES

- [1] Skouteris, G., Hermosilla, D., López, P., Negro, C., Blanco, Á. 2012 Anaerobic membrane bioreactors for wastewater treatment: A review. *Chemical Engineering Journal* **198-199**(1): p. 138-148.
- [2] Chang, I., Le Clech, P., Jeferson, B., Judd, S. 2002 Membrane Fouling in Membrane Bioreactors for Wastewater Treatment. *Journal of Environmental Engineering*, **128**(11), p. 1018-1029.
- [3] Robles, A., Ruano, M.V., Ribes, J., Seco, A., Ferrer, J., 2013 A filtration model applied to submerged anaerobic MBRs (SAnMBRs). *Journal of Membrane Science*, **444**, 139-147.
- [4] AWWA (American Water Works Association). *Water Treatment Membrane Processes*. New York: McGraw-Hill, 1996. p. 17.1-17.13.
- [5] Cheryan, M.. Ultrafiltration and microfiltration: handbook. Lancaster, 1998.
- [6] Sombatsompop, K.; Visvanathan, C., Aim, R. B. 2006 Evaluation of biofouling phenomenon in suspended and attached growth membrane bioreactor systems. *Desalination*, **201**,138-149.

# **APÊNDICE D**

Figura A - 3: Comprovante de aceite de artigo científico.







# DECLARAÇÃO

Declaramos que o(a) autor(a)

# Letícia Molin

teve o total de 1 Trabalho aprovado para o Congresso ABES/ FENASAN 2017, a ser realizado em São Paulo, SP, de 02 a 05 de outubro de 2017, conforme listado abaixo.

Roberval Tavares de Souza Presidente Nacional da ABES Olavo Alberto Prates Sachs Presidente AESabesp

II-426 : Apresentação Onal Avallação do Comportamento Hidrodinámico de Membranas Associadas a Biorrestores Anaeróbio

# II-426 - AVALIAÇÃO DO COMPORTAMENTO HIDRODINÂMICO ASSOCIADO A BIORREATORES ANAERÓBIOS

Letícia Molin, Juliano Rodrigues Gimenez, Lademir Luiz Beal, Ana Paula Rodrigues Torres

# **RESUMO**

Biorreatores anaeróbios associados a membranas (AnMBR, do inglês, anaerobic membrane bioreactors) vem sendo considerados como alternativas atraentes e vantajosas em relação aos sistemas convencionais de tratamento anaeróbio e mesmo de membranas associadas a biorreatores aeróbios (MBR). Além de reconhecidas vantagens operacionais, sua popularização nos últimos anos se deve à produção de biogás, que torna os sistemas uma fonte de energia renovável, além de uma ferramenta de tratamento de resíduos. Apesar de a tecnologia ser madura e bem desenvolvida, processos de digestão anaeróbia associados a membranas esbarram em desafios inerentes a todos os processos com membranas, ou seja, os fenômenos relacionados à restrição de fluxo. Para que o reator anaeróbio tenha autonomia operacional para a otimização da produção de biogás, é indispensável que as membranas não constituam um fator limitante ao processo. Neste cenário, este trabalho foi desenvolvido com o propósito de obter e analisar dados experimentais de fluxo de permeado e a correspondente resistência total e aspectos operacionais relacionados para o efluente de um reator UASB (do inglês, Upflow Anaerobic Sludge Blanket) em membranas poliméricas de fibras ocas de ultrafiltração, a fim de determinar quão limitantes é esta tecnologia quando associada a reatores anaeróbios. Os resultados, além apresentarem dados experimentais que subsidiam a aplicação da tecnologia de membranas em processos aneróbios, evidenciam que que a tecnologia de membranas não é uma alternativa limitadora em relação a incrementos no arraste de sólidos do reator decorrentes de ajustes no tempo de detenção hidráulico e tempo de retenção celular, visando otimizar a degradação da matéria orgânica e a produção de biogás ou ainda, aumentar o volume tratado em um reator já estabelecido.

**PALAVRAS-CHAVE:** AnMBR, *fouling*, resistências em série, fluxo de permeado, comportamento hidrodinâmico.

# INTRODUÇÃO

A demanda crescente de soluções não somente para o tratamento de efluentes, como também para disponibilização de recursos renováveis para a sociedade, especialmente energia, vem estimulando o desenvolvimento de aplicações para biorreatores anaeróbios associados a membranas (AnMBR, do inglês, *anaerobic membrane bioreactors*). Processos baseados nesta configuração têm explorado a separação de biomassa empregando membranas como um fator para o incremento de eficiência. As membranas, por sua vez, representam uma solução efetiva, com vantagens do ponto de vista econômico e energético quando comparadas a processos convencionais de separação, apesar da escassez de parâmetros de projeto e de condições de operação detalhadas justamente para aplicações emergentes e promissoras. Neste contexto, cita-se a produção de biogás.

Mao et al. (2015) afirmam que a teoria e a tecnologia da produção de biogás é madura e bem desenvolvida, sendo que o que deve ser estudado são alternativas de otimização. Para tal, é fundamental a compreensão das particularidades do sistema operando em conjunto e de cada uma das suas partes.

O comportamento e a operação de biorreatores anaeróbios, citando-se os do tipo UASB como principais, especialmente no contexto da produção de biogás (CHEN et al., 2016; MAO et al., 2015) são diferentes quando isolados e quando associados a membranas. Nesta última configuração, o incremento da eficiência é relacionado à desvinculação e controle do tempo de detenção hidráulico (TDH) e tempo de retenção celular (TRC), além do confinamento total da biomassa no sistema garantido pelas membranas. Trabalhos nesse escopo (OZGUN et al., 2015; HUANG, ONG e NG, 2011; PELÁEZ, SAGASTUME e NOYOLA, 2011; AN et al, 2009; GOUVEIA et al., 2015) demonstram

que, diminuindo-se o TRC em relação ao TDH tem-se melhoras em termos de degradação de matéria orgânica e produção de biogás. No entanto, a diminuição do tamanho médio de partícula no reator e o arraste de sólidos devido ao aumento da velocidade ascensional e, consequentemente da tensão de cisalhamento, é um efeito colateral na busca pela maior eficiência do biorreator. Neste contexto, as membranas têm papel fundamental, garantindo também a qualidade do efluente final.

De forma geral, a predição do comportamento de reatores biológicos para tratamento de efluentes é complexa. O projeto de sistemas de AnMBR baseia-se não somente em fatores biológicos, mas também hidrodinâmicos. Em relação a estes, a queda do fluxo de permeado decorrente dos fenômenos de fouling é um fator limitante à empregabilidade de membranas em processos de tratamento dos pontos de vista operacional e econômico. No caso de reatores anaeróbios associados a membranas, Skouteris et al. (2012), a partir de uma revisão abrangente da aplicação de biorreatores anaeróbios associados a membranas submersas no período de 2006 a 2012, concluem que os aspectos referentes ao fouling, especificamente a formação da torta, consistem nos parâmetroschave para a aplicabilidade destes sistemas. Adicionalmente, os autores destacam a importância de levantar dados a respeito do consumo energético nestes sistemas. Estes aspectos também foram enfatizados no trabalho de Lin et al. (2013) e, mais recentemente, de Meng et al. (2017) e Krzeminski et al. (2017).

O estabelecimento de um modelo geral para descrever o *fouling* em membranas é dificultado pela heterogeneidade inerente aos sistemas, entretanto a natureza e a extensão do *fouling* em MBR é fortemente influenciada pelas características da biomassa, pelas condições operacionais e pelas características da membrana (Chang et al., 2002). Apesar de demandarem tempo e serem por vezes considerados dispendiosos, os trabalhos experimentais em escala de bancada são imprescindíveis, tanto devido às particularidades de cada tipo de biomassa, bem como das interações desta com as diferentes alternativas de configurações de membranas.

O objetivo principal deste trabalho, neste cenário, é obter e analisar dados experimentais de fluxo de permeado e a correspondente resistência total para efluente de um reator UASB (do inglês, *Upflow Anaerobic Sludge Blanket*) em membranas poliméricas de fibras ocas de ultrafiltração. Adicionalmente, pretende-se compreender o comportamento das membranas no que se refere aos aspectos operacionais pressão transmembrana e concentração de sólidos suspensos totais a fim de determinar quão limitantes é esta tecnologia quando associada a reatores anaeróbios.

Os resultados pretendem subsidiar o avanço de pesquisas e aplicações das tecnologias de membranas em processos anaeróbios, oportunizando a adoção de parâmetros de projetos mais otimizados para processos similares. Estas tecnologias poderão estar associadas à geração de subprodutos de valor comercial, conciliando de forma sustentável os aspectos econômicos e ambientais.

# **MATERIAIS E MÉTODOS**

As membranas empregadas no experimento tratam-se um módulo comercial do tipo fibra oca reforçada ZeeWeed® de ultrafiltração com tamanho de poro nominal de 0,04 µm, desenvolvidas pela ZENON Inc. e atualmente produzidas e comercializadas pela GE Power. São constituídas por fluoreto de polivinilideno (PVDF), e o módulo com fibras de 110 mm de comprimento resulta em área de permeação de 0,047 m².

Os ensaios foram desenvolvidos em uma unidade experimental estruturada para um sistema MBR completo, localizada no Laboratório de Tecnologias Ambientais (LATAM) na Universidade de Caxias do Sul. A unidade é constituída por componentes de diversos fabricantes e gerenciada por um sistema eletrônico informatizado e por um programa computacional supervisório

Para este experimento, utilizou-se uma bomba peristáltica dosadora, controlada a partir do sistema supervisório na modalidade "malha fechada", ou seja, era controlada automaticamente pela pressão estabelecida para o sistema, já que o ensaio foi conduzido à pressão constante. Para tal, foi empregado um sensor de pressão, além de um sensor de vazão de permeado. As tomadas de dados de vazão de permeado e pressão transmembrana foram feitas a cada 30s pelo sistema eletrônico informatizado. O permeado, depois de passar pelo sensor de vazão, retorna ao tanque de

membranas, em circuito fechado. O tanque de membranas fez uso de um agitador magnético com o propósito de manter a concentração de sólidos constante ao longo da altura do tanque. (Figura 1). Para esta configuração, o tipo de filtração é frontal ou *dead-end*.

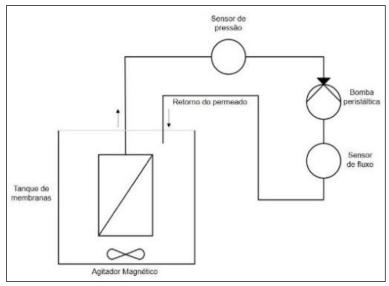


Figura 133: Esquema do aparato experimental.

A solução de alimentação empregada no ensaio experimental consiste em efluente real de um reator UASB tratando águas residuais de uma indústria alimentícia, concentrado com lodo anaeróbio do mesmo reator. Foram estabelecidas cinco concentrações de sólidos suspensos totais (SST) distintas, resultando em cinco soluções de alimentação ao módulo de filtração diferentes, sendo que o efluente à saída do reator tem concentração de sólidos suspensos totais (SST) equivalente à 806,67 mg·L<sup>-1</sup>. As outras quatro concentrações, obtidas através da adição de lodo anaeróbio com concentração de sólidos suspensos totais superior a 80.000 mg·L<sup>-1</sup>, tem concentrações equivalentes a 5.000 mg SST·L<sup>-1</sup>, 10.000 mg SST·L<sup>-1</sup>, 20.000 mg SST·L<sup>-1</sup> e 40.000 mg SST·L<sup>-1</sup>.

Cada concentração foi submetida a três carreiras de filtração com duração de 6 h cada, com pressões de sucção de 140, 260 e 380 mbar. A cada intervalo de ciclo, o módulo de membranas foi submetido à limpeza química e retrolavagem, sendo caracterizada quanto à resistência intrínseca da membrana antes de cada novo ensaio.

A primeira fase de cada ensaio consistiu na submissão do módulo de membranas à operação sob condições de pressão de sucção e concentração de SST da solução de alimentação prédeterminadas. Para tal, a solução foi preparada antes do ensaio, procedendo a concentração do efluente com lodo a fim de atingir o valor de SST alvo. Com o tanque de membranas preenchido com a solução de alimentação e as conexões devidamente realizadas, inicia-se a operação do sistema em malha fechada durante 4 h contínuas de filtração. Ao final das 4 h de ensaio, a bomba peristáltica foi desligada e o módulo de membranas foi mantido conectado à tubulação de sucção. A solução de alimentação foi substituída, então, por água destilada. A membrana foi submetida à filtração em pressão constante durante 2 h, com procedimento idêntico ao descrito na etapa anterior, com o objetivo de determinar a resistência relacionada ao fouling.

O fluxo de permeado (J<sub>P</sub>) foi calculado pela vazão de permeado por unidade de área da membrana, conforme equação:

$$J_{P} = (1 \cdot A^{-1}) (dV \cdot dt^{-1})$$
 Equação (1)

sendo J<sub>P</sub> o fluxo de permeado (m³·m⁻²·s⁻¹), A é a área de permeação da membrana (m²) e dV/dt o volume de permeado (m³) coletado em função do tempo de permeação (s).

Alguns modelos para representar o transporte através da membrana são o modelo da transferência de massa (teoria do filme) e o modelo da pressão osmótica. AWWA (1996) sugere a aplicação do

modelo das resistências em série como o mais frequentemente utilizado para biorreatores associados a membranas. Este modelo iguala o fluxo à pressão transmembrana dividida pela viscosidade do fluido multiplicado pela resistência total, que, por sua vez, pode ser a soma de cada uma das parcelas que a compõe, conforme a equação:

$$J_{P} = PTM \cdot (\mu \cdot R_{T})^{-1}$$
 Equação (2)

sendo PTM a pressão transmembrana (Pa),  $\mu$  a viscosidade do fluido (Pa·s), e R<sub>T</sub> a resistência total (m<sup>-1</sup>).

Segundo Cheryan (1998), este modelo descreve o comportamento do fluxo em relação à pressão de forma mais abrangente. Com respaldo deste modelo, Sombatsompop (2006) afirma que quanto maior for a pressão transmembrana (PTM) e o fluxo (J<sub>P</sub>), mais rápido os sólidos serão retidos na superfície da membrana formando a torta. A partir de então o fluxo é independente da pressão transmembrana, e permanece constante

As resistências ao fluxo avaliadas neste experimento consistem na resistência intrínseca da membrana ( $R_M$ ), na resistência relacionada ao *fouling* e na resistência total ( $R_T$ ), que inclui a anterior, ambas avaliadas na unidade  $m^{-1}$ . Determinou-se a  $R_M$  realizando tomadas de fluxo a diferentes pressões com água destilada, depois de compactar a membrana. A  $R_T$  foi obtida através do ensaio com efluente a pressão constante, sendo que esta varia ao logo do tempo. Para ambas, emprega-se a equação deduzida diretamente da equação do fluxo de permeado:

$$R_T = PTM \cdot (\mu \cdot J_P)^{-1}$$
 Equação (3)

Quanto à viscosidade do permeado, tendo-se em mente sua interferência no fluxo de permeado e sua relação com a temperatura, normalizou-se a temperatura de operação para 20°C conforme a Equação 4. Foram realizadas tomadas manuais de temperatura da solução de alimentação a cada 15 min. Para fins de cálculo, empregou-se a viscosidade dinâmica da água, uma vez que se verificou através de determinação em viscosímetro do tipo rotativo da marca Brookfield, modelo LVDV-I+ com adaptador ULA-EY UL que a viscosidade da água é muito próxima a do permeado.

$$J_{20} = (\mu_T \cdot \mu_{20}^{-1}) \cdot (1 \cdot A^{-1}) (dV \cdot dt^{-1})$$
 Equação (4)

sendo  $J_{20}$  o fluxo de permeado normalizado a  $20^{\circ}\text{C}$  (m³·m²·s·¹),  $\mu_T$  a viscosidade dinâmica do permeado na temperatura de operação (N·s·m-²) e  $\mu_{20}$  a viscosidade dinâmica do permeado a  $20^{\circ}\text{C}$  (N·s·m-²).

O sistema supervisório da Unidade Experimental foi configurado para registrar dados de vazão (volume em função do tempo) a cada 30 s de ensaio. A cada 30 min de ensaio o programa produziu um arquivo no formato .txt, os quais foram convertidos no formato .xls para análise com o programa Microsoft Excel 2016 e obtenção dos dados secundários.

# **RESULTADOS E DISCUSSÃO**

# ANÁLISE GRANULOMÉTRICA DAS SOLUÇÕES DE FILTRAÇÃO

As características físicas referentes à granulometria de cada concentração testada são apresentadas na Figura 2 e consistem na média de análises em triplicata para cada concentração. Os resultados evidenciam um incremento nos diâmetros com o aumento da concentração de sólidos totais, constituindo uma diferença significativa quanto a constituição granulométrica de cada solução com impacto potencial no comportamento hidrodinâmico durante a filtração.

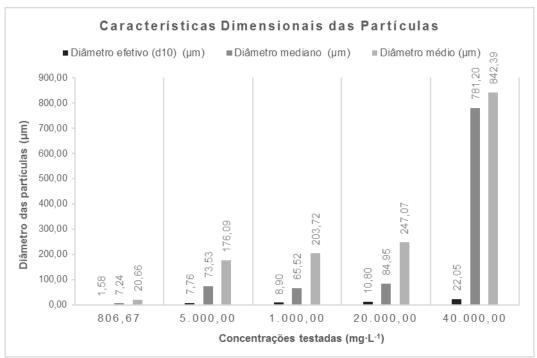


Figura 2: Resultado gráfico da caracterização física das soluções quando à granulometria: diâmetro efetivo, diâmetro mediano e diâmetro médio.

# FLUXO DE PERMEADO E RESISTÊNCIA TOTAL

Os resultados apresentados a seguir estão organizados em conjuntos de dados de isoconcentração e isopressão. Os valores referentes à resistência total ( $R_T$ ) incluem a parcela correspondente à resistência intrínseca da membrana ( $R_M$ ), com valor inicial equivalente a 1,43·10<sup>12</sup> m<sup>-1</sup>. A  $R_M$  foi determinada antes de cada novo ensaio. No entanto, o tempo de ensaio executado não evidenciou padrão conclusivo quanto ao desenvolvimento de *fouling* do tipo irreversível. Atribui-se a variação observada ao procedimento de lavagem mecânica e química da membrana após cada ensaio, já que não se observou relação com a concentração de sólidos ou pressão transmembrana do ensaio associado à  $R_M$  medida. A faixa de valores de  $R_M$  observados é de 1,06·10<sup>12</sup> m<sup>-1</sup> a 1,67·10<sup>12</sup> m<sup>-1</sup>.

# **CURVAS DE ISOCONCENTRAÇÃO**

Nas figuras seguintes está representado de forma gráfica o comportamento dos parâmetros fluxo de permeado normalizado a 20°C ( $J_{20}$ ) e resistência total ( $R_T$ ) agrupados por concentração, para cada pressão transmembrana (140, 260 e 380 mbar).

É evidente uma forte influência da pressão transmembrana (PTM) sobre a resistência total ( $R_T$ ) nos conjuntos de dados obtidos: quanto maior PTM, mais rápido o aumento de  $R_T$ . No entanto, o fluxo de permeado ( $J_{20}$ ) não segue o mesmo padrão de  $R_T$ . As curvas de isoconcentração evidenciam que o fluxo de permeado tem comportamento similar em todas as pressões, apesar do incremento de PTM sugerir um aumento proporcional em  $J_{20}$ , o que não se observa. Comportamento similar decorre para cada concentração.

Para todos os ensaios realizados, pode-se dizer que, de forma geral, o período que compreende os primeiros 40 min de operação é o que apresenta maior variação de J entre as concentrações e pressões avaliadas, sendo que, a partir deste, observa-se regularização do fluxo bastante similar para todas as condições ensaiadas. Quanto à a resistência, observa-se uma tendência à estabilização em grau levemente menor à do fluxo, mas também relevante. Neste estado, todas as combinações de concentração e pressão tem valores de fluxo de permeado, semelhantes, entre 1,5 e 2,0 · 10-6 avaliado em m³·m-²·s-¹, evidenciando fraca relação entre a concentração de sólidos suspensos totais com o fluxo de permeado.

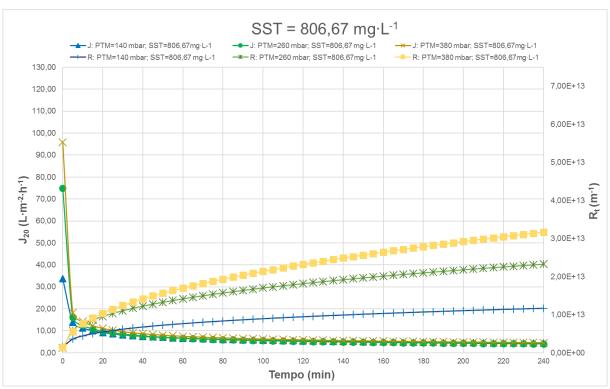


Figura 34: Comportamento de RT e J a 20°C para as condições de concentração 806,67 mg·L<sup>-1</sup> e pressões 140, 260 e 380 mbar.

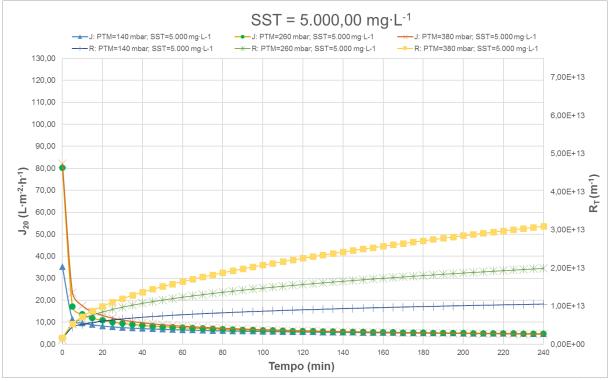


Figura 35: Comportamento de RT e J a 20°C para as condições de concentração 5.000 mg·L<sup>-1</sup> e pressões 140, 260 e 380 mbar.

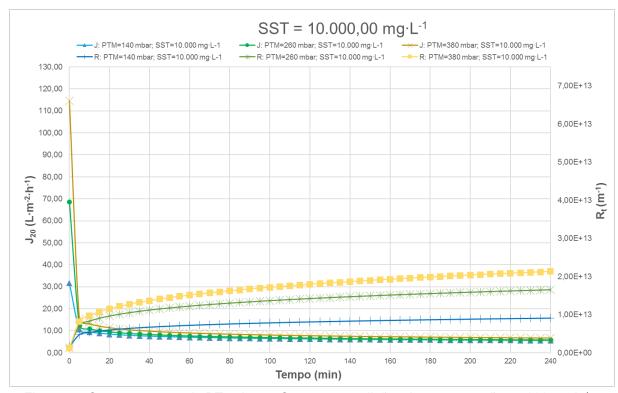


Figura 36: Comportamento de RT e J a 20°C para as condições de concentração 10.000 mg·L-1 e pressões 140, 260 e 380 mbar.

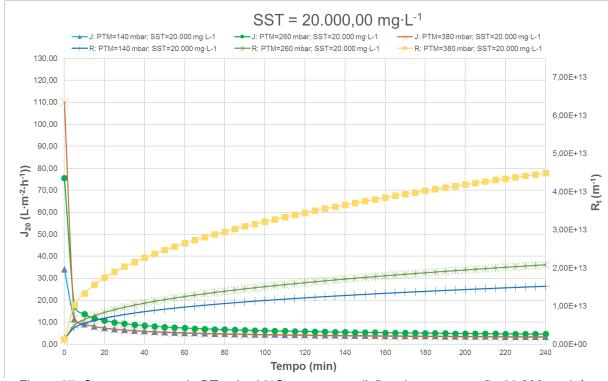


Figura 37: Comportamento de RT e J a 20°C para as condições de concentração 20.000 mg·L-¹ e pressões 140, 260 e 380 mbar.

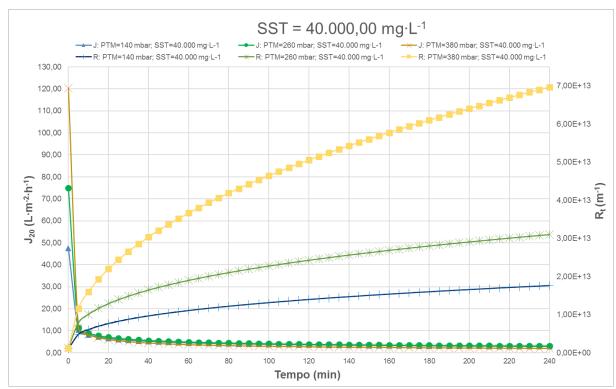


Figura 3: Comportamento de RT e J a 20°C para as condições de concentração 40.000 mg·L<sup>-1</sup> e pressões 140, 260 e 380 mbar.

## **CURVAS DE ISOPRESSÃO**

O comportamento da queda de fluxo em relação ao aumento da resistência total é apresentado nas figuras subsequentes. Cada gráfico representa o comportamento das cinco concentrações de SST testadas, para cada pressão: 140, 260 e 380 mbar.

Comparando-se as curvas de isoconcentração e de isopressão quanto à resistência total, observase que, para uma mesma pressão, independentemente da concentração de sólidos na solução de alimentação, o comportamento ao longo do tempo é muito similar. A resistência total, neste caso, se comprova mais dependente da pressão transmembrana do que o fluxo de permeado.

Um aspecto não observado nas curvas de isoconcentração e evidenciado nas Figuras 8, 9 e 10 é o comportamento em relação à  $R_T$  das concentrações mais baixas, especificamente a faixa de valores de 806,67 a 10.000 mg·L¹¹. Para estes valores, o desenvolvimento da resistência total acentuou-se ao longo do tempo de forma mais evidente do que a concentração imediatamente superior, equivalente a 20.000 mg·L¹¹. A justificativa associada a este comportamento encontra-se nas diferenças, mesmo sutis, da distribuição granulométrica destas soluções. Destacam-se o pequeno tamanho de partícula da solução de concentração 806,67 mg·L¹¹, que é o efluente puro. O diâmetro mediano das partículas presentes é de 7,24 µm, equivalente ao tamanho de microrganismos comuns presentes em efluentes anaeróbios, especialmente bactérias. O provável mecanismo de bloqueio associado à concentração de 806,67 mg·L¹¹, portanto, deve referir-se a esta característica. É importante observar, então, que a distribuição granulométrica da solução é mais relevante do que a concentração de sólidos totais no que se refere ao desenvolvimento da resistência total.

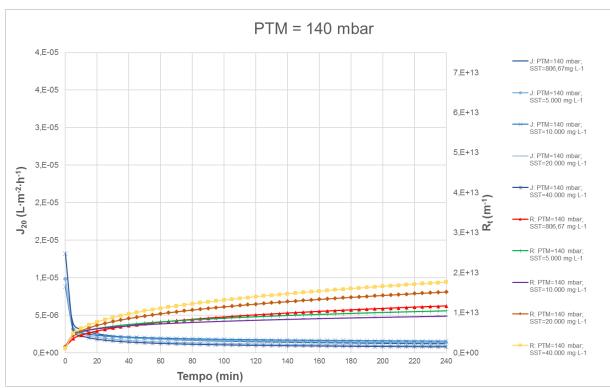


Figura 438: Comportamento de R<sub>T</sub> e J a 20°C para as condições de pressão de 140 mbar e concentrações de 806,67, 5.000, 10.000, 20.000 e 40.000 mg SST ·L⁻¹.

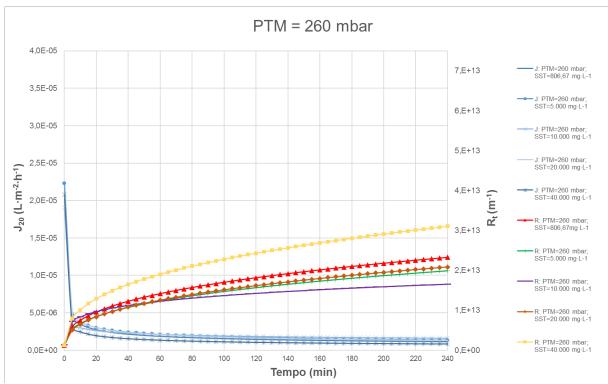


Figura 5: Comportamento de  $R_T$  e J a 20°C para as condições de pressão de 260 mbar e concentrações de 806,67, 5.000, 10.000, 20.000 e 40.000 mg SST ·L-1.

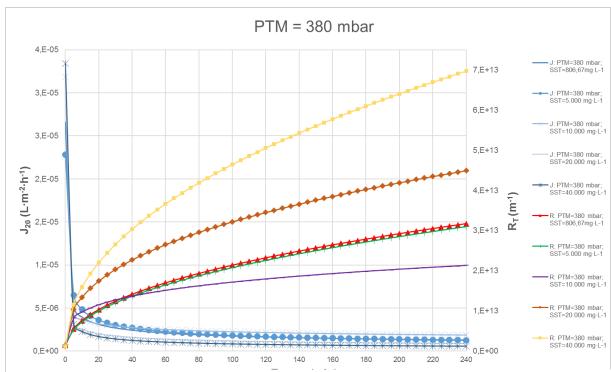


Figura 6: Comportamento de R<sub>T</sub> e J a 20°C para as condições de pressão de 380 mbar e concentrações de 806,67, 5.000, 10.000, 20.000 e 40.000 mg SST ·L⁻¹.

# RESISTÊNCIA DECORRENTE DO FOULING E AS RESISTÊNCIAS EM SÉRIE

Na segunda etapa do ensaio de filtração, realizada com água destilada durante 2 h sem que a membrana sofresse qualquer tipo de limpeza, buscou-se obter dados para melhor compreensão da resistência decorrente dos fenômenos de *fouling*. Efetuou-se o tratamento do conjunto de dados de resistência ao longo do tempo, desconsiderando os *outliners*, ou seja, pontos maiores do que a média acrescida de três vezes o desvio padrão da amostra e pontos menores do que a média diminuída de rês vezes o desvio padrão.

Este conjunto de dados foi comparado com a resistência intrínseca da membrana e com o último valor de resistência total registrado na primeira etapa do ensaio de filtração. Já que para o tempo de filtração realizado, os valores finais de resistência total apresentavam aumento percentual muito baixo, considera-se que o último valor de R<sub>T</sub> é o mais próximo do valor final que a membrana irá atingir. Este comparativo está representado graficamente na **Erro! Fonte de referência não encontrada.**. O conjunto de dados de resistência devido ao *fouling* representa o valor médio de cada conjunto de dados (ponto central) e também o desvio padrão de cada ensaio.

Durante o experimento, observou-se que a torta estabelecida, diferentemente daquela observada em processos aeróbios similares, não estava completamente aderida na superfície da membrana. Devido a essa característica, na transição da etapa 1 e 2 observou-se perda de material na forma de placas, em menor ou maior grau, em alguns dos ensaios. Na **Erro! Fonte de referência não encontrada.**, as setas indicam dois pontos de dados cuja análise é inviável, devido a esse tipo de interferência durante o procedimento experimental.

De acordo com o modelo das resistências em série, a resistência total pode ser desmembrada em vários componentes. Os mais comumente citados são resistência intrínseca da membrana ( $R_M$ ), a resistência devido ao fouling ( $R_F$ ) e a resistência pela polarização da concentração ( $R_{CP}$ ), compondo a resistência total ( $R_T$ ). Sendo assim, a diferença entre a  $R_T$  e a  $R_F$  evidenciada na **Erro! Fonte de referência não encontrada.** representa a resistência da polarização da concentração, que se manifesta enquanto há pressão estabelecida no sistema. Neste caso, considerando o desvio padrão

RESISTÊNCIAS TOTAL, INTRÍNSECA E DEVIDO AO FOULING

Resistência intrínseca da membrana (Rm) Resistência devido ao fouling (Rf) (valor médio) Resistência total (Rt) (valor final)

7,E+13

6,E+13

5,E+13

3,E+13

2.E+13

1.E+13

PTM (mbar) 140

SST ( mg · L-1)

260

806.67

380

140

260

5.000.00

380

da R<sub>F</sub>, pode-se dizer que, para as condições testadas, a resistência devido ao *fouling* é mais relevante do que a resistência relacionada à polarização da concentração.

Figura 7: Dados experimentais referentes às resistências total, devido ao *fouling* e intrínseca da membrana para cada conjunto concentração de SST e pressão transmembrana testados.

260

10.000.00

380

140

260

20.000.00

380

140

260

40.000.00

380

Outro aspecto importante evidenciado pelos dados da **Erro! Fonte de referência não encontrada.** é, novamente, a relação entre a distribuição granulométrica das soluções e as resistências desenvolvidas durante o ensaio. O efluente puro, com concentração de 806,67 mg SST·L-1, com diâmetro médio de partícula menor, foi a solução na qual a R<sub>CP</sub> foi mais expressiva, sugerindo o estabelecimento da camada limite de forma consistente e proporcional à pressão transmembrana aplicada.

Com diâmetro mediano de partícula bastante semelhantes entre si, as soluções correspondentes às concentrações de 5.000, 10.000 e 20.000 mg SST·L-¹ desenvolveram resistência relacionada ao fouling bastante similares. Por outro lado, o aumento da concentração é o resultado da introdução de lodo anaeróbio granular na solução, o que prejudicou a homogeneidade da curva granulométrica para as soluções com concentração maior do que 806,67 mg SST·L-¹. Isso é evidenciado pela diferença entre o diâmetro médio e o diâmetro mediano de cada solução.

A presença de material granular teve um comportamento bastante particular no que se refere ao desenvolvimento da camada limite e dos fenômenos envolvidos, especialmente a polarização da concentração. Na região externa das fibras do módulo de membranas, exposta à turbulência relacionada à agitação constante, os grânulos atuaram como agentes de limpeza mecânica. O trabalho de Aslam et al. (2017) aborda o uso desse tipo de agentes, que são constituídos por materiais granulares, tais como carvão ativado granular ou em pó, e são adicionados à solução de alimentação a ser filtrada. Como principal benefício, os autores identificam a possibilidade de o agente mecânico ser capaz de efetivamente atingir a superfície da membrana, diferentemente da turbulência hidrodinâmica ou bolhas de ar, que são limitadas pela camada limite laminar. O que se observa nas concentrações intermediárias é justamente a resistência de polarização da concentração praticamente inexistente, e a manutenção da resistência total para três concentrações bastante distintas: 5.000, 10.000 e 20.000 mg SST·L-1.

A última solução testada, com concentração de SST equivalente a 40.000 mg SST·L-1, apresentou predominância de partículas de maior diâmetro com origem do lodo granular evidenciada pela relação entre o diâmetro médio e mediano, neste caso bastante próximos. Neste caso, devido à concentração alta, a agitação foi menos eficiente e, assim, os grânulos atuaram em menor grau na limpeza mecânica da membrana. O que se observou foi o aumento significativo da resistência total em relação aos demais ensaios, acentuado na maior pressão. Esse aumento foi observado já na pressão de 380 mbar da concentração imediatamente inferior, equivalente a 20.000 mg SST·L-1.

### **CONCLUSÕES**

Um dos fenômenos comuns nos processos com membranas é o declínio do fluxo de permeado com o tempo, devido ao aumento das parcelas que compõem a resistência total da membrana. Para efluentes e processos de tratamento anaeróbios, no entanto, esta relação ainda é pouco conhecida.

Avaliando os resultados em termos de fluxo de permeado para cada concentração de sólidos suspensos totais nas três pressões ensaiadas, pode-se observar que a curva do fluxo é praticamente idêntica. Ainda, os valores obtidos para o parâmetro fluxo de permeado também não apresentaram variações significativas entre as condições ensaiadas. Isso significa que, para o caso do efluente anaeróbio testado, o fluxo de permeado não é controlado pela pressão estabelecida no sistema de filtração ou mesmo pela concentração de sólidos suspensos na solução de filtração, e sim pelas resistências associadas à membrana.

Quanto às resistências, no escopo da metodologia aplicada, as características físicas das soluções testadas relacionadas à granulometria sugerem maior interferência do que a concentração de sólidos suspensos totais. A distribuição granulométrica das amostras utilizadas, portanto, se associa a um padrão de comportamento de fluxo cuja correlação deverá ser verificada de forma mais aprofundada.

Para esta condição de efluente, do ponto de vista econômico e energético, os resultados obtidos permitem concluir que a pressão de sucção de 140 mbar é capaz de atingir volumes de permeado muito próximos ao da maior pressão testada com menor demanda energética, sendo, portanto, a mais adequada para quaisquer uma das concentrações testadas.

Mais importante do que particularidades relacionadas à operação das membranas, este estudo serve de apoio a projetos de associação de biorreatores anaeróbios a membranas submersas. As altas concentrações testadas evidenciam que a tecnologia de membranas não é uma alternativa limitadora em relação a incrementos no arraste de sólidos do reator decorrentes de ajustes no tempo de detenção hidráulico e tempo de retenção celular, visando otimizar a degradação da matéria orgânica e a produção de biogás ou ainda, aumentar o volume tratado em um reator já estabelecido.

Ainda que se faça necessário a ampliação destas pesquisas para outras situações de escala, de pressões e de concentrações de sólidos, a partir destes resultados já é possível inferir que há a necessidade de reverem-se parâmetros de projeto relacionados ao dimensionamento de plantas de tratamento que contemplem este tipo de tecnologia e processos em escala real. O foco em manter pressões constantes e baixas configura-se como um diretriz de projeto a ser considerada, como forma de otimizar o processo de tratamento, associado a um menor consumo de energia.

# REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1. AN, Y. Y., YANG, F., BUCCIALI, B., WONG, F.. Municipal wastewater treatment using a UASB coupled with cross-flow membrane filtration. Journal of Environmental Engineering, v. 135, p. 86-91, 2009.
- 2. ASLAM, Muhammad, SHARFI, Amine, LESAGE, Geoffroy, HERAN, Marc, KIM, Jeonghwan, Membrane bioreactors for wastewater treatment: A review of mechanical cleaning by scouring agents to control membrane fouling, Chemical Engineering Journal, v. 307, p. 897-913.2017.
- 3. AWWA (American Water Works Association. Water Treatment Membrane Processes. Nova lorque: McGraw-Hill, 1996. p. 17.1-17.13.

- 4. CHANG, I., LE CLECH, P., JEFFERSON, B., JUDD, S.. Membrane Fouling in Membrane Bioreactors for Wastewater Treatment. Journal of Environmental Engineering, v. 128(11), p. 1018-1029. 2002.
- 5. CHEN, Cheng, GUO, Wenshan, NGO, Huu Hao, LEE, Duu-Jong, TUNG Kuo-Lun, JIN Pengkang, WANG Jie, WU Yun. Challenges in biogas production from anaerobic membrane bioreactors, Renewable Energy, v. 98, p. 120-134, 2016.
- 6. CHERYAN, M.. Ultrafiltration and microfiltration: handbook. Lancaster, 1998.
- 7. GOUVEIA, J., PLAZA, F., GARRALON, G., FDZ-POLANCO, F., PEÑA, M., Long-term operation of a pilot scale anaerobic membrane bioreactor (AnMBR) for the treatment of municipal wastewater under psychrophilic conditions. Bioresource Technology, v. 185, p. 225-233, 2015.
- 8. HUANG, Z., ONG, S. L., NG, H. Y.. Submerged anaerobic membrane bioreactor for low-strength wastewater treatment: Effect of HRT and SRT on treatment performance and membrane fouling. Water Research, v. 45, p. 705-713, 2011.
- 9. KRZEMINSKI, P., LEVERETTE, L., MALAMIS, S., KATSOU, E.. Membrane bioractors A review on recent developments in energy reduction, fouling control, novel configurations, LCA and market prospects. Journal of Membrane Science, v. 527, p. 207-227, 2017.
- 10. Lin, H., Peng, W., Zhang, M., Chen, J., Hong., H., Zhang, Y.. A review on anaerobic membrane bioreactors: Applications, membrane fouling and future perspectives. Desalination, v. 314, p. 169-188, 2013.
- 11. MAO, C., FENG, Y., WANG, X., REN, G.. Review on research achievements of biogas flor anaerobic digestion. Renewable and Sustainable Energy Reviews, v. 45, p. 540-555. 2015.
- 12. MENG, F., ZHANG, S., OH, Y., ZHOU, Z., SHIN, H., CHAE, S.. Fouling in membrane bioreactors: an updated review. Water Research, v. 114, p. 115-180, 2017.
- 13. OZGUN, H., GIMENEZ, J.B., ERSAHIN, M. E., TAO, Y., SPANJERS, H., LIER, J. B. van. Impact of membrane addition for effluent extraction on the performance and sludge characteristics of upflow anaerobic sludge blanket reactors treating municipal wastewater. Journal of Membrane Science, v. 479, p. 95-104, 2015.
- 14. PELÁEZ, M. L. S., SAGASTUME, J. M. M., NOYOLA, A.. Influence of hydraulic retention time on fouling in a UASB coupled with an external ultrafiltration membrane treating synthetic municipal wastewater. Desalination, v. 277, p.164-170, 2011.
- 15. SKOUTERIS, G., HERMOSILLA, D., LÓPEZ, P., NEGRO, C., BLANCO, Á. Anaerobic membrane bioreactors for wastewater treatment: A review. Chemical Engineering Journal, V 198-199, p. 138-148. 2012.
- 16. SOMBATSOMPOP, K.; VISVANATHAN, C., AIM, R. B. Evaluation of biofouling phenomenon in suspended and attached growth membrane bioreactor systems. Desalination, v . 201, p.138-149. 2006.

# **APÊNDICE E**

Figura A - 4: Comprovante de submissão de artigo científico.

# Letícia Molin

De: em.wst.0.556468.78775c91@editorialmanager.com em nome de Water

Science and Technology <em@editorialmanager.com>

Enviado em: terça-feira, 22 de agosto de 2017 17:34

Para: Letícia Molin

Assunto: Submission Confirmation for Permeate flux and resistance-in-series behavior

analysis in ultrafiltration membranes treating anaerobic effluent in the context

of biogas production optimization

Dear Mrs. Molin.

Your submission entitled "Permeate flux and resistance-in-series behavior analysis in ultrafiltration membranes treating anaerobic effluent in the context of biogas production optimization" has been received and will now be peer reviewed for possible publication in the journal Water Science and Technology

You will be able to check on the progress of your paper by logging on to Editorial Manager as an author. The URL is http://wst.edmgr.com/.

You will be notified of the reference number assigned to your submission within two weeks.

Thank you for submitting your work to this journal.

Kind regards,

The Editorial Office

Water Science and Technology