

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DA PARAÍBA
PRÓ-REITORIA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA
CENTRO DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E TECNOLOGIA
AMBIENTAL
DOUTORADO EM ENGENHARIA AMBIENTAL**

**RECUPERAÇÃO DA BIOMASSA DE ALGAS DE LAGOAS DE
ESTABILIZAÇÃO POR FLOTAÇÃO POR AR DISSOLVIDO**

DAYANA MELO TORRES

**CAMPINA GRANDE – PB
2017**

DAYANA MELO TORRES

**RECUPERAÇÃO DA BIOMASSA DE ALGAS DE LAGOAS DE
ESTABILIZAÇÃO POR FLOTAÇÃO POR AR DISSOLVIDO**

Tese de doutorado apresentada ao Programa de Pós-graduação em Ciência e Tecnologia Ambiental, da Universidade Estadual da Paraíba como parte dos requisitos necessários para obtenção do título de Doutor em Engenharia Ambiental.

Área de concentração: Tecnologias de Tratamento de Água e Resíduos.

Orientador: Prof. Dr. Rui de Oliveira.

Coorientador: Prof. Dr. André Luís Calado Araújo.

CAMPINA GRANDE – PB

2017

É expressamente proibido a comercialização deste documento, tanto na forma impressa como eletrônica. Sua reprodução total ou parcial é permitida exclusivamente para fins acadêmicos e científicos, desde que na reprodução figure a identificação do autor, título, instituição e ano da Tese.

T693r Torres, Dayana Melo.

Recuperação da biomassa de algas de lagoas de estabilização por flotação por ar dissolvido [manuscrito] / Dayana Melo Torres. - 2017
127 p.

Digitado.

Tese (Doutorado em Engenharia Ambiental) - Universidade Estadual da Paraíba, Centro de Ciências e Tecnologia, 2017.

"Orientação : Prof. Dr. Rui de Oliveira, Departamento de Engenharia Sanitária e Ambiental - CCT."

"Coorientação: Prof. Dr. André Luís Calado Araújo, UFRN - Universidade Federal do Rio Grande do Norte"

1. Lagoas de estabilização. 2. Biomassa. 3. Biodiesel. 4. Flotação. 5. Algas. 6. Biomassa de algas. 7. Flotação de ar dissolvido. 8. Flotação por ar dissolvido. 9. Tratamento de esgoto.

21. ed. CDD 628.3

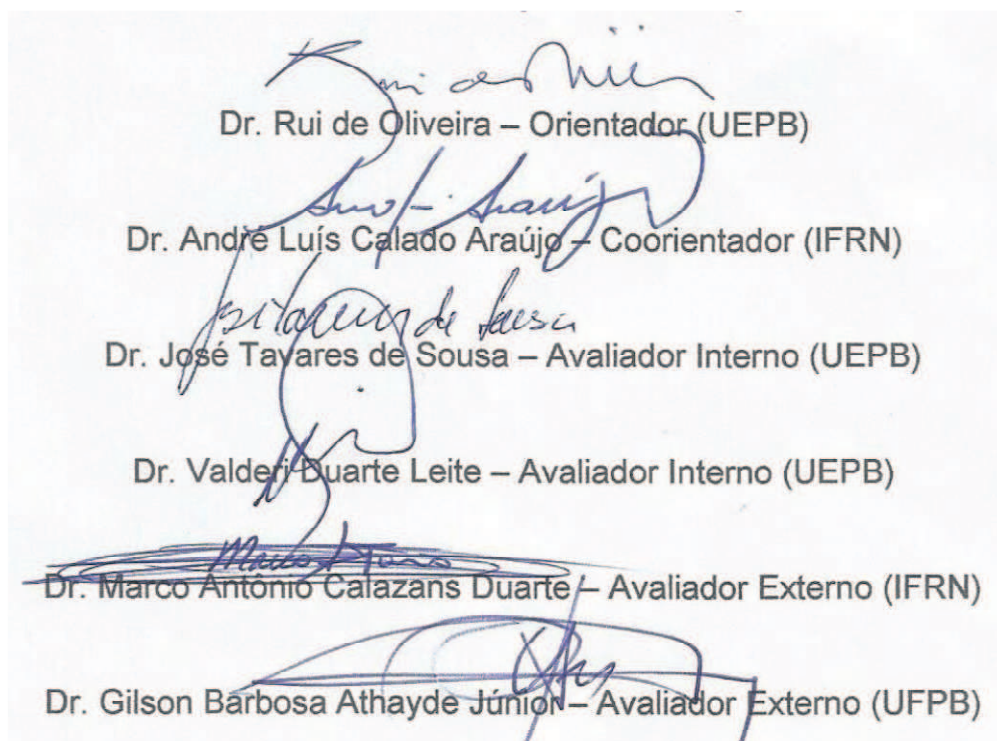
DAYANA MELO TORRES

RECUPERAÇÃO DA BIOMASSA DE ALGAS DE LAGOAS DE ESTABILIZAÇÃO POR FLOTAÇÃO POR AR DISSOLVIDO

Tese de doutorado apresentada ao Programa de Pós-graduação em Ciência e Tecnologia Ambiental, da Universidade Estadual da Paraíba como parte dos requisitos necessários para obtenção do título de Doutor em Engenharia Ambiental.

Área de concentração: Tecnologias de Tratamento de Água e Resíduos.

BANCA EXAMINADORA



CAMPINA GRANDE – PB

2017

*Dedico este trabalho a Deus, meu esposo
Wendell e nossa filha Letícia*

AGRADECIMENTOS

Primeiramente, a Deus por ter me guiado e orientado, fazendo com que eu jamais desistisse frente aos obstáculos da vida.

Aos meus pais, Raimundo e Maria Ivanilda, pela educação que me foi dada e apoio incondicional durante toda minha formação, assim como aos meus irmãos, Rafael e Taffarel.

A Wendell, meu amor, obrigada por tudo que você fez para que eu conseguisse chegar até aqui. Você abdicou dos seus sonhos em detrimento dos meus. Esses 4 anos e meio de doutorado só foram possíveis porque você estava comigo em todos os momentos. Obrigada pela nossa linda filha Letícia!

Ao professor Dr. Rui de Oliveira, pelos ensinamentos no âmbito profissional e pessoal. Obrigada por todas as orientações e por sempre ter estado ao meu lado durante minha estadia em Campina Grande.

Ao professor e amigo Dr. André Luís Calado Araújo, que sempre acreditou em mim desde a graduação, e me acompanhou em todas as etapas do doutorado, mesmo quando parecia impossível a conciliação do curso com o trabalho na época do IFAL. André, posso dizer que você é meu pai acadêmico. Jamais terei como agradecer por todas as oportunidades que você me deu e que me tornaram a profissional que sou hoje. Muito obrigada!

Ao professor Dr. Cícero Onofre de Andrade Neto, *in memoriam*, pelas contribuições neste trabalho e na minha vida acadêmica. A sua ausência hoje deixa não somente uma perda na engenharia sanitária brasileira, mas também a saudade de quem conviveu e aprendeu tantas coisas com o senhor.

Aos professores do PPCTA da UEPB que contribuíram para minha formação acadêmica.

À CAERN por conceder o acesso ao monitoramento da ETE Ponta Negra, em especial a Raulyson Araújo e Juliana Tinôco.

Aos mestres André Câmara e Keville Oliveira, meus companheiros de coleta e laboratório que estiveram presentes em todos os momentos da pesquisa me ajudando no que fosse preciso. Além disso, agradeço a todos os bolsistas de iniciação científica que auxiliaram na pesquisa, em especial a Jandson, Clécia, Janaina e Pryscilla.

Aos amigos do doutorado, em especial a Silvânia Santos, amiga querida que esteve comigo durante esses 4 anos e meio, e sempre foi solícita quando precisei dela para resolver qualquer problema em Campina Grande.

Ao IFRN e aos seus funcionários, por conceder seus laboratórios para a realização desta pesquisa, em especial aos técnicos Luciana e Douglnilson.

À UFRN, em especial ao Instituto de Química, que possibilitou a realização das análises do perfil lipídico das microalgas.

E, a todos que contribuíram direta ou indiretamente na realização deste trabalho.

“As pessoas esclarecidas e conscientes acreditam que as coisas não acontecem por acaso, mas conforme uma lei de causas e efeitos.”

Autor Desconhecido

RESUMO

Esta pesquisa avaliou o desempenho de um sistema de flotação por ar dissolvido (FAD) para a recuperação da biomassa algal dos efluentes de lagoas de estabilização localizadas no nordeste brasileiro e utilizadas para o tratamento de esgotos domésticos. A recuperação da biomassa tem por objetivo avaliar seu uso como matéria-prima para produção de biodiesel. Foram testados dois coagulantes, o policloreto de alumínio (PAC) e o cloreto férrico (CF), nas diferentes amostras de efluentes seguindo um delineamento experimental em fatorial aleatório (3^{4-1} - 4 fatores e 3 níveis), em triplicata. A análise fatorial mostrou que a dose de coagulante foi o fator mais importante nos experimentos com PAC tanto para a lagoa facultativa como para a de maturação. Para PAC, é possível trabalhar com o pH da amostra natural, dose de 100 mg/L, taxa de recirculação de 10% e tempo de floculação de 15 minutos, sendo capaz de recuperar uma biomassa de algas, em base seca, de cerca de 1609 kg/dia e 764 kg/dia para a lagoa facultativa e de maturação, respectivamente. A aplicação de CF na FAD foi mais eficiente, e o uso de coagulantes pode ser feito em quantidades menores, com concentração de 75 mg/L; no entanto, é necessária correção do pH para o valor de 5,5, gerando uma biomassa, em base seca, de 1099 kg/dia para a lagoa facultativa e 776 kg/dia para a lagoa de maturação. Os gêneros predominantes na biomassa das lagoas foram *Synechococcus* sp., *Synechocytis* sp. e *Chlorella* sp. A extração da fração lipídica da biomassa foi feita com agitador mecânico associado a ultrassom, utilizando n-hexano, sendo o extrato analisado através de técnicas espectroscópicas e termogravimétricas. O melhor rendimento (5,18%), em termos de material lipídico da biomassa, foi verificado nas amostras da lagoa facultativa com PAC. Os espectros de infravermelho e a cromatografia em camada delgada detectaram a presença de éster, ácidos graxos e triglicerídeos no extrato do material lipídico, e as análises de absorção atômica indicaram a presença de teores de ferro e alumínio na biomassa seca e residual. De acordo com os resultados obtidos nesta pesquisa conclui-se que o material lipídico extraído das microalgas identificadas na lagoa de estabilização tem o potencial de produzir um óleo rico em triglicerídeos que pode ser utilizado na produção de biodiesel.

Palavras-chaves: lagoas de estabilização, algas, flotação por ar dissolvido, biodiesel.

ABSTRACT

This research evaluated the performance of a flotation system for the recovery of the algal biomass of the stabilization pond effluents located in the Brazilian northeast and used for the treatment of domestic sewage. The biomass recovery aims to evaluate its use as a raw material for biodiesel production. Two coagulants, aluminum polychloride (PAC) and ferric chloride (CF), were tested in the different effluent samples following an experimental design in random factorial (3^{4-1} - 4 factors and 3 levels), in triplicate. The factorial analysis showed that the coagulant dose was the most important factor in the PAC experiments for facultative and maturation ponds. For PAC, it is possible to work with the pH of the natural sample, dosage of 100 mg/L, recirculation rate of 10% and flocculation time of 15 minutes, being able to recover a seaweed biomass on a dry basis of about 1609 kg/day and 764 kg/day for the facultative and maturation ponds, respectively. The application of CF in FAD was more efficient, and the use of coagulants can be done in smaller amounts, with a concentration of 75 mg/L; however, a pH correction of 5.5 is required, generating a biomass on a dry basis of 1099 kg/day for the facultative pond and 776 kg/day for the maturation pond. The predominant genera in the biomass of the ponds were *Synechococcus* sp., *Synechocytis* sp. and *Chlorella* sp. The extraction of the biomass lipid fraction was done with a mechanical stirrer associated with ultrasound, using n-hexane, the extract being analyzed through spectroscopic and thermogravimetric techniques. The best yield (5.18%), in terms of biomass lipid material, was verified in the samples of the facultative pond with PAC. Infrared spectra and thin layer chromatography detected the presence of ester, fatty acids and triglycerides in the extract of the lipid material, and the atomic absorption analyzes indicated the presence of iron and aluminum contents in the dry and residual biomass. According to the results obtained in this research it is concluded that the lipid material extracted from the microalgae identified in the stabilization pond has the potential to produce an oil rich in triglycerides that can be used in the production of biodiesel.

Keywords: stabilization ponds, algal, dissolved air flotation, biodiesel.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Fotografia aérea da ETE Ponta Negra (Natal).	41
Figura 2 – Desenho esquemático de aparelho <i>Jarteste</i> em escala de bancada.	45
Figura 3 – Desenho esquemático de aparelho flotatestes em escala de bancada.....	47
Figura 4 – Detalhe da câmara de saturação e manômetro do equipamento flotatestes..	48
Figura 5 – Biomassa seca macerada e peneirada da lagoa facultativa.....	53
Figura 6 – Biomassa seca macerada e peneirada da lagoa de maturação.....	53
Figura 7 – Amostra submetida a agitação magnética e ultrassom.	54
Figura 8 – Etapas de recuperação do material lipídico. (A) filtração simples; (B) amostra armazenada em balão de fundo chato (C) filtrado no evaporador rotativo (D) material lipídico concentrado.....	55
Figura 9 – Eficiência de remoção de turbidez, aplicando-se PAC no efluente de LF. ...	62
Figura 10 – Eficiência de remoção de turbidez, aplicando-se PAC no efluente de LM..	63
Figura 11 – Diagramas de Pareto para avaliação das variáveis resposta x variáveis operacionais em LF, utilizando PAC.....	66
Figura 12 – Limites, ao nível de 5%, para comparação entre médias de eficiência de remoção com a dose de PAC no efluente de LF.	68
Figura 13 – Diagramas de Pareto para avaliação das variáveis resposta x variáveis operacionais em LM, utilizando-se PAC.	68
Figura 14 – Limites, ao nível de 5%, para comparação entre médias de eficiência de remoção com a dose de PAC no efluente de LM.	73
Figura 15 – Eficiência de remoção de turbidez, aplicando-se CF no efluente de LF.....	75
Figura 16 – Eficiência de remoção de turbidez, aplicando-se CF no efluente de LM.	75
Figura 17 – Diagramas de Pareto para avaliação das variáveis resposta x variáveis operacionais na LF, utilizando-se CF.	79
Figura 18 – Limites, ao nível de 5%, para comparação entre médias de eficiência de remoção com o pH no efluente de LF.....	80
Figura 19 – Limites, ao nível de 5%, para comparação entre médias de eficiência de remoção com dose de CF no efluente de LF.....	78
Figura 20 – Diagramas de Pareto para avaliação das variáveis resposta x variáveis operacionais na LM, utilizando-se CF.....	83
Figura 21 – Limites, ao nível de 5%, para comparação entre médias de eficiência de remoção em relação ao pH no efluente de LM.	85
Figura 22 – Limites, ao nível de 5%, para comparação entre médias de eficiência de remoção em relação à dose de CF no efluente de LM	86
Figura 23 – Eficiência de remoção de clorofila <i>a</i> , aplicando-se PAC no efluente de LF.	88
Figura 24 – Eficiência de remoção de clorofila <i>a</i> , aplicando-se PAC no efluente de LM.	88
Figura 25 – Eficiência de remoção de clorofila <i>a</i> , aplicando-se CF no efluente de LF. .	89

Figura 26 – Eficiência de remoção de clorofila <i>a</i> , aplicando-se CF no efluente de LM..	90
Figura 27 – Limites, ao nível de 5%, para comparação entre médias de eficiência de remoção com dose de PAC e CF no efluente das lagoas.	88
Figura 28 – Influência do tipo e dose de coagulante na remoção de DQO, SS, turbidez, cor e clorofila <i>a</i> no efluente da lagoa facultativa.	93
Figura 29 – Influência do tipo e dose de coagulante na remoção de DQO, SS, turbidez, cor e clorofila <i>a</i> no efluente da lagoa de maturação.	94
Figura 30 – Frequência relativa quanto aos táxons de microalgas presentes no efluente da LF.	98
Figura 31 – Frequência relativa quanto aos táxons de microalgas presentes no efluente da LM.....	98
Figura 32 – Espectro de FTIR do óleo das microalgas em efluentes de LF e LM.	105
Figura 33 – Placa cromatográfica do extrato da LF, LF-PAC, LF-CF (A) e LM, LM-PAC e LM-CF (B).	106
Figura 34 – Curvas de TGA e DTG da biomassa da lagoa facultativa (A) e da lagoa de maturação (B).	108
Figura 35 – Curvas de TGA e DTG do extrato da biomassa da lagoa facultativa (A) e da lagoa de maturação (B).	110

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Espécies de algas presentes em lagoas facultativas e de maturação.	25
Tabela 2 – Caracterização física da ETE Ponta Negra	42
Tabela 3 – Indicadores físico-químicos analisados e respectivas metodologias.	43
Tabela 4 – Planejamento experimental para ensaios com o <i>Jarteste</i>	46
Tabela 5 – Variáveis testadas no processo de coagulação-floculação-flotação com uso de PAC.	49
Tabela 6 – Variáveis testadas no processo de coagulação-floculação-flotação com uso de FeCl_3	49
Tabela 7 – Planejamento experimental dos ensaios de FAD com uso de PAC.	50
Tabela 8 – Planejamento experimental dos ensaios de FAD com uso de FeCl_3	49
Tabela 9 – Caracterização físico-química média das lagoas monitoradas da ETE Ponta Negra (2014-2015).	59
Tabela 10 – Caracterização físico-química das lagoas da ETE Ponta Negra (2009-2011).	58
Tabela 11 – Resultados obtidos no pós-tratamento através de FAD, usando-se PAC, para o efluente de LF (valores absolutos e porcentagem de remoção). .	64
Tabela 12 – Resultados obtidos no pós-tratamento através de FAD, usando-se PAC, para o efluente de LM (valores absolutos e porcentagem de remoção).	70
Tabela 13 – Resultados obtidos no pós-tratamento através da FAD, usando-se CF, para o efluente de LF (valores absolutos e porcentagem de remoção).	77
Tabela 14 – Resultados obtidos no pós-tratamento através da FAD, usando-se CF, para o efluente da LM (valores absolutos e porcentagem de remoção). ...	79
Tabela 15 – Recuperação de sólidos suspensos totais em base seca, através de FAD nos efluentes da ETE Ponta Negra.	89
Tabela 16 – Espécies e gêneros presentes nas lagoas de estabilização estudadas.	95
Tabela 17 – Cargas orgânicas superficiais de DBO_5 e DQO na ETE Ponta Negra.	100
Tabela 18 – Biovolume para os táxons no efluente da LF.	98
Tabela 19 – Biovolume para os táxons no efluente da LM.	99
Tabela 20 – Rendimento médio para extração do óleo de microalgas.	103
Tabela 21 – Fator de retenção (R_f s) dos extratos das lagoas facultativa e de maturação	107
Tabela 22 – Eventos térmicos da biomassa das lagoas facultativa e de maturação.	109

Tabela 23 – Eventos térmicos do extrato da lagoa de facultativa e de maturação.	111
Tabela 24 – Resultado quantitativo de ferro e alumínio da biomassa seca e residual.....	112

LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

CAERN: Companhia de Águas e Esgotos do Rio Grande do Norte
CCD: Cromatografia em Camada Delgada
CF: Cloreto férrico
CO₂: Dióxido de carbono
CONAMA: Conselho Nacional de Meio Ambiente
CTGAS-ER: Centro de Tecnologia do Gás e Energias Renováveis-RN
DBO₅: Demanda bioquímica de oxigênio
DQO: Demanda Química de Oxigênio
EPA: *United States Environmental Protection Agency* (Agência de Proteção Ambiental dos Estados Unidos)
ETE: Estação de tratamento de esgotos
FAD: Flotação por ar dissolvido
FTIR: Infravermelho por transformada de Fourier
IFRN: Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio Grande do Norte
LF: Lagoa facultativa
LM: Lagoa de maturação
NBR: Norma Brasileira Regulamentadora
OD: Oxigênio dissolvido
PAC: Policloreto de alumínio
pH: Potencial hidrogeniônico
PNPB: Programa Nacional de Produção e Uso de Biodiesel
Rf: fator de retenção
RN: Rio Grande do Norte
SSF: Sólidos suspensos fixos
SST: Sólidos suspensos totais
SSV: Sólidos suspensos voláteis
TGA: Termogravimetria
DTG: Termogravimetria derivada
UFRN: Universidade Federal do Rio Grande do Norte

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	17
2. OBJETIVOS.....	19
2.1. Objetivo geral	19
2.2. Objetivos específicos	19
3. REVISÃO DE LITERATURA.....	20
3.1. Lagoas de Estabilização	20
3.2. Biomassa de algas em lagoas de estabilização	22
3.3. Flotação por ar dissolvido com pós-tratamento para efluentes de lagoas de estabilização.....	27
3.4. Alternativas tecnológicas para aproveitamento da biomassa de algas	34
4. MATERIAL E MÉTODOS	41
4.1. Caracterização do sistema de lagoas de estabilização.....	41
4.2. Amostragem e métodos analíticos	42
4.3. Delineamento experimental.....	45
4.3.1. Ensaios em Jarteste	45
4.3.2. Ensaios em Flotatestes	47
4.4. Testes para extração do óleo e caracterização da biomassa de algas	51
4.5. Análise de dados.....	57
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO	59
5.1. Caracterização dos efluentes	59
5.2. Ensaios de pós-tratamento nos efluentes	59
5.2.1. Pós-tratamento dos efluentes utilizando Policloreto de Alumínio	59
5.2.2. Pós-tratamento dos efluentes com Cloreto Férrico.....	74
5.2.3. Estimativa de biomassa de algas produzida.....	87
5.3. Avaliação da comunidade fitoplanctônica	94
5.4. Avaliação do potencial lipídico das microalgas	99
5.4.1. Rendimento das extrações	99
5.4.2. Espectroscopia de infravermelho.....	104
5.4.3. Análise do extrato por cromatografia em camada delgada (CCD).....	105
5.4.4. Análise por TGA da biomassa algal e do óleo extraído	107

5.4.5. Avaliação de metais pesados (alumínio e ferro)	111
5.5. Análise comparativa da biomassa de microalgas.....	112
6. CONCLUSÕES.....	116
7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	118

1. INTRODUÇÃO

Um dos principais pontos de discussão, relacionado a muitos problemas de cunho ambiental, principalmente nos países com baixos Índices de Desenvolvimento Humano (IDH), é a carência de saneamento básico e ambiental. O déficit de recursos hídricos e a crescente queda de qualidade dos mesmos, além da poluição dos solos são impactos ambientais que necessitam de medidas corretivas imediatas, sobretudo preventivas, com o intuito de preservar os recursos naturais para as gerações atuais e futuras.

Essa crescente queda de qualidade dos recursos hídricos remete a um dos principais aspectos causadores, a ausência de coleta, tratamento e destinação final adequada dos esgotos. A problemática ambiental concernente ao saneamento é evidente na sociedade atual.

Arbib et al. (2013) e Marin, Mendonza-Espinoza e Stephenson (2010) destacam que um dos principais aspectos ambientais causadores do processo de eutrofização são os efluentes domésticos, devido às elevadas concentrações de nutrientes, como nitrogênio e fósforo. Dessa forma, torna-se necessária a implantação de sistemas de tratamento de efluentes adequados e capazes de remover nutrientes, além de matéria orgânica e microrganismos.

Um dos principais sistemas de tratamento de efluentes, aplicados no Brasil, são as lagoas de estabilização, pois são vantajosas sob muitos aspectos, sobretudo, em virtude da simplicidade operacional. A totalidade de lagoas de estabilização no Rio Grande do Norte (RN) corresponde a 83 sistemas, sendo que 78 tratam esgotos domésticos, enquanto que os demais tratam esgotos industriais, lodos de tanques sépticos, ou, são aerados mecanicamente.

Os efluentes das lagoas de estabilização possuem elevada concentração de sólidos em suspensão, devido à presença de algas, o que pode prejudicar o reuso desses efluentes. Entretanto, vários estudos indicam a potencialidade da biomassa de algas como fonte energética. Mas, é fundamental que os processos de recuperação da biomassa dos efluentes sejam satisfatórios, tanto no âmbito econômico como ambiental.

Atualmente, o principal desafio de um sistema de tratamento de efluentes não está restrito à produção de efluentes aptos ao reuso, mas também à necessidade de viabilizar a produção de novos recursos e apoiar o desenvolvimento, tornando-os sistemas sustentáveis. A nova abordagem é combinar o tratamento de águas residuárias à produção de energia renovável, utilizando-se a biomassa algal.

A partir da otimização dos processos de recuperação da biomassa de algas, esta poderá ser utilizada para produção de energia, sobretudo de biocombustíveis. A inclusão de biocombustíveis no mercado é algo crescente e atual, demandada pelas frequentes crises no comércio dos combustíveis fósseis.

2. OBJETIVOS

2.1. Objetivo geral

O objetivo deste trabalho consiste em realizar o pós-tratamento de efluentes de lagoas de estabilização, através de flotação por ar dissolvido (FAD), visando avaliar os usos potenciais da biomassa de microalgas para a produção de biodiesel.

2.2. Objetivos específicos

- Caracterizar os efluentes das lagoas de estabilização estudadas;
- Realizar pós-tratamento através de FAD, em escala de bancada, em efluentes de lagoas de estabilização;
- Avaliar a influência das variáveis operacionais na eficiência da FAD;
- Indicar as condições operacionais mais adequadas para a operação de sistemas de FAD em escala real;
- Analisar as relações entre os aspectos físicos e operacionais das lagoas de estabilização com as espécies e gêneros de microalgas;
- Caracterizar o óleo extraído das microalgas, com vistas à sua utilização como biodiesel.

3. REVISÃO DE LITERATURA

3.1. Lagoas de Estabilização

Lagoas de estabilização são sistemas biológicos de tratamento de águas residuárias, capazes de remover quantidades significativas de matéria orgânica e microrganismos patogênicos e podem suportar cargas orgânicas e hidráulicas elevadas, além de não necessitarem de energia elétrica para sua operação.

A aplicação de lagoas de estabilização é viável principalmente em regiões de clima quente e que possuem grandes áreas disponíveis para sua implantação (VON SPERLING; CHERNICHARO, 2005; JORDÃO; PESSOA, 2009). Miwa (2007) comenta que é importante se destacar os aspectos físicos das lagoas e os parâmetros estabelecidos na concepção do projeto, todavia as condições climáticas são fatores indispensáveis na análise dos processos que acontecem dentro do sistema, visto que existe uma inter-relação entre a produção e a decomposição de matéria orgânica pela microbiota presente no reator.

De acordo com os aspectos físicos da lagoa de estabilização, podem existir diferentes processos físico-químicos e biológicos que influenciam no seu funcionamento e estabelecem a sua classificação em anaeróbias, facultativas e de maturação.

As lagoas anaeróbias são responsáveis pelo tratamento primário dos esgotos e são dimensionadas para receber cargas orgânicas elevadas (ARAÚJO et al., 2010). O processo de estabilização anaeróbia é lento e ocorre, basicamente, em duas etapas: hidrólise e formação de ácidos (atuação de bactérias acidogênicas), estabilização da matéria orgânica e formação de metano (atuação de bactérias metanogênicas) (VON SPERLING; CHERNICHARO, 2005). Apesar da área superficial ocupada por essa lagoa ser pequena, a profundidade da mesma é elevada, atingindo até cinco metros.

Nas lagoas facultativas existem regiões onde ocorrem processos fundamentalmente aeróbios, regiões onde ocorrem total anaerobiose e regiões onde ocorrem ambos (zona facultativa) (NAVAL; DOS SANTOS, 2001). Os microrganismos presentes são divididos e classificados de acordo com as

regiões que ocupam, ou seja, de acordo com o metabolismo realizado por eles. A zona aeróbia encontra-se na superfície da lagoa, a anaeróbia no fundo desta e na porção intermediária (zona facultativa) podem ocorrer ambos os processos; a predominância de aerobiose ou anaerobiose na zona facultativa dependerá da qualidade do esgoto destinado ao tratamento, da operação da lagoa, do horário e do comportamento climático (KELLNER; PIRES, 1998). As lagoas facultativas são responsáveis pela remoção de matéria orgânica e de patógenos dos esgotos.

Em lagoas facultativas a maior concentração de microalgas, e consequentemente, de oxigênio, encontra-se na superfície da lagoa, pois a competição por recursos luminosos nesta zona é diretamente influenciada pela luz. Concentrações elevadas de microalgas na superfície da massa líquida não permitem a incidência de feixes luminosos em maiores profundidades, resultando em condições de anaerobiose nas camadas mais profundas. As bactérias predominantes responsáveis pelos processos oxidativos são *Pseudomonas* spp., *Flavobacterium* spp. e *Alcaligenes* spp.

Nas lagoas de maturação o efluente possui baixa carga orgânica (DBO estabilizada) e o oxigênio dissolvido se faz presente em praticamente toda a massa líquida, visto que a profundidade é normalmente, entre 1,0 e 1,5 m, permitindo a entrada de luz até o fundo da lagoa. As lagoas de maturação são responsáveis pelo pós-tratamento dos esgotos e seu principal objetivo é promover a remoção de organismos patogênicos e, em menor escala, de nitrogênio e fósforo (KELLNER; PIRES, 1998; DIAS et al., 2014).

Von Sperling e Chernicharo (2005) descrevem que as lagoas de maturação possibilitam o polimento de efluentes, tendo como principal objetivo a remoção de organismos patogênicos, e não a remoção adicional de DBO, tornando-se vantajosa sua aplicação por ser um método econômico quanto à operação e manutenção.

Como a adoção de lagoas muito rasas aumenta significativamente a área necessária para a implantação do sistema de tratamento, pode ser conseguida uma razoável remoção de microrganismos sem aumentar a área

do terreno, associando lagoas primárias (anaeróbias ou facultativas) mais profundas com lagoas de maturação mais rasas.

Segundo Araújo e Duarte (2001) a possibilidade de combinar lagoas anaeróbias e facultativas profundas com lagoas de maturação mais rasas é uma solução eficiente para melhores operações, no entanto pode acarretar maus odores, os quais não são adequados em zona urbana.

Por mais propícias que sejam as condições climáticas é fundamental que a operação e a manutenção sejam eficientes, já que isso consiste em um dos principais fatores que influenciam na qualidade dos efluentes gerados. Silva Filho (2007) avaliou operação, manutenção e funcionamento de lagoas de estabilização em escala real no RN e foi constatado que existe uma defasagem operacional em praticamente todas as ETE, o que compromete a qualidade dos efluentes gerados. Dentre os problemas operacionais elencados por esse autor, destaca-se a ausência de tratamento preliminar em cerca de 50% das ETEs, desvio dos efluentes sem o devido tratamento para irrigação, ausência de operação e manutenção adequadas.

3.2. Biomassa de algas em lagoas de estabilização

Considerado um dos grupos mais diversificados entre os microrganismos e, devido à produção de oxigênio, as microalgas são responsáveis pela continuidade dos processos aeróbios nas lagoas de estabilização. Além disso, removem nutrientes como nitrogênio, fósforo e carbono para suprir suas necessidades nutricionais (MASSERET; BOURDIER; SARGOS, 2000).

König (2000) investigou gêneros de algas presentes em lagoas de estabilização no Nordeste brasileiro e constatou que carga orgânica das lagoas, condições climáticas, período do dia e o nível de tratamento possuem correlação direta com os indivíduos presentes na lagoa. No período de seca os gêneros mais comuns foram aqueles com maior capacidade de deslocamento ao longo da coluna de água, como *Euglena* sp., *Phacus* sp., *Pandorina* sp., *Chlamydomonas* sp. No inverno predominaram gêneros não flagelados como *Oscillatoria* sp., *Raphidiopsis* sp., *Scenedesmus* sp., *Oocystis* sp.,

Micractinium sp., *Coelastrum* sp. O tempo de residência e o fluxo afluyente são outros fatores que influenciam na distribuição espacial horizontal e vertical desses organismos, assim como na sequência temporal e no ciclo sazonal (REYNOLDS, 2006; FRANCESCHINI et al., 2010).

Fatores físico-químicos, como pH, CO₂, oxigênio dissolvido, temperatura e nutrientes são fundamentais para controlar a produção de algas em lagoas de estabilização. Todavia, as condições biológicas, como predação pelo zooplâncton, interferência de patógenos como vírus e fungos, também interferem na sobrevivência das espécies (PARK; CRAGGS; SHILTON, 2011a).

O parâmetro clorofila *a* serve como indicativo para a presença de algas em lagoas, pois a ocorrência da fotossíntese requer uma fonte de energia luminosa, neste caso, o Sol, bem como nutrientes disponíveis em concentrações adequadas e temperaturas favoráveis. Como a fotossíntese depende da energia solar, nas camadas mais superficiais têm-se altos índices de taxa fotossintética, e, conseqüentemente, altos índices de clorofila *a*, já que o ambiente encontra-se propício à reprodução das algas, existindo nutrientes em abundância, luz solar e temperaturas adequadas.

Conforme a profundidade da lagoa aumenta, a penetração da luz é menor, reduzindo a reprodução algal. Por isso, em lagoas anaeróbias, admite-se que a clorofila *a* é inexistente, em virtude das elevadas profundidades e das condições anaeróbias predominantes. Enquanto isso, nas lagoas facultativas, a presença de algas ocorre nas camadas mais superficiais, reduzindo as concentrações de acordo com o aumento da profundidade, em virtude da baixa incidência de luz e eventual ausência de oxigênio dissolvido (GONÇALVES, 2003).

Em lagoas de maturação também são observadas concentrações consideráveis de clorofila *a*, entretanto, em relação às lagoas facultativas, essas concentrações tendem a ser relativamente menores, pois a incidência de luz em quase toda a massa líquida pode provocar morte dos organismos fotossintetizantes, visto que lagoas de maturação com sobrecarga e com aspectos construtivos desfavoráveis podem apresentar aumento nos níveis de

clorofila *a*, fazendo com que a lagoa de maturação funcione como uma lagoa facultativa.

Diversos autores afirmam que a utilização de esgotos como meio nutritivo para produção de microalgas para fins energéticos é vantajosa, desde que se aperfeiçoe a produtividade nas lagoas, bem como os métodos de recuperação da biomassa e posterior conversão em biocombustível (BENEMANN, 2003; RAWAT et al., 2011).

Segundo Picot et al. (1991), o nitrogênio representa 7% do peso seco das algas, enquanto que o fósforo corresponde a 1%. Pode-se obter uma eficiência na remoção de nitrogênio amoniacal de 91%, em virtude da volatilização ou assimilação (CRAGGS; SUTHERLAND; CAMPBELL, 2012). A situação é diferente durante o período noturno, quando as concentrações no efluente aumentam, devido à menor taxa de nitrificação e de absorção.

Pham et al. (2014) estudaram a distribuição espacial da comunidade de algas numa lagoa de estabilização no Equador e constataram que a distribuição desses organismos estava associada diretamente com a concentração de DBO nas lagoas. Foi verificado que próximo à entrada da lagoa, região com elevada concentração de matéria orgânica, predominam espécies de microalgas que possuem boa mobilidade, como *Euglena* sp. e espécies do grupo Cryptophyta. Já nas proximidades da saída da lagoa, onde a concentração de matéria orgânica é menor, foram encontradas muitas espécies não móveis, como as pertencentes aos grupos Chlorophyta e Chrysophyta. Esses autores também verificaram que a abundância, a diversidade, a uniformidade e a riqueza de microalgas foram superiores em lagoas de maturação. A Tabela 1 apresenta as espécies identificadas pelos autores.

Tabela 1 – Espécies de algas presentes em lagoas facultativas e de maturação.

Grupo	Espécie	Lagoa facultativa	Lagoa de maturação	Volume celular (µm)	Características
Chlorophyta	<i>Actinastrum hantzschii</i>	+	+	38	Colonial
	<i>Chlamydomonas</i> sp.	+	+	2351	Flagelada, unicelular
	<i>Chlorella</i> sp.	+	+	489	Unicelular
	<i>Closteriopsis</i> sp.	-	+	713	Unicelular
	<i>Coelastrum microporum</i>	+	+	87	Colonial
	<i>Desmodesmus costato granulatus</i>	+	+	15	Unicelular, colonial
	<i>Eudorina elegans</i>	+	+	955	Flagelada, colonial
	<i>Korshikoviella</i> sp.	+	+	204	Unicelular
	<i>Micractinium pusillum</i>	-	+	58	Unicelular ou colonial com cerdas
	<i>Monoraphidium</i> sp.	+	+	99	Unicelular ou colonial
	<i>Oocystis</i> sp.	+	+	361	Unicelular ou colonial
	<i>Pandorina morum</i>	+	+	524	Flagelada, colonial
	<i>Planktosphaeria gelatinosa</i>	+	+	3444	Unicelular com mucilagem
	<i>Scenedesmus</i> sp.	+	+	495	Unicelular ou colonias com espinhos
	<i>Schroederia</i> sp.	+	+	1204	Unicelular
	Espécie não identificada	+	+	110	Não identificada, similar a Tetraedron sp.
	Espécie não identificada	+	+	795	Não identificada, similar a Pandorina sp.
	<i>Cyclotella</i> sp.	+	+	2106	Diatomácea, unicelular ou colonial
Chrysophyta	<i>Navicula</i> sp.	+	+	538	Diatomácea, unicelular
	<i>Nitzschia</i> sp.	-	+	82	Diatomácea, unicelular
Cryptophyta	<i>Chroomonas</i> sp.	+	+	132	Flagelada, unicelular
	<i>Cryptomonas</i> sp.	+	+	1345	Flagelada, unicelular
Cyanobacteria	<i>Merismopedia mínima</i>	+	+	0,5	Móvel, colonial
	<i>Oscillatoria</i> sp.	+	+	94	Filamentosa, móvel
Euglenophyta	<i>Colacium cyclopicola</i>	+	+	621	Flagelada, unicelular ou

				anexado a um grupo
<i>Euglena viridis</i> e <i>E. acus</i>	+	+	8468	Flagelada, unicelular
<i>Lepocinclis texta</i>	+	+	4312	Flagelada, unicelular
<i>Phacus pleuronectes</i> e <i>P. pyrum</i>	+	+	1900	Flagelada, unicelular
<i>Strombomonas acuminata</i>	+	+	10011	Flagelada, unicelular
<i>Trachelomonas volvocina</i> e <i>T. armata</i>	+	+	1651	Flagelada, unicelular

Fonte: adaptado de Pham *et al.* (2014).

Wu et al. (2014) afirmam que geralmente as microalgas cultivadas em águas residuárias podem ser divididas em microalgas fotoautotróficas e mixotróficas, de acordo com a fonte de carbono utilizada por elas. Microalgas fotoautotróficas assimilam carbono inorgânico, enquanto que microalgas mixotróficas assimilam tanto carbono inorgânico como carbono orgânico em águas residuárias. Exemplos de microalgas fotoautotróficas são *Botryococcus braunii*, *Chlorella vulgaris* e *Scenedesmus obliquus*. As microalgas fotoautotróficas parecem ser particularmente tolerantes às condições das águas residuárias, e conseqüentemente, são as mais utilizadas para a produção de biocombustíveis (XIN; HONG-YING; JIA, 2010 SYDNEY et al., 2011; PARK et al., 2012;). Microalgas verdes, como as dos gêneros *Chlorella* e *Scenedesmus*, são geralmente as espécies predominantes nas comunidades de microalgas em lagoas de estabilização (POWELL et al., 2008; POWELL et al., 2009).

Granado (2004) e Falco (2005) identificaram que lagoas de estabilização localizadas em São Paulo tinham predomínio de espécies do gênero *Chlorella*, e cerca de 40% das espécies pertenciam ao grupo das Chlorophyta. Cruz et al. (2004) compararam as variações de parâmetros físico-químicos e o fitoplâncton em lagoas de estabilização em Vitória/ES, e encontraram 18 táxons, havendo predomínio de 72% de Chlorophyceae. Soldatelli (2007) identificou a comunidade de algas em lagoas de estabilização em Caxias do Sul e encontrou um quantitativo de 242 táxons, tendo-se uma significativa representação de Chlorophyta, como *Chlamydomonas sp* e *Cosmarium sp*.

De Oliveira (2013) identificou 36 espécies de microalgas em lagoas de estabilização facultativas e de maturação no Ceará. As Chlorophyceae apresentaram a maior riqueza de espécies, com 38,8%, se seguido das Euglenophyceae com 30,5%, depois Cyanophyceae com 19,4% e Bacillariophyceae com 5,5%. Esse autor verificou que as cianobactérias dominam em densidade em todas as lagoas, e conforme o tratamento do efluente ocorre, há gradual crescimento da classe Cyanophyceae em detrimento das demais classes, de uma lagoa para outra, enquanto há amplo decréscimo da participação das algas verdes da primeira para a última lagoa. Também foi constatado que as alternâncias de comunidades e populações ocorre de acordo com a estação do ano e as comunidades dominantes divergem de acordo com a latitude.

3.3. Flotação por ar dissolvido com pós-tratamento para efluentes de lagoas de estabilização

As algas são dotadas de carga elétrica negativa e muitas espécies apresentam um diâmetro menor que 10 μm , por isso é importante que os processos de coagulação e de floculação sejam utilizados objetivando-se um ajuste ao tamanho e carga das células das algas (HENDERSON et al., 2010). Além disso, a densidade desses organismos é semelhante à da água (1,08 a 1,13 g/ml) (LAVOIE; DE LA NOÛE, 1987).

A coagulação de células de algas torna-se difícil, devido às suas características físicas e químicas amplamente variáveis, incluindo morfologia celular complexa, tais como apêndices que partem das células, evitando contato próximo entre estas (BERNHARDT; CLASEN, 1991; HENDERSON; PARSONS; JEFFERSON, 2008a). Além disso, tem-se a mobilidade celular, que permite a formação de flocos (PIETERSE; CLOOT, 1997), carga elétrica variável (HENDERSON; PARSONS; JEFFERSON, 2008b), ou matéria orgânica algogênica (MOA), interferindo na aglomeração e na complexação com coagulantes metálicos, propiciando aumento da carga elétrica negativa na superfície da célula. Como resultado, tem-se um aumento da concentração de

coagulante residual (BERNHARDT et al., 1985; TAKAARA et al., 2004; PIVOKONSKY, KLOUCEK, PIVOKONSKA ; 2006).

O processo de coagulação envolve a aplicação de produtos químicos para a precipitação de compostos em solução e desestabilização de dispersões coloidais de partículas sólidas, que, de outra maneira, não poderiam ser removidas por sedimentação, flotação ou filtração (RICHTER, 2012).

A coagulação pode ser considerada como um processo constituído de duas fases subsequentes: a primeira, a coagulação, propriamente dita, envolve a adição de coagulantes químicos com a finalidade de reduzir as forças que mantêm separadas as partículas em suspensão. A segunda fase, a floculação, promove colisões entre as partículas previamente desestabilizadas na coagulação, por efeito de transporte de fluido, formando partículas de maior tamanho, visíveis a olho nu: os flocos (RICHTER, 2012).

A maioria dos coagulantes existentes, como sulfato de alumínio, sulfato férrico, cloreto férrico e coagulantes polimerizados, como o policloreto de alumínio (PAC) têm mostrado resultados satisfatórios no tratamento de efluentes ricos em algas (TEIXEIRA; ROSA, 2006). Segundo esses autores, em experimentos de coagulação/floculação/sedimentação a dose de coagulante varia entre 2 e 20 mgAl₂O₃/L, enquanto que em experimentos de coagulação/floculação/flotação varia entre 1 e 7 mg/L. Dantas (2013) realizou ensaios de flotação com efluentes na ETE Ponta Negra, em Natal, variando-se as concentrações de coagulantes entre 100 mg/L e 150 mg/L.

A floculação pode ser definida como o processo de agregar partículas coaguladas ou desestabilizadas para formar maiores massas ou flocos, de modo a possibilitar sua separação por sedimentação ou flotação. Ao contrário da sedimentação, no processo de flotação é desejável a formação de um floco mais volumoso. A agregação é dependente da duração e da quantidade de energia aplicada (gradiente de velocidade) (RICHTER, 2012).

A floculação é um fenômeno complexo que envolve vários subprocessos que ocorrem sequencialmente ou simultaneamente. Destaca-se a mistura de partículas e polímeros ou solução de surfactante; a adsorção do polímero ou moléculas de surfactantes na superfície das partículas; a reconformação das

cadeias absorvidas na superfície; a formação de agregados como sal, polímero, ou surfactante; a ruptura dos flocos por cisalhamento; a reestruturação dos flocos; a refloculação dos flocos rompidos, e dessorção de polímero sob elevado cisalhamento (STECHEMESSER; DOBIAS, 2005).

Segundo esses autores, a distribuição do tamanho do floco depende fortemente dos processos anteriores e ocorre em função das características do sólido e polímero, solvente, solução química, temperatura e geometria do equipamento. Como resultado, o número de variáveis que afetam a distribuição do tamanho dos flocos é bastante elevado.

Segundo Henderson et al. (2008a) o tempo de floculação é significativamente reduzido, de 14 a 30 minutos na sedimentação para 5 a 8 minutos na flotação. De acordo com Jordão e Pessoa (2011), o gradiente pode variar entre 70 e 110 s⁻¹, para um tempo de detenção total entre 10 e 20 minutos, de acordo com a última revisão da ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (1992).

As principais técnicas para recuperação da biomassa de algas são centrifugação, filtração, sedimentação, floculação, flotação e eletroflotação (MOLINA-GRIMA et al., 2003). A flotação é um processo no qual a fase sólida, com uma densidade menor que a do líquido de suspensão, é separada do líquido, permitindo-a flutuar para a superfície. A redução da densidade é potencialmente aumentada devido à adesão de microbolhas de ar. Nesse processo, as bolhas de ar são geradas pela súbita redução de pressão na corrente líquida saturada de ar, proveniente da câmara de saturação (RICHTER, 2012). Esse é um dos mais antigos métodos para remoção de sólidos, óleos e graxas e materiais fibrosos no tratamento de esgoto. A remoção de sólidos suspensos e óleos e graxas pode atingir 99% (CHEREMISINOFF, 2002).

Segundo Rijk, van der Graaf e den Blanken (1994) é importante que as bolhas de ar produzidas sejam pequenas devido a determinados fatores, a saber:

- Com pequenas bolhas é possível um menor ângulo de contato quando comparado com bolhas maiores;

- Bolhas menores são incluídas nos flocos mais facilmente;
- A possibilidade de colisão e adesão entre a bolha e a partícula aumenta com o número de bolhas;
- Bolhas menores apresentam menor velocidade ascensional, resultando em maior tempo de detenção no flotador e, conseqüentemente, maior oportunidade de contato entre estas e as partículas a serem removidas (HELLER; PÁDUA, 2010);
- Velocidade ascensional e força de cisalhamento das bolhas grandes na aglomeração bolha/floco, que pode se romper.

Para a geração de microbolhas, utilizam-se válvulas e bocais com orifícios de pequeno diâmetro, os quais têm a finalidade de reduzir bruscamente a pressão na rede de água saturada. O fenômeno de cavitação que ocorre neste ponto, devido à súbita queda de pressão, é o responsável pela liberação de ar e vapor que implodem em microbolhas (RICHTER, 2012).

Flocos de algas são mais difíceis de estabilizar e são mal adensados pela força da gravidade. Portanto, a sedimentação deve ser operada por meio de baixas taxas, e, em geral, produz um lodo mais volumoso quando comparado à flotação. Entretanto, se a floculação for realizada na presença de microbolhas, resulta na rápida subida das algas agregadas para a superfície de onde são facilmente removidas (KOOPMAN; LINCOLN, 1983).

A vantagem da flotação em relação à sedimentação está, principalmente, devido à tendência das algas em flutuar, seu pequeno tamanho, baixa densidade da célula e carga superficial negativa (SHELFF; WACHS, 1974; EDZWALD, 1993; TEIXEIRA; ROSA, 2006). Dantas (2013) afirma que a flotação já vem sendo usada em alguns sistemas de tratamento de esgotos.

Dentre os tipos de flotação, uma que tem sido utilizada como pós-tratamento é a flotação por ar dissolvido (FAD), em que ocorre a injeção de água saturada com ar sob pressão no tanque de flotação, o qual se encontra à pressão atmosférica, ocorrendo a liberação de microbolhas. Segundo Lacerda et al. (1997), este tipo de flotação é o mais recomendado por minimizar a ruptura dos flocos formados na etapa de coagulação/floculação.

O uso de FAD pode necessitar ou não da aplicação de coagulantes e polímeros e muitas pesquisas vêm sendo realizadas com o intuito de minimizar os custos com produtos químicos e energia. Lacerda et al. (1997) otimizaram a operação do sistema de flotação para o tratamento de água de um manancial com elevada concentração de algas, e obtiveram resultados satisfatórios. Tem sido verificado que os polímeros catiônicos de alto peso molecular, em concentrações entre 3 e 10 mg/L, apresentaram as melhores eficiências. Como a superfície celular das algas tende à negatividade, a adição de polímeros catiônicos neutraliza a carga e favorece a agregação destas células por floculação.

Na flotação a dose de coagulantes e polímeros pode ser reduzida, já que não há a necessidade de produzir flocos grandes. O efluente é mais clarificado e o lodo produzido mais adensado (FABRETI, 2006).

Foi realizada uma estimativa dos custos de reagentes associados ao tratamento de efluentes de lagoas de alta taxa por meio da flotação. Dependendo das características do efluente, para cada m³ de efluente tratado gasta-se entre R\$ 0,09 e 0,23 com produtos químicos (MONTEGGIA; TESSELE, 2001).

Tessele et al. (2005) estudaram a flotação por ar dissolvido (FAD) para polimento do efluente final da ETE Samambaia/DF e atingiram remoções globais acima de 90% para DBO₅, sólidos suspensos e fósforo total. Fabreti (2006) realizou testes comparando a sedimentação e a flotação na remoção de algas de efluentes de lagoas da ETE de Lins-SP, em escalas de bancada e piloto, bem como os tipos de coagulantes utilizados no processo físico-químico, indicando a flotação como melhor processo de separação sólido-líquido e o sulfato de alumínio como reagente de maior potencial técnico. Resultados compatíveis com os obtidos por Teixeira e Rosa (2006), que também compararam os dois processos e concluíram que a coagulação seguida de floculação e flotação é mais eficiente do que a sedimentação na remoção de clorofila *a*, cujos resultados apresentaram eficiência de remoção entre 93 e 98%.

De acordo com Henderson, Parsons e Jefferson (2010), a densidade de carga das espécies de algas aumenta com o aumento do pH, em virtude da dissociação dos grupos de ácido carboxílico. Além disso, uma boa remoção de células, entre 94 e 99%, ocorreu para todas as espécies de algas, mediante a aplicação de sulfato de alumínio. Os autores também verificaram uma forte correlação entre a densidade de carga e a dose de coagulante para todas as espécies de algas em pH 7.

Além do uso do coagulante adequado, para que o processo de FAD seja eficiente, é necessário que se garantam as condições ótimas de pH de coagulação e de dose do coagulante (EDZWALD; WINGLER, 1990), de maneira que os flocos formados tenham características adequadas (tamanho, densidade e carga) para proporcionar uma melhor agregação entre as microbolhas de ar e os flocos.

O uso da flotação associada a outras técnicas também pode apresentar bons resultados de remoção de algas, como no trabalho realizado por Teixeira e Rosa (2006), em que foi empregado um processo de flotação seguido por nanofiltração, atingindo eficiências de 100% de remoção de clorofila *a* e microcistinas.

Coward et al. (2013) explicam que eletrocoagulação e eletroflotação utilizam-se da oxidação eletroquímica de um eletrodo metálico consumível para desestabilizar eletricamente as algas em suspensão. Segundo Uduman et al. (2010) essas técnicas possuem limitações devido aos elevados gastos energéticos e de manutenção.

Para Henderson, Parsons e Jefferson (2010), Yap et al. (2014), Bui e Han (2015) a tecnologia comumente aplicada para remoção de algas é a coagulação, seguida de floculação e FAD. Para que a flotação seja satisfatória, as partículas suspensas devem possuir diâmetro na faixa de, aproximadamente, de 10 a 30 μm (EDZWALD, 1993) e uma carga de superfície que se aproxime da neutralidade (HAN *et al.*, 2001), o que equivale a um potencial Zeta entre -10 mV e +5 mV (HENDERSON; PARSONS; JEFFERSON, 2008a), para garantir colisão e fixação eficazes entre bolha e partícula.

De acordo com Cabanelas et al. (2013) a produção de microalgas é economicamente viável quando associada ao tratamento de águas residuárias, e as ETEs são consideradas um valioso meio para o cultivo de biomassa de algas. O cultivo de *Chlorella vulgaris* por esses autores possibilitou uma geração de biomassa que variou de 39 a 195 mg/L.dia.

Na FAD a seleção de coagulante é uma etapa fundamental. O uso de PAC tende a recuperar mais de 80% de 18 tipos de algas e o cloreto férrico também vem sendo utilizado na remoção de microalgas (TSENG et al., 1996). Além disso, a pressão na câmara de saturação, a taxa de recirculação e o pH são fatores importantes para o processo de flotação de flocos de algas. Através da FAD Smith, Yang e Wharton (1991) demonstraram que *Chlorella vulgaris* pode ser efetivamente removida utilizando-se sulfato de alumínio. Para Chen, Liu e Ju. (1998) a eficiência de flotação com PAC é satisfatória na faixa de pH de 5,0-8,0.

Segundo Pittman, Dean e Osundeko (2011) a utilização de polímeros catiônicos encarece o pós-tratamento através da FAD e pode afetar negativamente a autofloculação, ou seja, a agregação espontânea de partículas, resultando na sedimentação das microalgas.

Lei et al. (2015) utilizaram um biofloculante extraído da microalga *Cobetia marina* para remoção de *Chlorella vulgaris* através da floculação seguida de flotação, e obtiveram uma eficiência de 93% para a dose de 20 mg/L. O biofloculante era estável numa ampla faixa de pH e temperatura, o que é vantajoso para a sua aplicação sob várias condições.

A manipulação da carga de superfície da bolha, em oposição à de partículas, tem recebido atenção como uma alternativa à coagulação/floculação (HAN; KIM; AHN, 2006; BUI; HAN, 2015). Bui e Han (2015) obtiveram remoções de 85% para *Phormidium* sp. e de 93% para clorofila *a*, utilizando bolhas carregadas positivamente e produzidas a uma pressão de 6 bar, com taxa de recirculação de 30%. Entretanto, há poucos estudos sobre o mecanismo de colisão de bolhas e os agregados de células filamentosas, bem como condições ótimas para a remoção de algas filamentosas.

Dependendo do tipo de sistema, o fluxo pode ser pressurizado por meio de uma simples bomba de ar comprimido. O fluxo é mantido em um tanque de retenção sob pressão (2 a 6 atm), para permitir que o ar se dissolva. O líquido pressurizado é então inserido através de uma válvula redutora de pressão para o tanque de flotação, onde o ar é liberado na forma de pequenas bolhas em todo o volume do líquido (BRATBY, 1983; CHERNICARO, 2001).

Bui e Han (2015) também descobriram que bolhas carregadas positivamente propiciavam remoção mais eficiente de algas, devido à colisão das bolhas com as células filamentosas ocorrer através do rompimento da cadeia de células e fixação individual das algas menores às bolhas, que, em seguida, flutuam à superfície.

Uma das vantagens da FAD é proporcionar a formação de bolhas com tamanho reduzido, da ordem de 10 a 100 μ m. Quanto menor o tamanho da bolha melhor é a eficiência, pois maior será a área interfacial bolha-partícula (METCALF; EDDY, 2002; MASSI et al., 2008).

3.4. Alternativas tecnológicas para aproveitamento da biomassa de algas

O aproveitamento da biomassa de algas em lagoas de estabilização é vantajoso sob os pontos de vista ambiental, sanitário e econômico, já que, depois do pós-tratamento, o efluente possuirá melhor qualidade, além da possibilidade da geração de renda a partir da produtividade energética, assim como obtenção de outros subprodutos, como pigmentos.

As algas cultivadas sob condições controladas podem produzir cerca de 20 vezes mais óleo por hectare do que as culturas oleaginosas terrestres, tais como soja e canola (SHEEHAN et al., 1998; CHISTI, 2007; PARK; CRAGGS; SHILTON, 2011b). Estima-se que o rendimento do óleo de algas seja entre 20.000 e 80.000 L/ha.ano, dependendo da (s) espécie (s) cultivada (s) (DEMIRBAS, 2010). O biodiesel tem a vantagem de ser atóxico e biodegradável com uma menor emissão de gases de efeito estufa quando queimado em motores diesel (DEMIRBAS; FATIH DEMIRBAS, 2011; LAM; LEE, 2012).

A biomassa de algas pode ser diretamente associada a quantidades significativas de lipídeos que são aplicáveis para a produção de biodiesel. Além disso, rejeitos de tal processo podem ser utilizados como substrato orgânico para a digestão anaeróbia, subsidiando a produção de metano. Dessa forma, a biomassa pode ser aplicada para a produção de energia de formas direta através de produção de calor e eletricidade, ou indireta pela conversão a biocombustíveis (MIZSEY; RACZ, 2010).

Essa abordagem inovadora pode representar uma alternativa sustentável para o setor de saneamento (CRAGGS et al., 2011; PARK; CRAGGS, 2011; PARK et al., 2011b; RAS et al., 2011; RAWAT et al., 2011; ASSEMAN et al., 2013). Neste modelo, o custo do tratamento é compensado com a produção de biomassa, que pode gerar produtos energéticos valiosos, que por sua vez, também podem resultar em significativo impacto econômico na sociedade (MIZSEY; RACZ, 2010; RAWAT et al., 2011).

Kligerman e Bouwer (2015) afirmam que usando apenas águas residuárias domésticas de 40% dos municípios brasileiros, a produção de biodiesel no Brasil aumentaria em 21,4%. Além disso, a utilização de águas residuárias torna-se uma alternativa economicamente atrativa com a receita da venda de biodiesel e supera os custos de produção em, pelo menos, 10%. Como resultado, o Brasil poderia facilmente aumentar a sua atual produção de biodiesel e, simultaneamente, melhorar sua cobertura de esgotamento sanitário.

No Brasil, sobretudo no Nordeste brasileiro, o número de lagoas facultativas e de maturação é significativo, devido à simplicidade operacional e demais vantagens. A partir de pressões de órgãos ambientais, a remoção das algas nos efluentes finais em sistemas de lagoas de estabilização, passou a ter maior relevância. A exemplo disso, cita-se a Resolução do Conselho Nacional de Meio Ambiente (CONAMA) nº 430 de 2011 (BRASIL, 2011), a qual trata sobre padrões de lançamento de efluentes e aborda a necessidade de remoção das algas do efluente final, a fim de atingir as concentrações preconizadas na referida Resolução.

O cultivo de microalgas realizado em águas residuárias agrega diversos benefícios ambientais aliados ao uso de fontes alternativas de energia. Muitos estudos, desenvolvidos por Gerardo et al. (2015) e Assemany et al. (2016), afirmam que na produção de energia através de microalgas, a biomassa deve ser aproveitada de forma integrada no âmbito do conceito de biorrefinaria, ou seja, aproveitamento de energia, calor e produtos de valor agregado. Diante desse contexto, além das diferentes formas de gerar energia, a recuperação de fertilizantes e de água tratada faz com que o processo seja sustentável economicamente.

De acordo com Lam e Lee (2012) a cultura de microalgas como matéria prima alternativa para a produção de biocombustíveis tem recebido muita atenção nos últimos anos, devido à sua elevada taxa de crescimento e capacidade de acumular grande quantidade de lipídeos e carboidratos dentro de suas células para produção de biodiesel e bioetanol, respectivamente. Além disso, oferece vários benefícios ambientais, como a utilização eficiente do solo, o sequestro de CO₂ e o tratamento de águas residuárias (ROBERTS et al., 2013).

Microalgas crescem cerca de 100 vezes mais rápido do que as plantas terrestres, e podem dobrar a sua biomassa em menos de um dia (TREDICI, 2010). Algumas cepas são capazes de acumular grande quantidade de lipídeos intracelular, que pode ser convertido em biodiesel (CHISTI, 2007). Lam e Lee (2012) apontam que, nos últimos anos, o potencial e a perspectiva de produção de microalgas para o desenvolvimento sustentável da produção de energia têm sido extensivamente pesquisados, apontando-o como fonte de combustível para o futuro.

O cultivo de microalgas em escala industrial para a produção de biocombustíveis requer uma quantidade substancial de nutrientes, principalmente nitrogênio e fósforo, normalmente obtidos a partir de produtos químicos inorgânicos. O cultivo de microalgas através do tratamento de águas residuárias é uma maneira mais barata e reduz o uso de fertilizantes químicos (CLARENS et al., 2010). Lam e Lee (2012) afirmam que existem poucas pesquisas nessa área, e ainda com algumas incertezas como, por exemplo, em

relação à contaminação por vírus e bactérias e as concentrações de nutrientes nos efluentes que podem afetar o crescimento das microalgas.

Sheehan et al. (1998) e Xin et al. (2010) verificaram que o teor de lipídeos, na maioria das microalgas, encontra-se na faixa de 10 a 30%. Wu et al. (2014) afirmam que elevado teor de lipídeos pode ser obtido em efluentes domésticos submetidos a tratamento secundário.

A biomassa e a produtividade lipídica de diferentes espécies de microalgas aumentam, geralmente, com o aumento da concentração de nitrogênio e de fósforo nas águas residuárias, entretanto, algumas espécies de microalgas também alcançam elevada produção de biomassa submetidos a baixa concentração de nutrientes, tais como *Botryococcus braunii* no estudo de Sydney et al. (2011). Wu et al. (2014) também verificaram através de outros estudos que a produtividade lipídica média tem relação com a produtividade média de biomassa. Além disso, a biomassa e a produção de lipídeos obtida a partir de microalgas cultivadas em águas residuárias eram compatíveis à obtida a partir do meio de cultura artificial.

A utilização de uma vasta gama de microalgas, tais como espécies dos gêneros *Chlorella*, *Scenedesmus*, *Phormidium*, *Botryococcus*, *Chlamydomonas* e *Spirulina*, para o tratamento de águas residuárias domésticas, tem sido relatada como eficaz e promissora (OLGUÍN, 2003; CHINNASAMY et al., 2010; KONG et al., 2010; WANG et al., 2010).

Silva et al. (2014) realizaram experimentos em lagoas de estabilização, testando diferentes métodos de extração de lipídeos e concluíram que o rompimento celular pode aumentar a eficiência na extração de lipídeos totais de microalgas, visando posterior conversão destes em biodiesel.

Segundo Chisti (2007), Amaro, Guedes e Malcata (2011) e Halim et al. (2012), de acordo com a espécie e com as condições ambientais os teores de lipídeos nas células de microalgas podem variar de 15 a 77%. Além disso, a extração desses lipídeos não acarreta custos elevados de energia, já que é empregada a transesterificação (LAM; LEE, 2012).

Handler et al. (2014) sugerem que é fundamental o aprofundamento das pesquisas na produção de algas nas ETEs, bem como no processo de

recuperação da biomassa, contribuindo para a produção de quantidades comercialmente significativas de biocombustíveis.

Lam e Lee (2012) apontam uma estimativa realista para a produção de biomassa de microalgas, que se situa entre 15 e 25 t/ha.ano. A produção de lipídeos, sem otimizar as condições de crescimento, é de cerca de 4,5 a 7,5 t/ha.ano, assumindo um teor de lipídeos de 30% em células de microalgas. Este montante é mais elevado do que a produção a partir de outras fontes, como a soja (0,4 t/ha.ano), óleo de palma (3,6 t/ha.ano), e *Jatropha* sp. (4,1 t/ha.ano).

Em 2003, o governo brasileiro criou o Programa Nacional de Produção e Uso de Biodiesel (PNPB), sendo organizada a cadeia produtiva, definidas as linhas de financiamento, estruturada a base tecnológica e editado o marco regulatório do combustível. O PNPB foi uma resposta ao elevado preço do petróleo bruto, mas também foi motivado por aspectos sociais e ambientais, tais como o aumento da criação de empregos e da utilização de combustível “amigo do ambiente” (BIODIESEL, 2015). A partir da Lei Federal nº 11.097, de 13 de janeiro de 2005, foi estabelecida a obrigatoriedade da adição de um percentual mínimo de biodiesel ao óleo diesel comercializado em todo o território nacional. A referida lei condicionou um percentual obrigatório de 5%, a ser atingido em até oito anos após a publicação da legislação, ou seja, até o ano de 2013, havendo um percentual obrigatório intermediário de 2%, três anos após a publicação da mesma.

O resultado dessa lei resultou em aumento de 2,72 milhões de m³ para 11 milhões de m³ em 2012, e, atualmente, o Brasil é o terceiro maior produtor de biodiesel, depois dos Estados Unidos e Argentina. Esta produção corresponde a somente 40% da capacidade instalada. Em 2011, o Brasil utilizou 785,4 mil m³ de biodiesel, tornando-se o maior consumidor mundial (BRASIL, 2011).

Chisti (2007) estimou o custo máximo para o óleo de algas em comparação com o preço do petróleo de acordo com a Equação 1.

$$C = 6,9.10^{-3}.P$$

Equação 1

Onde:

C = custo do litro do óleo de algas

P = preço do barril de petróleo

Kligerman e Bouwer (2015) comentam que o Brasil já explora técnicas de tratamento de águas residuárias que produzem algas, embora estes processos não tenham sido ainda ligados à produção de biodiesel. As lagoas de estabilização e as lagoas de alta taxa são bons exemplos. Nesses sistemas as algas são eficientes na remoção de nitrogênio e de fósforo e desempenham um papel importante no tratamento terciário das águas residuárias (PITTMAN; DEAN; OSUNDEKO, 2011; ABDEL-ROUF; AL-HOMAIDAN; IBRAHEEM, 2012; CABANELAS et al., 2013). Com o crescente interesse em algas, há uma preocupação sobre os custos de coagulantes químicos e as consequências ambientais e econômicas da sua utilização para as algas e para a extração de lipídeos.

Os pontos críticos para avaliar métodos de extração de lipídeos são: toxicidade, gasto energético, quantidade e qualidade do óleo produzido, custos da tecnologia e necessidade de tecnologia complementar. A tecnologia mais conhecida para a extração de óleo é a utilização de solventes. No entanto, esta tecnologia precisa ser complementada por outros métodos. Normalmente, quando a transesterificação é realizada com óleo de algas, o rendimento de biodiesel é cerca de 80% do volume do óleo de algas usado (EL-SHIMI et al., 2013).

O processo de transesterificação para obtenção de biodiesel a partir de óleo de algas produz biodiesel e glicerina. De acordo com El-Shimi et al. (2013), o melhor rendimento obtido experimentalmente foi de 84,7 L de biodiesel para 100 L de óleo de algas.

A extração química com solvente é o método mais comum usado para remover o conteúdo lipídico da biomassa de microalgas, visto que o solvente químico tem alta seletividade e solubilidade lipídica. Rajan et al. (2010) afirmam

que os lipídeos podem ser extraídos por meio de difusão através da parede celular das microalgas.

No Brasil, um estudo recente realizado por Silva et al. (2014), usou uma extração de solvente químico através do método modificado de Bligh e Dyer (1959). Uma amostra de células de algas foi dividida em dois grupos, amostras úmidas e secas. Para a amostra seca, antes da liofilização foi realizado o rompimento das células por ultrassonicação e microondas. O grupo de biomassa úmida foi liofilizado após a ruptura celular. O rompimento da biomassa foi efetuado utilizando eletroflotação por corrente alternada (EFCA) e autoclave. O microondas apresentou os maiores rendimentos de lipídeos ($33,7 \pm 5,3\%$), seguido pela EFCA com $24,8 \pm 7,1\%$. O processo de autoclave alcançou $15,4 \pm 2,3\%$ e o de ultrassonicação foi $13,3 \pm 3,0\%$ (SILVA et al., 2014).

Kligerman e Bouwer (2015) estimam que é viável economicamente a produção de biodiesel de algas através do tratamento de águas residuárias em lagoas de estabilização, já que o custo total é estimado entre US\$ 19,30 e US\$ 25,30 por ano por habitante, com um fluxo de receita de US\$ 28,12 por ano por habitante, gerando uma margem de lucro de pelo menos 10%.

4. MATERIAL E MÉTODOS

4.1. Caracterização do sistema de lagoas de estabilização

A pesquisa foi realizada na ETE Ponta Negra (Figura 2), localizada no município de Natal, Rio Grande do Norte ($5^{\circ} 47' 42''$ de latitude Sul e $35^{\circ} 12' 34''$ de longitude Oeste). A ETE possui uma lagoa facultativa, seguida de duas lagoas de maturação em série, e foi dimensionada para uma vazão média de final de plano de 95 L/s ($8.200 \text{ m}^3/\text{d}$) quando não era operada por misturadores mecânicos superficiais no início da lagoa facultativa. Após a ampliação, com diminuição da borda livre das lagoas, aumento do diâmetro das tubulações e implementação de novos dispositivos para tratamento preliminar, sua vazão passou a ser de 134 L/s ($11.578 \text{ m}^3/\text{d}$) (CAERN, 2016)¹.

Figura 1 – Fotografia aérea da ETE Ponta Negra (Natal).



Foto: Ronaldo Diniz (2012)

A ETE Ponta Negra possui tratamento preliminar constituído por gradeamento e caixas de areia, bem como medidor Parshall, provido de medidor ultrassônico de vazão. O efluente final é disposto no solo em valas de infiltração.

¹ Comunicação pessoal.

As características físicas das lagoas da ETE Ponta Negra são apresentadas na Tabela 2. É importante destacar que o projeto do sistema foi elaborado para que a primeira lagoa fosse uma lagoa facultativa primária, entretanto, meses antes do início da pesquisa foram instalados 12 aeradores mecânicos superficiais, dispostos ao longo do primeiro terço da lagoa. A função desses aeradores é contribuir com a mistura na entrada do reator, a fim de minimizar o surgimento de zonas mortas, bem como ressuspensão do lodo para a superfície. Durante o andamento da pesquisa, aproximadamente, na metade dos experimentos, foi observado que os aeradores foram sendo gradativamente desativados, chegando a uma condição de nenhum estar funcionando ao final da pesquisa.

Tabela 2 – Caracterização física da ETE Ponta Negra

Características	Reatores		
	LF	LM1	LM2
Área (m ²)	55.174	28.038	28.600
Volume (m ³)	110.348	42.057	43.889
Profundidade (m)	2,0	1,5	1,5
TDH (dia)	9,5	3,6	3,7

4.2. Amostragem e métodos analíticos

As amostras foram coletadas semanalmente no período da manhã, às 8 horas, sempre nas mesmas caixas de distribuição de vazão dos efluentes da lagoas facultativa, denominada por LF, da e segunda de maturação, que corresponde ao efluente final da ETE Ponta Negra, denominada por LM. Destaca-se que as amostras destinadas às análises físico-químicas foram armazenadas em recipientes de polietileno e posteriormente, acondicionadas em caixas térmicas mantendo-se uma temperatura de, aproximadamente, 4°C, a fim de que seus componentes químicos e biológicos fossem preservados. As coletas e análises iniciaram-se em dezembro de 2014 e foram finalizadas em agosto de 2016.

Os indicadores físico-químicos analisados e os respectivos métodos analíticos estão apresentadas na Tabela 3, sendo as análises realizadas no

Laboratório de Saneamento Ambiental do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio Grande do Norte (IFRN), Campus Natal Central.

Tabela 3 – Indicadores físico-químicos analisados e respectivas metodologias.

Variáveis	Unidade	Método	Referência
Temperatura	°C	Termômetro com filamento de mercúrio	APHA, AWWA e WEF (2005)
pH	-	Potenciométrico	
Sólidos suspensos totais	mg/L	Gravimétrico – Filtração a vácuo e secagem a 103°C – 105°C	
Oxigênio dissolvido	mg/L	Titulométrico – Método de Winkler ou iodométrico	
DQO	mg/L	Titulométrico – Digestão por refluxação fechada	
Turbidez	uNT	Turbidímetro	
Cor aparente	uH	Colorimétrico	
Nitrogênio amoniacal	mg/L	Titulométrico – Destilação em macro-Kjeldahl	
Nitrogênio orgânico	mg/L	Titulométrico – Digestão em macro-Kjeldahl e destilação	
NTK	mg/L	Macro-Kjeldahl	
Fósforo total	mg/L	Espectrofotométrico – Digestão ácida – ácido ascórbico.	
Ortofosfato	mg/L	Espectrofotométrico – ácido ascórbico	
Clorofila a	µg/L	Espectrofotométrico – Extração com metanol	JONES (1979)

A maior parte das análises laboratoriais nos experimentos de FAD foi realizada em triplicata, com exceção das análises da série de nitrogênio e de fósforo, as quais foram, em cada experimento, baseadas em amostras compostas formadas por alíquotas de 200 mL de cada câmara.

Para a identificação e contagem do fitoplâncton foram coletadas amostras com frequência mensal, fixadas com solução de lugol acético. As observações das amostras foram realizadas utilizando-se microscópio óptico Olympus (aumento de 1000x) e microscópio invertido Nikon Eclipse TS100

(aumento de 400x) para a contagem e identificação, sempre que possível, em nível de espécie, através da análise de características morfológicas e morfométricas. Os indivíduos (células, colônias, cenóbios, filamentos) foram enumerados em campos aleatórios (UHELINGER, 1964), utilizando a técnica de sedimentação (UTERMÖHL, 1958), sendo contados, pelo menos, 100 espécimes da espécie mais frequente ($p < 0,05$, LUND et al., 1958). O volume sedimentado foi definido de acordo com a concentração de algas e/ou detritos.

A densidade específica de algas foi calculada de acordo com Villafañe e Reid (1995) e expressa em cel/mL:

$$D = \frac{N}{V_c} \quad \text{Equação 2}$$

Sendo V_c :

$$V_c = \frac{A_c \times V}{A_t} \quad \text{Equação 3}$$

Onde:

D: Densidade específica (cel.mL^{-1})

N: Número de células contadas

V_c : Volume contado (mL)

A_c : Área contada

V: Volume da amostra (volume sedimentado na câmara de Utermöhl)

A_t : Área total da câmara de contagem

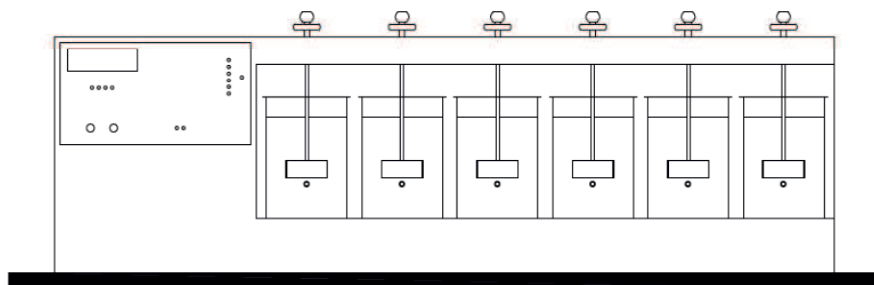
O biovolume (mm^3/L) foi calculado a partir de modelos geométricos aproximados (HILLEBRAND et al., 1999), assumindo a unidade de peso fresco expressa em massa no qual $1 \text{ mm}^3/\text{L} = 1 \text{ mg/L}$ (WETZEL; LIKENS, 2000). As espécies abundantes foram definidas como aquelas que contribuem com mais de 5% para a biomassa total.

4.3. Delineamento experimental

4.3.1. Ensaios em Jarteste

Os ensaios em equipamento tipo *Jarteste* foram realizados para avaliar de maneira preliminar cada tipo de amostra e as faixas mais adequadas de pH e dosagens de coagulantes a serem testados nos ensaios posteriores com FAD. Foram realizados 60 ensaios nessa etapa. Utilizou-se um equipamento de *Jarteste* constituído por 6 jarros de acrílico, com capacidade de 2 litros em cada reator (Figura 2).

Figura 2 – Desenho esquemático de aparelho *Jarteste* em escala de bancada.



Nessa etapa foram utilizados os coagulantes, policloreto de alumínio (PAC) com 30% de alumínio e cloreto férrico (FeCl_3), ambos com faixas de dose entre 25 e 150 mg/L. Para o PAC a faixa de pH avaliada variou entre 6,5 e 8,5, enquanto que para o cloreto férrico a faixa de testes foi entre 5,0 e 7,5 (Tabela 4). Esses valores de pH foram escolhidos de acordo com experimentos anteriores realizados com os efluentes estudados (DANTAS, 2013).

Tabela 4 – Planejamento experimental para ensaios com o *Jarteste*.

Experimento	PAC		FeCl ₃	
	pH	Dose (mg/L)	pH	Dose (mg/L)
1	6,5	25	5,0	25
2		50		50
3		75		75
4		100		100
5		125		125
6		150		150
7	7,0	25	5,5	25
8		50		50
9		75		75
10		100		100
11		125		125
12		150		150
13	7,5	25	6,0	25
14		50		50
15		75		75
16		100		100
17		125		125
18		150		150
19	8,0	25	6,5	25
20		50		50
21		75		75
22		100		100
23		125		125
24		150		150
25	8,5	25	7,0	25
26		50		50
27		75		75
28		100		100
29		125		125
30		150		150

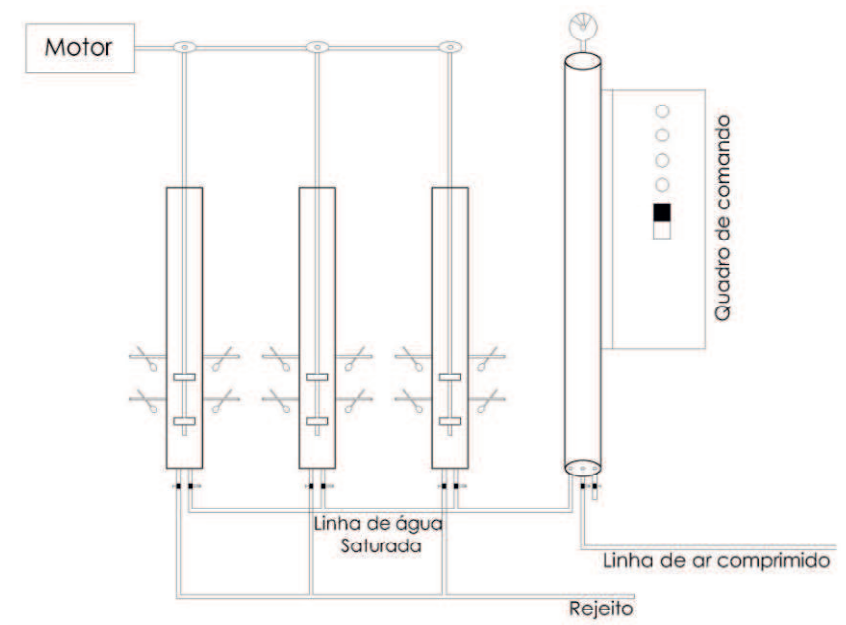
As variáveis operacionais que não sofreram variação foram os gradientes de velocidade da mistura rápida (237 s^{-1}) e mistura lenta (18 s^{-1}), e respectivos tempos de contato, que foram 20 e 15 minutos, respectivamente. A

partir desses experimentos, foram avaliadas a dimensão dos flocos durante a floculação e a eficiência das diferentes combinações quanto à remoção de turbidez, através do método nefelométrico. Esses dados foram subsídios para o planejamento experimental dos ensaios de coagulação-floculação-flotação, descritos a seguir.

4.3.2. Ensaios em Flotateste

Os ensaios de pós-tratamento com o flotateste em batelada foram realizados com o equipamento esquematizado na Figura 3, o qual possui três colunas de flotação (reatores) com capacidade para 3 litros cada, e uma câmara de saturação com capacidade para 4 litros, todas confeccionadas em acrílico transparente para melhor visualização dos processos. Cada reator era provido de uma haste metálica interligada ao misturador com mostrador digital para permitir o emprego de uma rotação predeterminada resultando em diferentes gradientes de velocidade, através de inversor de frequência.

Figura 3 – Desenho esquemático de aparelho flotateste em escala de bancada.



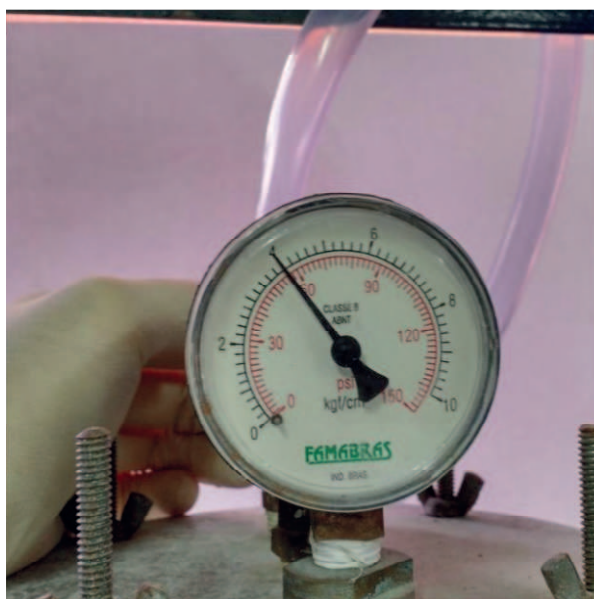
Para a mistura rápida foi adotado um gradiente de velocidade de 274 s^{-1} , durante 20 segundos, enquanto que para a mistura lenta foi fixado um

gradiente de 63 s^{-1} , variando-se o tempo de floculação. A pressão na câmara de saturação (Figura 4a) era controlada por uma válvula para manter constante o valor de 4 bar (Figura 4b) por um tempo de 20 minutos. Foram testadas diversas condições a fim de identificar aquelas que maximizem as eficiências de remoção da biomassa algal: dose de coagulante, pH, taxa de recirculação e tempo de mistura lenta. A correção do pH das amostras foi feita por meio do uso de soluções de ácido sulfúrico e hidróxido de sódio.

Figura 4 – Detalhe da câmara de saturação e manômetro do equipamento flotateste.



(a) Câmara de saturação



(b) Medidor de pressão

Para a realização dos ensaios com FAD foi feito um planejamento experimental aplicado tanto para o coagulante policloreto de alumínio (PAC) como para o cloreto férrico, envolvendo os fatores pH, concentração de coagulante, taxa de recirculação da água saturada e tempo de floculação (Tabelas 5 e 6). Estes fatores foram variados em três níveis (-, 0 e +), em todas as etapas realizadas, para a determinação das condições operacionais ótimas.

Tabela 5 – Variáveis testadas no processo de coagulação-floculação-flotação com uso de PAC.

Variáveis	Nível		
	-	0	+
pH	7,0	7,5	8,0
Concentração de coagulante (mg/L)	50	75	100
Taxa de recirculação (%)	10	20	30
Tempo de floculação (min)	10	15	20

Tabela 6 – Variáveis testadas no processo de coagulação-floculação-flotação com uso de FeCl_3 .

Variáveis	Nível		
	-	0	+
pH	5,0	5,5	6,0
Concentração de coagulante (mg/L)	50	75	100
Taxa de recirculação (%)	10	20	30
Tempo de floculação (min)	10	15	20

Os valores adotados foram verificados através dos testes realizados em *Jarteste*, e conforme resultados obtidos através de tratamento estatístico, o qual será explanado posteriormente. Segundo Finch e Smith (1986), um planejamento experimental permite extrair eficientemente a informação desejada utilizando um número mínimo de testes.

Os ensaios foram realizados em triplicata e planejados em fatorial aleatório, utilizando o critério k^{a-1} , em que k é o número de níveis e a é o número de fatores, resultando, no presente caso, em 81 ensaios ($3^{4-1} = 27$ ensaios x 3 réplicas) para cada coagulante e para cada tipo de lagoa, conforme Tabelas 7 e 8. Como foram coletadas amostras de dois efluentes (facultativa primária e lagoa de maturação - efluente final), no total, foram realizados 162 ensaios.

Tabela 7 – Planejamento experimental dos ensaios de FAD com uso de PAC.

Teste	pH	Dose de coagulante (mg/L)	Taxa de recirculação (%)	Tempo de floculação (min)
6	7	75	30	10
23	8	75	20	20
25	8	100	10	20
18	7,5	100	30	15
5	7	75	20	15
21	8	50	30	20
17	7,5	100	20	20
8	7	100	20	10
27	8	100	30	10
12	7,5	50	30	10
7	7	100	10	15
22	8	75	10	10
16	7,5	100	10	10
19	8	50	10	15
15	7,5	75	30	20
14	7,5	75	20	10
11	7,5	50	20	15
9	7	100	30	20
4	7	75	10	20
2	7	50	20	20
26	8	100	20	15
3	7	50	30	15
10	7,5	50	10	20
20	8	50	20	10
1	7	50	10	10
13	7,5	75	10	15
24	8	75	30	15

Tabela 8 – Planejamento experimental dos ensaios de FAD com uso de FeCl_3 .

Teste	pH	Coagulante (mg/L)	Taxa de recirculação (%)	Tempo de floculação (min)
3	5,0	50	30	15
16	5,5	100	10	10
15	5,5	75	30	20
12	5,5	50	30	10
6	5,0	75	30	10
20	6,0	50	20	10
10	5,5	50	10	20
26	6,0	100	20	15
17	5,5	100	20	20
22	6,0	75	10	10
18	5,5	100	30	15
8	5,0	100	20	10
1	5,0	50	10	10
27	6,0	100	30	10
4	5,0	75	10	20
23	6,0	75	20	20
14	5,5	75	20	10
19	6,0	50	10	15
13	5,5	75	10	15
11	5,5	50	20	15
24	6,0	75	30	15
7	5,0	100	10	15
25	6,0	100	10	20
21	6,0	50	30	20
2	5,0	50	20	20
9	5,0	100	30	20
5	5,0	75	20	15

4.4. Testes para extração do óleo e caracterização da biomassa de algas

Os principais procedimentos para a extração de óleo de microalgas incluem os de caráter mecânico com emprego de ultrassom, micro-ondas, autoclave, homogeneizadores, soxhlet e moinhos. Os métodos não mecânicos,

englobam o uso de solventes orgânicos (n-hexano, clorofórmio, isopropanol e metanol), choques osmóticos e enzimas. Contudo, para aumentar a eficiência e eficácia com baixo custo, são associados métodos mecânicos e químicos (CRAVOTTO et al., 2008; MATA; MARTINS; CAETANO, 2010; HARUM et al., 2011; HALIM; DANQUAH; WEBLEY, 2012).

Com base nos resultados de otimização do processo de recuperação da biomassa de algas foram feitos experimentos para separar a parte sólida da líquida no flotatestes, e esta fração sólida foi submetida aos experimentos para extração do óleo. Além disso, a recuperação da biomassa de algas também foi realizada sem o uso de coagulantes (biomassa *in natura*) através de centrifugação e desidratação em estufa a 60 °C, a fim de que as cadeias de ácidos graxos fossem preservadas. Após isto, foram feitos ensaios para extração do óleo de microalgas utilizando-se n-hexano como solvente acoplado a técnicas mecânicas de ultrassom e agitação magnética, já que diversas fontes bibliográficas, conforme mencionado anteriormente, apontam que a junção dos dois procedimentos viabiliza a extração de óleo com mais facilidade e com melhor qualidade.

Para a extração do material lipídico foram utilizadas seis amostras de biomassa de algas. Dentre essas amostras estão as que apresentam coagulantes (provenientes do processo de flotação) e as que não apresentam coagulantes (provenientes do processo de centrifugação). Elas foram denominadas da seguinte forma:

- LF: lagoa facultativa, sem adição de coagulante;
- LM: lagoa de maturação, sem adição de coagulante;
- LF-PAC: lagoa facultativa com policloreto de alumínio;
- LF-CF: lagoa facultativa com cloreto férrico;
- LM-PAC: lagoa de maturação com policloreto de alumínio;
- LM-CF: lagoa de maturação com cloreto férrico;

As amostras para esses experimentos foram coletadas entre maio e agosto de 2016, totalizando 18 coletas. Cada amostra passou pelo processo de maceramento com o auxílio de um almofariz e pistilo e depois foram

submetidas a peneiramento a uma abertura de 48 Mesh (300 μ m) (Figuras 5 e 6).

Figura 5 – Biomassa seca macerada e peneirada da lagoa facultativa.

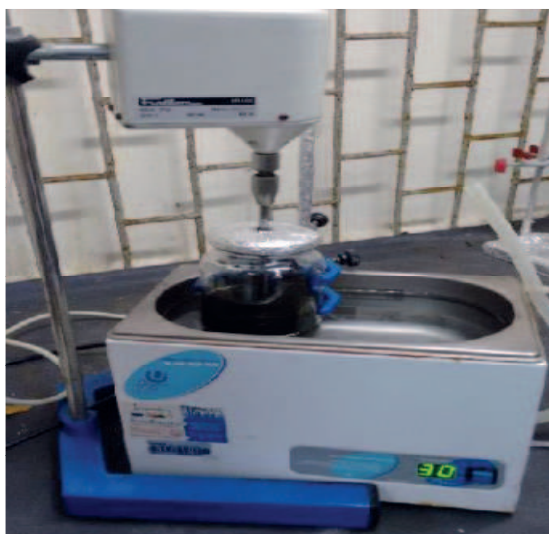


Figura 6 – Biomassa seca macerada e peneirada da lagoa de maturação.



Em seguida, foi pesado 1 grama de cada amostra da biomassa seca e adicionados 210 ml de n-hexano. Após esse procedimento, cada amostra foi submetida à agitação mecânica a 1500 rpm em banho ultrassônico de 40 kHz, por 2h e 30 minutos (Figura 7).

Figura 7 – Amostra submetida a agitação magnética e ultrassom.



Posteriormente, a solução do material lipídico de cada amostra foi submetida a um sistema de filtração simples com papel filtro e colocada em um balão de fundo chato de 250ml, previamente pesado, para quantificar o rendimento da reação. O filtrado foi colocado em um evaporador rotativo durante 10 min a 70°C para a total evaporação do n-hexano. Por fim, o material lipídico concentrado no balão foi pesado em balança analítica e transferido para um recipiente devidamente etiquetado e armazenado sob refrigeração. Todas as etapas envolvidas na recuperação do material lipídico são ilustradas na Figura 8A-8D.

A extração do óleo foi realizada no Instituto de Química da Universidade Federal do Rio Grande do Norte.

Figura 8 – Etapas de recuperação do material lipídico. (A) filtração simples; (B) amostra armazenada em balão de fundo chato (C) filtrado no evaporador rotativo (D) material lipídico concentrado.



O cálculo do rendimento foi realizado através da Equação 4:

$$R(\%) = \frac{ML}{MB} \times 100$$

Equação 4

Onde:

R (%): porcentagem do rendimento;

ML: massa do material lipídico após a extração (mg);

MB: massa da biomassa seca usada (mg).

Todas as amostras foram submetidas à quantificação de metais pesados, especificamente alumínio e ferro, a fim de avaliar a quantidade desses constituintes na biomassa seca bruta e residual (após extração do óleo). Tal avaliação é importante para saber até que ponto esses metais provenientes do processo de coagulação e flotação podem interferir na qualidade do óleo de microalgas produzido. A quantificação foi realizada no CTGAS-ER (Centro de Tecnologia do Gás e Energias Renováveis-RN), realizando previamente a A metodologia utilizada foi procedida com abertura das amostras em meio ácido, de acordo com EPA 3051A e análise realizada por espectrofotometria de absorção atômica modo chama e forno de grafite, conforme as metodologias 3113B para alumínio e 3111B para ferro, segundo APHA, AWWA e WEF (2005).

A avaliação do extrato do óleo também foi baseada em análises de Infravermelho e Cromatografia em Camada Delgada (CCD) no Instituto de Química da Universidade Federal do Rio Grande do Norte. Para o Infravermelho foi feita uma preparação da amostra com dissolução do material lipídico em diclorometano e deposição dessa solução sobre um disco de KBr, mantidas em repouso até a total evaporação do solvente e decorrente formação de um filme fino sobre a pastilha. A análise por FTIR (infravermelho por transformada de Fourier) foi realizada em espectrofotômetro, modelo IRAffinity, faixa espectral $700 - 4000\text{cm}^{-1}$, fabricado por Shimadzu, acoplado a um módulo HATR MIRacle com prisma de ZnSe, fabricado por PIKE Technologies. Os espectros foram obtidos com número de scans igual a 32 e resolução de 4cm^{-1} .

As análises de Cromatografia em Camada Delgada (CCD) foram realizadas usando placas de alumínio ALUGRAM SIL G/UV₂₅₄ de 20x20 cm de dimensões da marca MACHEREY – NAGEL ativadas a 100°C. Em seguida, foram aplicados sobre as placas cromatográficas o óleo de soja (padrão), ácido esteárico diluído para obtenção de R_fs padrão dos triglicerídeos e ácidos graxos, respectivamente. Posteriormente, a placa foi colocada em uma cuba de vidro alta vertical com tampa 66x60x100mm para que ocorresse a eluição com a fase móvel hexano/éter etílico/ácido acético glacial (80:20:1). A placa

cromatográfica foi revelada com vapor de iodo e o R_f das manchas obtido e determinado pela Equação 5. O fator de retenção (R_f) é a razão entre a distância percorrida pela substância em questão (d_s) e a distância percorrida pela fase móvel (d_m).

$$R_f = \frac{d_s}{d_m} \quad \text{Equação 5}$$

A fim de traçar uma estimativa da porcentagem de teor lipídico na biomassa das lagoas de estabilização, foram realizadas análises de termogravimetria (TGA) no CTGAS-ER com a biomassa seca, bem como no óleo extraído no Instituto de Química da UFRN. Essas análises possibilitaram a quantificação não somente do teor lipídico mas também de proteínas e carboidratos, o que se torna fundamental quando se pretende avaliar as possibilidades de reaproveitamento da biomassa residual para produção de outros subprodutos energéticos, como biogás e bioetanol (JAIN e SHARMA, 2011). Para ambas as análises foi utilizado equipamento SDT-Q600 de marca TA Instruments, com faixa de temperatura ambiente a 1000 °C; taxa de aquecimento de 20 °C/min; atmosfera de N₂; vazão do gás de 50 ml/min; cadinho de platina; quantidade de material aproximada de 15 mg.

4.5. Análise de dados

Foi realizada análise estatística descritiva dos dados dos efluentes das lagoas facultativa (LF) e de maturação (efluente final) (LM), de forma a verificar a tendência central, amplitude e dispersão dos mesmos, obtendo-se média aritmética, mediana, máximos, mínimos e desvios padrões para todos os parâmetros analisados nas amostras. Aliado a estatística descritiva, realizaram-se testes de normalidade ($W > 0,9$), juntamente com o teste de Shapiro-Wilk's.

Os dados de turbidez obtidos através dos experimentos no *Jarteste* foram avaliados de maneira comparativa com as variáveis operacionais objetivando-se obter as melhores faixas de pH e dosagens de coagulantes. Os dados obtidos nos experimentos realizados no *flotateste* foram analisados através de Diagramas de Pareto, visto que esta ferramenta permite indicar

quais os parâmetros e interações têm influências significativas sobre cada variável resposta considerada. Através desse diagrama é possível visualizar a relação ação/benefício, ou seja, priorizar a ação que trará o melhor resultado. A partir do diagrama podem-se identificar quais parâmetros operacionais mais influenciam na recuperação da biomassa de algas. Essas interações podem ter efeito linear ou quadrático.

Foi aplicada análise de variância (ANOVA) e o teste de Tukey para verificar as diferenças significativas entre as médias dos diferentes conjuntos amostrais de acordo com o tipo de configuração utilizada.

A avaliação da comunidade fitoplanctônica foi realizada a fim de mensurar a frequência absoluta e relativa de céls/mL. Também foi calculado o biovolume para os indivíduos identificados nas amostras.

Os cálculos dos rendimentos médios foram feitos através de média aritmética, e os resultados obtidos nas análises espectroscópicas e termogravimétricas foram analisados conjuntamente e de forma comparativa entre as amostras.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1. Caracterização dos efluentes

Os dados obtidos nas amostras dos efluentes das lagoas facultativa (LF) e de maturação (LM) tenderam à normalidade, com valores de W iguais ou acima de 0,90 e “p” (significância) abaixo de 5%. Isso indica que a média aritmética pode ser utilizada como medida de tendência central para os indicadores monitorados. Os parâmetros estatísticos descritivos estimados para os indicadores físico-químicos monitorados, com destaque para os valores médios, mínimos e máximos são apresentados na Tabela 9.

Tabela 9 – Caracterização físico-química média das lagoas monitoradas da ETE Ponta Negra (2014-2015).

Parâmetros	LF	LM
pH	7,2 (6,8-7,7)	7,3 (6,8-7,6)
OD (mg/L)	1,6 (0-3,4)	1,3 (0,6-3,6)
Temperatura (°C)	28,1 (26-29,9)	27,9 (25,6-29,5)
DQO (mg/L)	383 (291-489)	282 (201-372)
Sólidos suspensos (SS) (mg/L)	161 (107-220)	106 (80-146)
Turbidez (UNT)	305 (160-482)	219 (156-264)
Cor (uH)	3481 (2720-4140)	2365 (1830-3350)
Clorofila a (µg/L)	2133 (1014-4646)	1212 (630-1699)
N-amônia (mg/L)	23,6 (19,4-32,8)	23,3 (19,3-33,3)
N-orgânico (mg/L)	4,7 (1,5-11,9)	4,6 (1,5-9,9)
NTK (mg/L)	28,4 (21,4-41,3)	27,9 (21,8-41,3)
Fósforo total (mg/L)	6,3 (1,9-11,9)	6,7 (2,3-9,9)
Ortofosfato solúvel (mg/L)	0,2 (0-0,6)	0,2 (0 - 0,5)

O pH médio em LF foi de 7,2 e em LM foi de 7,3 que, de acordo com a ANOVA, identificou-se que essas médias não são estatisticamente diferentes entre os reatores. As concentrações médias de OD também não foram estatisticamente diferentes, ao nível de 5%, sendo de 1,6 mg/L para LF e de

1,3 para LM. A concentração de OD em LM pode indicar uma sobrecarga nessa lagoa, conforme destacado por Araújo et al. (2010). Não foram verificadas variações significativas nas temperaturas médias das lagoas, as quais variaram entre, aproximadamente 26 e 30 °C.

Araújo et al. (2010) caracterizou os reatores da ETE Ponta Negra e obteve os resultados apresentados na Tabela 10. Nota-se que houve uma diferença entre as concentrações de OD obtidas pelo autor e os resultados obtidos nesta pesquisa, demonstrando que a elevada carga orgânica pode ser um dos motivos para índices de OD baixos. A sobrecarga orgânica pode estar associada a diversos fatores como altas concentrações de DBO afluente observadas na região; utilização de taxas superestimadas de degradação de esgoto bruto; utilização de modelos hidráulicos inadequados; superestimação da eficiência dos reatores na remoção de matéria orgânica; sistemas com alcance de projeto já ultrapassado; operação e manutenção inadequadas e elevada produção fitoplanctônica.

Tabela 10 – Caracterização físico-química das lagoas da ETE Ponta Negra (2009-2011).

Reator	pH	T (°C)	OD (mg/L)	DQO (mg/L)	SST (mg/L)	SSV (mg/L)	SSF (mg/L)	Clorofila a (µg/l)
LF	7,7 (7,2-8,6)	28,4 (25,7-32,0)	3,6 (1,0-6,6)	354 (171-705)	202 (138-257)	160 (92-213)	42 (18-79)	1036 (174-1539)
LM1	7,7 (7,1-8,6)	28,2 (26,0-31,1)	3,9 (0,5-7,7)	324 (142-514)	185 (124-261)	148 (84-207)	37 (20-78)	862 (351-1419)
LM2	7,8 (7,3-8,9)	29 (26,1-33,3)	3,9 (0,4-7,0)	254 (57-593)	166 (98-237)	103 (72-129)	63 (26-108)	691 (227-1521)

Fonte: Araújo et al. (2010).

Comparando-se as concentrações de DQO aqui obtidas com as encontradas em anos anteriores (ARAÚJO et al., 2010; TORRES, 2011), é possível constatar esse aumento da carga orgânica, tendo-se uma concentração no efluente final de 282 mg/L, valor considerado elevado para sistemas de lagoas de estabilização. Além disso, concentrações de sólidos suspensos totais, turbidez e clorofila a foram elevados, devido à significativa presença de algas, o que pode causar prejuízos ambientais e sanitários, de acordo com destinação dada. Nesse sentido, torna-se fundamental a remoção

desses sólidos através de um pós-tratamento, para que o efluente pós-tratado e a biomassa extraída sejam utilizados.

As concentrações de nutrientes nos efluentes encontraram-se dentro dos valores comumente observados em lagoas de estabilização em escala real. Na LF a concentração média de amônia foi de 23,6 mgN/L e de nitrogênio orgânico igual a 4,7 mgN/L; na LM foram obtidos 23,3 mgN/L de amônia e 4,6 de nitrogênio orgânico. Como os valores de pH e OD mostraram-se baixos, é possível constatar que somente uma pequena parcela da amônia seja volatilizada nos reatores.

As concentrações médias de fósforo total e ortofosfato solúvel na LF foram de 6,2 mgP/L e 0,2 mgP/L, respectivamente. Os baixos níveis de ortofosfato solúvel na LF ocorrem devido à incorporação desse elemento na biomassa algal, justificado pelas concentrações de clorofila *a* (média de 2133 µg/l). Na LM os valores obtidos para esses parâmetros foram semelhantes estatisticamente.

5.2. Ensaios de pós-tratamento nos efluentes

Foram realizados ensaios de pós-tratamento em *Jarteste* e *flotatestes*, utilizando-se os coagulantes policloreto de alumínio (PAC) e cloreto férrico (CF).

5.2.1. Pós-tratamento dos efluentes utilizando Policloreto de Alumínio

Os experimentos preliminares realizados no *Jarteste* permitiram aperfeiçoar as condições operacionais das variáveis pH e dose de coagulante, mantendo-se constante o tempo e o gradiente de velocidade, tanto na mistura rápida como na mistura lenta. A avaliação da eficiência nessa etapa foi feita através do indicador turbidez, devido à rapidez na detecção do método e à representatividade desse indicador em relação à presença de partículas em suspensão que, no caso de lagoas de estabilização, são majoritariamente representadas pelas algas.

Tanto para o efluente da lagoa facultativa como para o da lagoa de maturação foi constatado que o valor do pH não influenciou na remoção de

turbidez, enquanto que a dose do coagulante na faixa de 40 a 80 mg/L favoreceu melhores níveis de eficiência. Isso é um indicativo importante para o pós-tratamento do efluente com PAC, já que se pode optar por tratá-lo em condições naturais, sem a necessidade de correção de pH, gerando economia de custos.

Através das Figuras 9 e 10 é possível verificar a eficiência de remoção de turbidez nos ensaios em *Jarteste* para a lagoa facultativa e lagoa de maturação, respectivamente.

Figura 9 – Eficiência de remoção de turbidez, aplicando-se PAC no efluente de LF.

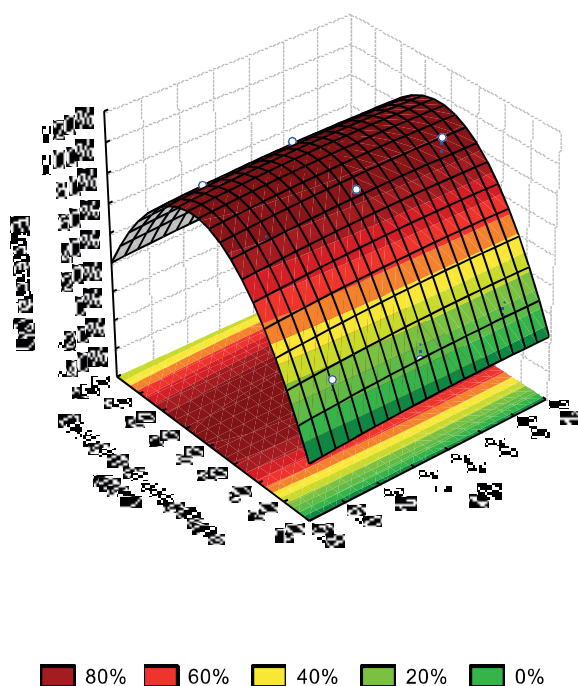
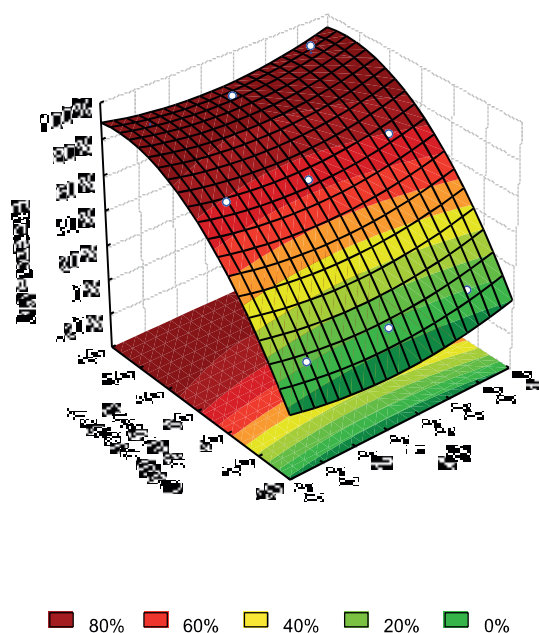


Figura 10 – Eficiência de remoção de turbidez, aplicando-se PAC no efluente de LM.



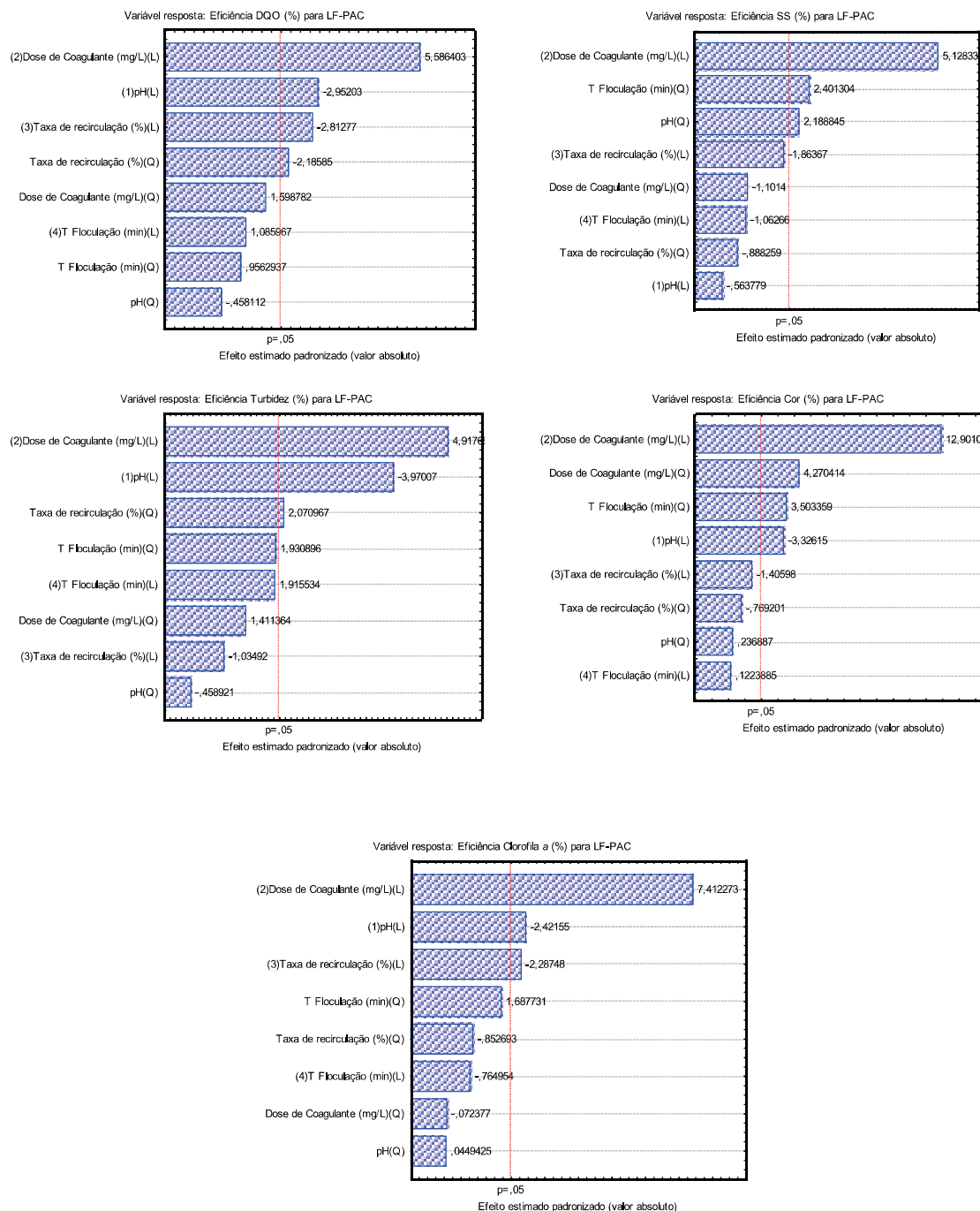
A partir dos experimentos de pós-tratamento do efluente da LF com FAD, realizados no flotatestes, foram obtidos os resultados apresentados na Tabela 11, a qual apresenta os 27 testes realizados, variando-se algumas condições operacionais, de acordo com os níveis apresentados na Tabela 5.

Tabela 11 – Resultados obtidos no pós-tratamento através de FAD, usando-se PAC, para o efluente de LF (valores absolutos e porcentagem de remoção).

Dose de Coagulante (mg/L)	pH	Taxa de recirculação (%)	Tempo Floculação (min)	DQO (mg/L)	Sólidos Suspensos (mg/L)	Turbidez (UNT)	Cor (uH)	Clorofila a (µg/L)
50	7,0	10	10	126 (57%)	96 (52%)	137 (70%)	1505 (58%)	1067 (59%)
		20	20	206 (50%)	107 (51%)	160 (67%)	1561 (61%)	1259 (57%)
		30	15	182 (46%)	102 (46%)	132 (73%)	1548 (59%)	936 (58%)
	7,5	10	20	171 (49%)	96 (49%)	164 (66%)	1641 (56%)	1092 (51%)
		20	15	219 (41%)	110 (45%)	183 (59%)	1690 (57%)	1423 (46%)
		30	10	176 (53%)	82 (59%)	154 (4%)	1599 (52%)	1266 (40%)
	8,0	10	15	249 (42%)	99 (46%)	149 (34%)	1419 (56%)	1164 (47%)
		20	10	150 (49%)	94 (53%)	129 (72%)	1527 (57%)	1153 (55%)
75	7,0	10	20	64 (84%)	77 (61%)	89 (81%)	805 (81%)	661 (81%)
		20	15	163 (64%)	85 (45%)	101 (77%)	1142 (69%)	727 (50%)
		30	10	215 (56%)	114 (26%)	81 (57%)	1009 (74%)	684 (73%)
	7,5	10	15	88 (77%)	38 (77%)	58 (76%)	436 (87%)	303 (85%)
		20	10	213 (43%)	85 (58%)	125 (72%)	1298 (67%)	1056 (60%)
		30	20	186 (55%)	73 (58%)	85 (80%)	1076 (70%)	979 (62%)
	8,0	10	10	84 (73%)	67 (63%)	90 (59%)	1004 (70%)	854 (67%)
		20	20	203 (58%)	91 (41%)	110 (41%)	1178 (70%)	874 (65%)
		30	15	146 (62%)	30 (82%)	48 (80%)	479 (85%)	341 (83%)
		30	20	271 (41%)	109 (30%)	152 (66%)	1563 (57%)	1353 (8%)
100	7,0	10	15	74 (76%)	41 (77%)	47 (78%)	614 (82%)	531 (79%)
		20	10	167 (63%)	49 (74%)	56 (88%)	658 (82%)	394 (82%)
		30	20	70 (83%)	59 (71%)	52 (89%)	646 (84%)	502 (85%)
	7,5	10	10	155 (64%)	55 (70%)	61 (73%)	703 (78%)	502 (77%)
		20	20	169 (62%)	64 (66%)	79 (82%)	853 (77%)	597 (73%)
		30	15	87 (77%)	44 (73%)	47 (77%)	566 (83%)	444 (90%)
	8,0	10	20	116 (70%)	73 (56%)	86 (58%)	935 (72%)	704 (85%)
		20	15	163 (61%)	74 (66%)	66 (86%)	857 (78%)	683 (77%)
		30	10	194 (48%)	90 (55%)	83 (48%)	987 (70%)	710 (66%)

Os resultados apresentados na Tabela 11 foram submetidos à análise através do diagrama de Pareto de efeitos padronizados, o qual possibilita indicar quais parâmetros e interações têm influências significativas sobre cada variável resposta considerada, ou seja, a partir do diagrama podem ser identificados quais parâmetros operacionais mais influenciam na recuperação da biomassa de algas. Essas interações podem ter efeito linear ou quadrático. Conforme ilustrado na Figura 11, pode-se observar, para um nível de confiança de 95%, que a dose de coagulante foi a variável resposta de maior influência na remoção de todos os indicadores para o efluente da LF, utilizando-se o PAC como coagulante, tendo-se para esta uma interação linear positiva. Isso significa que quanto maior a dose, melhor é a eficiência obtida, e, conseqüentemente, menor será o valor do indicador analisado no efluente pós-tratado.

Figura 11 – Diagramas de Pareto para avaliação das variáveis resposta x variáveis operacionais em LF, utilizando PAC.



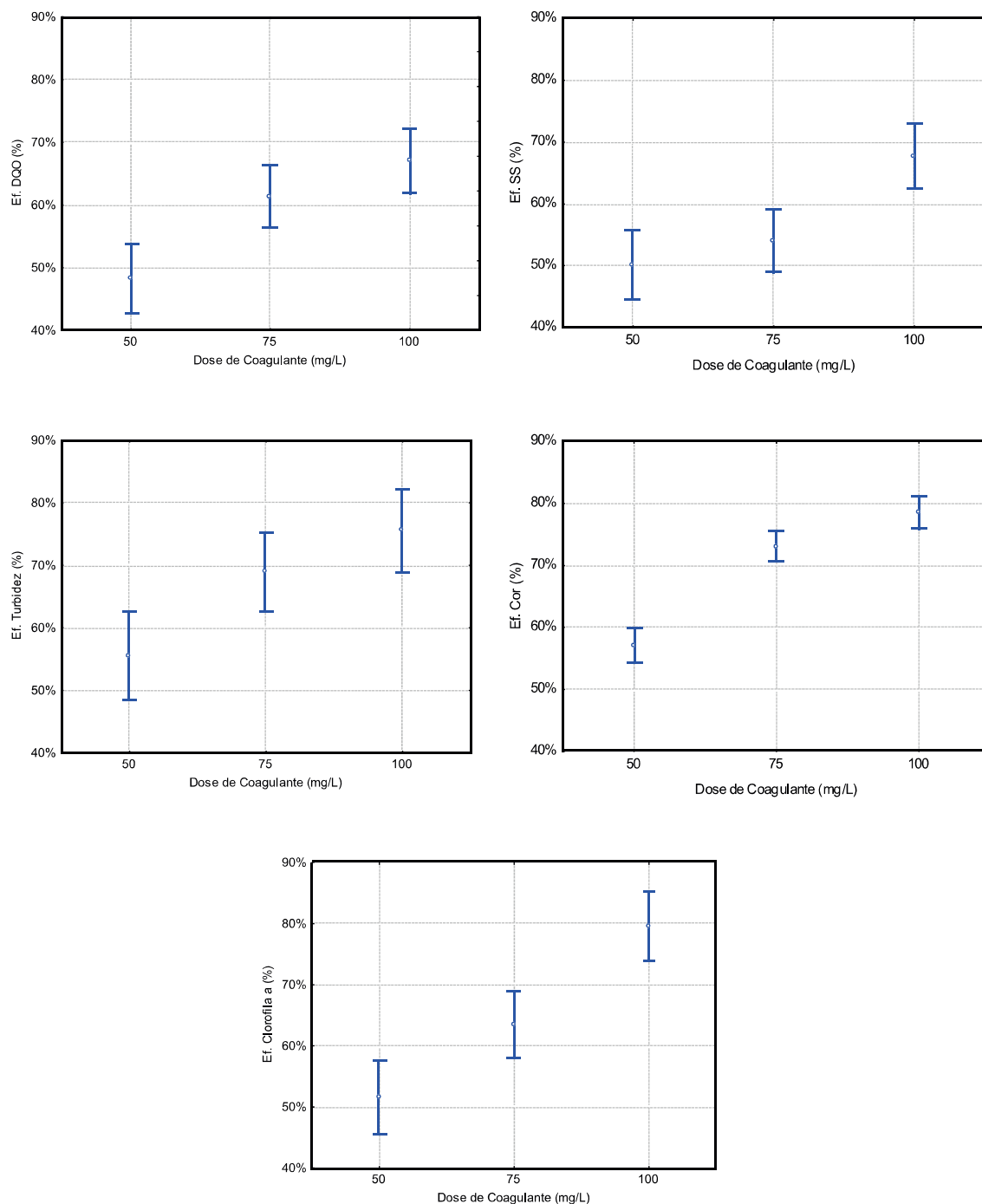
Além da dose de coagulante ter influenciado significativamente as eficiências de remoção, outras variáveis operacionais também refletiram no processo de FAD. Através da Figura 11, verifica-se que a taxa de recirculação possui uma relação positiva com DQO, turbidez e clorofila a, enquanto que o

tempo de floculação influencia positivamente as eficiências de remoção para turbidez e cor. Com relação ao pH, foi observado que o mesmo influenciou significativamente as remoções para todos os indicadores analisados, mas em menor proporção quando comparado com a dose de coagulante. Esses resultados demonstram que o pH não é o fator preponderante para a FAD nessa situação, e sim a dose de PAC, apontando que para o efluente testado não é necessário realizar a correção do pH, podendo ser aplicado o pós-tratamento com o efluente da lagoa facultativa em seu pH natural.

Os testes de ANOVA confirmaram os resultados dos digramas de Pareto e demonstraram que, com exceção da dose de coagulante, as demais variáveis operacionais não influenciaram de maneira significativa a eficiência de remoção dos parâmetros analisados. Isso significa que o uso de qualquer uma das variáveis utilizadas nos valores pré-estabelecidos no planejamento experimental não promoveu variações significativas de eficiência.

Entretanto, para a dose de coagulante foi observado que maiores concentrações interferem positivamente quanto à eficiência de remoção, sobretudo aqueles referentes à quantidade de algas no efluente pós-tratado, neste caso sólidos suspensos e clorofila *a*. Dessa forma, a Figura 12 apresenta os testes de ANOVA para essa etapa experimental na lagoa facultativa, exclusivamente, para a dose de coagulante, já que este foi o único parâmetro a apresentar diferenças significativas entre os níveis utilizados nos experimentos. Os resultados apresentados em todos os gráficos de ANOVA foram confirmados a partir do teste de Tukey, ao nível de 5%. Destaca-se que nos gráfico de ANOVA as barras que fazem interseção representam médias estatisticamente iguais.

Figura 12 – Limites, ao nível de 5%, para comparação entre médias de eficiência de remoção com a dose de PAC no efluente de LF.



Segundo Teixeira e Rosa (2006), coagulantes como sulfato de alumínio, sulfato férrico, cloreto férrico e coagulantes polimerizados, como policloreto de alumínio (PAC) têm mostrado resultados satisfatórios no tratamento de efluentes ricos em algas. Além do uso do coagulante certo, para que o

processo de FAD seja adequadamente eficiente, é necessário que se garantam as condições ótimas de pH de coagulação e dose do coagulante (EDZWALD; WINGLER, 1990), de maneira que os flocos formados tenham características adequadas (tamanho, densidade e carga) para proporcionar uma melhor agregação das microbolhas de ar.

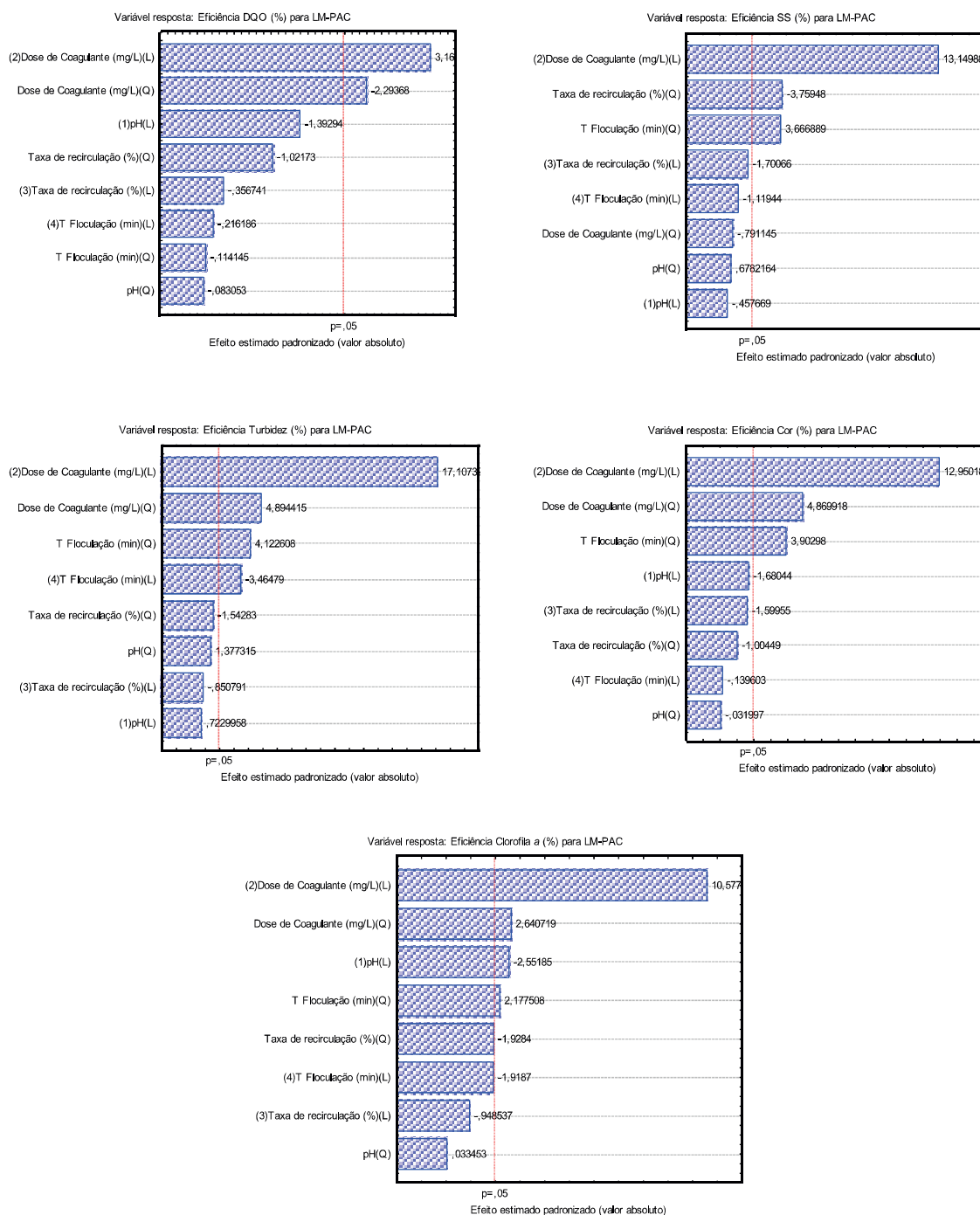
Os resultados obtidos dos experimentos com FAD no efluente da LM, utilizando-se as mesmas variáveis operacionais, bem como os mesmos níveis de variação, são apresentados através da Tabela 12.

Os dados da LM também foram submetidos à análise através do Diagrama de Pareto de efeitos padronizados, com nível de confiança de 95%. Também foi detectado que a dose de coagulante foi a variável resposta de maior influência na remoção de todos os indicadores de qualidade do efluente da lagoa de maturação, utilizando-se o PAC como coagulante, tendo-se a interação linear positiva como a mais significativa, ou seja, quanto maior a dose, melhor é a eficiência obtida. A Figura 13 apresenta os diagramas de Pareto para a LM.

Tabela 12 – Resultados obtidos no pós-tratamento através de FAD, usando-se PAC, para o efluente de LM (valores absolutos e porcentagem de remoção).

Dose de Coagulante (mg/L)	pH	Taxa de recirculação (%)	Tempo Floculação (min)	DQO (mg/L)	Sólidos Suspensos (mg/L)	Turbidez (UNT)	Cor (uH)	Clorofila a (µg/L)
50	7,0	10	10	114 (57%)	83 (29%)	116 (55%)	1346 (50%)	1334 (54%)
		20	20	211 (36%)	90 (33%)	120 (54%)	1362 (53%)	1552 (50%)
		30	15	155 (48%)	80 (42%)	129 (50%)	1445 (55%)	1483 (48%)
	7,5	10	20	161 (46%)	86 (38%)	129 (51%)	1462 (54%)	1483 (48%)
		20	15	178 (45%)	78 (29%)	112 (55%)	1330 (51%)	1184 (43%)
		30	10	76 (64%)	80 (34%)	88 (60%)	1206 (45%)	1600 (49%)
	8,0	10	15	171 (39%)	73 (33%)	71 (59%)	1064 (49%)	1304 (44%)
		20	10	124 (54%)	82 (30%)	115 (56%)	1366 (49%)	1334 (48%)
75	7,0	10	20	70 (74%)	77 (47%)	89 (66%)	951 (67%)	1699 (65%)
		20	15	165 (46%)	64 (43%)	67 (73%)	893 (65%)	1398 (63%)
		30	10	247 (32%)	67 (42%)	58 (77%)	863 (74%)	1265 (70%)
	7,5	10	15	167 (40%)	44 (54%)	38 (83%)	554 (77%)	1192 (78%)
		20	10	144 (56%)	69 (37%)	86 (65%)	1042 (61%)	1184 (50%)
		30	20	179 (41%)	60 (42%)	71 (71%)	913 (60%)	1646 (62%)
	8,0	10	10	137 (50%)	52 (48%)	49 (73%)	802 (63%)	1447 (64%)
		20	20	201 (44%)	69 (40%)	71 (72%)	970 (71%)	1265 (61%)
		30	15	125 (55%)	46 (52%)	39 (83%)	640 (74%)	1192 (74%)
		30	20	211 (31%)	79 (30%)	107 (56%)	1326 (48%)	1398 (36%)
100	7,0	10	15	83 (70%)	34 (66%)	32 (83%)	561 (74%)	1447 (73%)
		20	10	160 (57%)	54 (50%)	57 (75%)	829 (63%)	1447 (67%)
		30	20	81 (70%)	73 (50%)	69 (74%)	829 (71%)	1699 (71%)
	7,5	10	10	153 (45%)	41 (62%)	33 (81%)	600 (71%)	1304 (68%)
		20	20	154 (59%)	52 (52%)	50 (78%)	743 (67%)	1447 (69%)
		30	15	90 (70%)	46 (61%)	43 (82%)	692 (74%)	1257 (71%)
	8,0	10	20	116 (62%)	54 (55%)	57 (76%)	801 (69%)	1257 (63%)
		20	15	160 (52%)	62 (54%)	59 (78%)	796 (72%)	1552 (68%)
		30	10	88 (58%)	44 (64%)	42 (81%)	663 (70%)	1600 (74%)

Figura 13 – Diagramas de Pareto para avaliação das variáveis resposta x variáveis operacionais em LM, utilizando-se PAC.

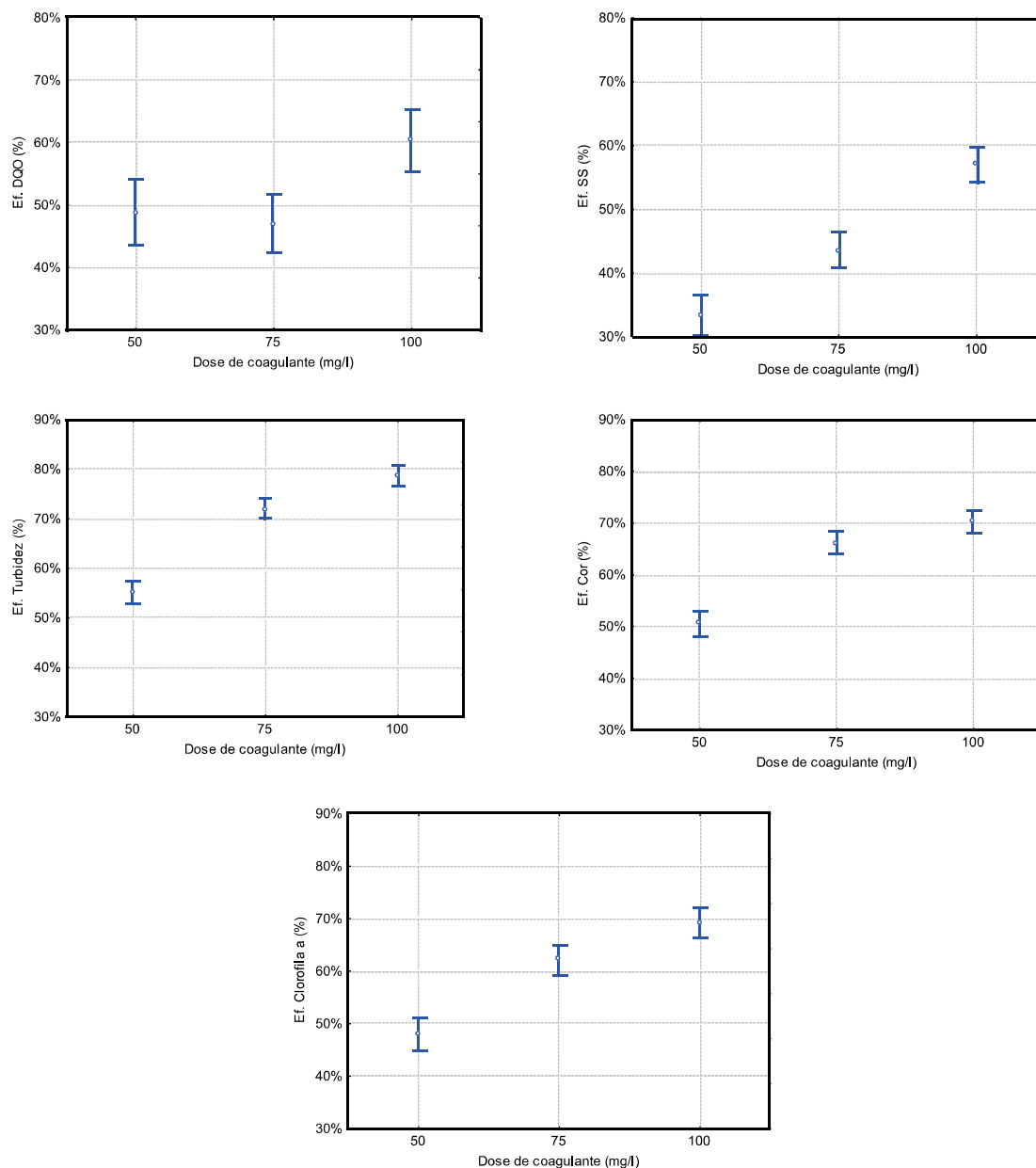


Outras variáveis operacionais também refletiram no processo de flotação, mas em menor proporção. O pH só demonstrou ser significativo para as eficiências de remoção de clorofila *a*, a taxa de recirculação foi significativa somente para a eficiência de remoção de sólidos suspensos e o tempo de

floculação apresentou-se significativo, com influência positiva, para sólidos suspensos, turbidez e clorofila *a*. Semelhantemente ao observado para a lagoa facultativa, a dose de coagulante foi a variável operacional de maior influência para a FAD, justificando-se, novamente, que é desnecessária a correção do pH do efluente.

Para os testes de ANOVA foram avaliados todos os parâmetros operacionais, juntamente com as eficiências de remoção obtidas através da FAD. Assim como o observado para a lagoa facultativa, somente os níveis de dose de coagulante apresentaram diferenças significativas entre si, dando-se destaque para as maiores concentrações na dose, o que corrobora o já discutido anteriormente nas análises do Diagrama de Pareto. Com exceção da DQO, a eficiência de remoção para os demais indicadores foi diferente em todas as dosagens de coagulante, ou seja, a adoção do valor a ser aplicado no efluente necessita de uma avaliação de custos em relação à quantidade de PAC a ser utilizada para a produção por unidade de volume, bem como de acordo com a biomassa a ser recuperada. A Figura 14 apresenta os gráficos de ANOVA para a lagoa de maturação, utilizando-se PAC.

Figura 14 – Limites, ao nível de 5%, para comparação entre médias de eficiência de remoção com a dose de PAC no efluente de LM.



A flotação também tem sido aperfeiçoada com o uso de outras técnicas, como no trabalho realizado por Jun, Li-ke e Hui-Ping (2010), que utilizam um processo de coagulação/eletro-flotação, em que é aplicada uma corrente elétrica para favorecer a floculação, para remoção de algas, obtendo-se valores acima de 93% de remoção nos melhores resultados. O uso da flotação associada a outras técnicas também apresenta bons resultados de remoção de algas, como no trabalho realizado por Teixeira e Rosa (2006), em que foi

aplicado um processo de flotação seguido por nanofiltração, atingindo eficiências de 100% de remoção de clorofila *a* e microcistinas.

Em relação à remoção de nutrientes nitrogenados e fosforados LF, foram verificadas elevadas remoções para fósforo total (média de 78%, e valor absoluto de 1,5 mgP/L) e ortofosfato solúvel (média de 100%). Para as frações de nitrogênio, obteve-se no efluente pós-tratado uma média para amônia de 23,4 mgN/L (3% de remoção), para nitrogênio orgânico de 2,2 mgN/L (52% de remoção) e para NTK de 25,6 mgN/L (11% de remoção). Tais resultados demonstram que os processos de volatilização de amônia praticamente não ocorrem nas lagoas estudadas, já que a remoção de amônia é baixa.

No pós-tratamento do efluente de LM também se obteve 3% de eficiência de remoção, tendo-se como valor absoluto 23mgN/L, 30% de eficiência para o nitrogênio orgânico (2,8 mgN/L) e 7% para NTK (25,8 mgN/L). Os valores obtidos para os nutrientes fosforados foram elevados, cerca de 70% para fósforo total (valor absoluto de 1,9 mgP/L) e 100% para ortofosfato solúvel.

5.2.2. Pós-tratamento dos efluentes com Cloreto Férrico

Nessa etapa foram seguidos os mesmos procedimentos mencionados anteriormente, referente ao uso do *Jarteste*. Manteve-se constante o tempo e o gradiente de velocidade, tanto na mistura rápida como na mistura lenta, sendo variados o pH e a dose de coagulante. A avaliação da eficiência também foi verificada através da turbidez. Através de estudos anteriores (PENETRA et al., 1998; DANTAS, 2013) foi verificado que o cloreto férrico (CF) atua de maneira mais eficiente em faixas de pH ácido. Dessa forma, para os experimentos iniciais em *Jarteste* a faixa adotada foi entre 5 e 7,5.

Os ensaios geraram dados que demonstraram uma influência relacionada ao pH, bem como à dose de coagulante, diferentemente do observado quando se aplicou PAC. Conforme se observa nas Figuras 15 e 16, a faixa com elevada eficiência de remoção para turbidez foi obtida com dose de CF entre 50 e 80 mg/L e pH entre 5 e 6, tanto para LF, como para LM.

Figura 15 – Eficiência de remoção de turbidez, aplicando-se CF no efluente de LF.

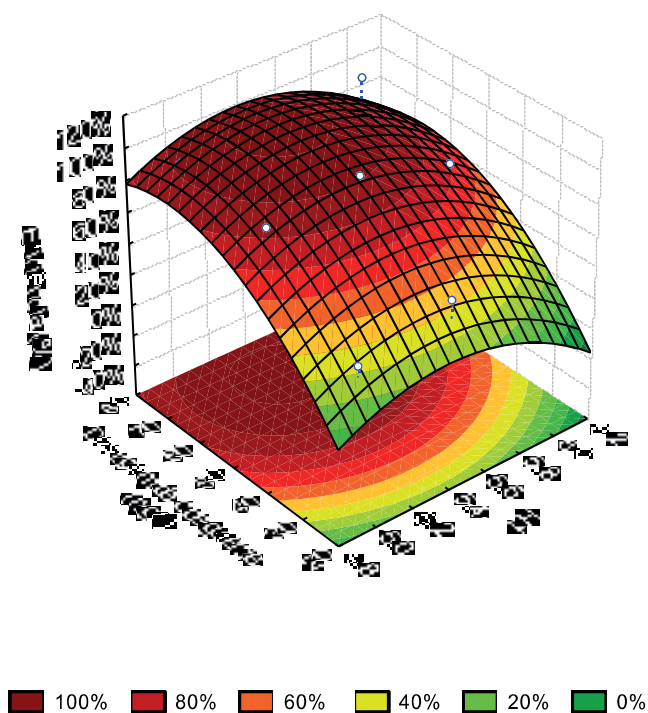
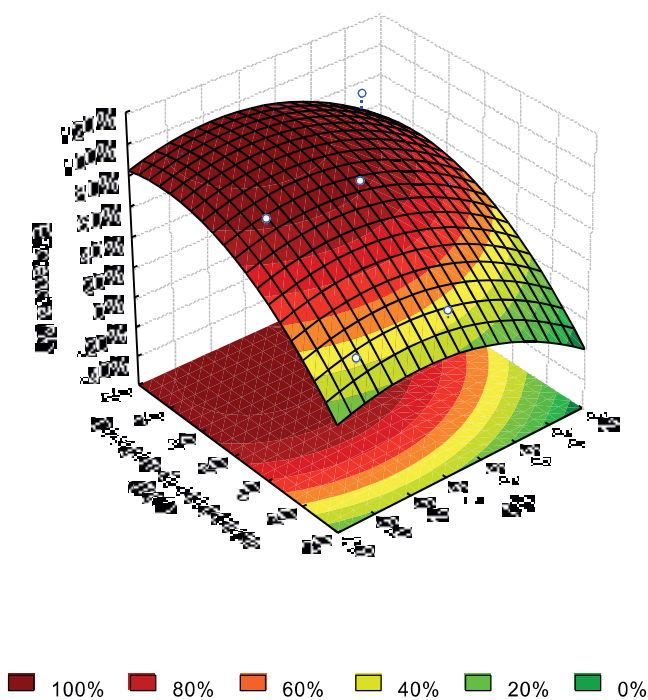


Figura 16 – Eficiência de remoção de turbidez, aplicando-se CF no efluente de LM.



A partir dos resultados obtidos nos experimentos em *Jarteste*, foi elaborado o planejamento experimental para essa etapa, conforme descrito anteriormente, no Capítulo Material e Métodos. A execução do planejamento experimental proporcionou a obtenção dos dados de pós-tratamento através da FAD, aplicando-se o cloreto férrico como coagulante. A Tabela 13 apresenta os valores absolutos do efluente e eficiências de remoção de DQO, sólidos suspensos, turbidez, cor aparente e clorofila *a* verificados no pós-tratamento do efluente da LF, através de FAD e uso de cloreto férrico como coagulante.

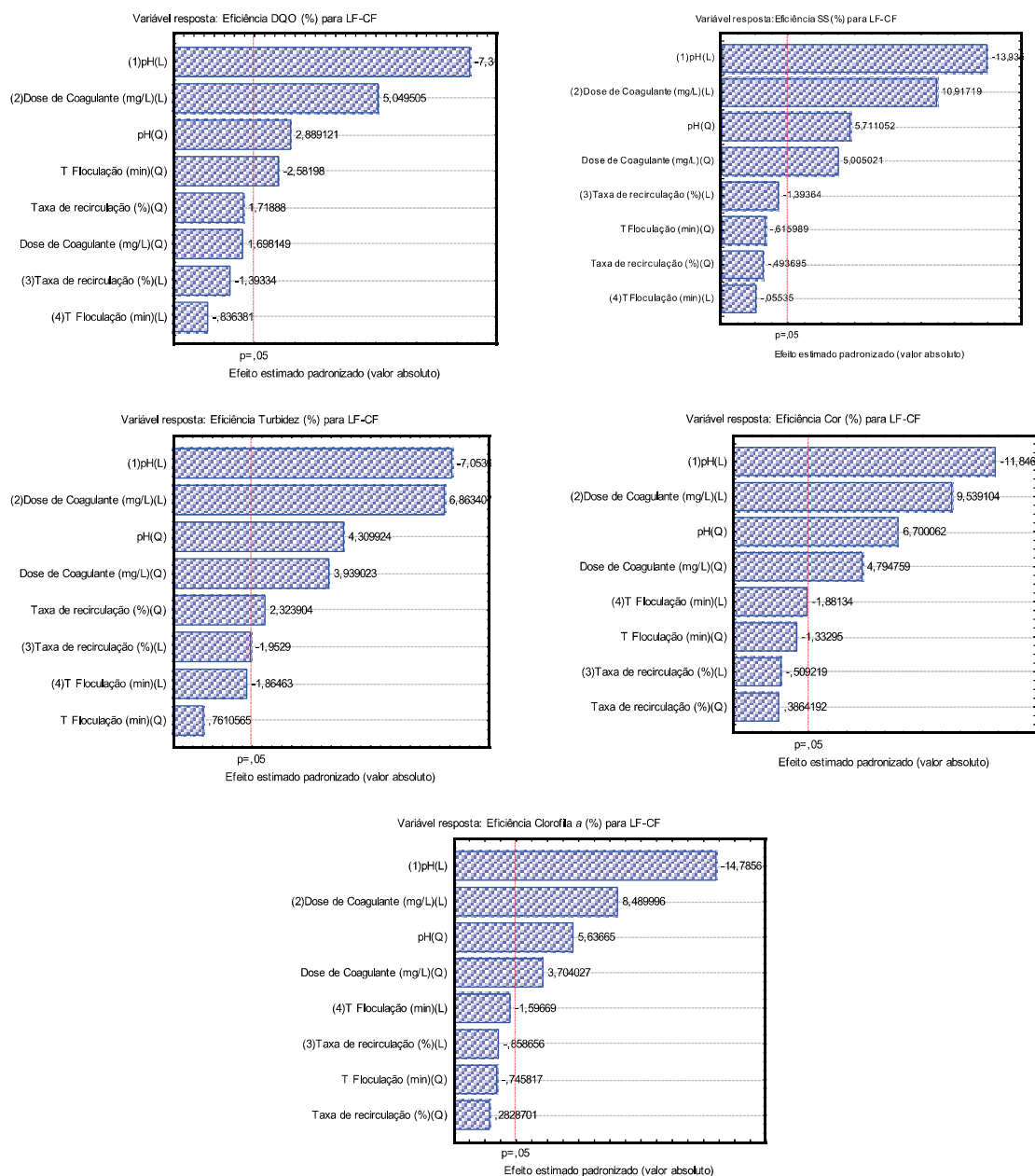
Tabela 13 – Resultados obtidos no pós-tratamento através da FAD, usando-se CF, para o efluente de LF (valores absolutos e porcentagem de remoção).

Dose de Coagulante (mg/L)	pH	Taxa de recirculação (%)	Tempo Flocculação (min)	DQO (mg/L)	Sólidos Suspensos (mg/L)	Turbidez (UNT)	Cor (uH/L)	Clorofila a (µg/L)
50	5,0	10	10	31 (91%)	22 (82%)	18 (93%)	308 (90%)	106 (94%)
		20	20	109 (71%)	28 (83%)	26 (88%)	406 (87%)	67 (96%)
		30	15	137 (70%)	46 (68%)	35 (84%)	621 (82%)	61 (96%)
	5,5	10	20	130 (69%)	56 (56%)	66 (85%)	851 (76%)	232 (85%)
		20	15	167 (45%)	62 (49%)	50 (81%)	892 (70%)	490 (73%)
		30	10	187 (59%)	68 (53%)	55 (73%)	454 (87%)	340 (84%)
	6,0	10	15	196 (37%)	90 (21%)	122 (53%)	1426 (48%)	813 (45%)
		20	10	256 (38%)	99 (22%)	133 (70%)	1644 (53%)	643 (59%)
		30	20	256 (32%)	126 (21%)	152 (29%)	1851 (42%)	1022 (39%)
75	5,0	10	20	88 (75%)	20 (81%)	12 (96%)	225 (93%)	29 (98%)
		20	15	107 (74%)	29 (82%)	25 (88%)	430 (88%)	55 (97%)
		30	10	109 (76%)	31 (78%)	30 (85%)	505 (86%)	103 (95%)
	5,5	10	15	115 (63%)	19 (83%)	12 (96%)	256 (91%)	87 (94%)
		20	10	78 (79%)	13 (88%)	9 (96%)	164 (96%)	23 (98%)
		30	20	74 (80%)	16 (90%)	11 (94%)	227 (94%)	52 (98%)
	6,0	10	10	104 (70%)	57 (63%)	39 (83%)	692 (80%)	392 (83%)
		20	20	133 (63%)	53 (51%)	48 (82%)	817 (78%)	363 (68%)
		30	15	170 (44%)	53 (56%)	42 (84%)	799 (73%)	498 (72%)
100	5,0	10	15	129 (64%)	17 (89%)	18 (91%)	226 (93%)	28 (99%)
		20	10	37 (89%)	22 (82%)	21 (91%)	288 (90%)	79 (95%)
		30	20	134 (67%)	28 (83%)	27 (88%)	416 (88%)	42 (98%)
	5,5	10	10	89 (76%)	20 (88%)	15 (92%)	259 (93%)	47 (98%)
		20	20	38 (90%)	21 (84%)	14 (97%)	214 (94%)	32 (97%)
		30	15	60 (83%)	15 (90%)	10 (96%)	169 (95%)	76 (97%)
	6,0	10	20	150 (58%)	58 (63%)	58 (73%)	903 (73%)	444 (76%)
		20	15	96 (76%)	50 (62%)	41 (91%)	662 (81%)	153 (85%)
		30	10	174 (51%)	46 (57%)	35 (87%)	618 (80%)	267 (77%)

Os resultados obtidos através dos Diagramas de Pareto indicaram que o pH é o fator de maior influência, tendo-se uma relação linear e negativa, assim como a dose de coagulante, com uma interação positiva. Isso significa que as melhores condições para recuperação da biomassa de algas é o uso de pH ácido, entre 5 e 5,5, com dose de coagulante entre 75 e 100 mg/L, considerando-se o intervalo testado nos experimentos.

Tanto o tempo de floculação como a taxa de recirculação pouco influenciaram na eficiência de remoção. O único parâmetro que sofreu influência significativa no tocante ao tempo de floculação foi DQO e para a taxa de recirculação a turbidez, conforme ilustrado na Figura 17.

Figura 17 – Diagramas de Pareto para avaliação das variáveis resposta x variáveis operacionais na LF, utilizando-se CF.



A análise de variância confirmou o apontado nos Diagramas de Pareto, em que a dose de coagulante e o pH são os fatores de maior influência, e que se pode optar pelo uso do efluente da LF com pH igual a 5,5, já que este valor não manifestou diferença significativa em relação ao valor mais baixo, neste caso 5. Considerando-se a adoção dessa medida em escala real, seriam obtidos menores custos com acidificantes durante a operação do sistema, além

da simplicidade operacional. A dose de coagulante adotada pode ser um valor intermediário, com base nas faixas testadas, neste caso 75 mg/L, permitindo economia quanto ao uso de coagulante. As Figuras 18 e 19 apresentam os gráficos de ANOVA utilizando-se CF para o efluente da lagoa facultativa, considerando-se o pH e a dose de coagulante, respectivamente.

Figura 18 – Limites, ao nível de 5%, para comparação entre médias de eficiência de remoção com o pH no efluente de LF.

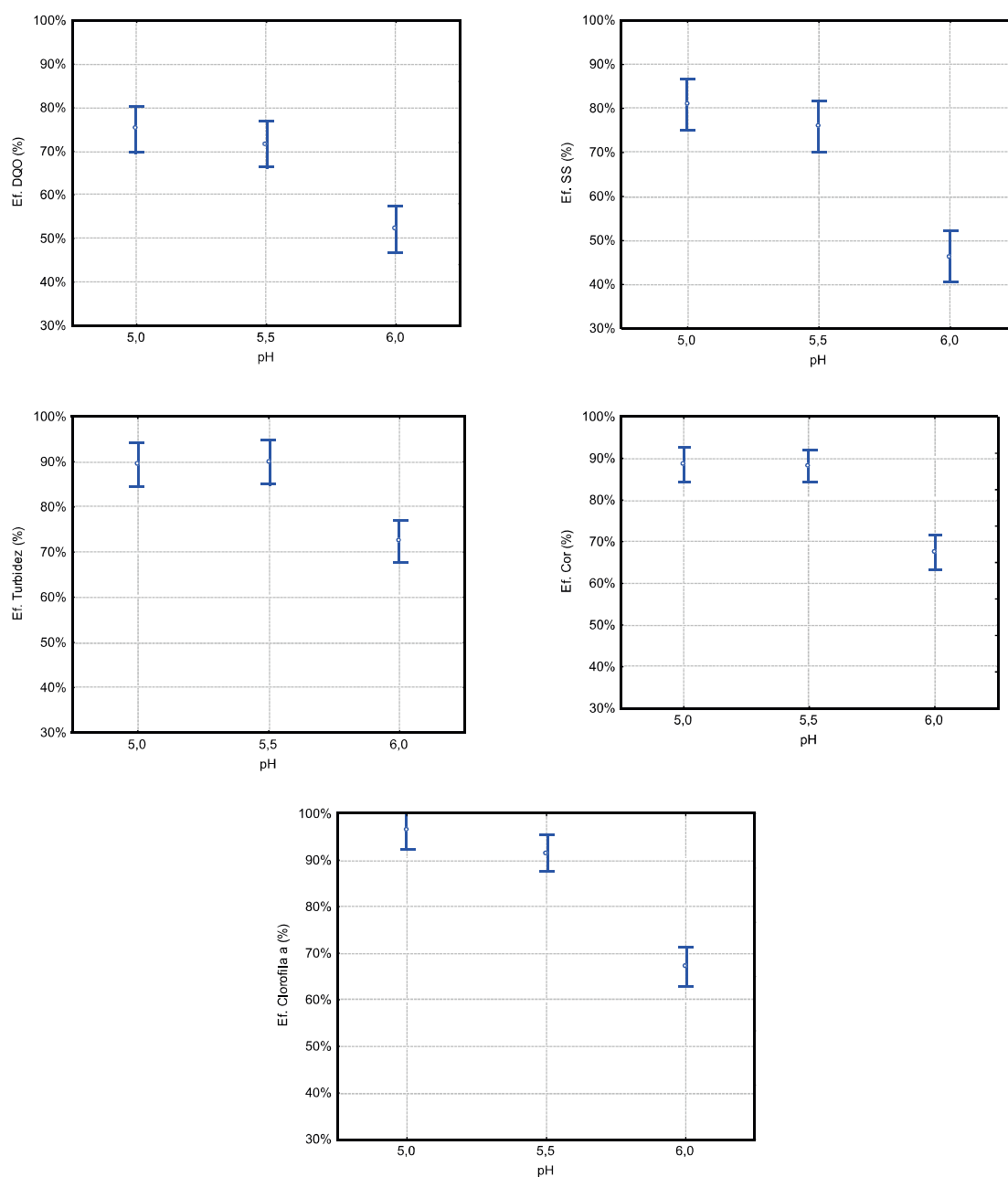
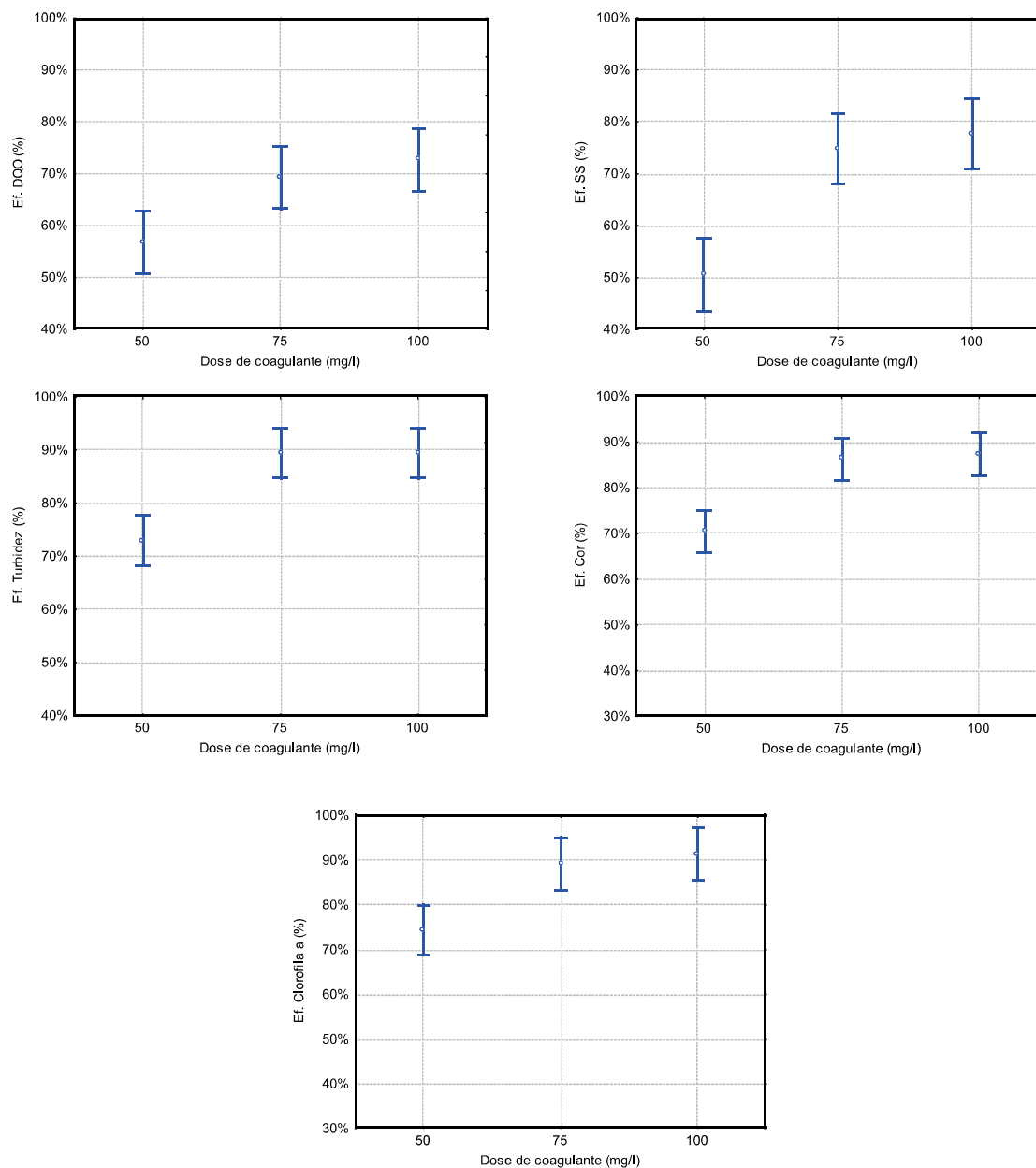


Figura 19 – Limites, ao nível de 5%, para comparação entre médias de eficiência de remoção com dose de CF no efluente de LF.



Foi verificado que os melhores índices de eficiência são atribuídos a uma interação entre os valores de pH e a dose de coagulante, ou seja, não há predomínio de influência para um determinado parâmetro, mas sim condições de operação que permitem atuação e influência simultâneas entre eles.

Aplicando-se as mesmas condições operacionais para a lagoa de maturação foram obtidos resultados com diferenças importantes, conforme discutido posteriormente. É possível verificar tais resultados, em números absolutos e em porcentagem, na Tabela 14.

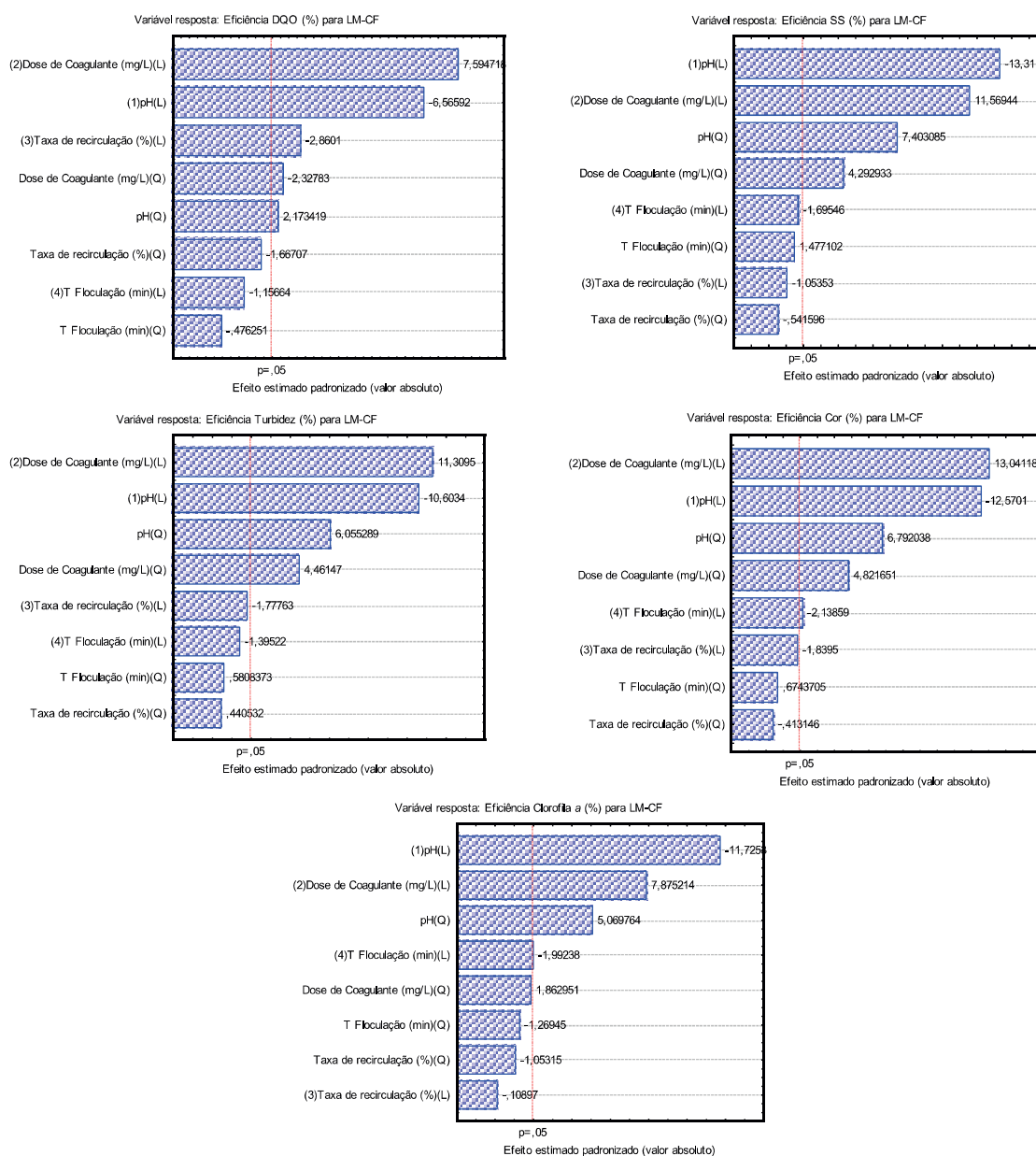
Tabela 14 – Resultados obtidos no pós-tratamento através da FAD, usando-se CF, para o efluente da LM (valores absolutos e porcentagem de remoção).

Dose de Coagulante (mg/L)	pH	Taxa de recirculação (%)	Tempo Floculação (min)	DQO (mg/L)	Sólidos Suspensos (mg/L)	Turbidez (UNT)	Cor (uH)	Clorofila a (µg/L)
50	5,0	10	10	65 (71%)	30 (65%)	23 (89%)	322 (82%)	137 (86%)
		20	20	102 (54%)	46 (60%)	33 (85%)	593 (74%)	127 (86%)
		30	15	70 (77%)	27 (75%)	18 (89%)	315 (83%)	36 (97%)
	5,5	10	20	138 (57%)	44 (59%)	39 (82%)	667 (69%)	153 (89%)
		20	15	136 (32%)	40 (53%)	36 (82%)	647 (68%)	280 (63%)
		30	10	158 (51%)	44 (50%)	39 (78%)	675 (67%)	179 (87%)
	6,0	10	15	126 (50%)	58 (31%)	76 (63%)	1022 (51%)	462 (51%)
		20	10	178 (44%)	72 (33%)	66 (69%)	1000 (53%)	451 (67%)
		30	20	156 (29%)	90 (22%)	95 (58%)	1368 (40%)	498 (46%)
75	5,0	10	20	92 (64%)	19 (79%)	11 (95%)	194 (90%)	69 (92%)
		20	15	97 (68%)	27 (75%)	25 (88%)	437 (81%)	44 (96%)
		30	10	132 (59%)	25 (72%)	20 (89%)	349 (83%)	47 (97%)
	5,5	10	15	44 (83%)	17 (80%)	11 (95%)	209 (90%)	81 (91%)
		20	10	128 (61%)	8 (90%)	11 (94%)	176 (91%)	47 (92%)
		30	20	92 (68%)	18 (82%)	12 (92%)	211 (89%)	43 (97%)
	6,0	10	10	85 (67%)	44 (50%)	34 (83%)	591 (72%)	147 (82%)
		20	20	182 (45%)	42 (47%)	38 (81%)	642 (69%)	216 (66%)
		30	15	186 (8%)	43 (50%)	37 (81%)	668 (67%)	283 (63%)
100	5,0	10	15	23 (89%)	14 (88%)	12 (95%)	219 (91%)	27 (97%)
		20	10	37 (83%)	22 (75%)	19 (91%)	251 (86%)	95 (90%)
		30	20	49 (84%)	29 (73%)	23 (89%)	397 (83%)	39 (96%)
	5,5	10	10	57 (80%)	15 (85%)	9 (94%)	173 (91%)	30 (98%)
		20	20	38 (85%)	24 (78%)	10 (96%)	190 (92%)	45 (96%)
		30	15	31 (88%)	16 (82%)	11 (94%)	189 (91%)	39 (95%)
	6,0	10	20	74 (65%)	52 (54%)	38 (83%)	694 (72%)	250 (76%)
		20	15	98 (61%)	42 (61%)	32 (87%)	541 (77%)	157 (87%)
		30	10	75 (71%)	30 (67%)	23 (89%)	374 (81%)	153 (82%)

A semelhança entre o pós-tratamento com CF na lagoa facultativa e na lagoa de maturação é que o pH e a dose foram os fatores de significativa

relevância, ao nível de 5%, para uma boa recuperação da biomassa de algas. No entanto, para remoção de DQO, turbidez e cor aparente, elevadas dosagens de cloreto férrico tiveram maior influência positiva do que baixos valores de pH. Já para sólidos suspensos e clorofila *a*, o pH foi o que influenciou mais significativamente, de forma negativa (Figura 20).

Figura 20 – Diagramas de Pareto para avaliação das variáveis resposta x variáveis operacionais na LM, utilizando-se CF.



A interpretação dos testes de ANOVA permitem inferir que pH e dose de coagulante são os mesmos fatores relevantes observados nos experimentos com o efluente da lagoa facultativa. Com isso, pode-se dosar o cloreto férrico na faixa de 75 a 100 mg/L e pH entre 5 e 5,5, já que os mesmos são estatisticamente iguais, conforme ilustrado nas Figuras 21 e 22. O único parâmetro que diferenciou nesse aspecto foi DQO, visto que a concentração de 100 mg/L é estatisticamente diferente das demais dosagens. É importante destacar que a ANOVA também foi utilizada para verificar se existia diferença entre os efluentes obtidos no pós-tratamento em cada uma das câmaras de flotação, e verificou-se que a qualidade do efluente gerado foi a mesma em todas elas.

Figura 21 – Limites, ao nível de 5%, para comparação entre médias de eficiência de remoção em relação ao pH no efluente de LM.

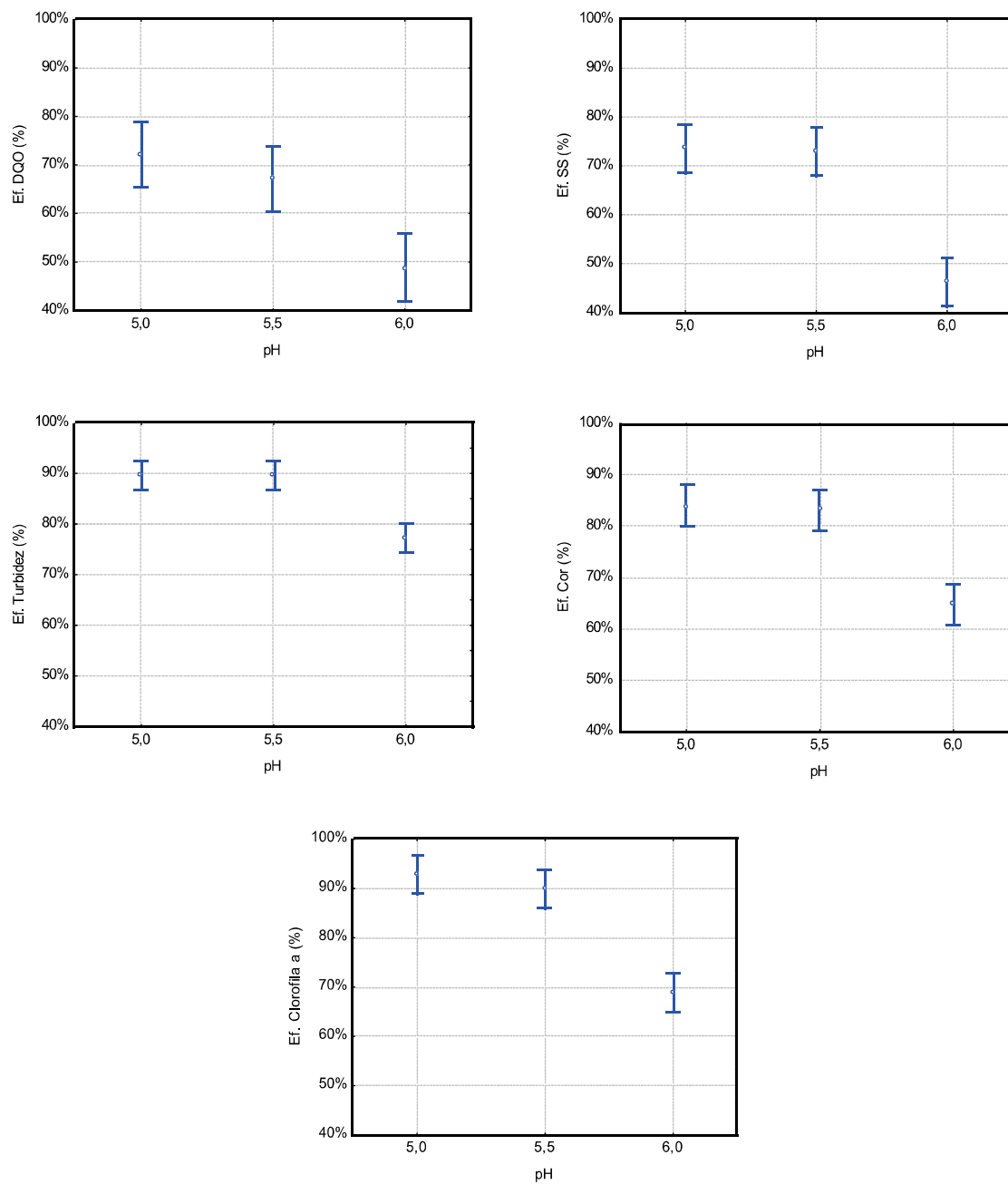
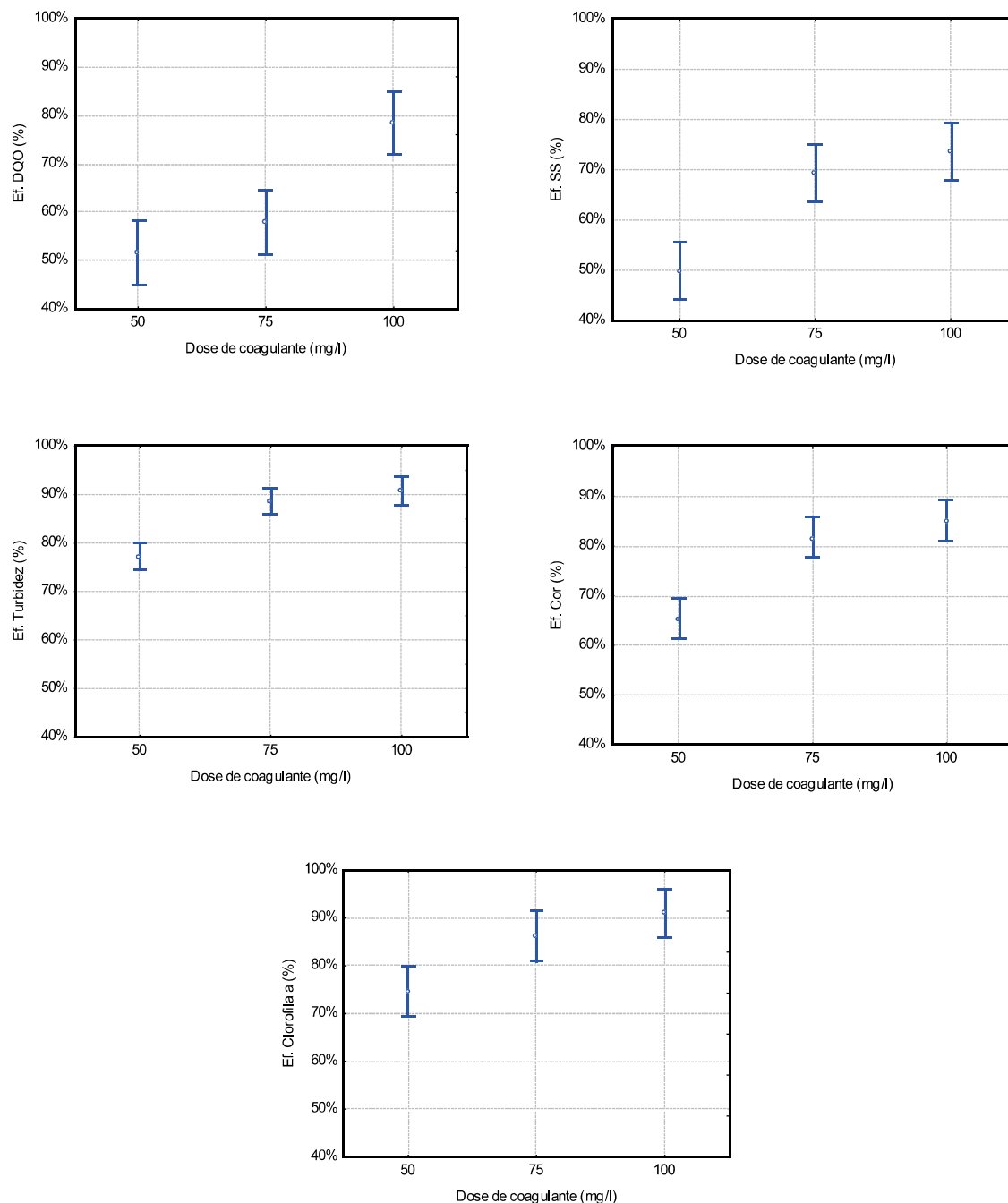


Figura 22 – Limites, ao nível de 5%, para comparação entre médias de eficiência de remoção em relação à dose de CF no efluente de LM



O uso do cloreto férrico no processo de FAD como pós-tratamento dos efluentes das lagoas estudadas possibilitaram resultados semelhantes aos encontrados nos experimentos com policloreto de alumínio. Cerca de 15% do nitrogênio amoniacal presente na lagoa facultativa foram removidos, obtendo-se uma concentração remanescente de 20 mgN/L, para o nitrogênio orgânico a

remoção foi de 49% (efluente com 2 mgN/L) e o NTK apresentou uma remoção de 51% (14 mgN/L). Tanto para o fósforo total como para o ortofosfato solúvel as remoções foram elevadas na lagoa facultativa, atingindo 86% (valor absoluto de 1mgP/L) e 100%, respectivamente.

Com relação à lagoa de maturação, obteve-se 2% de eficiência de remoção para nitrogênio amoniacal (valor absoluto de 22 mgN/L), 45% para o nitrogênio orgânico (3 mgN/L) e 10% para NTK (25 mgN/L). Os valores obtidos para os nutrientes fosforados também foram elevados, com 86% para fósforo total (valor absoluto de 1 mgP/L), e 100% para ortofosfato solúvel.

5.2.3. Estimativa de biomassa de algas produzida

Analisando-se os resultados apresentados, foram escolhidas as melhores condições operacionais para ambos os coagulantes nos dois efluentes estudados, a fim de avaliar a massa de sólidos em base seca gerados diariamente pela ETE, caso fosse aplicada FAD como pós-tratamento. Dessa forma, os dados foram analisados com o auxílio dos gráficos de superfície, os quais demonstram o comportamento dos dados de acordo com a variação da dose de coagulante e do pH.

Como a quantidade de algas está diretamente relacionada a concentração de clorofila *a*, foi verificada a eficiência de remoção desse indicador, para os efluentes da LF e LM. Para ambos os efluentes a configuração que demonstrou melhores resultados, através da adição de PAC, foi a com dose de 100 mg/L, pH 7, taxa de recirculação de 10% e tempo de floculação de 15 minutos (Figuras 23 e 24). Tal configuração também foi a que apresentou melhores resultados, de maneira geral, para os demais parâmetros analisados nesta pesquisa.

Figura 23 – Eficiência de remoção de clorofila *a*, aplicando-se PAC no efluente de LF.

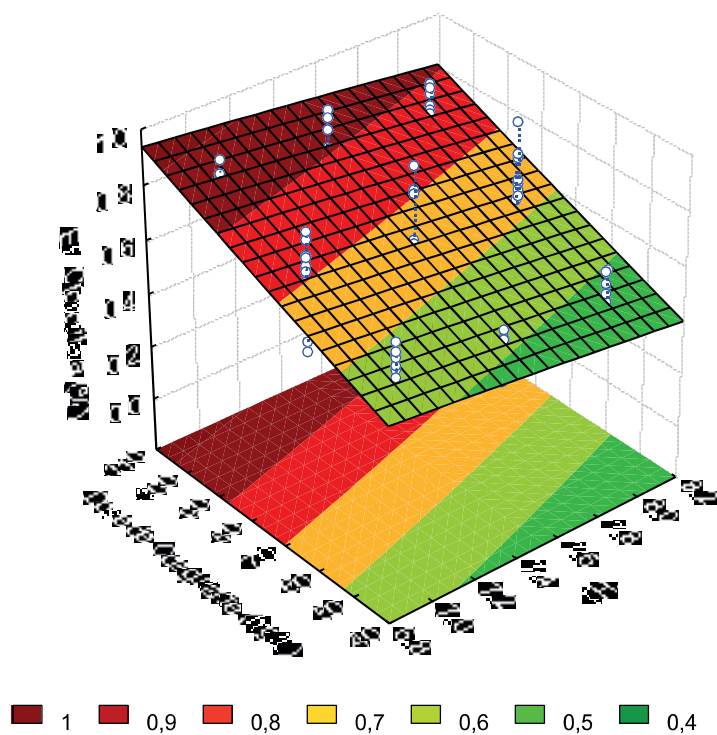
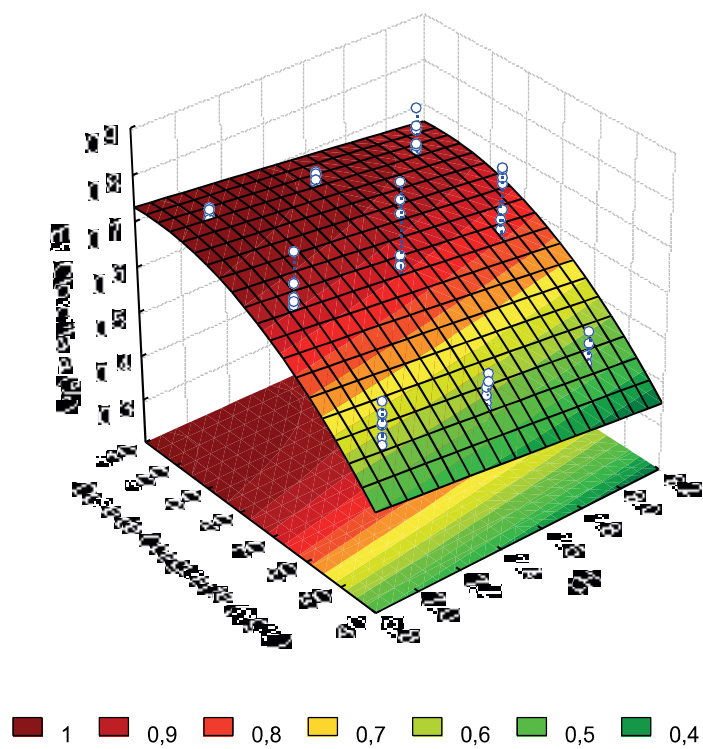


Figura 24 – Eficiência de remoção de clorofila *a*, aplicando-se PAC no efluente de LM.



De Oliveira (2013) verificou que a melhor faixa de dose para o PAC aplicado à remoção de microalgas em lagoas de estabilização ficou entre 100ppm e 120ppm, e de 1ppm para o polímero catiônico. A melhor taxa de recirculação foi de 30%.

Os mesmos testes para todos os parâmetros também foram realizados para CF, e para fins de demonstração desses resultados, optou-se por apresentar os dados de eficiência de remoção de clorofila *a* sendo influenciados pela dose de coagulante e pH. A configuração que apresentou resultados satisfatórios para os efluentes das lagoas foi com dose de coagulante de 75 mg/L, pH de 5,5, taxa de recirculação de 10% e tempo de floculação de 15 minutos (Figuras 25 e 26).

Figura 25 – Eficiência de remoção de clorofila *a*, aplicando-se CF no efluente de LF.

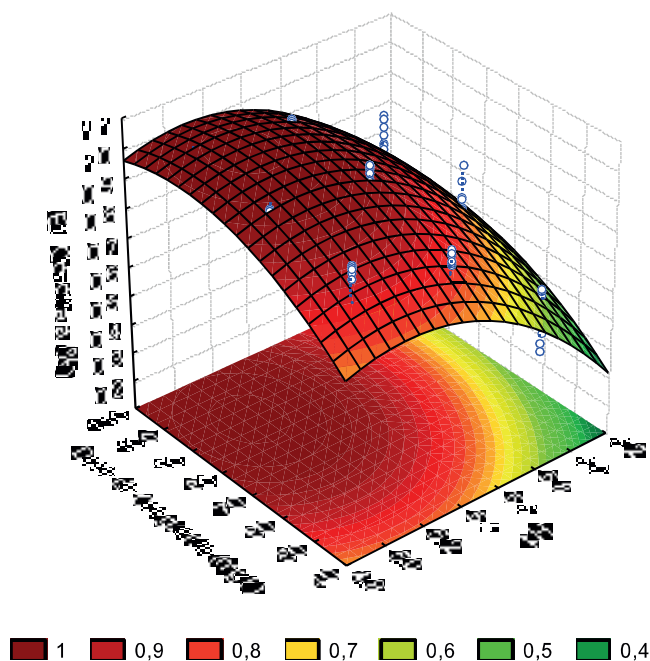
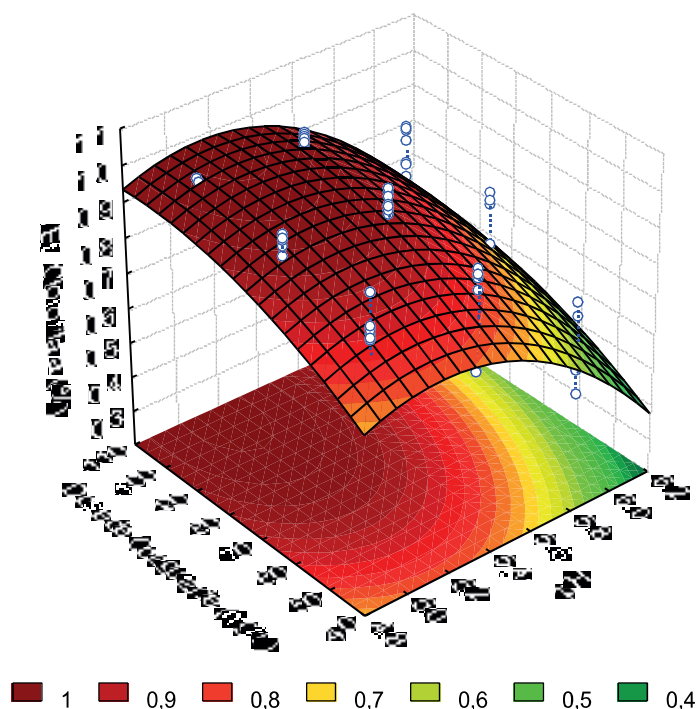


Figura 26 – Eficiência de remoção de clorofila *a*, aplicando-se CF no efluente de LM.

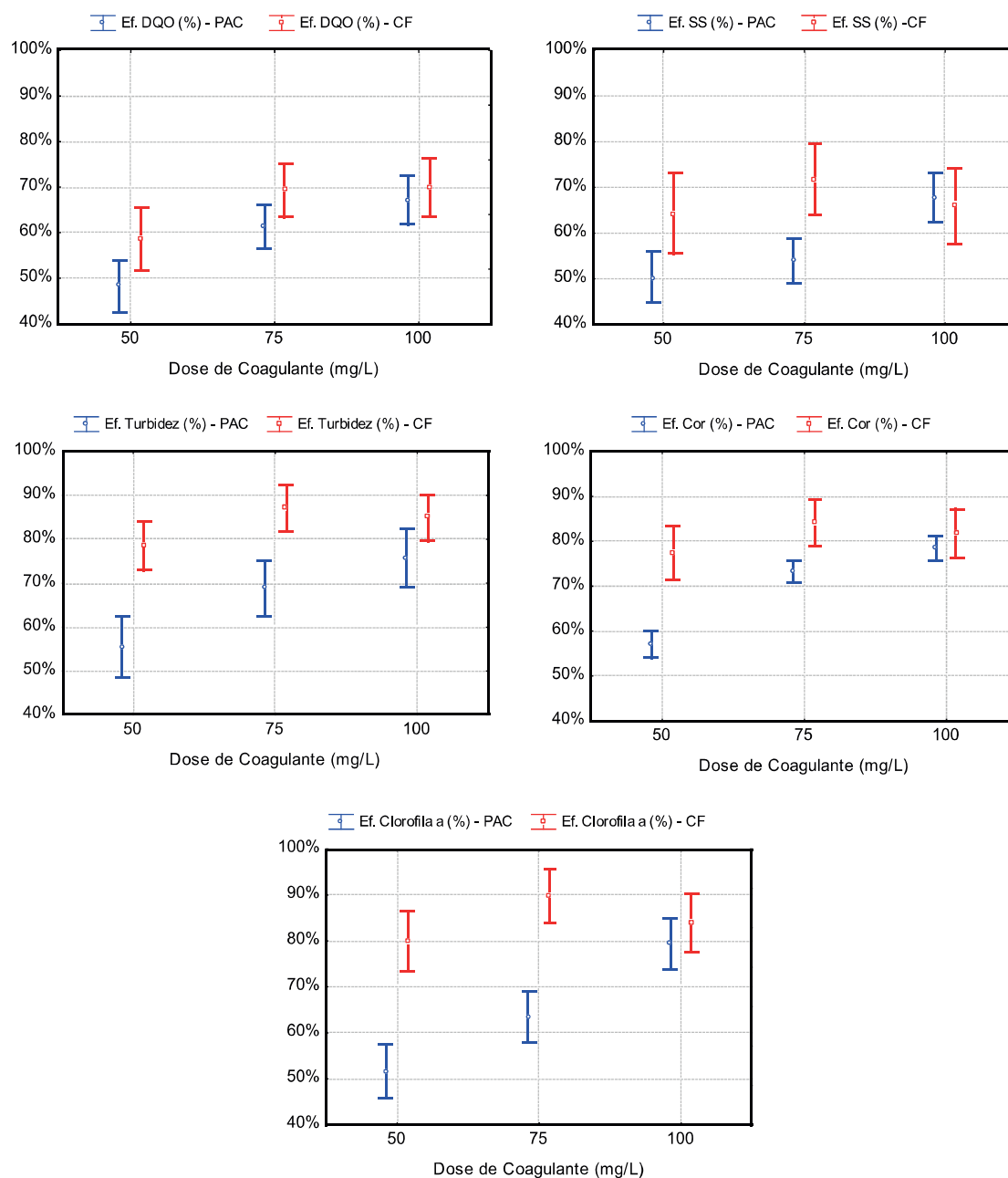


Segundo Kligerman e Bouwer (2015), em um estudo realizado nos EUA foi feita a comparação de cinco coagulantes para remoção de algas em lagoas de estabilização, a saber: sulfato de alumínio, cloreto férrico, polímero Zetag 8819, moringa, e mucilagem de cactos. O melhor resultado obtido foi o que utilizou o polímero Zetag 8819 com dose ótima de 34 mg/L e eficiência de remoção de algas de 98%. Em seguida, o melhor foi o cloreto férrico com recuperação de 93% e a uma dose ótima de 122 mg/L.

Neste trabalho, com a finalidade de comparar a existência de diferença significativa entre as dosagens testadas na FAD, os dados foram submetidos aos testes de ANOVA, ao nível de 5%, os quais são apresentados na Figura 27. Os resultados apontaram que para o PAC existem algumas diferenças significativas entre os resultados obtidos para as dosagens, sobretudo em relação à de 100 mg/L. Além disso, para alguns indicadores, como DQO, turbidez e cor, não há diferença estatística entre as dosagens de 75 mg/L e 100 mg/L, apontando que para essas variáveis qualquer uma das dosagens pode ser utilizada sem gerar prejuízo à qualidade final do efluente, desde que sejam

mantidas as demais condições operacionais. Para clorofila *a* e sólidos suspensos, a concentração de 100 mg/L de PAC foi a que se diferenciou das demais, elevando os níveis de eficiência. Tal fato comprova a configuração mencionada anteriormente como sendo a melhor para proceder as etapas seguintes de recuperação da biomassa de algas.

Figura 27 – Limites, ao nível de 5%, para comparação entre médias de eficiência de remoção com dose de PAC e CF no efluente das lagoas.



A ANOVA para a dose de CF nos efluentes demonstrou que os resultados não são estatisticamente diferentes, entretanto, quando esses resultados são confrontados com os apresentados na Figura 16, observa-se que os valores de pH 5 e 5,5 são diferentes, estatisticamente, do valor 6. Dessa forma, é necessário confrontar os dados de dose e pH, conforme feito anteriormente (ver Figuras 24 e 25), a fim de chegar numa relação representativa para eficientes remoções, entre esses dois parâmetros. Foi com base nisso que se chegou às configurações adotadas para o CF, tanto para a lagoa facultativa como para a de maturação.

O grau de clarificação do efluente final depende da quantidade de coagulante utilizada. Podem-se obter efluentes com remoções de 80 a 90% de sólidos suspensos totais, de 40 a 70% de DBO₅, de 30 a 60% de DQO e de 80 a 90% das bactérias, quando aplicada precipitação química seguida de remoção dos flocos (CHERNICHARO, 2001). Estudos visando à aplicação de processos físico-químicos no polimento de efluentes para minimizar a ocorrência de organismos fitoplancctônicos, incluindo cianobactérias, mostraram resultados promissores com redução significativa do número desses indivíduos (CRUZ et al., 2005).

Para a estimativa da quantidade de sólidos, em base seca, gerados diariamente pela ETE, foi considerada a vazão afluente à mesma, neste caso 11.578 m³/d, já que se trata de um sistema de lagoas em série. Os resultados previstos, bem como as configurações adotadas que apresentaram melhores condições operacionais são apresentados na Tabela 15.

Tabela 15 – Recuperação de sólidos suspensos totais em base seca, através de FAD nos efluentes da ETE Ponta Negra.

Coagulante	Lagoa	Dose (mg/L)	pH	Taxa de recirculação (%)	Tempo de floculação (min)	Biomassa recuperada (kg/d)	Eficiência de remoção (%)
Policloreto de alumínio (PAC)	Facultativa	100	7	10	15	1609	77
	Maturação	100	7	10	15	764	66
Cloreto férrico (CF)	Facultativa	75	5,5	10	15	1099	83
	Maturação	75	5,5	10	15	776	80

Apesar da quantidade de biomassa recuperada ser menor quando se utilizou o cloreto férrico, verificou-se que o uso desse coagulante foi mais eficiente na remoção de sólidos através de FAD. Entretanto, seu uso está diretamente relacionado a custos operacionais, como investimento financeiro para correção do pH. Essa diferença, quanto à biomassa efluente das lagoas de estabilização, está relacionada às variações climáticas ao longo do ano, que influenciam na geração de biomassa de algas nos reatores, afetando diretamente a quantidade de sólidos recuperados na FAD.

Considerando a influência da dose de coagulante sobre a eficiência do processo de FAD, todos os dados foram agrupados por este fator para obter a eficiência média de remoção, tal como apresentado nas Figuras 28 e 29 para o efluente da lagoa facultativa e de maturação, respectivamente. Avaliando cada coagulante, as eficiências de remoção médias mais elevadas ocorreram com a utilização de cloreto férrico. No entanto, como discutido anteriormente, uma correção anterior do pH dos efluentes das lagoas torna-se necessária. Em geral, foram observadas eficiências médias do processo entre 60 e 80% para todas as variáveis medidas, alcançando em condições operacionais otimizadas, valores acima de 90%.

Figura 28 – Influência do tipo e dose de coagulante na remoção de DQO, SS, turbidez, cor e clorofila *a* no efluente da lagoa facultativa.

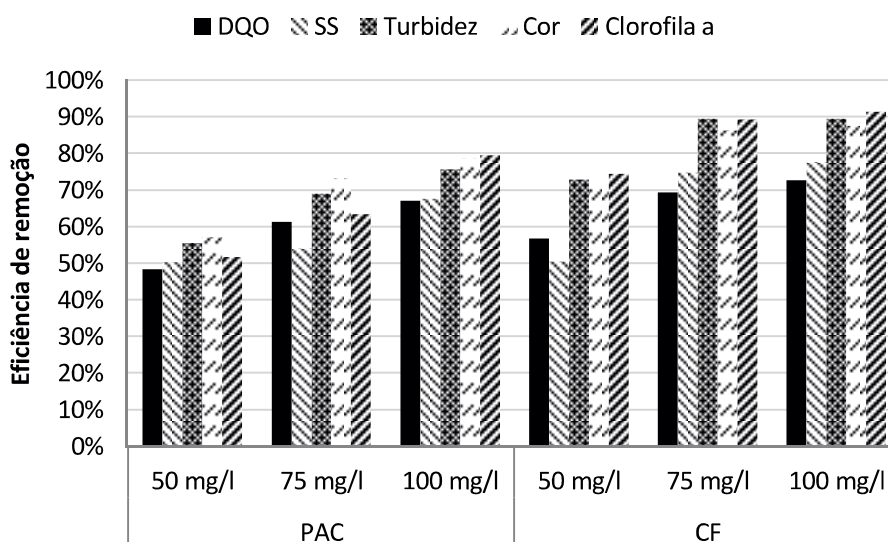
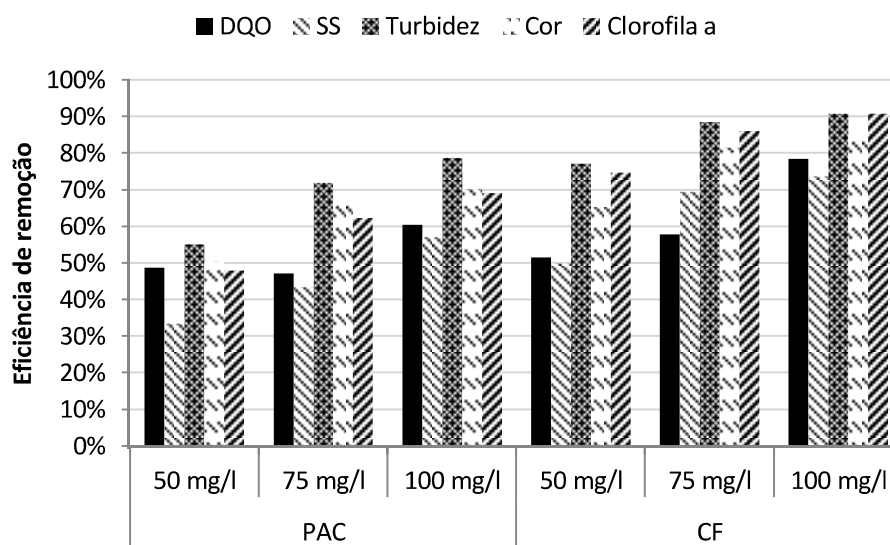


Figura 29 – Influência do tipo e dose de coagulante na remoção de DQO, SS, turbidez, cor e clorofila *a* no efluente da lagoa de maturação.



5.3. Avaliação da comunidade fitoplanctônica

As análises da biomassa de algas nos efluentes das lagoas facultativa e de maturação (efluente final) são expressos de forma qualitativa através da Tabela 16, onde se observam os gêneros ou espécies identificadas, bem como os táxons a que estes pertencem.

Tabela 16 – Espécies e gêneros presentes nas lagoas de estabilização estudadas.

Táxon	Gênero/Espécie	LF	LM
Chlorophyta	<i>Monoraphidium sp.</i>	X	X
	<i>Closteriopsis sp.</i>	X	X
	<i>Tetraspora sp.</i>	X	X
	<i>Chlorella sp.</i>	X	X
	<i>Scenedesmus sp.</i>	X	X
	<i>Coelastrum sp.</i>		X
	<i>Selenastrum sp.</i>	X	X
	<i>Oocystis sp.</i>	X	
	<i>Ankistrodesmus sp.</i>	X	X
	<i>Chlamydomonas sp.</i>	X	X
	<i>Chlorococcum sp.</i>	X	X
Bacillariophyta	<i>Navicula sp.</i>	X	
	<i>Cyclotella sp.</i>	X	X
	<i>Diatomacea</i>	X	X
Cyanobacteria	<i>Synechocystis sp.</i>	X	X
	<i>Pseudanabaena sp.</i>	X	X
	<i>Planktolyngbya limnetica</i>	X	X
	<i>Gleocapsa sp.</i>	X	
	<i>Synechococcus sp.</i>	X	X
	<i>Cilindrospermopsis sp.</i>		X
Euglenophyta	<i>Euglena sp.</i>	X	X
	<i>Phacus sp.</i>	X	X
	<i>Astasia sp.</i>	X	
Ochrophyta	<i>Centritractus sp.</i>	X	X
Cryptophyta	<i>Chroomonas sp.</i>	X	
	<i>Cryptomonas sp.</i>	X	
Charophyta	<i>Closterium sp.</i>	X	X

Foram identificados no estudo 28 táxons fitoplanctônicos, sendo que 12 espécies pertencem à divisão Chlorophyta. Na lagoa facultativa, foram identificadas as seguintes espécies predominantes: *Monoraphidium sp.* (3%), *Synechocystis sp.* (43%), *Closteriopsis sp.* (3%), *Chlorella sp.* (36%) e *Synechococcus sp.* (8%). Para a lagoa de maturação as espécies que predominaram foram: *Monoraphidium sp.* (4%), *Synechocystis sp.* (43%), *Tetraspora sp.* (4%), *Chlorella sp.* (32%) e *Synechococcus sp.* (10%). O

predomínio de indivíduos das divisões Chlorophyta e Cyanobacteria já foi registrado em lagoas de estabilização (CRUZ et al., 2005; MARTINS, 2012).

Lima (2015) realizou estudos de identificação e quantificação de cianobactérias em ETEs no Rio Grande do Norte e observou que as concentrações médias da densidade de cianobactérias das lagoas facultativas variaram entre $6,25 \times 10^4$ cel/mL e $2,69 \times 10^6$ cel/mL, enquanto que para os efluentes finais a faixa de variação foi de $9,1 \times 10^3$ cel/mL a $1,9 \times 10^6$ cel/mL.

É importante destacar que outras espécies foram identificadas nas amostras estudadas como, por exemplo, a eubactéria púrpura do enxofre *Thiopedia rosea*, atingindo 18,6% da totalidade de células na lagoa facultativa e 22,6% na lagoa de maturação. Em muitos trabalhos sobre algas presentes em lagoas de estabilização, como os de Martins (2012) e Lima (2015), é relatada a presença de uma espécie de cianobactéria morfológicamente semelhante à *Thiopedia rosea* chamada de *Merismopedia tenuissima*, entretanto, muitas vezes, essa espécie é identificada como cianobactéria de forma errônea, já que pode ser a *Thiopedia rosea*, conforme se identificou neste trabalho. A confirmação da presença de *Thiopedia rosea* nas amostras analisadas foi feita através de coloração com nanquim, o qual tem afinidade por grânulos de enxofre presentes na extremidade da membrana plasmática dessa eubactéria, indicando que tal espécie não se trata de uma cianobactéria, conforme se relata em vários trabalhos.

De acordo com Reynolds (2006), a faixa ótima para a temperatura de crescimento das algas encontra-se na faixa de temperatura entre 25 e 28°C, semelhante ao verificado ao longo deste estudo, devido às elevadas temperaturas e à intensidade de radiação solar, fatores estes típicos da região nordeste brasileira. Nestas condições, a taxa de reprodução das espécies é acelerada, principalmente se houver disponibilidade de nutrientes oriundos da decomposição da matéria orgânica, como é o caso das lagoas de estabilização (BARROSO et al., 2009).

A densidade relativa de microalgas foi elevada em ambas as lagoas monitoradas, atingindo valores médios de $4,11 \times 10^6$ cel/ml na lagoa facultativa, e $2,66 \times 10^6$ cel/ml na lagoa de maturação (efluente final). Esses valores foram

semelhantes aos encontrados por Lima (2015) durante um monitoramento da densidade de cianobactérias em lagoas de estabilização no Rio Grande do Norte. Essa autora verificou uma densidade de $2,69 \times 10^6$ cel/ml na lagoa facultativa da ETE Ponta Negra, e $0,5 \times 10^6$ cel/ml no efluente final (segunda lagoa de maturação). O pH verificado nas lagoas de estabilização favorece o crescimento das microalgas, assim como a elevada disponibilidade de nutrientes (NAYAK; PRASANNA, 2007).

Silva (2013) estudou diversas lagoas de maturação no estado do Ceará e verificou que os organismos pertencentes aos táxons Cyanobacteria e Chlorophyta foram igualmente predominantes, com 31,25% dos gêneros pertencentes a cada uma. Espécies pertencentes à Euglenophyta representaram apenas 18,75% da distribuição em diversidade de gêneros. Entretanto, em termos de frequência relativa, as euglenofíceas representaram 62,9% dos organismos presentes nos efluentes estudados. Naquele mesmo estado, Aquino et al. (2011) analisaram o efluente de uma lagoa facultativa de uma estação de tratamento da cidade de Barbalha e verificaram, tanto em período seco quanto chuvoso, a predominância dos gêneros: *Microcystis*, *Merismopedia*, *Oscillatoria*, *Planktothrix*, *Geitlerinema*, *Anabaena*, *Monoraphidium* e *Closterium*.

A frequência relativa dos organismos presentes nas amostras analisadas demonstra a distribuição quantitativa dos indivíduos, e isso é importante quando se deseja verificar as espécies predominantes nas lagoas de estabilização estudadas. Durante o período de coletas, foi verificado que as maiores frequências relativas dentre os táxons identificados foram para Cyanobacteria e Chlorophyta, tanto para o efluente da lagoa facultativa como para o da segunda lagoa de maturação (efluente final), conforme ilustrado nas Figuras 30 e 31.

Figura 30 – Frequência relativa quanto aos táxons de microalgas presentes no efluente da LF.

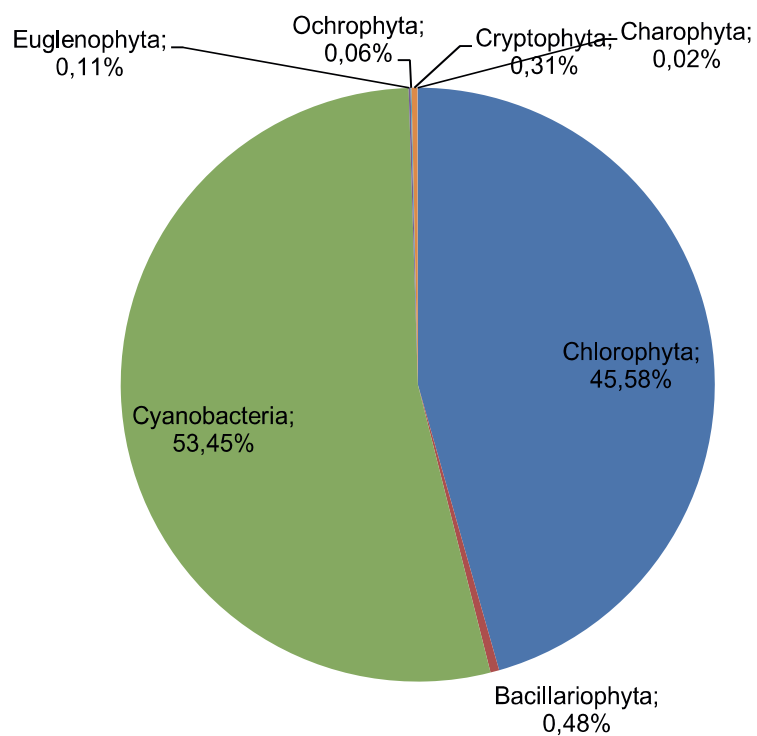
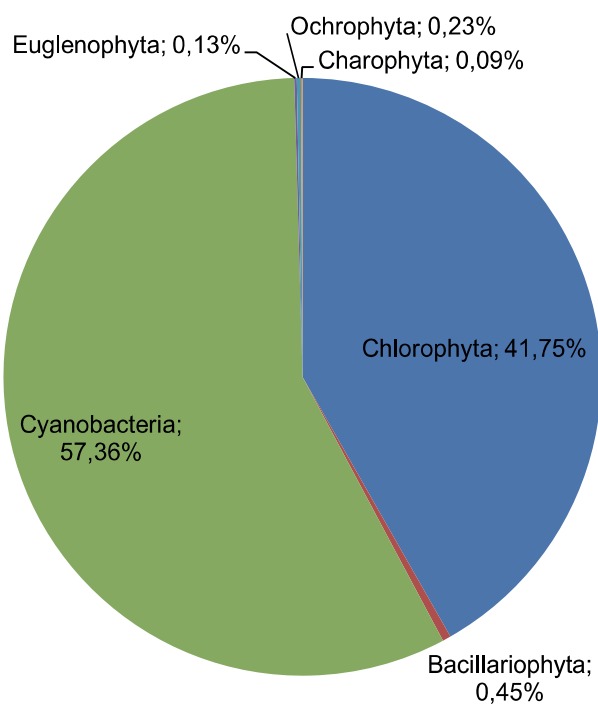


Figura 31 – Frequência relativa quanto aos táxons de microalgas presentes no efluente da LM.



König, Ceballos e Almeida (2002) analisaram o efluente final de estações de tratamento de esgotos na Paraíba e identificaram representantes

dos filos: Cyanophyta, Euglenophyta, Chlorophyta e Bacillariophyta; os gêneros predominantes foram *Oscillatoria*, *Euglena*, *Chlorella* e *Navicula* respectivamente.

Segundo de Oliveira (2010) as espécies encontradas em lagoas facultativas ou de maturação variam de acordo com fatores como carga orgânica superficial aplicada, condições operacionais, disponibilidade de luz, concentração de nutrientes e grau de mistura da coluna de água.

Diversas pesquisas têm demonstrado a relação entre a qualidade do efluente tratado em lagoas de estabilização e as espécies de microalgas, dentre elas, Di Bernardo (1995) menciona que os grupos mais tolerantes à poluição orgânica são as clorofíceas, cianofíceas, euglenofíceas e diatomáceas e os principais gêneros são *Euglena*, *Oscillatoria*, *Chlamydomonas*, *Scenedesmus*, *Chlorella*, *Nitzschia*, *Navicula* e *Stigeoclonium*. As cianofíceas predominam em ambientes com condições de baixos valores de pH o que pode justificar a grande quantidade de indivíduos desse grupo nos efluentes estudados (Di Bernardo, 1995).

König (2000) destaca que reduções de carga orgânica, amônia e sólidos suspensos promovem a redução das algas flageladas, com exceção de indivíduos dos gêneros *Euglena* e *Chlorogonium*. Além disso, favorecem o aumento de gêneros não flagelados, como *Micractinium*, *Scenedesmus* e *Ankistrodesmus*. As *Euglena* sp são resistentes à poluição e por isso, foram identificados alguns desses indivíduos nas amostras analisadas, já que o ambiente em lagoas de estabilização possui elevadas concentrações de matéria orgânica e nutrientes.

Lagoas facultativas e de maturação com elevadas cargas orgânicas e condições anaeróbias são ambientes onde se encontram espécies de *Chlamydomonas* (BARROSO, 2001), conforme também foi observado nas amostras aqui analisadas. Espécies de *Oscillatoria* sp, *Euglena* sp, *Chlamydomonas* sp e *Navicula* sp são tolerantes à matéria orgânica elevada (KÖNIG, 2000). Tal comportamento foi observado neste estudo, pois as lagoas de estabilização estudadas apresentam carga orgânica elevada, conforme

observado nos monitoramentos desde 2009, sendo verificada sobrecarga orgânica em todas as lagoas (Tabela 17).

Tabela 17 – Cargas orgânicas superficiais de DBO₅ e DQO na ETE Ponta Negra.

Carga orgânica superficial λ_s	Lagoa		
	LF	LM1	LM2
kgDBO ₅ /ha.d	426	419	383
kgDQO/ha.d	753	960	863

Fonte: autora (2011)

É importante destacar que a região onde o efluente é retirado da lagoa também influencia nos organismos identificados nas amostras, já que, durante o dia, há predominância de gêneros flagelados na superfície da massa líquida, que se locomovem ao longo da profundidade em busca de luminosidade, enquanto que no período noturno, os flagelados migram para o fundo do reator (KÖNIG, 2000).

Wu et al. (2014) afirmam que, geralmente, as microalgas cultivadas em águas residuárias podem ser divididas em microalgas fotoautotróficas e mixotróficas, de acordo com a fonte de carbono utilizada por elas. Microalgas fotoautotróficas assimilam carbono inorgânico, enquanto que microalgas mixotróficas assimilam tanto carbono inorgânico como carbono orgânico. Exemplos de microalgas fotoautotróficas são *Botryococcus braunii*, *Chlorella vulgaris* e *Scenedesmus obliquus*. As microalgas fotoautotróficas, microalgas verdes unicelulares, parecem ser particularmente tolerantes às condições das águas residuárias e consequentemente, são as mais utilizadas para a produção de biocombustíveis nessa situação (XIN et al., 2010; SYDNEY et al., 2011; PARK et al., 2012). Microalgas verdes, como as dos gêneros *Chlorella* e *Scenedesmus*, são geralmente as espécies predominantes nas comunidades de microalgas em lagoas de estabilização (POWELL et al., 2008; POWELL et al., 2009).

Para a avaliação do biovolume, foram consideradas como espécies abundantes as que contribuem com mais de 5% para a biomassa total. As Tabelas 18 e 19 apresentam os resultados para o biovolume nos efluentes das

lagoas de estabilização estudadas. Em termos de biovolume, as espécies mais representativas para a biomassa na lagoa facultativa foram *Synechocystis* sp., *Chlorella* sp., *Euglena* sp. e *Phacus* sp. As duas primeiras espécies acompanham o mesmo comportamento dos dados de abundância, já evidenciados anteriormente, entretanto, outras duas espécies de Euglenophyta surgem como representativas na biomassa, *Euglena* sp. e *Phacus* sp., devido às mesmas serem organismos que possuem grande volume celular.

Tabela 18 – Biovolume para os táxons no efluente da LF.

Táxon	Volume celular (μm^3)	Biovolume médio ($\text{mm}^3.\text{L}^{-1}$)	Porcentagem equivalente
<i>Monoraphidium</i> sp.	317,61	13,15	4,77%
<i>Synechocystis</i> sp.	27,59	18,81	6,83%
<i>Closteriopsis</i> sp.	158,8	0,02	0,01%
<i>Pseudanabaena</i> sp.	85,408	0,43	0,16%
<i>Tetraspora</i> sp.	163,6	6,57	2,39%
<i>Chlorella</i> sp.	66,98	38,16	13,86%
<i>Euglena</i> sp.	294375	150,19	54,53%
<i>Phacus</i> sp.	40458	34,39	12,49%
<i>Cyclotella</i> sp.	523,3	3,75	1,36%
<i>Planktolyngbya limnetica</i>	227,65	2,90	1,05%
<i>Scenedesmus</i> sp.	188,4	0,63	0,23%
<i>Centritactus</i> sp.	376,8	0,33	0,12%
<i>Synechococcus</i> sp.	28,5	3,86	1,40%
<i>Diatomacea</i>	541,3	0,11	0,04%
<i>Selenastrum</i> sp.	23,55	0,16	0,06%
<i>Oocystis</i> sp.	124,83	0,21	0,08%
<i>Gleocapsa</i> sp.	186,21	0,04	0,02%
<i>Chroomonas</i> sp.	93,8	0,01	0,00%
<i>Cryptomonas</i> sp.	97,1	0,46	0,17%
<i>Ankistrodesmus</i> sp.	54,95	0,03	0,01%
<i>Chlamydomonas</i> sp.	95,7	0,09	0,03%
<i>Navicula</i>	523,6	0,06	0,02%
<i>Closterium</i> sp.	160,1	0,05	0,02%
<i>Pseudanabaena</i> sp.	85,408	0,75	0,27%
<i>Astasia</i> sp.	202,4	0,07	0,03%
<i>Chlorococcum</i> sp.	85,3	0,17	0,06%

Já para o efluente final, as únicas espécies que se mostraram com representatividade acima de 5% foram *Euglena* sp. e *Phacus* sp., apesar de, em termos de abundância, outras espécies serem mais representativas, como

Synechocystis sp. e *Chlorella* sp. Isso é justificável pelo grande volume celular que as referidas espécies de Euglenophyta possuem.

Tabela 19 – Biovolume para os táxons no efluente da LM.

Táxon	Volume celular (μm^3)	Biovolume médio ($\text{mm}^3.\text{L}^{-1}$)	Porcentagem equivalente
<i>Monoraphidium</i> sp.	317,61	10,80	3,89%
<i>Closteriopsis</i> sp.	158,8	3,59	1,29%
<i>Chlorella</i> sp.	66,98	0,17	0,06%
<i>Tetraspora</i> sp.	163,6	5,60	2,02%
<i>Coelastrum</i> sp.	1208,3	0,10	0,04%
<i>Centritactus</i> sp.	376,8	0,03	0,01%
<i>Euglena</i> sp.	294375	210,04	75,61%
<i>Cyclotella</i> sp.	523,3	2,32	0,83%
<i>Planktolyngbya limnetica</i>	227,65	2,72	0,98%
<i>Diatomacea</i>	541,3	0,09	0,03%
<i>Synechocystis</i> sp.	27,59	12,57	4,52%
<i>Scenedesmus</i> sp.	188,4	0,85	0,31%
<i>Closterium</i> sp.	160,1	0,14	0,05%
<i>Selenastrum</i> sp.	23,55	0,17	0,06%
<i>Cilindrospermopsis</i> sp.	1090,2	0,41	0,15%
<i>Chlorococcum</i> sp.	85,3	0,19	0,07%
<i>Synechococcus</i> sp.	28,5	3,11	1,12%
<i>Pseudanabaena</i> sp.	85,408	1,20	0,43%
<i>Phacus</i> sp.	40458	23,65	8,51%
<i>Ankistrodesmus</i> sp.	54,95	0,02	0,01%
<i>Chlamydomonas</i> sp.	95,7	0,04	0,01%

5.4. Avaliação do potencial lipídico das microalgas

5.4.1. Rendimento das extrações

Os rendimentos para as amostras que não foram submetidas ao uso de coagulantes, LF e LM, foram semelhantes, pois o quantitativo de espécies de microalgas potencialmente produtoras de óleo também foi semelhante (Tabela 20). A exemplo, citam-se as espécies *Monoraphidium* sp. e *Chlorella* sp., as quais apresentaram densidades médias na lagoa facultativa de $5,17 \times 10^3$ cel/ml e $7,12 \times 10^4$ cel/ml, respectivamente. Já no efluente final essas espécies apresentaram densidades de $4,25 \times 10^3$ cel/ml e $4,06 \times 10^4$ cel/ml, respectivamente. Destaca-se que a recuperação da biomassa nessas amostras foi através de centrifugação.

Tabela 20 – Rendimento médio para extração do óleo de microalgas.

Amostras	Rendimento (%)
LF	4,50 ± 0,37
LF – PAC	5,18 ± 0,06
LF – CF	4,10 ± 0,51
LM	4,10 ± 0,51
LM – PAC	1,33 ± 0,10
LM – CF	3,36 ± 0,14

Devido às microalgas apresentarem uma parede celular rígida, a aplicação de processos químicos juntamente com físicos tende a melhorar os rendimentos da extração do óleo, já que a aplicação desses processos favorece o rompimento da parede celular e da membrana plasmática. É importante destacar que tal rendimento reflete na quantidade de lipídios extraídos, já que o n-hexano (substância apolar) tem afinidade por tais constituintes. Muitas pesquisas como, utilizam solventes polares e apolares no processo de extração, e isso maximiza os rendimentos obtidos devido os solventes polares extraírem carboidratos, proteínas e pigmentos, o que gera um óleo com muitas impurezas (CHISTI, 2007; AMARO; GUEDES; MALCATA,, 2011; HALIM et al., 2012; SILVA et al., 2014).

Quando os rendimentos obtidos nas amostras submetidas aos coagulantes durante o processo de flotação são comparados, nota-se que a biomassa proveniente da lagoa de maturação (efluente final) não apresentou índices elevados, diferentemente do que ocorreu com as amostras da lagoa facultativa. Tal fato é justificado pela diferença na composição qualitativa e quantitativa das espécies que compõem a biomassa, ocorrendo números menores de indivíduos potencialmente produtores de óleo na lagoa de maturação. Além disso, o ambiente em que essas espécies estavam submetidas pode ter influenciado na produção e armazenamento de lipídios nas células, já que o ambiente da lagoa facultativa apresenta uma maior disponibilidade de nutrientes do que o da lagoa de maturação. Isso submete as espécies a condições de estresse e a produção lipídica pode ser prejudicada

em detrimento de outros aspectos relevantes para a sobrevivência das espécies, como por exemplo, síntese de proteínas e reprodução.

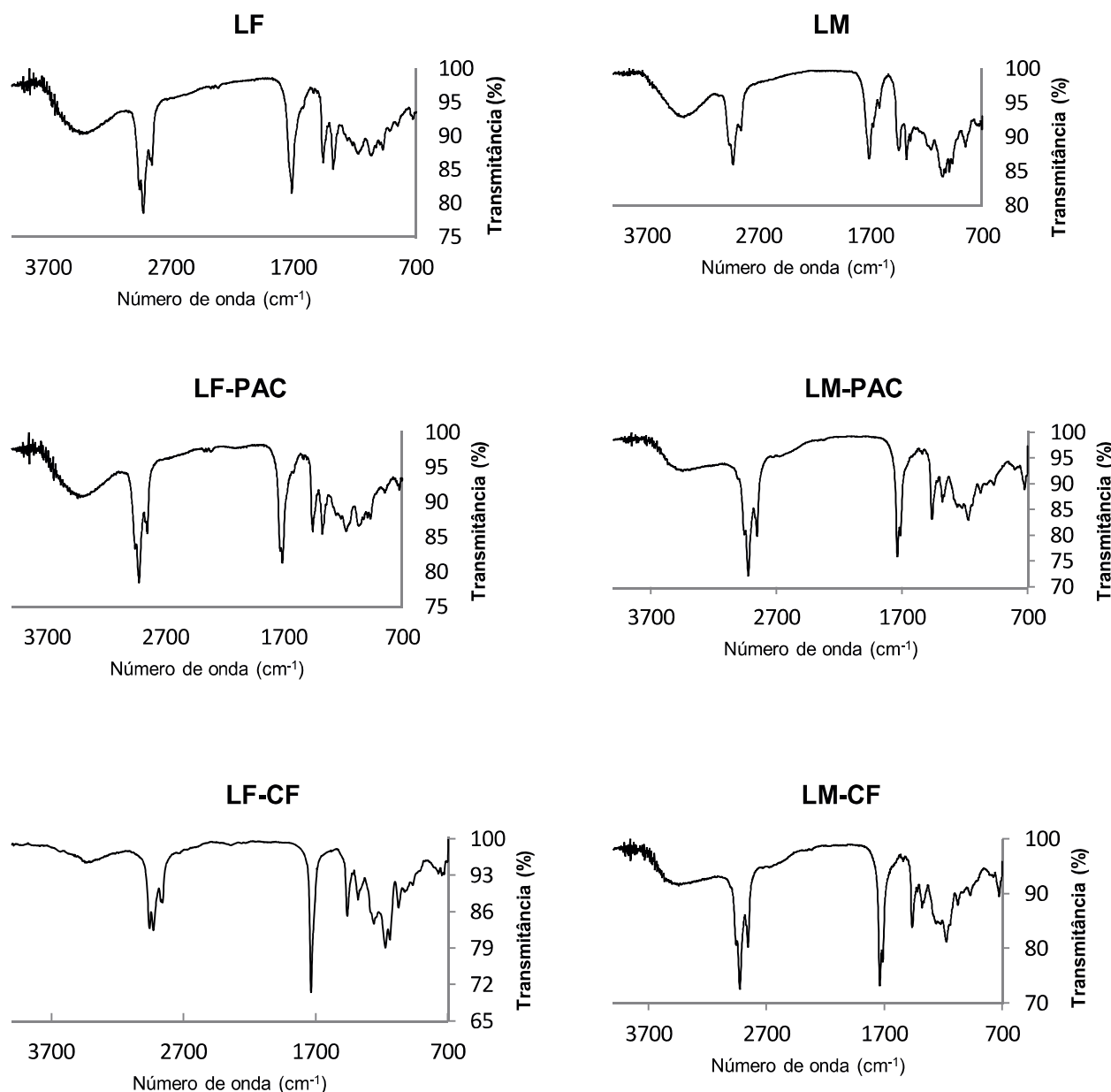
As microalgas que pertencem aos grupos Bacillariophyceae produzem ácidos graxos de C16: 0 e C16: 1; as Chlorophyceae, ácidos graxos de C16: 0 e C18: 1; nas Euglenophyceae, C16: 0, C16: 1 e C18: 1; e nas Cyanobacteria, C16: 0, C16: 1 e C18: 1. Além desses ácidos graxos, as Bacillariophyceae são produtores de ácidos graxos poli-insaturados ($\omega 3$ ou $\omega 6$, onde ωx identifica a posição onde se encontra a primeira instauração) As Bacillariophyceae são produtoras de ácidos graxos poli-insaturados C20:5 $\omega 3$ e C22:6 $\omega 3$; em Euglenophyceae C18:2 e C18:3 $\omega 3$ e em Cyanobacteria C16:0, C18:2 e C18:3 $\omega 3$ (HU et al., 2008).

5.4.2. Espectroscopia de infravermelho

Os resultados do infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) indicaram a presença de carbonila de éster nas amostras com aplicação de coagulantes, caracterizada pela presença de quatro picos, conforme ilustrado na Figura 32. Esses quatro picos encontram-se, aproximadamente, entre as bandas de absorção 2927, 1737, 1163 e 729 cm^{-1} . A presença de éster nas amostras é fundamental para se confirmar a potencialidade da biomassa como produtora de óleo, o qual pode ser transformado em biodiesel através da transesterificação. Para as amostras em que a biomassa foi recuperada a partir de centrifugação, LF e LM, foi verificada a ocorrência de carbonila de ácido carboxílico, o que pode favorecer a produção de biodiesel através de esterificação.

Pesquisas realizadas utilizando vários tipos de óleos tradicionalmente ricos em triglicerídeos constataram que a maioria das bandas de absorção na região do infravermelho dos grupos funcionais dos triglicerídeos foi observada em torno de 2937 cm^{-1} (deformação axial assimétrica de C-H), 2856 cm^{-1} (deformação axial simétrico C-H), 1749 cm^{-1} (deformação axial do grupo C=O), 1454 cm^{-1} (deformação angular tipo “scissoring” de C-H), 1166 cm^{-1} (deformação angular de C-O e C-H) e 709 cm^{-1} (deformação angular tipo “rocking” de $(-\text{CH}_2-\text{n})$) (SILVERSTEIN; WEBSTER, 2000; YANG et al., 2005).

Figura 32 – Espectro de FTIR do óleo das microalgas em efluentes de LF e LM.

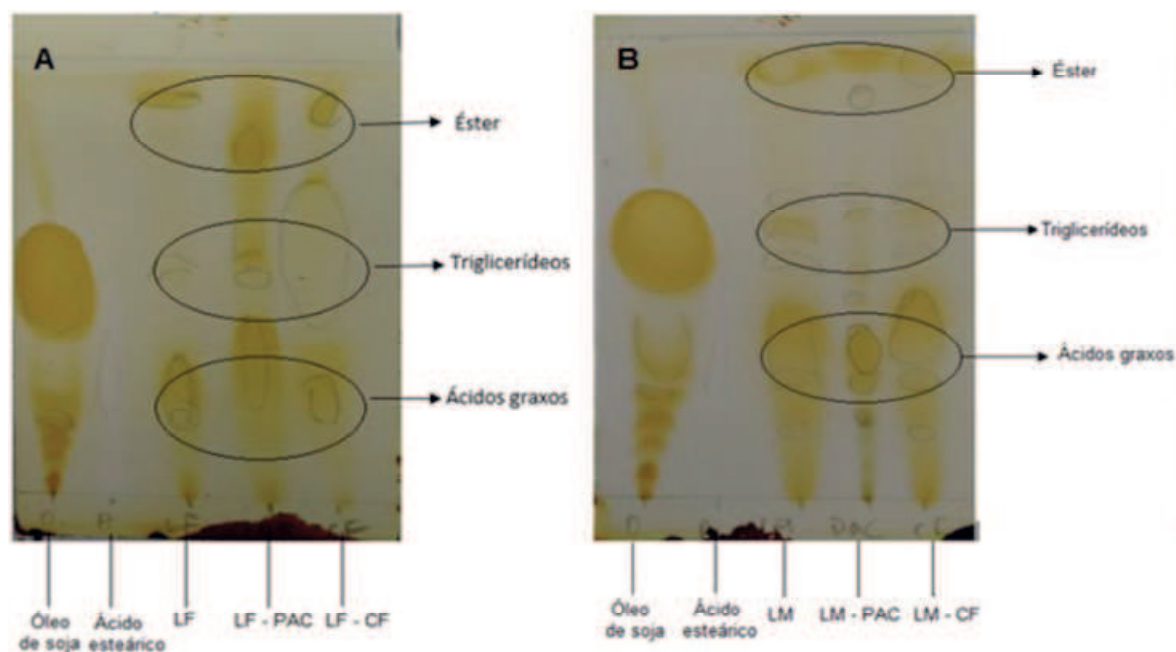


5.4.3. Análise do extrato por cromatografia em camada delgada (CCD)

A CCD possibilitou a caracterização dos ésteres, triglicerídeos e ácidos graxos que são os constituintes presentes no óleo das microalgas, sendo este analisado pelo fator de polaridade, o que permite verificar a presença de cada constituinte em função da distância percorrida na placa (Figura 33). Através de análise comparativa dos padrões aplicados como referência na placa cromatográfica foi possível observar um perfil lipídico desejável, pois em seus

constituintes se fizeram presentes os ésteres de ácidos graxos, triglicerídeos e ácidos graxos.

Figura 33 – Placa cromatográfica do extrato da LF, LF-PAC, LF-CF (A) e LM, LM-PAC e LM-CF (B).



A Tabela 21 mostra os valores calculados dos valores de retenção (R_f) dos extratos das biomassas e dos padrões utilizados. Vale salientar, que os valores de R_f dos extratos também ficaram bem próximos aos relatados na literatura (BRUM; ARRUDA; REGITANO-D'ARCE., 2009; FROEHNER et al., 2016).

Tabela 21 – Fator de retenção (Rfs) dos extratos das lagoas facultativa e de maturação

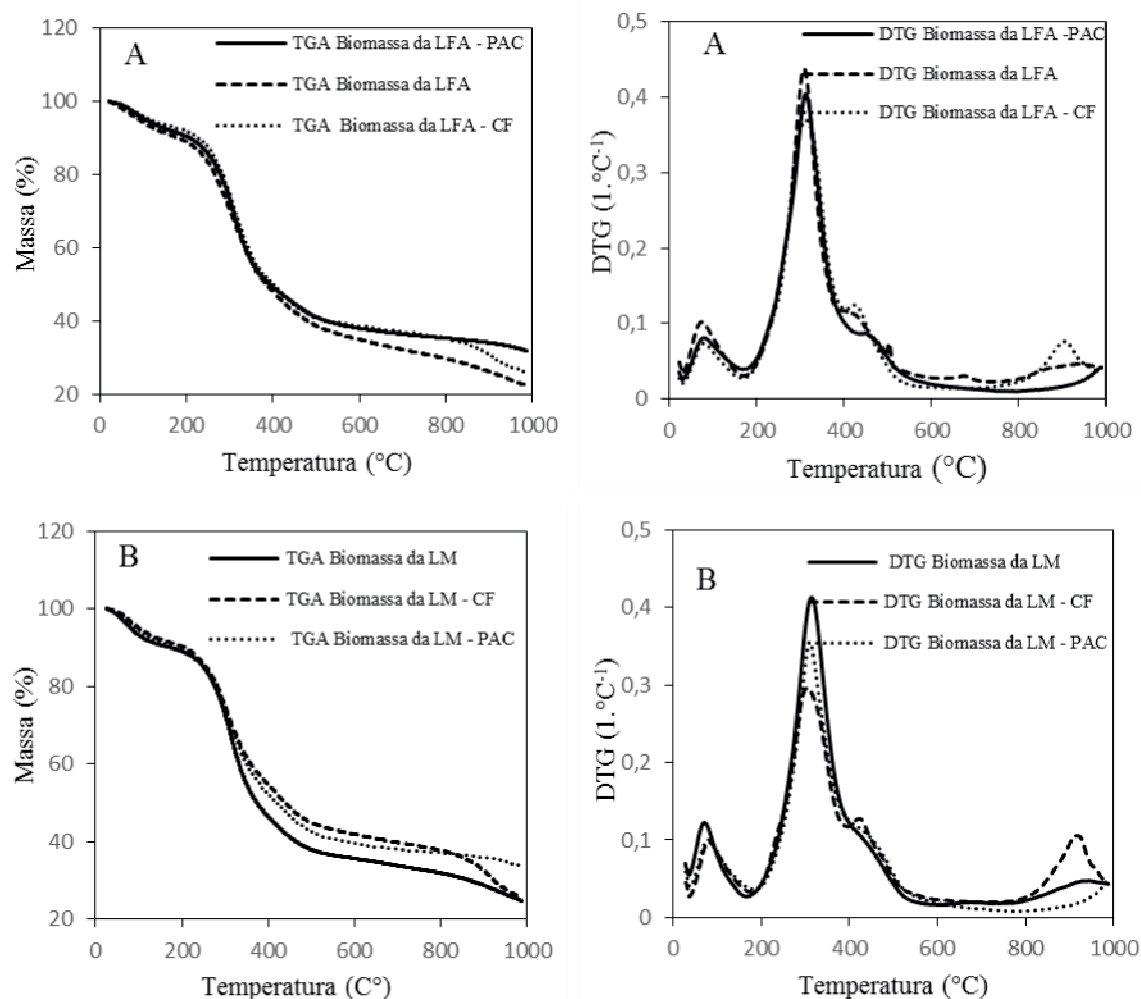
Compostos	LF	LF- PAC	LF - CF	LM	LM - PAC	LM - CF	Padrões
Éster	0,91	0,85	0,94	0,96	0,83	0,96	-
	0,55	0,53	0,73	0,66	0,66	0,66	
Triglicerídeo	-	0,65	-	0,58	0,61	0,61	0,66
	-	-	-	0,50	0,50	0,53	
Ácido graxos	0,35	0,42	0,31	0,41	0,41	0,41	0,41

Assim, verifica-se que os resultados obtidos através da CCD demonstraram qualitativamente a presença de éster, ácidos graxos e triglicerídeos nas amostras avaliadas, confirmando a presença de substâncias importantes para a produção de biodiesel.

5.4.4. Análise por TGA da biomassa algal e do óleo extraído

A fim de quantificar o teor de lipídeos, proteínas e carboidratos, foi realizada análise de termogravimetria com as biomassas secas antes do processo de extração. O comportamento térmico da biomassa microalgal de LF, LF-CF, LM e LM-CF apresentou quatro eventos e o de LF-PAC e LM-PAC três eventos (Figura 34). O primeiro evento corresponde à desidratação da biomassa; o segundo evento refere-se à presença de carboidratos e proteínas; o terceiro evento está relacionado à decomposição da fração lipídica, principalmente os triacilglicerídeos; e, o quarto evento só foi verificado nas amostras LF, LF-CF, LM e LM-CF que, provavelmente, refere-se a pigmentos, como clorofila, os quais apresentam elevado peso molecular e encontram-se frequentemente como constituintes da microalga.

Figura 34 – Curvas de TGA e DTG da biomassa da lagoa facultativa (A) e da lagoa de maturação (B).



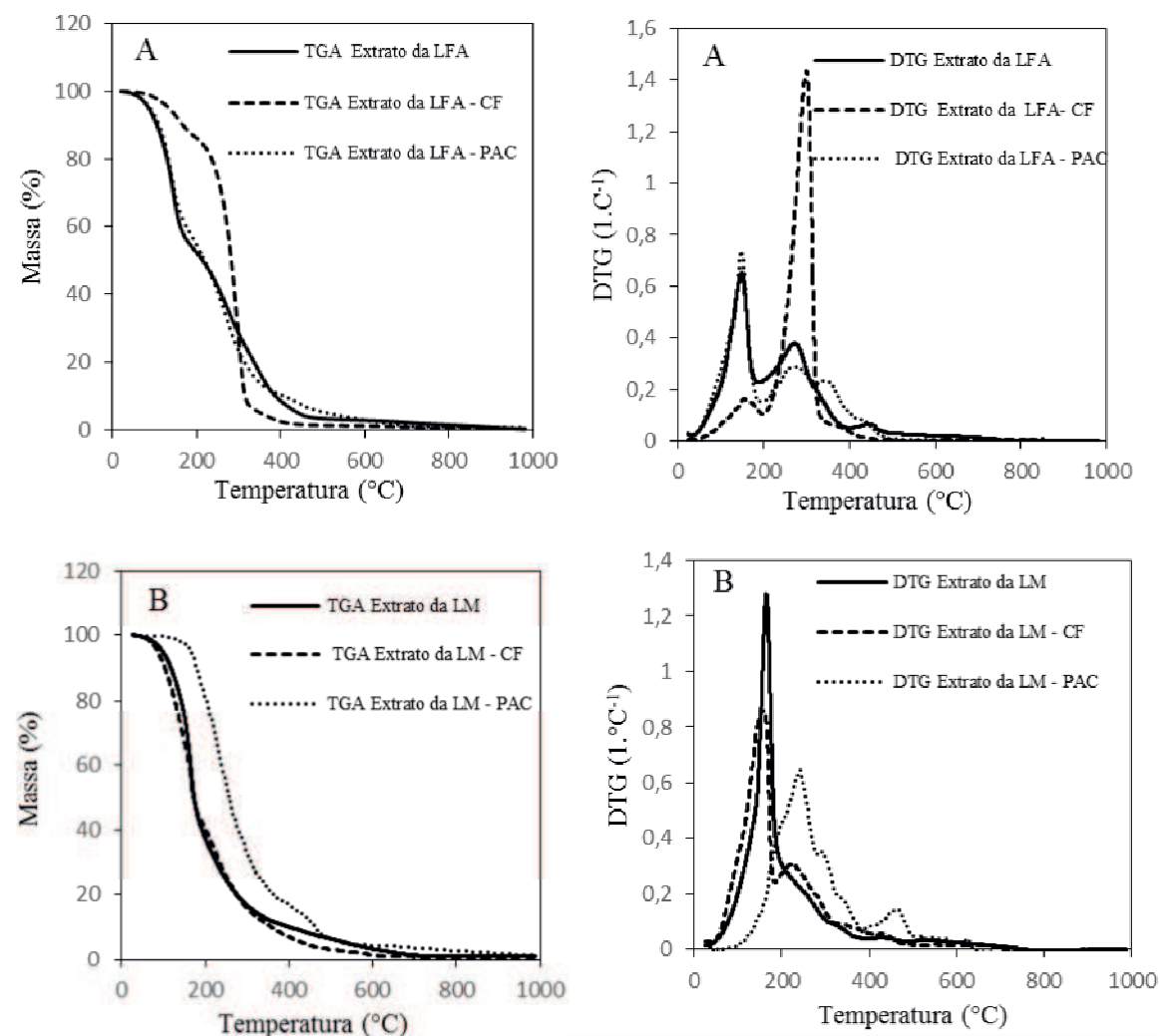
O alto percentual de material residual, principalmente na LF-PAC e LM-PAC pode estar relacionado com a presença de alumínio proveniente do coagulante utilizado no processo de flotação. Isso é refletido nos resultados de metais pesados na biomassa, onde o LF-PAC e LM-PAC foram os que produziram a maior quantidade de alumínio. Na Tabela 22 são mostrados os resultados dos principais eventos térmicos da biomassa e suas respectivas porcentagens de perda de massa.

Tabela 22 – Eventos térmicos da biomassa das lagoas facultativa e de maturação.

Amostras	Eventos térmicos	Temperatura	Massa (%)
LF	1°	27 - 174	9,59
	2°	174 - 396	41,75
	3°	396 - 559	13,32
	4°	559 - 988	13,23
Resíduos (%)	22,11		
LF - CF	1°	28 - 170	6,99
	2°	170 - 395	43,34
	3°	395 - 596	12,16
	4°	596 - 988	11,70
Resíduos (%)	25,91		
LF -PAC	1°	24 - 184	8,44
	2°	184 - 400	45,58
	3°	400 - 600	11,27
Resíduos (%)	34,71		
LM	1°	30 - 171	9,83
	2°	171 - 400	43,86
	3°	400 - 569	10,25
	4°	569 - 988	11,28
Resíduos (%)	24,78		
LM - CF	1°	24 -175	8,91
	2°	175 - 386	35,77
	3°	386 - 560	14,94
	4°	560 - 988	14,91
Resíduos (%)	25,47		
LM - PAC	1°	35 - 185	10,04
	2°	185 - 399	38,26
	3°	399 - 621	12,91

As curvas TGA e DTG (Figura 35) dos extratos da biomassa da LF, LF-CF, LF-PAC, LM, LM-CF e LM-PAC mostraram 3 etapas de perda de massa. O primeiro evento térmico de perda de massa consiste na volatilização do solvente (n-hexano) e vaporização de moléculas de água.

Figura 35 – Curvas de TGA e DTG do extrato da biomassa da lagoa facultativa (A) e da lagoa de maturação (B).



Os 2º e 3º eventos térmicos estão relacionados com a decomposição ou volatilização dos triacilglicerídeos (MARCILLA et al., 2009). Dentre as amostras analisadas, a que teve maior perda de massa referente a esses eventos foi a LF – CF, com 84,28% em comparação com as demais. Os picos que caracterizam as temperaturas máximas de degradação das amostras (Tabela 23), possivelmente, estão relacionados à volatilização dos produtos provenientes da decomposição dos triacilglicerídeos (produto de pirólise), ou eventuais TAG de elevada massa molecular. Os resíduos gerados podem ser atribuídos ao material que não volatiliza e é carbonizado. Na Tabela 23 são mostrados os resultados dos intervalos de temperatura dos principais eventos térmicos dos extratos e suas respectivas porcentagens de perda de massa.

Tabela 23 – Eventos térmicos do extrato da lagoa de facultativa e de maturação.

Amostras	Eventos térmicos	Temperatura	Massa (%)	Temperatura máxima de degradação (°C)
LF	1°	30 - 182	40,90	389
	2°	182 - 382	47,63	
	3°	382 - 485	5,57	
	Resíduos (%)	5,09		
LF - CF	1°	30 - 202	13,88	453
	2°	202 - 330	79,28	
	3°	330 - 432	5,00	
	Resíduos (%)	1,84		
LF - PAC	1°	30-190	45,87	447
	2°	190 - 320	30,09	
	3°	320 - 483	20,28	
	Resíduos (%)	3,76		
LM	1°	37 - 203	62,63	354
	2°	203 - 305	20,26	
	3°	305 - 379	5,23	
	Resíduos (%)	11,88		
LM - CF	1°	41 - 187	56,14	384
	2°	187 - 321	30,32	
	3°	321 - 475	9,64	
	Resíduos (%)	3,09		
LM - PAC	1°	59 - 284	61,50	458
	2°	284 - 385	20,37	
	3°	385 - 498	11,58	
	Resíduos (%)	6,55		

5.4.5. Avaliação de metais pesados (alumínio e ferro)

Conforme esperado, as amostras sem adição de coagulante, LF e LM, foram as que apresentaram menores concentrações de alumínio e ferro (Tabela 24). As concentrações de ferro foram maiores do que as de alumínio devido alguns fatores como, por exemplo, trechos da rede coletora de esgotos e do emissário de esgoto bruto para a ETE Ponta Negra serem constituídos por tubulações de ferro fundido, a água de abastecimento pode conter ferro devido à rede de abastecimento, e a água de infiltração também pode contribuir com teores desse metal para o esgoto. Para ambos os metais, nessas amostras, houve uma redução na quantidade de ferro após a extração, provavelmente, devido às perdas durante os experimentos. É provável que esses valores residuais não estejam em quantidades significativas no óleo extraído, já que os resultados de TGA demonstram um residual baixo nos últimos eventos térmicos. Não foi possível realizar as análises de metais pesados no óleo extraído das amostras de biomassa, pois o baixo volume obtido ao longo dos

experimentos impossibilitava as análises através do equipamento de absorção atômica disponível.

Tabela 24 - Resultado quantitativo de ferro e alumínio da biomassa seca e residual.

Amostra	Biomassa seca		Biomassa residual	
	Ferro (Fe) (mg.kg ⁻¹)	Alumínio (Al) (mg.kg ⁻¹)	Ferro (Fe) (mg.kg ⁻¹)	Alumínio (Al) (mg.kg ⁻¹)
LF	1.611,41	526,00	1.357,82	351,49
LM	1.243,70	282,27	1.070,63	211,49
LF - PAC	5.498,15	66.167,38	4.707,61	35.464,74
LM - PAC	6.595,24	71.935,13	5.293,97	65.768,07
LF - CF	47.075,45	1.970,25	39.531,47	1.595,93
LM - CF	46.827,96	733,94	59.148,39	330,37

As amostras submetidas ao uso de coagulantes apresentaram o mesmo comportamento de redução na concentração de metais na biomassa após a extração, com exceção da amostra LF-CF, onde foi observado um acréscimo nas concentrações pós-extração. Acredita-se que possa ter ocorrido o fenômeno da bioabsorção, que consiste na capacidade de certos microrganismos concentrarem metais pesados sem necessitar de energia metabólica ou transporte, e pode ocorrer com biomassa viva ou morta (MOREIRA, 2007; PITRE et al., 2014). A parede celular das microalgas é constituída por grupos funcionais ligados a polissacarídeos e proteínas que atuam como sequestrantes dos metais utilizados na flotação através do processo de bioabsorção (PITRE et al., 2014).

5.5. Análise comparativa da biomassa de microalgas

Uma das principais vantagens em se utilizar lagoas de estabilização é a produção de biomassa de algas que pode ser usada para diversos fins, principalmente no âmbito energético, como, por exemplo, para a produção de biocombustíveis, após a recuperação da mesma. Viabilizar a recuperação da biomassa nos efluentes garante que os nutrientes e a matéria orgânica particulada não cheguem aos mananciais ou aos solos, minimizando a geração

de impactos ambientais negativos, como eutrofização das águas e salinização dos solos.

A dinâmica de algas consiste em um dos principais responsáveis pelo tratamento dos efluentes em lagoas de estabilização, sendo influenciada por fatores físicos, químicos e biológicos, como pH, OD, temperatura, radiação solar, características do afluente, competição entre as espécies, etc. A variação desses fatores implicará diretamente na qualidade dos efluentes, bem como na biomassa gerada.

Com base nos resultados apresentados e discutidos anteriormente, é possível fazer algumas inferências sobre a aplicabilidade da FAD para o pós-tratamento de efluentes de lagoas de estabilização, levando-se em consideração as características qualitativas e quantitativas do óleo produzido.

Foi verificado que o pH não é o fator preponderante para o pós-tratamento através da FAD, utilizando-se PAC, e sim a dose de coagulante. Isso demonstra que para os efluentes testados não é necessário realizar a correção do pH, e se pode aplicar o pós-tratamento com o pH natural dos efluentes. A partir dos resultados foi constatado que a melhor condição operacional foi a do teste que apresentou pH igual a 7, concentração de PAC igual a 100 mg/L, taxa de recirculação de 10% e tempo de floculação de 15 minutos. Extrapolando-se essas condições para o sistema em escala real, é possível obter uma produção de sólidos, em base seca, de 1609 kg/dia na lagoa facultativa, e 764 kg/dia na lagoa de maturação. E, levando-se em consideração a produção de biomassa em função da área das lagoas, obteve-se 29,2 g/m².d na lagoa facultativa e 26,71g/m².d na lagoa de maturação.

O uso de cloreto férrico (CF) viabilizaria uma recuperação de biomassa de 1099 kg/dia no efluente da lagoa facultativa e 776 kg/dia no da lagoa de maturação. A produção de algas em função da área foi de 19,9 g/m².d na lagoa facultativa e 27,1 g/m².d na lagoa de maturação. A configuração que apresentou os melhores resultados para o pós-tratamento dos efluentes das lagoas, usando-se CF, foi a com dose de coagulante de 75 mg/L, pH igual a 5,5, taxa de recirculação de 10% e tempo de floculação de 15 minutos. Observou-se que, de maneira geral, as eficiências variaram entre 60 e 80%

para todas as variáveis medidas, alcançando em condições operacionais ótimas, valores acima de 90%.

Entretanto, é importante avaliar o custo/benefício quanto à escolha do coagulante para sistemas em escala real, já que o uso de cloreto férrico exige correção de pH, gerando custos com a compra de reagentes e implantação de um novo reator para equalizar o pH do efluente. Enquanto que para o PAC tais medidas não seriam necessárias, apesar da biomassa recuperada ser menor. Atualmente, muitas pesquisas são realizadas para recuperar a biomassa algal através da flotação por ar dissolvido (FAD), pois é uma técnica com custos reduzidos, desde que sejam adotadas as condições ótimas, considerando-se a relação entre custos e benefícios.

Em termos de massa recuperada nos reatores, é evidente que a lagoa facultativa permite uma maior remoção de algas, já que nesse reator a biomassa produzida é maior. Além disso, os rendimentos da extração do óleo demonstraram que a biomassa da lagoa facultativa possui uma fração lipídica maior, o que é justificado pela grande quantidade de espécies do táxon Chlorophyta e potencialmente produtoras de óleo como, por exemplo, *Monoraphidium* sp. e *Chlorella* sp. O maior rendimento verificado (5,18%) foi para as amostras da lagoa facultativa, utilizando-se PAC como coagulante. Já o menor rendimento (1,33%) foi obtido na lagoa da maturação também utilizando PAC demonstrando que o coagulante utilizado não influencia na quantidade de lipídios extraídos da biomassa. Isso indica que o rendimento da extração depende das espécies presentes na amostra. Gomes (2013) avaliou o perfil lipídico de um cultivo controlado de *Monoraphidium* sp. e obteve rendimentos ótimos para a extração de 12,51%.

Conforme já discutido anteriormente, o ambiente de crescimento das espécies influencia na produção e no armazenamento de lipídios nas células, já que na lagoa facultativa existe maior disponibilidade de nutrientes do que o da lagoa de maturação, além das diferenças nos valores de pH, OD, carga orgânica, diversidade fitoplanctônica, entre outros. Tal fato submete as espécies a condições de estresse que pode afetar a produção de lipídios. Além disso, este trabalho utilizou uma cultura mista de microalgas, diferentemente do

que ocorre em diversos trabalhos que avaliam o potencial lipídico dessas espécies.

Através dos resultados de TGA foi possível observar que as amostras dos extratos da biomassa da lagoa facultativa apresentaram maior perda de massa nos eventos térmicos relativos à fração lipídica, o que corrobora o fato de ser mais vantajoso usar a biomassa da referida lagoa para extração de óleo e posterior produção de biodiesel.

Com isso, em termos de escala real, indica-se como viável tecnicamente o reaproveitamento da biomassa da lagoa facultativa, utilizando-se PAC como coagulante no processo de flotação, e adotando-se as variáveis operacionais ótimas obtidas neste trabalho, visto que o efluente dessa lagoa apresenta espécies potencialmente produtoras de óleo. Apesar do rendimento da extração não ser elevado, destaca-se que o óleo extraído das microalgas é apenas um dos diversos subprodutos que podem ser aproveitados. Levando-se em consideração que a biomassa de microalgas prejudica a qualidade dos efluentes de lagoas de estabilização e que é possível dar diversos usos a ela, fazer uso da mesma como matéria-prima para produção de biodiesel torna-se vantajoso.

A partir dos resultados obtidos neste trabalho, através das análises de TGA, foi verificado que o residual de metais como ferro e alumínio é baixo no extrato do óleo produzido, indicando que esses constituintes podem não interferir na qualidade do biodiesel. Todavia, é importante que outras pesquisas avaliem a qualidade do biodiesel produzido após a transesterificação, a fim de identificar a interferência de possíveis resíduos na constituição do biodiesel.

Em relação a esta pesquisa, fazer o pós-tratamento através de FAD em lagoas de estabilização viabiliza um efluente com melhor qualidade para destinação no solo, gera economia de área devido à desativação das lagoas de maturação, e remove uma biomassa que pode ser utilizada para a produção de biodiesel e aproveitamento de outros subprodutos.

6. CONCLUSÕES

Foi verificado que o pH não é o fator preponderante para o pós-tratamento através da FAD, utilizando-se policloreto de alumínio (PAC), mas sim a dose de coagulante, enquanto que para o cloreto férrico, o pH ácido é primordial para obtenção de boas eficiências. A melhor condição operacional usando-se PAC foi a do teste que apresentou pH igual a 7, concentração de PAC igual a 100 mg/L, taxa de recirculação de 10% e tempo de floculação de 15 minutos. Extrapolando-se essas condições para o sistema em escala real, é possível obter uma produção de sólidos, em base seca, de 1609 kg/dia na lagoa facultativa, e 764 kg/dia na lagoa de maturação.

Já para o cloreto férrico, os melhores resultados foram para dose de coagulante de 75 mg/L, pH igual a 5,5, taxa de recirculação de 10% e tempo de floculação de 15 minutos. Nessa situação a recuperação de biomassa foi de 1099 kg/dia no efluente da lagoa facultativa e 776 kg/dia no da lagoa de maturação.

Os seguintes táxons foram observados nas amostras da ETE Ponta Negra: Bacillariophyta, Cyanobacteria, Chlorophyta, Euglenophyta, e Ochrophyta. Em relação às análises quantitativas as espécies predominantes foram *Monoraphidium* sp., *Synechocytis* sp. e *Chlorella* sp., que de acordo com a literatura são ótimas produtoras de ácidos graxos saturados e poli-insaturados.

A análise da espectroscopia de infravermelho (FTIR) detectou bandas de absorção de éster e a análise cromatografia em camada delgada (CCD) a presença de éster, ácidos graxos e triglicerídeos nos extratos obtidos da biomassa das lagoas facultativa e de maturação. Já a análise termogravimétrica da biomassa desidratada evidenciou a presença de carboidratos, proteínas e lipídios; e no extrato a presença de triglicerídeos. Dessa forma, o extrato obtido das microalgas identificadas nas lagoas de estabilização tem o potencial de produzir um óleo rico em triacilglicerídeos que pode ser utilizado na produção de biodiesel. Também foi observada a presença de teores de metais pesados como ferro e alumínio nas biomassas seca e residual, o que pode restringir seus usos de acordo com o destino a ser dado.

Após a extração foi verificado que o melhor teor lipídico obtido foi nas amostras da lagoa facultativa por terem sido algas cultivadas naturalmente em ambientes com altas taxas de carga orgânica e nutricionais proporcionando melhor desenvolvimento metabólico das espécies.

Destaca-se que a biomassa removida pode ser utilizada para diversos fins, entretanto, em virtude da temática energética atual, muitas pesquisas já confirmaram que as algas são viáveis para produção de biogás, biodiesel e bioetanol. Viabilizar a produção de algas em lagoas de estabilização utilizando-se efluentes como fonte nutritiva para esses organismos promove, de certa forma, a sustentabilidade na ETE, dando-se um destino final adequado tanto para a fração líquida como para a sólida.

O pós-tratamento de efluentes de lagoas de estabilização aplicadas ao tratamento de esgotos sanitários, quando for inevitável o lançamento em corpos d'água ou quando se destinar a usos (reuso) que requeiram baixas concentrações de sólidos em suspensão.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ABDEL-RAOUF, N.; AL-HOMAIDAN, A. A.; IBRAHEEM, I. B. M. Microalgae and wastewater treatment. **Saudi Journal of Biological Sciences**, v. 19, n. 3, p. 257–275, 2012.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 12.209: Projeto de estações de tratamento de esgoto sanitário**. Rio de Janeiro, 12p. 1992.
- AMARO, H. M.; GUEDES, A. C.; MALCATA, F. X. Advances and perspectives in using microalgae to produce biodiesel. **Applied Energy**, v. 88, p. 3402–3410, 2011.
- APHA; AWWA; WEF. **Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater**. 21. ed. Whashington, 1368 p. 2005.
- AQUINO, E. P. et al. Fitoplâncton de uma lagoa de estabilização no nordeste do Brasil. **Brazilian Journal of Aquatic Science and Technology**, v. 15, p. 1–7, 2011.
- ARAÚJO, A. L. C. **Comportamento de formas de fósforo em Sistemas de Lagoas de Estabilização em Escala Piloto sob Diferentes Configurações Tratando Esgotos Domésticos**. 1993. Dissertação (Mestrado em Engenharia Sanitária) – Universidade Federal da Paraíba, Campina Grande.
- ARAÚJO, A. L. C. et al. Eficiência de sistemas de lagoas de estabilização no Rio Grande do Norte, Nordeste do Brasil. In: SIMPÓSIO LUSO-BRASILEIRO DE ENGENHARIA SANITÁRIA E AMBIENTAL, 15., 2010; Porto. **Anais**. Porto: APESB, 2010.
- ARAÚJO, A. L. C.; DUARTE, M. A. C. Avaliação preliminar de duas séries de lagoas de estabilização na Grande Natal-RN. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA SANITÁRIA E AMBIENTAL, 21., 2001, João Pessoa. **Anais**. Rio de Janeiro: ABES, 2001.
- ARBIB, Z. et al. Long term outdoor operation of a tubular airlift pilot photobioreactor and a high rate algal pond as tertiary treatment of urban wastewater. **Ecological Engineering**, v. 52, p. 143–153, 2013.
- ASSEMANY, P. P. et al. Energy potential of algal biomass cultivated in a photobioreactor using effluent from a meat processing plant. **Algal Research**, v. 17, p. 53–60, 2016.
- ASSEMANY, P. P. et al. **Tratamento de esgoto doméstico em lagoa de alta taxa visando a produção de energia**. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA SANITÁRIA E AMBIENTAL, 27., 2013, Goiânia. **Anais**. Rio de Janeiro: ABES, 2013.
- BARROSO, A. D. et al. Avaliação temporal do fitoplâncton na lagoa de polimento de uma estação de tratamento de esgoto do tipo biossistemas integrados, em Alto Caxixe, Venda Nova do Imigrante/ ES, Brasil. **Revista Científica Faesa**, v. 5, p. 7–16, 2009.
- BARROSO, M. L. A. **Contribuição ao estudo das interações entre o fitoplâncton e espécies orgânicas solúveis em lagoas de estabilização tratando águas residuárias domésticas**. 2001. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande.

- BENEMANN, J. R. **Technology Roadmap - Biofixation of CO₂ and Greenhouse Gas Abatement with Microalgae**. Final Report N°. 7010000926 - US Department of Energy National Energy Technology Laboratory, 2003.
- BERNHARDT, H.; CLASEN, J. Flocculation of micro-organisms. **Aqua London**, v. 40,, p. 76–87, 1991.
- BERNHARDT, H. et al. Reaction Mechanisms Involved in the Influence of Algogenic Organic Matter on Flocculation. **Zeitschrift Fur Wasser Und Abwasser Forschung-Journal for Water and Wastewater Research**, v. 18, p. 18–30, 1985.
- BIODIESEL - PROGRAMA NACIONAL DE PRODUÇÃO E USO DE BIODIESEL. Disponível em: <<http://www.mme.gov.br/programas/biodiesel>>. Acesso em: 9 nov. 2015.
- BLIGH, E.G.; DYER, W.J. A rapid method of total lipid extraction and purification. *Can. J. Biochem. Physiol.*, v. 37, p.911–917, 1959.
- BRASIL. Ministério de Minas e Energia. Secretaria de Petróleo, Gás Natural e Combustíveis Renováveis. Departamento de Combustíveis Renováveis. **Boletim mensal dos combustíveis renováveis**. Departamento de Combustíveis Renováveis, 42. ed., 2011.
- BRASIL. Lei Federal nº 11.097, de 13 de janeiro de 2005. Dispõe sobre a introdução do biodiesel na matriz energética brasileira; altera as Leis nº 9.478, de 6 de agosto de 1997, 9.847, de 26 de outubro de 1999 e 10.636, de 30 de dezembro de 2002; e dá outras providências. Brasília, 2005. Disponível em: <http://www.planalto.gov.br/ccivil_03/_ato2004-2006/2005/Lei/L11097.htm>. Acesso em: 9 nov. 2015.
- BRUM, A. A. S.; ARRUDA, L. F.; REGITANO-D'ARCE, M. A. B. Métodos de extração e qualidade da fração lipídica de matérias-primas de origem vegetal e animal. **Química Nova**, v., 32, 849–854, 2009.
- BRATBY, J. R. Aplicação de flotação a ar dissolvido em tratamento de água e esgoto. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA SANITÁRIA E AMBIENTAL, 12., 1983, Camboriú. **Anais**. Camboriú: 1983. 27 p.
- BUI, T. T.; HAN, M. Removal of Phormidium sp. by positively charged bubble flotation. **Minerals Engineering**, v. 72, p. 108–114, 2015.
- CABANELAS, I. T. D. et al. Comparing the use of different domestic wastewaters for coupling microalgal production and nutrient removal. **Bioresource Technology**, v. 131, p. 429–436, 2013.
- CLARENS, A. F., E. P. et al. Environmental Life Cycle Comparison of Algae to Other Bioenergy Feedstocks. **Environmental Science & Technology**, v. 44, p. 1813–1819, 2010.
- CHEN, Y. M.; LIU, J. C.; JU, Y. H. Flotation removal of algae from water. **Colloids and Surfaces B: Biointerfaces**, v. 12, p. 49–55, 1998.
- CHERNICHARO, C. A. L. (Coord.). **Pós-tratamento de reatores anaeróbios**. Belo Horizonte: Projeto Prosab, 2001.
- CHINNASAMY, S. et al. Microalgae cultivation in a wastewater dominated by carpet mill effluents for biofuel applications. **Bioresource Technology**, v. 101, p. 3097–3105, 2010.
- CHISTI, Y. Biodiesel from microalgae. **Biotechnology Advances**, v. 2, p. 294–306, 2007.

- CHEREMISINOFF, N.P. Handbook of water and wastewater treatment technologies. Butterworth Heinemann: Pollution Engineering, 2002. 654 p.
- CONSELHO NACIONAL DO MEIO AMBIENTE - CONAMA. Resolução nº 430, de 13 de maio de 2011. Dispõe sobre as condições de lançamento de efluentes, complementa e altera a Resolução nº 357, de 17 de março de 2005, do Conselho Nacional do Meio Ambiente – CONAMA. Brasília, 2011.
- COWARD, T.; LEE, J. G. M.; CALDWELL, G. S. Development of a foam flotation system for harvesting microalgae biomass. **Algal Research**, v. 2, p. 135–144, 2013.
- CRAGGS, R. J.; SUTHERLAND, D.; CAMPBELL, H. Hectare-scale demonstration of high rate algal ponds for enhanced wastewater treatment and biofuel production. **Journal of Applied Phycology**, v. 24, p. 329–337, 2012.
- CRAGGS, R. J. et al. Algae biofuel from wastewater treatment high rate algal ponds. **Water Science and Technology**, v. 63, p. 660–665, 2011.
- CRAGGS, R. J. et al. Modeling sunlight disinfection in a high rate pond. **Ecological Engineering**, v. 22, p. 113–122, 2004.
- CRAGGS, R. J. et al. Advanced pond system: performance with high rate ponds of different depths and areas. **Water Science and Technology**, v. 48, p. 259–267, 2003.
- CRAVOTTO, G. et al. Improved extraction of vegetable oils under high-intensity ultrasound and/or microwaves. **Ultrasonic Sonochemistry**, v. 15, p. 898–902, 2008.
- CRUZ, L.S. et al. Variações temporais do fitoplâncton e de parâmetros físico-químicos em lagoas de estabilização facultativas tratando esgotos sanitários em regime de batelada. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA SANITÁRIA E AMBIENTAL, 22., 2005, Rio de Janeiro. **Anais**. Rio de Janeiro: Abes, 2005.
- DANTAS, C. V. C. **Avaliação da flotação por ar dissolvido no polimento de efluentes de lagoa de estabilização**. 2013. Dissertação (Mestrado em Saneamento Ambiental) – Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal.
- DE OLIVEIRA, E. R. A. **Observações sobre o fitoplâncton de lagoas de estabilização e avaliação de remoção algal via flotação com ar dissolvido**. 2013. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Universidade Federal do Ceará, Fortaleza.
- DE OLIVEIRA, M. S. R. Avaliação da comunidade fitoplanctônica da lagoa facultativa do módulo III da estação de tratamento de esgoto de Mangabeira (João Pessoa – PB). 2010. Dissertação (Mestrado em Engenharia Hidráulica e Saneamento) – Universidade Federal de São Paulo.
- DEMIRBAS, A. Use of algae as biofuel sources. **Energy Convers. Manage.**, v. 51, p. 2738–2749, 2010.
- DEMIRBAS, A.; FATIH DEMIRBAS, M. Importance of algae oil as a source of biodiesel. **Energy Conversion and Management**, v. 52, p. 163–170, 2011.
- DI BERNARDO, L. **Algas e suas influências na qualidade das águas e nas tecnologias de tratamento**. Rio de Janeiro: ABES, 1995. 127 p.
- DIAS, D. F. C. et al. Overall performance evaluation of shallow maturation ponds in series treating UASB reactor effluent: Ten years of intensive monitoring of a system in Brazil. **Ecological Engineering**, v. 71, p. 206–214, 2014.

- EDZWALD, J.K. Algae, bubble, coagulants, and dissolved air flotation. **Water sci. Technol.** v. 27, p. 67–81, 1993.
- EDZWALD, J.K.; WINGLER, B.J. Chemical and physical aspects of dissolved air flotation for the removal of algae. **Jour. Water SRT - Aqua**, v.39, p. 24–35, 1990.
- EL-SHIMI, H. I. Biodiesel Production from Spirulina-Platensis Microalgae by In-Situ Transesterification Process. **Journal of Sustainable Bioenergy Systems**, v. 3, p. 224–233, 2013.
- FABRETI, A. A. **Pós-tratamento de efluente de lagoa de estabilização através de processo físico-químico**. 2006. Dissertação (Mestrado em Engenharia Hidráulica e Sanitária) – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo.
- FALCO, P. B. **Estrutura da comunidade microbiana (algas e bactérias) em um sistema de lagoas de estabilização em duas escalas temporais: nictemeral e sazonal**. 2005. Tese (Doutorado em Engenharia Hidráulica e Saneamento) - Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos.
- FINCH, G. R.; SMITH, D. W. Batch coagulation of a lagoon for fecal coliform reductions. **Water Research**. v.20, p. 105–112, 1986.
- FOLCH, J.; LEES, M.; STANLEY G.H.S.; A simple method for isolation and purification of total lipids. **Journal of Biological Chemistry**, v. 226, p. 497–509, 1957.
- FRANCESCHINI, I.M.; BURLIGA, A.L.; REVIERS, B.; PRADO, J.F.; RÉZIG, S.H. **Algas – uma abordagem filogenética, taxonômica e ecológica.**, Porto Alegre: ARTMED, 2010. 330 p.
- FROEHNER, S.; LEITHOLD, J., LIMA JUNIOR, L., F. Transesterificação de óleos vegetais: caracterização por cromatografia em camada delgada e densidade. **Química Nova**, v., 30, p. 2016–2019, 2007.
- GERARDO, M. L. et al. Harvesting of microalgae within a biorefinery approach: A review of the developments and case studies from pilot-plants. **Algal Research**, v. 11, p. 248–262, 2015.
- GOMES, A. F. **Extração e análise da fração lipídica da microalga *Monoraphidium* sp., síntese e caracterização do seu biodiesel**. 2013. Dissertação (Mestrado em Química) – Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal..
- GONÇALVES, R.F. et al. **Desinfecção por radiação ultravioleta**. In: GONÇALVES, R. F. Desinfecção de Efluentes Sanitários. Vitória: ABES, 2003. p. 209–276.
- GRANADO, D. C. **Variações nictemerais e sazonais na estrutura da comunidade fitoplanctônica num sistema de lagoas de estabilização (Novo Horizonte, SP)**. 2004. Dissertação (Mestrado em Engenharia Hidráulica e Saneamento) - Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos.
- HADIYANTO, H. et al. Hydrodynamic evaluations in high rate algae pond (HRAP) design. **Chemical Engineering Journal**, v. 217, p. 231–239, 2013.
- HALIM, R.; DANQUAH, M. K.; WEBLEY, P. A. Extraction of oil from microalgae for biodiesel production: a review. **Biotechnology Advances**, v. 30, p. 709–732. 2012.

- HAN, M.Y., KIM, W., DOCKKO, S. Collision efficiency factor of bubble and particle (α bp) in DAF: theory and experimental verification. *Water Sci. Technol.* v. 43. p. 139–144, 2001.
- HAN, M.Y., KIM, M.K.; AHN, H.J. Effects of surface charge, micro-bubble size and particle size on removal efficiency of electro-flotation. **Water Science and Technology**, v. 53, p.127–132, 2006.
- HANDLER, R. M. et al.. Life cycle assessment of algal biofuels: Influence of feedstock cultivation systems and conversion platforms. **Algal Research**, v. 4, p. 105–115 2014.
- HELLER, L; PÁDUA, V.L. Abastecimento de água para consumo humano. Belo Horizonte: Editora UFMG, 2ª ed., 2010, p. 531–583.
- HENDERSON, R. K.; PARSONS, S. A.; JEFFERSON, B. The impact of differing cell and algogenic organic matter (AOM) characteristics on the coagulation and flotation of algae. **Water Research**, v. 44, p. 3617–3624, 2010.
- HENDERSON, R.K. et al. Characterisation of algogenic organic matter extracted from cyanobacteria, green algae and diatoms. *Water Research*, v. 42, p. 3435–3445, 2008a.
- HENDERSON, R.K. et al. The impact of algal properties and pre-oxidation on solid-liquid separation of algae. **Water Research** v. 42, p. 1827-1845, 2008b.
- HILLEBRAND H. et al. Biovolume calculation for pelagic and benthic microalgae. **J. Phycol.**, v. 35, p. 403–424, 1999.
- HOSETTI, B. B.; FROST, S. A review of the sustainable value of effluents and sludges from wastewater stabilization ponds. **Ecological Engineering**, v. 5, p. 421–431, 1995.
- HU, Q. et al. Microalgal triacylglycerols as feedstocks for biofuel production: perspectives and advances. **The Plant Journal**, v. 54, p. 621–639, 2008.
- JAIN, S.; SHARMA, M. P. Thermal stability of biodiesel and its blends: A review. *Renewable and Sustainable. Energy Reviews*, v. 15, p. 438-448, 2011.
- JONES, J.G. A guide to methods for estimating microbial numbers and biomass in fresh water. Ambleside: Freshwater Biological Association - Scientific Publication, 1979. 112 p.
- JORDÃO, E. P.; PESSOA, C. A. Tratamento de esgotos domésticos. Rio de Janeiro: ABES, 5ª ed. 2009.
- JORDÃO, E. P.; PESSOA, C. A. Tratamento de esgotos domésticos. Rio de Janeiro: ABES, 6ª ed. 2011.
- JUN, S.; LI-KE, X.; HUI-PING, D. Enhanced coagulation/electro-flotation process for algae removal. In: CONFERENCE ON MANAGEMENT AND SERVICE SCIENCE (MASS), 4., 2010, Wuhan. **Anais**. Wuhan, 2010.
- KADLEC, R. H. et al. Water quality performance of treatment wetlands in the Imperial Valley, California. **Ecological Engineering**, v. 36, p. 1093–1107, 2010.
- KELLNER, E.; PIRES, E. C. **Lagoas de Estabilização: projeto e operação**. Rio de Janeiro: ABES, 1998. 242 p.
- KLIGERMAN, D. C.; BOUWER, E. J. Prospects for biodiesel production from algae-based wastewater treatment in Brazil: A review. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, v. 52, p. 1834–1846, 2015.
- KONATÉ, Y. et al. Parasite removal by waste stabilisation pond in Burkina Faso, accumulation and inactivation in sludge. **Ecological Engineering**, v. 50, p. 101–106, 2013.

- KONG, Q. et al. Culture of Microalgae *Chlamydomonas reinhardtii* in Wastewater for Biomass Feedstock Production. **Applied Biochemistry and Biotechnology**, v. 160, p. 9–18, 2010.
- KÖNIG, A. Biología de las Lagunas de Estabilización: Algas. In: MENDONÇA, S. R. (Org.). **Sistemas de Lagunas de Estabilización: Como Utilizar Águas Residuales Tratadas en Sistemas de Regadío**. McGraw Hill/Acodal, 2000. p. 44–66.
- KÖNIG, A.; CEBALLOS, B. S. O.; ALMEIDA, M. V. A. Observações sobre a população algal em efluentes de lagoas de estabilização em escala real no estado da Paraíba - Brasil. Congresso Interamericano de Ingeniería Sanitaria y Ambiental, 28., Cancún. **Anais**. Cancún, 2002.
- KOOPMAN, B.; LINCOLN, E.P. Autoflotation Harvesting of Algae from High-rate Pond Effluents. England: Applied Science Publishers Ltd, England, 1983. p. 241–246.
- LACERDA, M. R. S.; MARQUES, S. F. S.; BRANDÃO, C. C. S. A influência do pH de coagulação e do tempo de floculação na flotação por ar dissolvido de águas de baixa turbidez e com presença de algas. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA SANITÁRIA E AMBIENTAL, 19., 1997, Foz do Iguaçu. **Anais**. Foz do Iguaçu: ABES, 1997.
- LAM, M. K.; LEE, K. T. Microalgae biofuels: a critical review of issues, problems and the way forward. **Biotechnology Advances**, v. 30, p. 673–690, 2012.
- LAVOIE, A, J.; DE LA NOÛE. Harvesting of *scenedesmus-obliquus* in wastewaters-auto-flocculation or bioflocculation. **Biotechnology and Bioengineering**, v. 30, p. 852-859, 1987.
- LEI, X. et al. Effective harvesting of the microalgae *Chlorella vulgaris* via flocculation–flotation with bioflocculant. **Bioresource Technology**, v. 198, p. 922–925, 2015.
- LIMA, W. R. **Avaliação de sistemas de lagoas de estabilização em série no rio grande do norte**. 2015. Dissertação (Mestrado em Engenharia Sanitária) – Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal.
- LIFFMAN, K. et al. Comparing the energy efficiency of different high rate algal receways pond designs using computational fluid dynamics. **Chemical Engineering Research and Design**, v. 91, p. 221-226, 2013.
- LUND, J.W.G. et al. The inverted microscope method of estimating algal number and the statistical basis of estimating by counting. **Hydrobiologia**, v. 11, p. 143–170, 1958.
- MARCILLA, A et al. Characterization of microalgal species through TGA/FTIR analysis: Application to *nannochloropsis* sp. **Thermochimica. Acta**, v. 41, p. 41–47, 2009.
- MARTINS, L. R. **Remoção de fitoplâncton de lagoas de estabilização em filtros de pedra de fluxo horizontal**. 2012. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Universidade Federal de Pernambuco, Recife.
- MASSERET E, A. C.; BOURDIER, G.; SARGOS, D. Effects of a waste stabilization lagoon discharge on bacterial and phytoplanktonic communities of a stream. **Water Environ Res**, v. 72, p. 285–294 , 2000.
- MASSI, L.. et al. Fundamentos e aplicação da flotação como técnica de separação de misturas. **Química nova na escola**, v. 28, p. 20–23, 2008.

- MATA, T. M.; MARTINS, A. A.; CAETANO, N. S. Microalgae for biodiesel production and other applications: a review. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, v.14, p. 217–32, 2010.
- METCALF; EDDY. Wastewater engineering: treatment and reuse. McGraw-Hill, 4. e., 2002. 1848 p.
- MIZSEY, P.; RACZ, L. Cleaner production alternatives: Biomass utilisation options. **Journal of Cleaner Production**, v. 18, p. 767–770, 2010.
- MIWA, A. C. P. **Avaliação do funcionamento do sistema de tratamento de esgoto de Cajati, Vale do Ribeira de Iguape (SP), em diferentes épocas do ano**. 2007. Tese (Doutorado em Hidráulica e Saneamento) – Universidade de São Paulo, São Carlos.
- MOLINA-GRIMA, E. et al. Recovery of microalgal biomass and metabolites: process options and economics. **Biotechnol. Adv.** v. 20, p. 491–515, 2003.
- MONTEGGIA, L; TESSELE, F. Remoção físico-química de algas e fósforo de efluentes de lagoas de alta taxa. In: CHENICHARO, C. (Coord.). **Coletânea de Trabalhos Técnicos – Pós-tratamento de efluentes de reatores anaeróbios**. Belo Horizonte: PROSAB 2, 2001. p. 97–102.
- MOREIRA, J. F. et al. Causal model to describe the variation of faecal coliform concentrations in a pilot-scale test consisting of ponds aligned in series. **Ecological Engineering**, v. 35, p. 791–799, 2009.
- MOREIRA, A. da S. **Biossorção utilizando alga marinha (*Sargassum* sp.) aplicada em meio orgânico**. 2007. Tese (Doutorado em Engenharia Química) – Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal.
- NAVAL, L. P.; DOS SANTOS, L. M. P. Avaliação de um sistema de lagoas de estabilização para tratamento de águas residuárias domésticas na Região Norte. In: CONGRESSO INTERAMERICANO DE ENGENHARIA SANITÁRIA E AMBIENTAL, 27., 2001, Porto Alegre. **Anais**. Porto Alegre, 2001.
- NAYAK, S.; PRASANNA, R. Soil pH and its role in cyanobacterial abundance and diversity in rice field soils. **Applied Ecology and Environmental Research**. v. 5, p. 103–113, 2007.
- OLGUÍN, E. J. Phycoremediation : key issues for cost-effective nutrient removal processes. **Biotechnology advances**, v. 22, p. 81–91, 2003.
- OLIVEIRA, R. DE. **The performance of deep waste estabilization ponds in Northeast Brazil**. 1990. Tese – University of Leeds, Leeds.
- PARK, J. B. K.; CRAGGS, R. J. Wastewater treatment and algal production in high rate algal ponds with carbon dioxide addition. **Water Science Technology**, v. 61, p. 633–639, 2010.
- PARK, J. B .K.; CRAGGS, R. J. Nutrient removal in wastewater treatment high rate algal ponds with carbon dioxide addition. **Water Science Technology**, v. 63, p. 1758-1764, 2011.
- PARK, J. B. K.; CRAGGS, R. J.; SHILTON, A. N. Wastewater treatment high rate algal ponds for biofuel production. **Bioresource Technology**, v. 102, p. 35–42, 2011a.
- PARK, J. B. K.; CRAGGS, R. J.; SHILTON, A. N. Recycling algae to improve species control and harvest efficiency from a high rate algal pond. **Water Research**, v. 45, p. 6637-6649, 2011b.
- PARK, K. C. et al. Mixotrophic and photoautotrophic cultivation of 14 microalgae isolates from Saskatchewan, Canada: Potential applications for wastewater

- remediation for biofuel production. **Journal of Applied Phycology**, v. 24, p. 339–348, 2012.
- PARK, J. B. K.; CRAGGS, R. J.; SHILTON, A. N. Enhancing biomass energy yield from pilot-scale high rate algal ponds with recycling. **Water Research**, v. 47, p. 4422–4432, 2013.
- PARK, J. B. K.; CRAGGS, R. J.; SHILTON, A. N. Investigating the life-cycle and growth rate of *Pediastrum boryanum* and the implications for wastewater treatment high rate algal ponds. **Water Research**, v. 60, p. 130–140, 2014.
- PARMAR, A.; SINGH, N. K.; PANDEY, A.; GNANSOUNOU, E.; MADAMWAR, D. Cyanobacteria and microalgae: a positive prospect for biofuels. **Bioresource Technology**, v. 102, p. 10163–10172, 2011.
- PENETRA, R.G.; REALI, M.A.P.; CAMPOS, J.R. Influência da Quantidade de Ar Fornecida no Pós-Tratamento por Flotação de Efluentes de Reatores Anaeróbios UASB. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA SANITÁRIA E AMBIENTAL, 42., 1999, Rio de Janeiro. **Anais**. Rio de Janeiro: ABES, 1999. p. 192–199.
- PHAM, D. T. et al. Algal community analysis in a waste stabilisation pond. **Ecological Engineering**, v. 73, p. 302–306, 2014.
- PICOT, B.; HALOUANI, H. E.; CASELLAS, C.; MOERSIDIK, S.; BONToux, J. Nutrient removal by High Rate Pond System in a Mediterranean Climate (France). **Water Science and Technology**, v. 23, p. 1535–1541, 1991.
- PIETERSE, A.J.; CLOOT, A. Algal cells and coagulation, flocculation and sedimentation processes. *Water Sci. Technol.*, v. 36, p. 111–118, 1997.
- PITRE, D.; BOULLEMANT, A.; FORTIN, C. Uptake and sorption of aluminium and fluoride by four green algal species. **Chemistry Central Journal** v. 1, p. 8–8, 2014.
- PITTMAN, J. K.; DEAN, A. P.; OSUNDEKO, O. The potential of sustainable algal biofuel production using wastewater resources. **Bioresource Technology**, v. 102, p. 17–25, 2011.
- PIVOKONSKY, M.; KLOUCEK, O.; PIVOKONSKA, L. Evaluation of the production, composition and aluminum and iron complexation of algogenic organic matter. **Water Research**, v. 40, p. 3045–3052, 2006.
- POWELL, N. et al. Factors influencing luxury uptake of phosphorus by microalgae in waste stabilization ponds. **Environmental Science and Technology**, v. 42, p. 5958–5962, 2008.
- POWELL, N. et al. Towards a luxury uptake process via microalgae – defining the polyphosphate dynamics. **Water Research**, v. 43, p. 4207–4213, 2009.
- PUTT, R. et al. An efficient system for carbonation of high-rate algae pond water to enhance CO₂ mass transfer. **Bioresource Technology**, v. 102, p. 3240–3245, 2011.
- RAJAN, N.; MAAS, S. J.; KATHILANKAL, J. C. Estimating crop water use of cotton in the Texas high plains. **Agronomy Journal**, v. 102, p. 1641–1651, 2010.
- RANA, S. et al. Performance of constructed wetlands in the reduction of cadmium in a sewage treatment cum fish farm at Kalyani, West Bengal, India. **Ecological Engineering**, v. 37, p. 2096–2100, 2011.

- RAS, M. et al. Experimental study on a coupled process of production and anaerobic digestion of *Chlorella vulgaris*. **Bioresource Technology**, v. 102, p. 200–206, 2011.
- RASCHKE, R. L. Diatom community response to phosphorus in the Everglades National Park USA. **Phycologia**, v. 31, 48–58, 1993.
- RAWAT, I. et al. Dual role of microalgae: Phytoremediation of domestic wastewater and biomass production for sustainable biofuels production. **Applied Energy**, v. 88, p. 3411–3424, 2011.
- REYNOLDS, C. S. **Ecology of phytoplankton**. Cambridge: Cambridge University Press, 2006. 535 p.
- RIJK, S.E ; VAN DER GRAAF, J.H.J.M. ; DEN BLANKEN, J.G. Bubble size in flotation thickening. **Water Research**, v. 28, p. 465–473, 1994.
- RICHTER, C.A. Água: métodos e tecnologias de tratamento. São Paulo: Blucher, 2ª ed., 2012.
- ROBERTS, G. W. et al. Promising pathway for algal biofuels through wastewater cultivation and hydrothermal conversion. **Energy and Fuels**, v. 27, p. 857–867, 2013.
- RUIZ-MARIN, A.; MENDOZA-ESPINOSA, L.G.; STEPHENSON, T. Growth and nutrient removal in free and immobilized green algae in batch and semi-continuous cultures treating real wastewater. **Bioresource Technology**, v. 101, 58–64, 2010.
- SANTIAGO, A. da F. **Avaliação do desempenho de lagoas de alta taxa no tratamento de esgoto pré-desinfestado submetidas a diferentes níveis de radiação solar**. 2013. Tese (Doutorado em Engenharia Civil) – Universidade Federal de Viçosa, Viçosa.
- SHARAFI, K. et al. The comparison of parasite eggs and protozoan cysts of urban raw wastewater and efficiency of various wastewater treatment systems to remove them. **Ecological Engineering**, v. 44, p. 244–248, 2012.
- SHEEHAN, J. et al. **A Look Back at the US Department of Energy's Aquatic Species Program: Biodiesel from Algae**. Colorado: National Renewable Energy Laboratory, 1998. 328 p.
- SHELFF, E.S.G ; WACHS, A.M. Improved electroflotation for the removal of suspended solids from algal pond effluents. **Water Research**, v. 8 p.587–592, 1974.
- SILVA, A. P. F. S. et al. Comparison of pretreatment methods for total lipids extraction from mixed microalgae. **Renewable Energy**, v. 63, p. 762–766, 2014.
- SILVA, A. P. F. **Eletroflotação não-convencional aplicada à separação e ruptura celular de microalgas: um avanço na viabilidade da geração de biodiesel**. 2013. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Universidade Federal do Ceará, Fortaleza.
- SILVA, S. A. **On the Treatment of Domestic Sewage in Waste Stabilization Ponds in Northeast Brazil**. 1982. Tese – University of Dundee, Dundee.
- SILVA FILHO, P. A. **Diagnóstico operacional de lagoas de estabilização**. 2007. Dissertação (Mestrado em Engenharia Sanitária) – Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal.

- SILVERSTEIN, R. M.; WEBSTER, F.X. **Identificação espectrométrica de compostos orgânicos**. Rio de Janeiro: Livros Técnicos e Científicos, 6ª ed., 2000. 460 p.
- SMITH, R. W.; YANG, Z.; WHARTON, R. A. Flotation of *Chlorella vulgaris* with Anionic, Cationic and Amphoteric Collectors. *Minerals Metall. Proc.*, v. 8, p. 22–26, 1991.
- SOLDATELLI, V. F. **Avaliação da comunidade fitoplanctônica de lagoas de estabilização usadas para tratamento de efluentes domésticos. Estudo de caso – ETE UCS**. 2007. Dissertação (Mestrado em Ecologia). Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre.
- STECHEMESSER, H.; DOBIAS, B. **Coagulation and flocculation: theory and applications**. Surfactant science series, 2ª ed., 2005. 882 p.
- SUTHERLAN, D. L.; TURNBULL, M. H.; CRAGGS, R. J. Increased pond depth improves algal productivity and nutrient removal in wastewater treatment high rate algal ponds. **Water Research**, v. 53, p. 271–281, 2014.
- SYDNEY, E. B. et al. Screening of microalgae with potential for biodiesel production and nutrient removal from treated domestic sewage. **Applied Energy**, v. 88, p. 3291–3294, 2011.
- TAKAARA, T. et al. Affinity isolation of algal organic matters able to form complex with aluminium coagulant, **WST: Water Supply**, v. 4, p. 95–102, 2004.
- TEIXEIRA, M. R.; ROSA, M. J. Comparing dissolved air flotation and conventional sedimentation to remove cyanobacterial cells of *Microcystis aeruginosa*. Part I: The key operating conditions. **Separation and purification technology**, v. 52, p. 84–94, 2006.
- S.K. TSENG, C.J. LIU, J. CH. I. Separation of Algal Cells from Water by Column flotation **Environ. Eng.**, v. 6, p. 2259–2272, 1996.
- TESSELE, F. et al. Uso Integrado de reator anaeróbio e lagoa de polimento para tratamento de esgoto doméstico diluídos em clima sub-tropical. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA SANITÁRIA E AMBIENTAL, 23., 2005, Campo Grande, **Anais**. Campo Grande, 2005.
- TORRES, D.M. **Decaimento bacteriano em lagoas de estabilização no Nordeste brasileiro**. 2011. Dissertação (Mestrado em Engenharia Sanitária) – Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal.
- TREDICI, M. R. Photobiology of microalgae mass cultures: understanding the tools for the next green revolution. **Future Science**, v. 1, p. 143–162, 2010.
- UDUMAN, N. et al. Dewatering of microalgal cultures: a major bottleneck to algae-based fuels. **Journal of Renewable and Sustainable Energy**, v. 2, p. 1–15, 2010.
- UHELINGER, V. Étude statistique des méthodes de dénombrement planctonique. **Arch. Sci.**, v. 17, p. 121–223. 1964.
- UTERMÖHL, H. Zur Vervollkomnung der quantitativen Phytoplankton Methodik. **Mitt. Int. Ver. Limnol.**, v. 9, p. 1–38. 1958.
- VILLAFANE, V.; REID, F. Metodos de Microscopia para la Quantificacion Del Fitoplancton. In: Alveal, K et al. (Eds) **Manual de Métodos Ficológicos**. Concepcion: Universidad de Concepcion, 1995. p. 169–185.
- VON SPERLING, M.; CHERNICHARO, C. A. L. **Biological wastewater treatment in warm climate regions**. Padstow: IWA Publishing, 2005. 810 p.

- WANG, L. et al. Cultivation of Green Algae *Chlorella* sp. in Different Wastewaters from Municipal Wastewater Treatment Plant. **Applied Biochemistry and Biotechnology**, v. 162, p. 1174–1186, 2010.
- WETZEL, R.G. & LIKENS, G.E. **Limnological Analyses**. New York: Springer-Verlag, 2000., 3^a ed. 382 p.
- WU, Y. H. et al. Microalgal species for sustainable biomass/lipid production using wastewater as resource: A review. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, v. 33, p. 675–688, 2014.
- XIN, L.; HONG-YING, H.; JIA, Y. Lipid accumulation and nutrient removal properties of a newly isolated freshwater microalga, *Scenedesmus* sp. LX1, growing in secondary effluent. **New Biotechnology**, v. 27, p. 59–63, 2010.
- YAN, Y; JAMESON, G. J. Application of the Jameson Cell technology for algae and phosphorus removal from maturation ponds. **Int. J. Miner. Process.** v. 73, p. 23–28, 2004.
- YANG, H.; IRUDAYARAJ, J.; PARADKAR, M. M. Discriminant analysis of edible oils and fats by FTIR, FT-NIR and FT-Raman spectroscopy. **Food Chemistry**, v., 93, p. 25–32, 2005.
- YAP, R. K. L. et al. Hydrophobically-associating cationic polymers as micro-bubble surface modifiers in dissolved air flotation for cyanobacteria cell separation. **Water Research**, v. 61, p. 253–262, 2014.