

## II-359 – DESINTEGRAÇÃO DE LODO ORIUNDO DE REATOR EM BATELADA SEQUENCIAL POR PRÉ-TRATAMENTO QUÍMICO ALCALINO

### **Fernanda Patricio do Monte<sup>(1)</sup>**

Engenheira Sanitarista e Ambiental pela Universidade Estadual da Paraíba (UEPB). Mestre em Engenharia Civil e Ambiental pela Universidade Federal de Campina Grande (UFCG). Doutoranda em Engenharia Ambiental na UEPB.

### **André Luiz Muniz Brito<sup>(2)</sup>**

Graduando em Engenharia Sanitária e Ambiental na Universidade Estadual da Paraíba (UEPB).

### **Beatriz Susana Ovruski de Ceballos<sup>(3)</sup>**

Bioquímica pela Universidade Nacional de Tucumán. Mestre em Microbiologia e Imunologia pela Universidade Federal de São Paulo. Doutora em Microbiologia Ambiental pela Universidade de São Paulo. Professora do Departamento de Biologia da Universidade Estadual da Paraíba (UEPB).

### **Wilton Silva Lopes<sup>(4)</sup>**

Químico Industrial pela Universidade Estadual da Paraíba (UEPB). Mestre em Desenvolvimento e Meio Ambiente pela Universidade Federal da Paraíba (UFPB). Doutor em Química pela UFPB. Professor do Departamento de Engenharia Sanitária e Ambiental da UEPB.

**Endereço<sup>(1)</sup>:** Rua Vigário Calixto, 1379, Apt. 402 - Catolé – Campina Grande - PB - CEP: 58.410-340 - Brasil - Tel: (83) 98875-7541 - e-mail: [fernandamonte20@gmail.com](mailto:fernandamonte20@gmail.com)

### **RESUMO**

A lenta e incompleta hidrólise das substâncias poliméricas extracelulares (EPS) do lodo em excesso de sistema aeróbio e da biomassa microbiana, em conjunto, limitam a sua taxa de biodegradação na digestão anaeróbia (DA). A hidrólise biológica, primeira etapa da fermentação metanogênica, da qual dependem as etapas seguintes até a formação do biogás, pode ser acelerada pelo pré-tratamento do lodo antes de submetê-lo a DA. Nesse estudo foi investigada a influência do pré-tratamento químico alcalino na desintegração do lodo com diferentes concentrações de ST (5 mg/L, 10 mg/L, 15 mg/L, 20 mg/L, 25 mg/L e 30 mg/L) e tempos de reação de 24 e 48 h. O efeito do pré-tratamento do lodo foi avaliado através do aumento de material dissolvido, a partir da análise dos parâmetros COD, SDV, PN solúvel e PS solúvel. Observou-se que em todas as concentrações de ST estudadas houve aumento da liberação do material solúvel do lodo, porém nas concentrações de ST de 5 e 15 g/L o aumento foi mais expressivo. Portanto, o pré-tratamento químico alcalino é um método eficiente para melhorar a biodegradabilidade do lodo e, conseqüentemente, promover uma produção mais elevada de biogás, melhorando a geração de energia limpa a partir do lodo aeróbio.

**PALAVRAS-CHAVE:** Lodo Aeróbio, Solubilização do Lodo, Material Dissolvido; Sólidos Totais no Lodo; Tempo de Reação.

### **INTRODUÇÃO**

Durante décadas o processo de digestão anaeróbia (DA) tem sido muito utilizado no tratamento do lodo em excesso dos sistemas aeróbios com o objetivo de reduzir o volume desse lodo e gerar energia na forma de biogás – metano (CH<sub>4</sub>) + dióxido de carbono (CO<sub>2</sub>) – para uso na própria ETE, minimizando os custos de operação e garantindo a sua autossustentabilidade energética (APPELS *et al.*, 2008). No entanto, a DA convencional do lodo apresenta limitações que restringem ou retardam a produção de CH<sub>4</sub> por causa dos longos tempos de retenção celular (TRC) no reator, de 20 a 30 dias, que são necessários devido às lentas taxas de crescimento dos microrganismos. Essa demora reflete na baixa eficiência da biodigestão dos sólidos orgânicos que constituem de 30 a 50% do peso seco do lodo, quando a DA é realizada em condições mesófilas, a 35-37 °C (STRONG *et al.*, 2011).

Os fatores limitantes da DA estão geralmente associados ao estágio inicial da fermentação, na fase de hidrólise. A hidrólise do lodo é especialmente lenta devido à composição do resíduo. Os maiores constituintes da fração orgânica do lodo são as células microbianas intactas que se encontram envoltas em substâncias poliméricas extracelulares (EPS) – produzidas pelos próprios microrganismos - e diversas fibras orgânicas. Essa complexa

estrutura contém cadeias de glicanos ligadas a peptídeos que protegem os microrganismos da lise celular e são a causa da resistência do lodo à biodegradação, o que torna a hidrólise mais lenta (ELEFSINIOTIS *et al.*, 1994; FERRER *et al.*, 2006; TIAN *et al.*, 2014).

As EPS são substâncias de alta massa molecular secretadas pelos microrganismos e também produtos da lise celular e da hidrólise de macromoléculas complexas tais como polissacarídeos, proteínas, ácidos nucléicos, substâncias húmicas e lipídios presentes no interior do agregado microbiano. O conjunto é relativamente recalcitrante e as dificuldades de sua degradação biológica na primeira etapa do processo de DA, em especial a de hidrólise microbiana, retarda as etapas seguintes e consequentemente o desempenho geral da DA metanogênica (RODRIGUES, 2011; SHENG *et al.*, 2010).

Uma melhora no desempenho da DA tem sido obtida por diversos pesquisadores que têm investido no desenvolvimento de novos métodos de pré-tratamento do lodo para acelerar a biodegradabilidade e aumentar a produção de metano (LIU *et al.*, 2012). O pré-tratamento promove a destruição de células e/ou solubilização das EPS presentes no lodo, causando a liberação de constituintes intra e extracelulares na fase aquosa antes do envio do lodo para os digestores. Esses constituintes liberados são mais facilmente biodegradáveis durante a DA, portanto aceleram a hidrólise biológica e melhoram a produção de metano (ELLIOT *et al.*, 2007; ZAHEDI *et al.*, 2016).

Os métodos mais usados para o pré-tratamento do lodo em excesso do sistema de lodo ativado incluem os mecânicos e térmicos (KOPP *et al.*, 1997; ABELLEIRA-PEREIRA *et al.*, 2015; VALO *et al.*, 2004), químicos (TIAN *et al.*, 2014) e biológicos (BARJENBRUCH & KOPLOW, 2003). Alguns estudos utilizam métodos combinados de pré-tratamentos. Sua aplicação mostrou aumento na taxa diária de produção do gás metano e, consequentemente, redução dos sólidos voláteis (DOGAN & SONIN, 2009; LI *et al.*, 2015; RANI *et al.*, 2012; YUNQUIN *et al.*, 2009).

Hassan *et al.*, (2016) citam que a hidrólise química alcalina é a melhor opção em comparação com os outros métodos químicos porque apresenta baixo custo e é de utilização simples. É considerada uma técnica de alta eficiência na solubilização das EPS porque em valores extremamente elevados de pH a célula perde viabilidade não conseguindo manter a pressão de turgescência adequada, ocorrendo a sua ruptura ou lise. As EPS são degradadas resultando na liberação de material orgânico facilmente disponível para ação dos microrganismos acidogênicos, que o transformará em ácidos orgânicos simples (GRAEF *et al.*, 1974; NEYENS *et al.*, 2003; RANI *et al.*, 2012; WEEMAES *et al.*, 1998).

O hidróxido de sódio (NaOH) é o álcali mais frequentemente utilizado em relação aos outros como, o hidróxido de potássio (KOH), hidróxido de magnésio (Mg(OH)<sub>2</sub>) e hidróxido de cálcio (Ca(OH)<sub>2</sub>), devido a sua elevada taxa de solubilização utilizando dosagens relativamente baixas (LIN *et al.*, 1997; TIAN *et al.*, 2014). Lin *et al.*, (1997) adicionaram concentrações de NaOH de 20 meq/L (1% ST), 40 meq/L (1% ST) e 20 meq/L (2% ST) e mostraram que é capaz de solubilizar o lodo e aumentar a produção de metano em 33%, 30% e 163%, respectivamente.

O efeito do pré-tratamento químico depende do método aplicado e das características dos substratos. A hidrólise química não é adequada para substratos facilmente biodegradáveis contendo altas quantidades de carboidratos porque nessas condições de excesso de energia os microrganismos acidogênicos, que são os de rápido crescimento, produzem mais ácidos orgânicos, principalmente os ácidos acético, propiônico e butírico. Devido aos microrganismos acetogênicos operarem perto da condição de equilíbrio (pH entre 5,2 e 6,3), eles são facilmente inibidos pelo acúmulo desses produtos no meio líquido o que afeta a etapa da metanogênese no processo de DA (AQUINO e CHERNICHARO, 2005; JAIN *et al.*, 2015; WANG *et al.*, 2011).

Poucos são os estudos que avaliaram a influência da concentração dos sólidos totais no pré-tratamento do lodo; ainda outros divergem quanto ao tempo adequado do pré-tratamento. Bi *et al.*, (2014) analisaram os valores de pH 8, 9, 10, 11, 12, 13, e 13,5, e os tempos de reação de 0,5 h, 1 h, 2 h, 5 h, 8 h e 12 h com as concentrações de ST de 10 g/L, 20 g/L, 30 g/L, 40 g/L, 50 g/L e 60 g/L e concluíram que a maior liberação de material solúvel ocorreu em pH 12,5, no tempo de 2 h e na concentração de ST de 20 g/L. Lin *et al.*, (1997) investigaram o pré-tratamento do lodo aeróbio com concentrações de ST de 1% com 20 meq/L de NaOH, 1% com 40 meq/L de NaOH e 2% com 20 meq/L de NaOH, obtendo o melhor desempenho, em termos de produção de metano e solubilização da DQO, no lodo com concentração de ST de 2%.

O objetivo do presente trabalho foi investigar a influência da concentração de sólidos totais (ST) e do tempo de reação na desintegração do lodo aeróbio, submetido ao pré-tratamento químico alcalino. A definição das melhores condições de pré-tratamento desse lodo permitirá uma melhora no desempenho da DA, acelerando a etapa da hidrólise biológica que, conseqüentemente, conduzirá à metanogênese com maior eficiência, que virá acompanhada do aumento da produção de gás metano.

## MATERIAIS E MÉTODOS

### • Origem do lodo aeróbio e suas características

O lodo aeróbio utilizado no experimento foi produzido em Reator em Batelada Sequencial (RBS) que utilizou esgoto doméstico captado na estação elevatória da rede coletora de esgotos de Campina Grande/PB, localizada na Estação Experimental de Tratamento Biológico de Esgoto Sanitário (EXTRABES), em área pertencente à Companhia de Água e Esgoto da Paraíba e cedida em comodato à Universidade Estadual da Paraíba (UEPB).

O RBS foi construído em fibra de vidro, operado com fluxo intermitente e funcionava como tanque de aeração e decantador, apresentando volume útil de 76 L (50 L do tanque de aeração e 26 L do decantador). A aeração e a homogeneização do esgoto eram realizadas com um compressor eletromagnético (BOYU, mod. ACQ – 003) conectado a mangueiras com pedras porosas de aquário que eram trocadas a cada oito dias de uso para garantir aeração e homogeneização uniformes. A sedimentação do efluente ocorria na zona de repouso do reator de lodos ativados (decantador) que consistia de uma inclinação em forma de funil no fundo do reator. Esse reator era operado em quatro ciclos ao longo do dia, cada um com três horas de duração, sendo duas horas reservadas para aeração, quarenta e cinco minutos para repouso (decantação) e quinze minutos para enchimento (alimentação).

A captação do esgoto desde a elevatória até a alimentação do RBS era realizada com bomba submersa (Schneider/mod. BSC-94). O volume de esgoto bombeado por dia era variável e dividido em quatro ciclos correspondentes as quatro bateladas de funcionamento do reator: para os 1º, 3º e 4º ciclos o volume era de 50 L e no 2º ciclo de 63 L, para compensar o descarte do lodo em excesso que era realizado uma vez por dia e que correspondia a 13 L. O lodo em excesso apresentava tempo de retenção celular (TRC) de 2 dias, após coleta era adensado em cones Imhoff e armazenado a 4 °C para minimizar a atividade bacteriana até ser utilizado.

### • Condições do pré-tratamento do lodo

Nos ensaios de pré-tratamento do lodo foi analisada a influência de diferentes concentrações de ST na solubilização do lodo em pH 12 (hidrólise alcalina) e tempo de reação de 24 e 48 h. Para isso, o lodo teve a concentração de ST ajustada em 30 g/L. A partir da concentração dessa amostra de lodo foram preparadas as concentrações de 25 g/L, 20 g/L, 15 g/L, 10 g/L e 5 g/L, apenas com a adição de água destilada.

A Tabela 01 mostra o volume de lodo e água utilizado no ajuste de cada concentração de ST da amostra de lodo. A Tabela 01 também apresenta as dosagens de NaOH e HCl adicionadas em cada uma das concentrações de ST trabalhadas para que o valor de pH se mantenha em 12, durante a hidrólise alcalina e próximo à neutralidade quando o objetivo fosse cessar a hidrólise alcalina. Essas dosagens foram definidas a partir da realização de uma curva de titulação, a qual foi realizada com o medidor de pH imerso em um volume de 20 mL da amostra de lodo de concentração de ST de 30 g/L, onde gradativamente era adicionada uma solução de NaOH 1 M até que o pH da amostra atingisse o valor 12 e, em seguida, esse pH era neutralizado com a solução de HCl 1 M. Os volumes gastos de NaOH foram transformados em massa de NaOH/massa de ST do lodo e os volumes de HCl em massa de HCl/massa de ST do lodo, obtendo as dosagens de NaOH e HCl necessárias para a realização do ensaio de hidrólise alcalina.

**Tabela 01 - Dosagens de NaOH e HCl utilizadas nos ensaios de hidrólise alcalina com diferentes concentrações de ST.**

ST (g/L)	Lodo (mL)	H <sub>2</sub> O (mL)	NaOH (g/g ST lodo)	HCl (mg/g ST lodo)
30	100	0	0,38	1,11
25	83	17	0,32	0,94
20	67	33	0,25	0,75
15	50	50	0,19	0,57
10	33	67	0,13	0,38
5	17	83	0,07	0,18

Fonte: Autor.

Em 12 erlenmeyers de 250 mL foi adicionado o NaOH. A mistura lodo-álcali foi mantida sob agitação à 200 rpm em mesa agitadora (New Brunswick Scientific, mod. G 33), durante 24 e 48 horas à temperatura ambiente de 25 °C. Após o pré-tratamento o pH da amostra de lodo era neutralizado com HCl e, a seguir, era centrifugada à 3.480 rpm por 30 minutos. O sobrenadante era filtrado através de microfiltro de fibra de vidro (GF-2, diâmetro 47 mm, tamanho de poro de 0,45 µm).

#### • Parâmetros Analíticos

Foram realizadas as análises de caracterização físico-química do bruto (lodo sem pré-tratamento) e do lodo pré-tratado. O parâmetro Sólido Dissolvido Volátil (SDV) foi quantificado de acordo com o *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater* (APHA, 2012). Proteínas (PN) e carboidratos (PS) - Produtos Microbianos Solúveis (SMP) - foram medidos pelo método de Lowry (modificado por *Frølund et al.*, (1995)) e *Dubois et al.*, (1956), respectivamente. A determinação de Carbono Orgânico Dissolvido (COD) foi realizada com analisador de combustão em alta temperatura (COT Multi N/C 3100 Analytic Jena, Germany). Na Tabela 02 apresentam-se esses parâmetros, os métodos utilizados na sua determinação e as referências das metodologias empregadas.

**Tabela 02 - Parâmetros analisados no lodo sem tratamento e no lodo pré-tratado.**

Parâmetro	Método	Referência
SDV	Gravimétrico	2540 C/APHA (2012)
PN	Colorimétrico	<i>Frølund et al.</i> , (1995)
PS	Colorimétrico	<i>Dubois et al.</i> , (1956)
COD	Combustão a alta temperatura	5310 B/APHA (2012)

SDV: Sólidos Dissolvidos Voláteis; PN: Proteínas; PS: Carboidratos; COD: Carbono Orgânico Dissolvido  
Fonte: Autor.

## RESULTADOS

A concentração de sólidos totais no lodo tem grande influência no desempenho de sua desintegração ou solubilização quando está submetido ao pré-tratamento alcalino??? (*SAHINKAYA et al.*, 2015). Por essa razão, no presente trabalho, a concentração dos ST foi investigada com o propósito de determinar qual é a concentração ou faixa de concentração que proporciona um pré-tratamento do lodo mais eficiente, ou seja, aquela faixa que promove a maior liberação de material orgânico solubilizado. No presente estudo a eficiência da desintegração do lodo foi expressa em termos da relação concentração de P e N solúvel, PS solúvel, SDT, COD e concentração de ST. As Figuras 1, 2, 3 e 4, apresentam respectivamente a variação desses parâmetros no lodo sem pré-tratamento e com pré-tratado durante 24 h e 48 h.

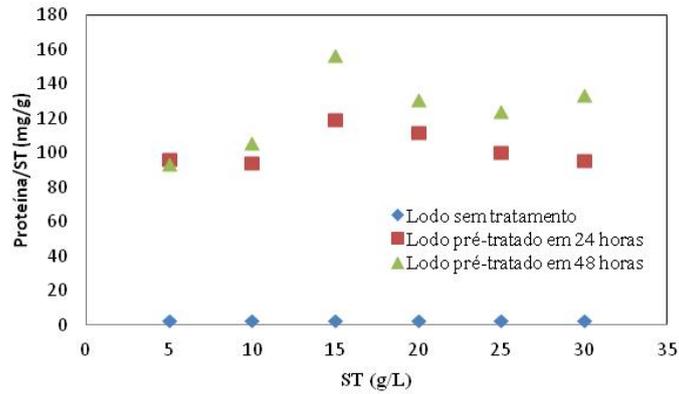


Figura 1. Efeito da concentração de ST na concentração de proteína solúvel.

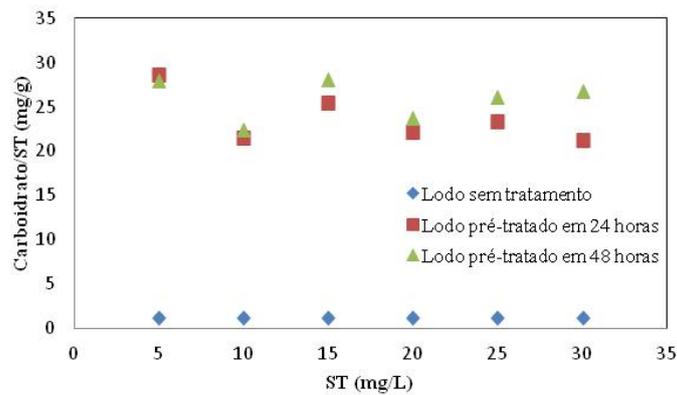


Figura 2. Efeito da concentração de ST na concentração de carboidrato solúvel .

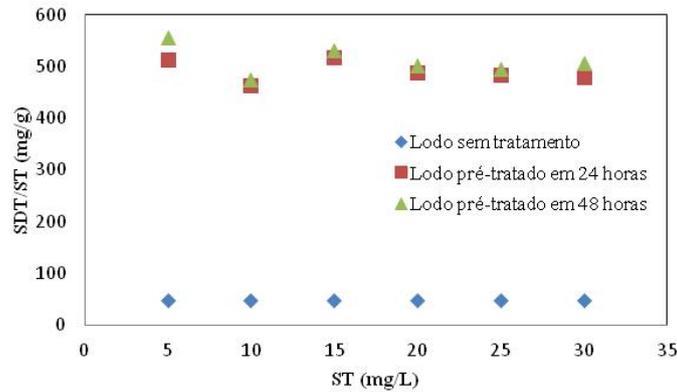
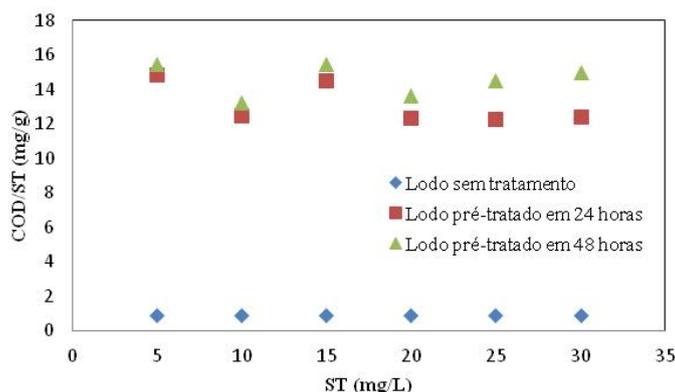


Figura 3. Efeito da concentração de ST na concentração de SDT.



**Figura 4. Efeito da concentração de ST na concentração de COD.**

O pré-tratamento alcalino provocou a ruptura das células microbianas e dos flocos biológicos do lodo, facilitando a liberação de diversos compostos orgânicos complexos, estimulando sua posterior biodegradação ao transformá-los em substâncias mais simples, em geral, moléculas proteicas, monômeros de carboidratos, lipídios de baixo peso molecular e ácidos graxos voláteis. Todas essas substâncias são mais fáceis de serem metabolizadas pelos microrganismos fermentadores (RANI *et al.*, 2012).

A análise dos tempos de pré-tratamento do lodo mostrou que tanto a relação concentração de PN solúvel/ST quanto PS solúvel/ST, apresentaram elevado aumento com o tempo de 24 h e com o de 48 h. Considerando a concentração de ST de 15 g/L, a concentração de PN solúvel/ST chegou a aumentar 11.533% com 24 h e 14.045 % com 48 h de pré-tratamento, enquanto que a concentração de PS solúvel/ST aumentou 2.316 % e 2.582%, respectivamente. O maior aumento das concentrações desses parâmetros aconteceu após 48 h. A exceção foi a concentração de ST de 5g/L, que apresentou maior aumento após 24 h, de 9.253 % e 2.639 % nas concentrações de PN solúvel/ST e PS solúvel/ST, respectivamente. Park *et al.* (2012) realizaram pré-tratamento térmico-alcalino de uma mistura de lodo primário e secundário durante 7 dias e também encontraram significativo aumento das concentrações de PN e PS, igual que o presente trabalho. O lodo utilizado por esses autores após o pré-tratamento apresentou maior concentração de PN do que de PS, fato também observado no trabalho ora apresentado.

Proteínas e carboidratos solúveis (SMP) são as moléculas orgânicas mais abundantes secretadas pelos microrganismos vivos. Estas são substâncias poliméricas extracelulares de grande importância na formação dos flocos biológicos dos sistemas de lodos ativados. A morte seguida da lise celular provocam maior liberação dessas substâncias (SMP) e esse aumento resulta na elevação da concentração de COD (ZHANG *et al.* 2013; MA *et al.*, 2014).

Em todas as concentrações de ST avaliadas (5 até 30 g/L) houve aumento de COD, devido à expressiva liberação de material orgânico dissolvido; embora o maior valor encontrado foi na concentração de 5 g/L, igual a 1.296 % e 1.356 % nos tempos de 24 e 48 h, respectivamente. Verifica-se nesses tempos de pré-tratamento que à medida que aumenta a concentração de ST, e diminui a quantidade de água do lodo, maior é a diferença entre o aumento da concentração de COD nos dois tempos.

Assim como os demais parâmetros, os SDV, expressos em SDV/ST, apresentaram elevado aumento após o pré-tratamento alcalino. Os aumentos foram mais expressivos nas concentrações de ST de 5 e 15 g/L, com valores de 10 e até 11 vezes maiores do que o lodo sem pré-tratamento para os tempos de 24 e 48 h, respectivamente. Nessas duas concentrações de ST foi possível observar que o tempo de pré-tratamento de 24 e 48 h horas não teve influência significativa, nas condições deste trabalho.

A avaliação do efeito das concentrações de ST sobre a liberação ou solubilização do material orgânico mais recalcitrante dos sólidos do lodo para o sobrenadante mostrou que PN solúvel teve maior liberação ou maior solubilização na concentração de ST de 15 g/L seguida de 20 g/L; já para PS solúvel, SDV e COD a maior liberação ocorreu na concentração de ST de 5 g/L seguida de 15 g/L; de maneira geral a maior liberação do material orgânico dissolvido ocorreu no tempo de 48 h. Portanto, para as condições estudadas a melhor faixa

de concentração para realizar a desintegração do lodo com pré-tratamento alcalino (pH 12) situa-se entre as concentrações de ST de 5 g/L e 15 g/L, para o tempo de pré-tratamento de 48 h.

De acordo com Kavitcha *et al.* (2014), o pré-tratamento do lodo com sólidos totais na faixa de 0,5 % a 2,0% resulta no aumento da liberação da matéria orgânica para a fase solúvel, porém concentrações superiores causam retardo na desintegração dos lodos. Tal fato também foi constatado por Bi *et al.*, (2014) que perceberam que a eficiência de liberação de  $\text{PO}_4^{3-}$  e  $\text{NH}_4^+$  diminuía com o aumento da concentração de sólidos, e constataram que valores na faixa de 20 a 30 g/L proporcionam maior liberação de  $\text{PO}_4^{3-}$  e  $\text{NH}_4^+$ . A explicação mais provável é que em baixas concentrações de lodo o maior teor de água aumenta a lixiviação do material intracelular para fase aquosa.

## CONCLUSÕES

Os resultados do presente trabalho demonstraram que o pré-tratamento alcalino do lodo aeróbio é eficiente para a ruptura e degradação dos componentes das células microbianas ali presentes. As macromoléculas orgânicas recalcitrantes foram acumuladas no lodo e à medida que ocorreu o processo de lise celular foi promovida a sua solubilização, material orgânico de difícil biodegradação que é constituído por moléculas macropoliméricas das paredes e membranas celulares, além de EPS, liberando esse material para a fase aquosa. Esse processo aumentou a disponibilidade de moléculas mais simples facilmente biodegradáveis pela ação bacteriana quando utilizado o pré-tratamento alcalino durante 48 h, à temperatura ambiente e pH fixo em 12 com concentração de ST nas concentrações de ST de 5 g/L e 15 g/L, o que acelerou a produção de metano em uma fase posterior do processo de digestão anaeróbia fermentativa por ação das bactérias e arqueas metanogênicas.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1 ABELLEIRA-PEREIRA, J.M.; PÉREZ-ELVIRA, S.I.; SÁNCHEZ-ONETO, J.; DE LA CRUZ, R.; PORTELA, J.R.; NEBOT, E. **Enhancement of methane production in mesophilic anaerobic digestion of secondary sewage sludge by advanced thermal hydrolysis pretreatment.** Water Research, v. 71, p. 330-340, 2015.
- 2 APPELS, L.; BAEYENS, J.; DEGRÈVE, J.; DEWIL, R. **Principles and potential of the anaerobic digestion of waste-activated sludge.** Progress in Energy and Combustion Science, v. 34, p. 755-781, 2008.
- 3 APHA - American Public Health Association. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater: 22 ed. Washington, 2012.
- 4 AQUINO, S.F.; CHERNICHARO, C.A.L. **Acúmulo de ácidos graxos voláteis (AGV) em reatores anaeróbios sob estresse: causas e estratégias de controle.** Engenharia Sanitária e Ambiental, v. 10, n. 2, p. 152-161, 2015.
- 5 BARJENBRUCH, M.; KOPFLOW, O. **Enzymatic, mechanical and thermal pre-treatment of surplus sludge.** Advances in Environmental Research, v. 7, p. 715-720, 2003.
- 6 BI, W.; LI, Y.; HU, Y. **Recovery of phosphorus and nitrogen from alkaline hydrolysis supernatant of excess sludge by magnesium ammonium phosphate.** Bioresource Technology, v. 166, p. 1-8, 2014.
- 7 DOGAN, I.F.; SANIN, D. **Alkaline solubilization and microwave irradiation as a combined sludge disintegration and minimization method.** WaterResearch, n. 45,p. 2139-2148, 2009.
- 8 DUBOIS, M.; GILLES, K.A.; HAMILTON, J.K.; REBERS, P.A.; SMITH, F. Colorimetric method for determination of sugars and related substances. Analytical Chemistry, v. 28, p. 350-356, 1956.
- 9 ELEFSINIOTIS, P.; OLDHAM, W.K. **Substrate degradation patterns in acid phase anaerobic digestion of municipal primary sludge.** Environmental Technology, v.15, p. 741-751, 1994.
- 10 ELLIOTT, A.; MAHNOOD, T. **Pretreatment technologies for advancing anaerobic digestion of pulp and paper biotreatment residues.** Water Research, v. 41, p. 4273-4286, 2007.
- 11 FERRER, I.; CLIMENT, M.; BACZA, M.M.; ARTOLA, A.; VAZQUEZ, F.; FONT, X. **Effect of sludge pretreatment on thermophilic anaerobic digestion.** Journal of Chemical Technology and Biotechnology, v. 79, p. 11197-11203, v. 79, 2006.
- 12 FRØLUND B, GRIEBE T, NIELSEN P. H. **Enzymatic activity in the activated-sludge floc matrix.** Appl Microbiol Biotechnology, vol. 43, p. 755 – 761, 1995.

- 13 GRAEF, S.P.; ANDREWS, J.F. **Stability and control of anaerobic digestion**, Journal Water Pollution Control Federation, v. 46, p. 667–683, 1974.
- 14 HASSAN, M.; DING, W.; BI, J.; MEHRYAR, W.; TALHA, Z.A.A. **Methane enhancement through oxidative cleavage and alkali solubilization pre-treatments for corn stover with anaerobic activated sludge**. Bioresource Technology, n. 200, p. 405-412, 2016.
- 15 JAIN, S.; JAIN, S.; WOLF, I. T.; LEE, J.; TONG, Y. W. **A comprehensive review on operating parameters and different pretreatment methodologies for anaerobic digestion of municipal solid waste**. Renewable and Sustainable Energy Reviews, v. 52, p. 142-154, 2015.
- 16 KOPP, J.; MULLER, J.; DICHTL, N.; SCHWEDES, J. **Anaerobic digestion and dewatering characteristics of mechanically disintegrated excess sludge**. Water Science Technology, v. 36, p.129–136, 1997.
- 17 LI, C.; CHAMPAGNE, P.; ANDERSON, B.C. **Enhanced biogas production from anaerobic co-digestion of municipal wastewater treatment sludge and fat, oil and grease (FOG) by a modified two-stage thermophilic digester system with selected thermo-chemical pre-treatment**. Renewable Energy, n.83, p. 474-482, 2015.
- 18 LIN, J-G.; CHANG, C-N.; CHANG, S-C. **Enhancement of anaerobic digestion of waste activated sludge by alkaline solubilization**. Bioresource Technology, v. 162, p. 85-90, 1997.
- 19 KAVITCHA, S.; JAYASHREE, C.; ADISH, S.K.; KALIAPPAN, S.; RAJESH, B.J. **Enhancing the functional and economical efficiency of a novel combined thermo chemical disperser disintegration of waste activated sludge for biogas production**. Bioresource Technology, v. 173, p. 32-41, 2014.
- 20 LIU, Y.; LIU, H.; CUI, L.; ZHANG, K. **The ration of food-to-microorganism (F/M) on membrane fouling of anaerobic membrane bioreactors treating low-strength wastewater**. Desalination, v. 297, p. 97-103, 2012.
- 21 MA, D.;GAO, B.; XIA, C.; WANG, Y.; YUE, Q.; LI, Q. **Effects of sludge retention times on reactivity of effluent dissolved organic matter for thilalomethane formation in hybrid powdered activated carbon membrane bioreactors**. Bioresource Technology. v. 166, p. 381-388, 2014.
- 22 NEYENS, E.; BAEYENS, J.; CREEMENS, C. **Alkaline thermal sludge hydrolysis**. Journal of Hazardous Materials, v. B97, p. 295-314, 2003.
- 23 PARK, N.D.; HELLE, S.S.; THRING, R.W. **Combined alkaline and ultrasound pre-treatment of thickened pulp mill waste activated sludge for improved anaerobic**. Biomass and bioenergy, v. 46, p. 750-756, 2012.
- 24 RANI, R.U.; KALIAPPAN, S.; KUMAR, S.A.; BANU, J.R. **Combined treatment of alkaline and disperser for improving solubilization and anaerobic biodegradability of dairy waste activated sludge**. Bioresource Technology, v. 126, p. 107-116, 2012.
- 25 RODRIGUES, C. L. S. **Mecanismos de remoção de compostos orgânicos no sistema de lodos ativado em uma fábrica de polpa Kraft branqueada de eucalipto**. 77p. Dissertação de mestrado em Engenharia Civil da Universidade Federal de Viçosa, 2011.
- 26 SAHINKAYA, S. **Disintegration of municipal waste activated sludge by simultaneous combination of acid and ultrasonic pretreatment**. Process Safety and Environmental Protections, v. 93, p. 201-205, 2015.
- 27 SHENG, G.P.; YU, H.Q.; LI, X.Y. **Extracellular polymeric substances (EPS) of microbial aggregates in biological wastewater treatment systems: A review**. Biotechnology Advances, v. 26, p. 882-894, 2010.
- 28 STRONG, P.J.; MCDONALD, B., GAPES, D.J. **Combined thermochemical and fermentative destruction of municipal biosolids: a comparison between thermal hydrolysis and wet oxidative pre-treatment**. Bioresource Technology. v. 9, p. 5520 – 5527, 2011.
- 29 TIAN, X.; WANG, C.; TRZCINSKI, A. P.; LIN, L.; NG,W. J. **Insights on the solubilization products after combined alkaline and ultrasonic pre-treatment of sewage sludge**. Journal of Environmental Sciences, v. 29, p. 97-105, 2014.
- 30 VALO, A., CARRÈRE, H., DELGENES, J. P. **Thermal, chemical and thermo-chemical pre-treatment of waste activated sludge for anaerobic digestion**. Journal of Chemical Technology and Biotechnology, v. 79, p.1197-1203, 2004.
- 31 WANG, L.; MATTSSON, M.; RUNDSTEDT, J.; KARLSSON, N. **Different pretreatments to enhance biogas production**. Master of science thesis. Halmstad University, 2011.
- 32 WEEMAES, M.; VERSTRAETE, W. **Evaluation of current wet sludge disintegration techniques**. Journal of Chemical Technology Biotechnology, v. 73, p. 83–92, 1998.

- 33 YUNQIN, L.; DEHAN, W.; SHAOQUAN, W.; CHUNMIN, W. **Alkali pretreatment enhances biogas production in the anaerobic digestion of pulp and paper sludge.** *Journal of Hazardous Materials*, n. 170, p. 366-373, 2009.
- 34 ZAHEDI, S.; ICARAN, P.; YUAN, Z.; PIJUAN, M. **Assessment of free nitrous acid pre-treatment on a mixture of primary sludge and waste activated sludge: Effect of exposure time and concentration.** *Bioresource Technology*, v. 216, p. 870-875, 2016.
- 35 ZHANG, Y.; ZHANG, P.; GUO, J.; MA, W.; XIAO, L. **Spectroscopic analysis and biodegradation potential study of dissolved organic matters in sewage sludge treated with high-pressure homogenization.** v. 135, p. 616-621, 2013.