



UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO
CENTRO DE TECNOLOGIA E GEOCIÊNCIAS
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA CIVIL E AMBIENTAL
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA CIVIL

ANA ALICE XAVIER DE ALMEIDA

**AVALIAÇÃO DO EFEITO DE FERRO ZERO-VALENTE E MAGNETITA SOBRE A
PRODUÇÃO DE SUBSTÂNCIAS POLIMÉRICAS EXTRACELULARES NO LODO
GRANULAR AERÓBIO TRATANDO ESGOTO SANITÁRIO SINTÉTICO**

Recife

2025

ANA ALICE XAVIER DE ALMEIDA

**AVALIAÇÃO DO EFEITO DE FERRO ZERO-VALENTE E MAGNETITA SOBRE A
PRODUÇÃO DE SUBSTÂNCIAS POLIMÉRICAS EXTRACELULARES NO LODO
GRANULAR AERÓBIO TRATANDO ESGOTO SANITÁRIO SINTÉTICO**

Dissertação apresentada ao
Programa de Pós-Graduação em
Engenharia Civil da Universidade
Federal de Pernambuco, Centro de
Tecnologia e Geociências, como
requisito parcial para obtenção do
título de Mestra em Engenharia Civil,
Área de Tecnologia Ambiental.

Orientadora: Prof^a. Dr^a. Bruna Scandolaro Magnus

Coorientador: Prof^o. Dr^o. Marcos Adriano Marques Pessoa Sales

Recife

2025

.Catalogação de Publicação na Fonte. UFPE - Biblioteca Central

Almeida, Ana Alice Xavier de.

Avaliação do efeito de ferro zero-valente e magnetita sobre a produção de substâncias poliméricas extracelulares no lodo granular aeróbio tratando esgoto sanitário sintético / Ana Alice Xavier de Almeida. - Recife, 2025.

62f.: il.

Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal de Pernambuco, Centro de Tecnologia e Geociências, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, 2025.

Orientação: Bruna Scandolara Magnus.

Coorientação: Marcos Adriano Marques Pessoa Sales.

Inclui referências.

1. Recuperação de recursos; 2. Granulação aeróbia; 3. Ferro zero-valente (Fe^0); 4. Magnetita (Fe_3O_4); 5. Remoção de nutrientes. I. Magnus, Bruna Scandolara. II. Sales, Marcos Adriano Marques Pessoa. III. Título.

ANA ALICE XAVIER DE ALMEIDA

**AVALIAÇÃO DO EFEITO DE FERRO ZERO-VALENTE E MAGNETITA SOBRE A
PRODUÇÃO DE SUBSTÂNCIAS POLIMÉRICAS EXTRACELULARES NO LODO
GRANULAR AERÓBIO TRATANDO ESGOTO SANITÁRIO SINTÉTICO**

Dissertação apresentada ao
Programa de Pós-Graduação em
Engenharia Civil da Universidade
Federal de Pernambuco, Centro de
Tecnologia e Geociências, como
requisito parcial para obtenção do
título de Mestra em Engenharia Civil,
Área de Tecnologia Ambiental.

Aprovada em 28/07/2025

Orientadora: Prof.^a Dr.^a Bruna Scandolaro Magnus, UFPE

Coorientador: Prof. Dr. Marcos Adriano Marques Pessoa Sales, UFPE

BANCA EXAMINADORA

participação por videoconferência

Prof.^a Dr.^a Maria de Loures Florencio dos Santos (examinadora interna)
Universidade Federal de Pernambuco

participação por videoconferência

Prof.^a Dr.^a Jéssica Antunes Xavier (examinadora externa)
Universidade Federal do Rio de Janeiro

participação por videoconferência

Prof. Dr. Osmar Luiz Moreira Pereira Fonseca de Menezes (examinador interno)
Universidade Federal de Pernambuco

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho a minha mãe, Audenice Almeida, que sempre valorizou o estudo e através dele a nossa família por caminhos de crescimento e realização.

AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar, agradeço a Deus, que fez com que meus objetivos fossem alcançados, durante toda a minha vida, por ter permitido que eu tivesse sabedoria, saúde e determinação para não desanimar durante a realização deste trabalho.

Aos meus pais, Audenice Almeida e Alexandre Almeida que sempre me apoiaram nas minhas decisões, juntamente com minhas irmãs, Raiana Carla e Ana Livia, que me escutam e me compreendem sempre.

Ao meu noivo, Tássyo Falcão, meu porto seguro, que sempre esteve ao meu lado nos momentos de choro e de alegria, me respeitando e me entendendo. A todos os meus amigos, em especial as minhas amigas Elisa Soares, Alyne Felix, Emylaine Oliveira, Brendha Macêdo e Naianny Monteiro, que sempre me apoiaram, me ajudaram e estiveram comigo quando precisei.

Aos professores Lourdinha Florencio, Mário Kato, Bruna Magnus, Wanderli Leite e Fabrício Motteran, pelos ensinamentos passados, em especial a professora Lourdinha Florencio que me auxiliou com a implementação do projeto e minha orientadora, professora Bruna Magnus, que sempre esteve disposta a me ouvir e me auxiliar em todos os momentos. Ao meu coorientador, Marcos Sales que sempre me ajudou, tirou dúvidas e me ensinou durante toda a minha trajetória no Laboratório de Saneamento Ambiental.

A minha parceira de pesquisa, Bárbara Karoline, que dividiu seus conhecimentos comigo, compartilhou as alegrias e angústias do processo experimental, sempre disposta a me auxiliar e a fazer com que tudo desse certo, juntamente com a minha IC, Maria Eduarda, ou melhor, Dona Duda, que com muita vontade de aprender nos auxiliou perfeitamente no desenvolvimento da pesquisa.

Ao meu amigo Henrique, que sempre estava pronto para me ajudar em qualquer demanda possível no laboratório, sempre com muita alegria e disposição, compartilhando todos os seus conhecimentos, tornando os dias mais leves e descontraídos.

Aos técnicos do LSA, Ronaldo Fonseca, Danúbia Freitas e Iago José, em especial Ronaldo, que esteve presente durante o meu experimento me auxiliando e tirando todas as dúvidas possíveis.

A todos os amigos do laboratório, os quais compartilhamos a rotina do dia a dia, alegrias, tristezas, discussões científicas. A Elissandra, Átala, Agnes, Joelithon, Fyamma, Jocimar e tantos outros que ajudaram durante esse processo, em especial

à minha amiga Bianca, que sempre me ouviu, aconselhou e me ajudou quando precisei.

Agradeço os órgãos financiadores de bolsas para desenvolvimento de pesquisas, juntamente com as empresas que auxiliam no desenvolvimento do Laboratório de Saneamento Ambiental. Por fim, agradeço a FACEPE pelo suporte financeiro para a realização dessa pesquisa.

Obrigada a todos!

RESUMO

A aplicação de íons metálicos no tratamento de esgoto por lodo granular aeróbio (LGA) pode acelerar o processo de granulação, e formar grânulos densos e estáveis. Adicionalmente, LGA produz exopolissacarídeo do tipo alginato (ALE), que possui diversas aplicações industriais, e pode ser recuperado a partir de LGA. Diante disso, a presente pesquisa, avaliou a capacidade de recuperação do ALE em LGA enriquecido com ferro zero-valente (Fe^0) e magnetita (Fe_3O_4) operados em reatores de bateladas sequenciais com afluente sintético, e a influência desses íons metálicos na formação, estabilidade da biomassa e remoção de poluentes. Durante 81 dias, três reatores em escala de bancada foram operados, simultaneamente, sendo o primeiro (R1), o reator controle, que não possuía nenhuma suplementação, o segundo (R2), que foi enriquecido com Fe_3O_4 e no terceiro (R3), que foi adicionado Fe^0 . As dosagens para o Fe^0 e Fe_3O_4 foram de 10 mg/L, a cada dois dias. Os reatores foram inoculados com lodos ativados e operados em ciclos de 4 horas (55 min de alimentação, 173 min de aeração, 10 min de sedimentação e 2 min de descarte). A granulação completa ocorreu primeiro no R2, aos 10 dias de operação, e se manteve estável durante todo o período experimental. Em R1 e R3, a granulação foi atingida aos 24 dias de operação, com aumento da parcela floculenta após o 72º dia, indicando menor estabilidade granular, mostrando o efeito positivo da adição de Fe_3O_4 na formação de LGA. As concentrações de biomassa em R2 e R3 foram superiores, com médias de $1,65 \pm 1,28$ g SSV/L e $1,67 \pm 0,96$ g SSV/L respectivamente, em comparação com o R1, $1,58 \pm 0,93$ g SSV/L. No entanto, houve parcial desintegração do LGA formado em R1 e R3. A remoção de poluentes em R1, R2 e R3 foi superior a 80% de remoção de DQO, 70% de remoção de nitrogênio amoniacal e 40% de remoção de fósforo, o que indica que as adições de Fe^0 e Fe_3O_4 não interferiram no desempenho de remoção de poluentes dos reatores. Foram observadas semelhantes concentrações de ALE nos três reatores. Em R1 apresentou $138,71 \pm 160,84$ mg ALE/g SSV, que foi superior em comparação ao R2 e R3, com $86,06 \pm 68,34$ mg ALE/g SSV e $93,88 \pm 68,52$ mg ALE/g SSV, respectivamente, indicando que essas dosagens de íons metálicos não influenciaram na produção de ALE.

Palavras-chave: recuperação de recursos; granulação aeróbia; ferro zero-valente (Fe^0); magnetita (Fe_3O_4); remoção de nutrientes.

ABSTRACT

The application of metal ions in wastewater treatment using aerobic granular sludge (AGS) can accelerate the granulation process and form dense and stable granules. Additionally, AGS produces alginate-like exopolysaccharide (ALE), which has various industrial applications and can be recovered from AGS. In this context, the present study evaluated the recovery capacity of ALE in AGS enriched with zero-valent iron (Fe^0) and magnetite (Fe_3O_4) operated in sequencing batch reactors with synthetic effluent, as well as the influence of these metal ions on granule formation, biomass stability, and pollutant removal. Over 81 days, three bench-scale reactors were operated simultaneously: the first (R1), the control reactor, received no supplementation; the second (R2) was enriched with Fe_3O_4 ; and the third (R3) was supplemented with Fe^0 . The dosages for Fe^0 and Fe_3O_4 were 10 mg/L every two days. The reactors were inoculated with activated sludge and operated in 4-hour cycles (55 minutes feeding, 173 minutes aeration, 10 minutes settling, and 2 minutes discharge). Complete granulation occurred first in R2, on day 10 of operation, and remained stable throughout the experimental period. In R1 and R3, granulation was achieved on day 24, with an increase in flocculent fraction after day 72, indicating lower granule stability, highlighting the positive effect of Fe_3O_4 addition on AGS formation. Biomass concentrations in R2 and R3 were higher, with averages of 1.65 ± 1.28 g VSS/L and 1.67 ± 0.96 g VSS/L respectively, compared to R1, which had 1.58 ± 0.93 g VSS/L. However, partial disintegration of AGS was observed in R1 and R3. Pollutant removal in R1, R2, and R3 exceeded 80% for COD, 70% for ammoniacal nitrogen, and 40% for phosphorus, indicating that the additions of Fe^0 and Fe_3O_4 did not interfere with the pollutant removal performance of the reactors. Similar ALE concentrations were observed in all three reactors. R1 showed 138.71 ± 160.84 mg ALE/g VSS, which was higher compared to R2 and R3, with 86.06 ± 68.34 mg ALE/g VSS and 93.88 ± 68.52 mg ALE/g VSS, respectively, indicating that these metal ion dosages did not influence ALE production.

Keywords: Resource recovery; aerobic granulation; zero-valent iron (Fe^0); magnetite (Fe_3O_4); nutrient removal.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Representação esquemática da estrutura de um grânulo aeróbio.....	19
Figura 2 - Esquema de formação de grânulos.	21
Figura 3 - Mecanismo de granulação do lodo granular aeróbio enriquecido com ferro.	27
Figura 4 – Imagem dos reatores. R1 – controle (a), R2 – magnetita (b), R3 – ferro zero-valente (c).	33
Figura 5 - Esquema da montagem experimental dos reatores.....	34
Figura 6 - Configuração dos ciclos operacionais – 1º ao 44º dia (a) – 44º ao 47º dia (b) – 47º ao 81º dia (c).....	35
Figura 7 - Valores de IVL_{30} e da relação IVL_{30}/IVL_{10} no R1 (controle), R2 (adição de magnetita) e R3 (adição de ferro zero-valente).	41
Figura 8 - Concentrações de SST e SSV no R1 (controle), R2 (adição de magnetita) e R3 (adição de ferro zero-valente).	43
Figura 9 - Granulometria do R1 (controle), R2 (magnetita) e R3 (ferro zero-valente).	45
Figura 10 - Desenvolvimento da biomassa do R1 utilizando microscopia óptica com ampliação de 100x.	47
Figura 11 - Desenvolvimento da biomassa do R2 utilizando microscopia óptica com ampliação de 100x.	48
Figura 12 - Desenvolvimento da biomassa do R3 utilizando microscopia óptica com ampliação de 100x.	48
Figura 13 - Produção de EPS, PN e PS do R1 (controle), R2 (magnetita) e R3 (ferro zero-valente).	50
Figura 14 - Concentração de ALE na biomassa do R1 (controle), R2 (magnetita) e R3 (ferro zero-valente).	52
Figura 15 - Concentrações de EPS e ALE do R1 (controle), R2 (magnetita) e R3 (ferro zero-valente).....	53

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Formação do afluente sintético.....	36
Tabela 2 - Formação da solução de micronutrientes.....	36
Tabela 3 – Parâmetros de monitoramento.....	37
Tabela 4 - Valores médios das remoções de poluentes.	49

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ALE	Exopolissacarídeos do tipo alginato
ANOVA	Análise de variância
Ca ⁺	Íons de cálcio
DQO	Demanda química de oxigênio
EPS	Substancias poliméricas extracelulares
Fe ⁰	Ferro zero-valente
Fe ²⁺	Íons ferrosos
Fe ³⁺	Íons férricos
Fe ₃ O ₄	Magnetita
G	Ácido gulurônico
GAOs	Organismos acumuladores de glicogênio
IVL	Índice volumétrico de lodo
K ⁺	Íons de potássio
LGA	Lodo granular aeróbio
LSA	Laboratório de saneamento ambiental
Mg ⁺	Íons de magnésio
Na ⁺	Íons de sódio
OD	Oxigênio dissolvido
PAOs	Organismos acumuladores de fósforo
PH	Potencial hidrogeniônico
PN	Proteínas
PS	Polissacarídeos
RBS	Reator em bateladas sequenciais
RPM	Rotações por minuto
SSLM	Sólidos suspensos do licor misto
SST	Sólidos suspensos totais
SSV	Sólidos suspensos voláteis

SV	Sólidos suspensos
TDH	Tempo de Detenção Hidráulica
UFPE	Universidade Federal de Pernambuco
VLS	Volume de lodo sedimentado

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	16
2. OBJETIVOS	18
2.1 OBJETIVO GERAL.....	18
2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	18
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	19
3.1 TECNOLOGIA DE LODO GRANULAR AERÓBIO PARA O TRATAMENTO DE ESGOTO	19
3.2 GRANULAÇÃO AERÓBIA.....	20
3.2.1 FATORES QUE INFLUENCIAM NA GRANULAÇÃO AERÓBIA.....	22
3.2.2 MECANISMOS PARA ACELERAÇÃO DA GRANULAÇÃO.....	23
3.3 ADIÇÃO DE FERRO NO LODO GRANULAR AERÓBIO	26
3.3.1 FERRO ZERO-VALENTE NO LODO GRANULAR AERÓBIO	26
3.3.2 MAGNETITA NO LODO GRANULAR AERÓBIO.....	28
3.4 RECUPERAÇÃO DE SUBPRODUTOS	29
3.4.1 SUBSTÂNCIAS POLIMÉRICAS EXTRACELULARES (EPS)	29
3.4.2 EXOPOLISSACARÍDEOS DO TIPO ALGINATO (ALE).....	30
3.4.3 EFEITO DA ADIÇÃO DE FERRO ZERO NA PRODUÇÃO DE ALE	32
4. MATERIAIS E MÉTODOS.....	33
4.1 SISTEMA EXPERIMENTAL.....	33
4.2 CONDIÇÕES OPERACIONAIS	34
4.3 COMPOSIÇÃO DO EFLUENTE SINTÉTICO.....	35
4.4 PARÂMETROS ANALISADOS	37
4.4.1 ANÁLISES FÍSICO-QUÍMICAS	37
4.4.2 CARACTERIZAÇÃO DA BIOMASSA	37
4.4.2.1 ÍNDICE VOLUMÉTRICO DO LODO (IVL).....	38
4.4.2.2 GRANULOMETRIA	38
4.4.2.3 MICROSCOPIA.....	38
4.4.3 SUBSTÂNCIAS POLIMÉRICAS EXTRACELULARES (EPS)	39
4.4.4 EXOPOLISSACARÍDEOS SEMELHANTE AO ALGINATO (ALE).....	39
4.5 TRATAMENTO ESTATÍSTICO	40
5. RESULTADOS	41
5.1 CARACTERIZAÇÃO DA BIOMASSA	41
5.1.1 FORMAÇÃO DOS GRÂNULOS AERÓBIOS	41

5.1.2 DISTRIBUIÇÃO GRANULOMÉTRICA	45
5.1.3 DESENVOLVIMENTO DA BIOMASSA.....	47
5.2 REMOÇÃO DE POLUENTES	49
5.3 QUANTIFICAÇÃO DAS SUBSTÂNCIAS POLIMÉRICAS EXTRACELULARES (EPS).....	50
5.4 AVALIAÇÃO DOS EXOPOLISSACARÍDEOS SEMELHANTE AO ALGINATO (ALE)	52
6. CONCLUSÕES	55
7. RECOMENDAÇÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	56
REFERÊNCIAS.....	57

1. INTRODUÇÃO

O tratamento de esgoto é uma etapa essencial para mitigar os impactos da poluição hídrica e assim proteger a saúde pública e os ecossistemas aquáticos. Tradicionalmente, esse processo envolve uma combinação de métodos biológicos, físicos e químicos destinados à remoção de matéria orgânica, nutrientes e microrganismos patogênicos presentes nos efluentes (VON SPERLING, 2007). Nos últimos anos, a crescente demanda por tecnologias mais eficientes, sustentáveis e economicamente viáveis tem impulsionado o desenvolvimento de novas abordagens. Nesse contexto, o aprimoramento de tecnologias de tratamento de esgoto tem focado na busca por alternativas capazes de promover uma remoção eficaz de poluentes, aliada a menor consumo de energia e potencial geração de subprodutos valorizáveis e recuperáveis. Entre essas alternativas, destaca-se o uso do lodo granular aeróbio (LGA), que apresenta vantagens significativas em relação aos sistemas convencionais, como o de lodos ativados. Essa tecnologia inovadora permite a remoção simultânea de matéria orgânica e nutrientes, ocupa menor área construída, apresenta maior resistência a cargas variáveis e reduz o consumo energético do processo (BOU-SARKIS et al., 2022).

O LGA pode ser entendido como autoagregados microbianos organizados em zonas com diferentes microambientes (aeróbio, anóxico e anaeróbio), que favorecem o crescimento de populações microbianas especializadas na remoção de matéria orgânica e nutrientes, como nitrogênio e fósforo (NANCHARAIH & KIRAN KUMAR REDDY, 2018). A formação e a estabilidade dos grânulos estão fortemente condicionadas às estratégias operacionais adotadas. Reatores em bateladas sequenciais (RBS) são frequentemente utilizados para desenvolver LGA, com a formação de biomassa densa, compacta e com boa capacidade de sedimentação (YIN et al., 2019).

No entanto, a formação e manutenção de grânulos aeróbios estáveis também dependem de diversos parâmetros operacionais e ambientais presentes no sistema. Manter essa estabilidade ao longo do tempo ainda representa um desafio, uma vez que alterações em qualquer uma dessas condições pode impactar diretamente a comunidade microbiana, elemento central dos processos biológicos (XAVIER et al., 2021). Entre as estratégias adotadas para aprimorar a estabilidade do LGA, destaca-

se a suplementação com ferro, que tem mostrado resultados promissores na promoção da granulação. Os íons metálicos desempenham um papel fundamental na mediação das ligações célula-célula, acelerando a formação dos grânulos e contribuindo para sua resistência estrutural (CAI et al., 2018). A adição de ferro tem sido associada ao estímulo da produção de substâncias poliméricas extracelulares (EPS) que são biopolímeros produzidos pelos microrganismos presentes no sistema, que compõem a matriz celular de biofilmes, o que favorece a agregação celular e reforça a formação dos grânulos. Esse aumento na produção de EPS contribui para a estabilidade estrutural do lodo granular e pode potencializar o desempenho do tratamento biológico (PAN et al., 2021).

Adicionalmente, a suplementação com ferro tem se mostrado uma estratégia eficaz não apenas na formação e estabilidade dos grânulos, mas também na melhoria da eficiência de remoção de nutrientes, como nitrogênio e fósforo. A presença de ferro no sistema pode estimular a atividade de enzimas envolvidas nas etapas do ciclo do nitrogênio, além de favorecer a precipitação de fosfato na forma de compostos férricos, como o fosfato férrico (FePO_4), que precipitam e são removidos com o lodo, auxiliando, assim, a remoção de fósforo (CHEN et al., 2018; PAN et al., 2021).

O LGA também se destaca pelo seu potencial na recuperação de subprodutos de valor agregado, como os exopolímeros semelhantes ao alginato (ALE). Esses biopolímeros são produzidos por microrganismos presentes no sistema de tratamento de esgoto e apresentam aplicações promissoras em diversos setores industriais, como os segmentos farmacêutico, alimentício e de biotecnologia (MORADALI et al., 2018). O ALE é um tipo de polissacarídeo associado à matriz de substâncias poliméricas extracelulares (EPS) sintetizada pelos microrganismos no processo de tratamento com LGA (YANG et al., 2014). Nesse contexto, considerando que a adição de ferro pode estimular a produção de EPS, é plausível supor que essa estratégia também favoreça o aumento da concentração de ALE no sistema, ampliando o potencial de recuperação desse biopolímero.

Diante disso, este trabalho investiga o potencial de recuperação do ALE a partir do lodo granular aeróbio com adição de ferro zero-valente e magnetita, investiga também os efeitos desses aditivos na granulação, estabilidade operacional e desempenho do sistema.

2. OBJETIVOS

Neste capítulo, serão apresentados o objetivo geral e os objetivos específicos deste trabalho.

2.1 Objetivo geral

Investigar o potencial de recuperação dos exopolissacarídeos semelhantes ao alginato (ALE) a partir do lodo granular aeróbio com adição de ferro zero-valente e magnetita, bem como avaliar os efeitos desses aditivos na granulação, estabilidade operacional e desempenho do sistema.

2.2 Objetivos específicos

1. Avaliar os efeitos da adição de ferro zero-valente e magnetita sobre a estabilidade e as características físicas dos grânulos aeróbios;
2. Investigar o impacto desses materiais na eficiência de remoção de poluentes;
3. Quantificar a produção de substâncias poliméricas extracelulares (EPS) pela biomassa granular aeróbia sob influência de ferro zero-valente e magnetita;
4. Analisar o potencial de recuperação dos ALE a partir da biomassa formada nos sistemas suplementados com ferro zero-valente e magnetita.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

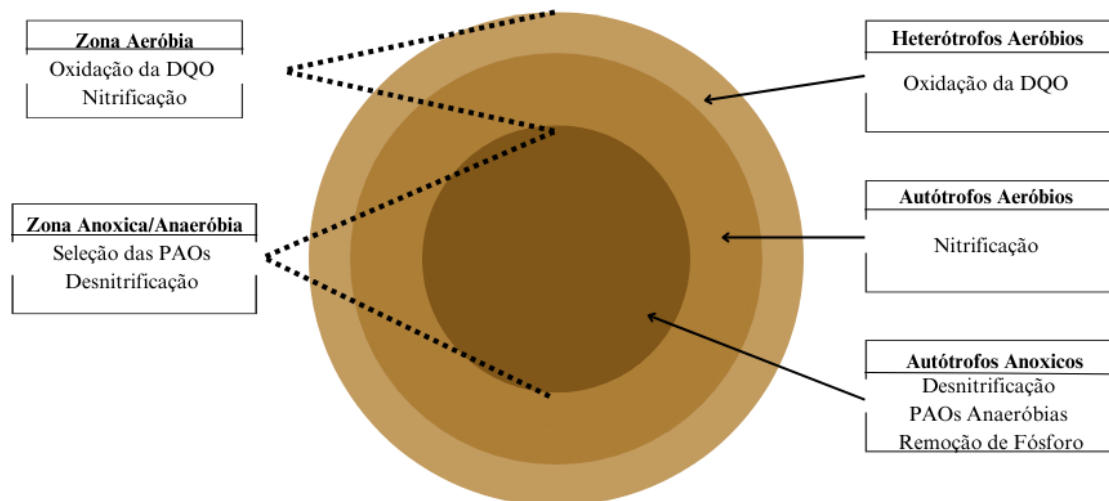
Neste capítulo, serão apresentadas as contribuições teóricas de pesquisas que fundamentaram a temática deste estudo.

3.1 Tecnologia de lodo granular aeróbio para o tratamento de esgoto

A tecnologia do lodo granular aeróbio (LGA) é uma alternativa bastante difundida atualmente. Ela consiste na produção de grânulos, uma biomassa compactada e estruturada, formada por agregados microbianos (NANCHARAI AH; REDDY, 2018). O lodo granular pode ser considerado como uma variação do tratamento convencional por lodos ativados, porém o seu modo de operação, comumente operados a partir de reatores de bateladas sequenciais, garantem a eles uma morfologia esférica, possuindo uma boa capacidade de sedimentação, grânulos densos e compactos e uma construção estratificada, onde se encontram presentes diferentes comunidades microbianas, o que favorece o processo de remoção de matéria orgânica e nutrientes presentes no esgoto (SCHAMBECK et al., 2020).

A estrutura interna dos grânulos é composta por zonas de microambientes com diferentes condições: a zona aeróbia, localizada na superfície do grânulo, a zona anóxica, situada em camadas intermediárias, e a zona anaeróbia, predominante no núcleo (PRONK et al., 2015). Essas camadas possibilitam o crescimento de diferentes grupos microbianos especializados, como os organismos acumuladores de fósforo (PAOs) e os acumuladores de glicogênio (GAOs). A coexistência desses microambientes permite que, dentro de um único grânulo, ocorram simultaneamente processos de remoção biológica de nitrogênio, como a nitrificação (em regiões aeróbias) e a desnitrificação (em regiões anóxicas), conferindo ao sistema uma elevada eficiência no tratamento de efluentes (NANCHARAI AH; REDDY, 2018).

Figura 1 - Representação esquemática da estrutura de um grânulo aeróbio.



Fonte: Adaptado de EKAMA (2015).

A implementação do tratamento por LGA oferece diversas vantagens operacionais em relação aos sistemas convencionais, como o de lodos ativados. Entre os principais benefícios estão a menor geração de lodo residual, maior resistência a variações de carga hidráulica e orgânica, facilidade de automação e controle do processo, além da significativa redução da área ocupada pela unidade de tratamento. Essa compactação do sistema, aliada à eficiência do processo, contribui também para a redução do consumo energético, tornando a tecnologia mais sustentável e atrativa para aplicações em larga escala (BOU-SARKIS et al., 2022).

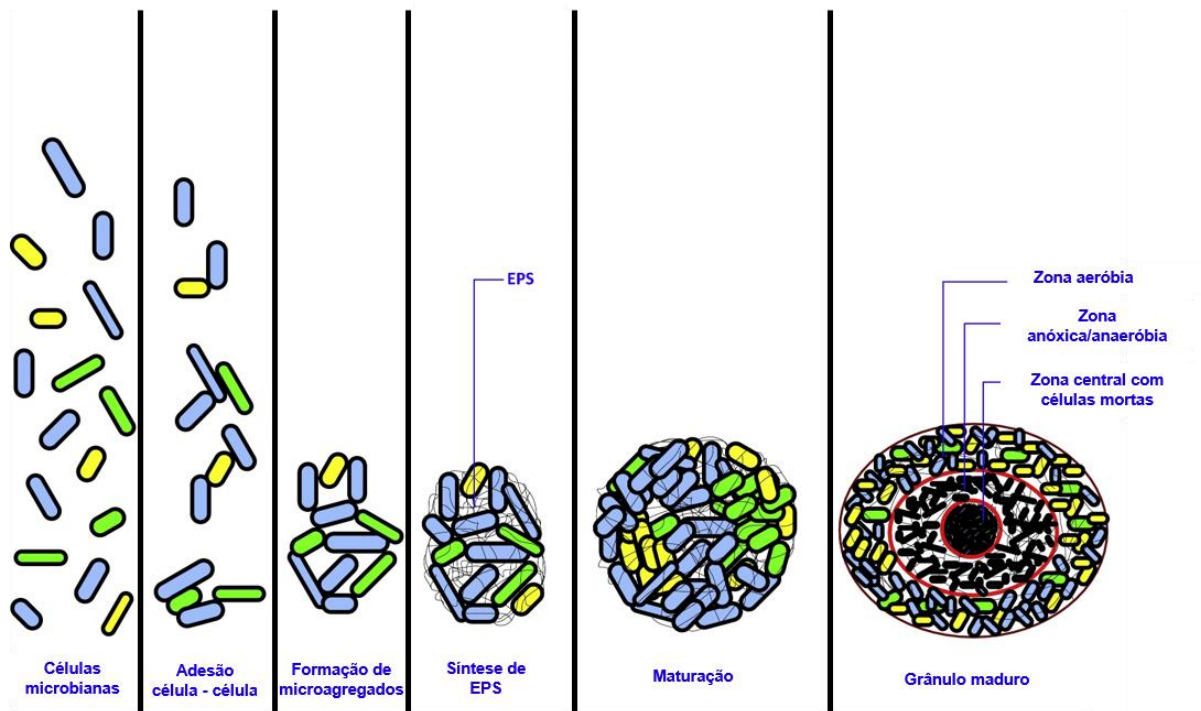
Diante dessas vantagens, o LGA se destaca como uma alternativa promissora, porém o desenvolvimento do tratamento depende da formação e estabilidade dos grânulos durante todo o processo. Dessa forma, é essencial compreender os mecanismos que estão envolvidos na formação dos grânulos aeróbios e assim conseguir um bom desempenho do sistema (ARROJO et al., 2004).

3.2 Granulação aeróbia

O processo de granulação aeróbia é bem elaborado, pois os microrganismos que estão presentes no tratamento de esgoto, se organizam em estruturas bem definidas e assim formam os grânulos (GAO et al., 2011). Essas estruturas dos grânulos vão se formando a partir de flocos de lodo convencionais, conferindo-lhes uma estrutura esférica e densa ao longo do seu desenvolvimento. Essa agregação é gerada por meio de interações bacterianas, a partir de uma junção multicelular, estimulada pelos mecanismos causados pelo sistema, como a força de cisalhamento

aplicada e trocas físico-químicas presentes no tratamento de esgoto (TAY et al., 2001). Desse modo, a formação desses agregados acontece a partir da interação microbiologia, hidrodinâmica e operacional, as quais de maneira coesa, operam para gerar uma biomassa granular (GAO et al., 2011).

Figura 2 - Esquema de formação de grânulos.



Fonte: Adaptado de SARMA, TAY e CHU (2017).

Podemos observar na Figura 2, que a formação dos grânulos ocorre por meio de um método dinâmico, por meio de diferentes processos. Inicialmente, as células bacterianas se comunicam através de fracas interações entre as suas moléculas, a partir da hidrofobicidade e neutralização de cargas, o que promove uma adesão celular e a formação de microagregados. Por meio de moléculas sinalizadoras, as bactérias sintetizam as substâncias poliméricas extracelulares (EPS), que favorecem a coesão e estabilização dos agregados. Com a evolução dos microagregados, fatores como o cisalhamento hidráulico, a produção contínua de EPS e a estabilização da biomassa, contribuem para geração de grânulos maduros (SARMA; TAY; CHU, 2017).

Segundo De Kreuk et al. (2005) e Schwarzenbeck et al. (2004), considera-se que a granulação foi efetivamente alcançada quando mais de 80% da biomassa apresenta grânulos com diâmetro superior a 0,2 mm e quando a relação entre o índice

volumétrico de lodo em 30 minutos (IVL_{30}) e em 10 minutos (IVL_5) se aproxima de 1, indicando boa sedimentabilidade e predominância da biomassa granular. Até atingir esses valores, considera-se que o sistema está em processo de granulação, a partir do ponto em que os critérios de granulação completa são atendidos, considera-se que o sistema está em estágio de maturação (LIU; TAY, 2004).

3.2.1 Fatores que influenciam na granulação aeróbia

A granulação é influenciada de diversas formas no sistema e um dos principais fatores é o tratamento ser realizado por meio de reatores de bateladas sequenciais. Por ser um tratamento dividido em ciclos, o tempo total determinado para cada um, assim como a duração escolhida para cada fase (enchimento, fase aeróbia, sedimentação e descarte), influencia na formação dos grânulos (BEUN et al., 1999).

Entre as fases dos ciclos, o tempo de sedimentação é o mais abordado como fator essencial para o processo de granulação (BEUN et al., 1999). Menores tempos de sedimentação geram uma seleção na biomassa, onde os agregados mais densos e conseqüentemente com maior velocidade de sedimentação irão decantar e permanecer no sistema, enquanto a parcela mais floculenta e leve será descartada durante a fase de descarte (GAO et al., 2011). De acordo com um estudo realizado por Liu e Tay (2015), um tempo de sedimentação regressivo, ao longo do experimento, de 10 até 2 minutos, gerou uma aceleração significativa na formação dos grânulos, sugerindo que a diminuição do tempo de sedimentação é importante para a granulação.

Além do tempo de sedimentação, o período de aeração desempenha um papel crucial na formação de grânulos aeróbios. A aeração promove cisalhamento hidrodinâmico no sistema, o qual favorece a compactação dos agregados microbianos e estimula a produção de EPS, intensificando a capacidade de agregação da biomassa (PAN et al., 2021). As EPS, por sua vez, são sintetizadas pelas bactérias durante o crescimento celular e são essenciais para a adesão entre células e a coesão dos grânulos. Eles formam uma matriz extracelular que envolve os microrganismos e proporciona estabilidade física à estrutura granular (NANCHARAIH; REDDY, 2018).

O tempo de aeração também exerce influência direta sobre a concentração de oxigênio dissolvido (OD) no sistema, um parâmetro essencial para a atividade

metabólica microbiana e para a formação dos grânulos. Segundo Liu e Tay (2004), níveis adequados de OD (acima de 2,0 mg/L) favorecem o metabolismo aeróbio na camada externa dos grânulos, enquanto as regiões internas podem operar em condições anóxicas ou anaeróbias, possibilitando a ocorrência simultânea de processos de remoção de nutrientes. Por outro lado, concentrações insuficientes de OD podem comprometer a atividade microbiológica, dificultando a formação de grânulos estáveis e eficientes (STURM; IRVINE, 2008).

Além do oxigênio dissolvido, parâmetros como pH e temperatura também exercem influência direta sobre a atividade microbiana e, consequentemente, sobre a formação de grânulos aeróbios. De acordo com Liu e Tay (2004), o pH ideal para o desenvolvimento dos grânulos está na faixa de 6,5 a 8,5; valores fora desse intervalo podem reduzir a produção de EPS, fundamentais para a coesão e estabilidade granular. A temperatura, por sua vez, afeta a taxa de crescimento microbiano e a eficiência dos processos bioquímicos. Temperaturas entre 20 °C e 35 °C são consideradas ideais para a formação de grânulos estáveis, enquanto variações bruscas podem comprometer a viabilidade microbiana e o desempenho do reator (ARROJO et al., 2004).

É importante destacar que as características do afluente que alimenta o sistema também influenciam diretamente a taxa de crescimento microbiano e, consequentemente, a produção de EPS. Além disso, o afluente determina a relação alimento/microrganismo (A/M), sendo que valores mais baixos dessa relação podem induzir estresse nas comunidades microbianas, estimulando a produção de EPS. Esse aumento na síntese de EPS favorece a adesão celular e contribui para a formação e estabilidade dos grânulos (ZHANG et al., 2016).

Dessa forma, fica evidente que a formação de grânulos aeróbios depende de uma complexa interação entre fatores operacionais, físico-químicos e biológicos. Esses fatores devem ser cuidadosamente ajustados para criar um ambiente seletivo que favoreça a agregação celular. No entanto, a formação e manutenção dos grânulos aeróbios por longos períodos ainda é um desafio, por conta de variações que podem acontecer nesses parâmetros, o que pode inferir na comunidade microbiana (XAVIER et al., 2021).

3.2.2 Mecanismos para aceleração da granulação

Como vimos, a granulação é um processo complexo que envolve a interação entre fatores operacionais, físicos, químicos e biológicos, que agem de forma conjunta para criar os grânulos aeróbios. Entender e aplicar esses parâmetros é crucial para otimizar o desempenho do tratamento de esgoto e assim acelerar o processo de granulação.

Diversas inovações tecnológicas vêm sendo desenvolvidas no LGA buscando a aceleração da granulação. Entre essas estratégias, destaca-se a adição de materiais e substâncias que influenciam diretamente a estrutura da biomassa e nas interações microbianas. A intensificação da granulação por meio da suplementação com compostos externos representa um avanço significativo, pois atua tanto na indução física de agregação quanto na modulação química e bioquímica do sistema (HAN; JIN; YU, 2022).

Entre as estratégias inovadoras para otimizar a formação de grânulos, destaca-se a incorporação de sais ou coagulantes, tradicionalmente utilizados em processos físico-químicos, como agentes facilitadores da agregação microbiana em sistemas biológicos, eles favorecem a neutralização das cargas negativas superficiais das células microbianas, reduzindo a repulsão eletrostática entre elas e promovendo a adesão celular (GAO; NABI, 2024). Essa aproximação facilita o início da formação granular e pode acelerar significativamente a transição da biomassa floculenta para a estrutura granular (HAN; JIN; YU, 2022).

Estudos recentes, como os de De Carvalho et al. (2025) e Frutuoso et al. (2024), demonstraram que a adição de 5 g·NaCl/L resultou em granulação completa após 20 e 21 dias de operação, respectivamente. De forma semelhante, Almeida et al. (2024) utilizaram uma concentração menor, de 2,5 g·NaCl/L, e também observaram granulação completa no 20º dia. Esses resultados evidenciam que a adição de sais contribui para a aceleração do processo de granulação, quando comparada a sistemas sem suplementação: nos estudos de De Carvalho et al. (2025) e Frutuoso et al. (2024), os reatores controle não alcançaram granulação completa mesmo após 53 e 80 dias de operação, respectivamente. Por outro lado, no experimento conduzido por Almeida et al. (2024), o reator controle apresentou granulação em 32 dias (12 dias após o reator com adição de sal) reforçando o potencial dessa estratégia para antecipar a formação granular.

No contexto das adições, cresce o interesse pela utilização de partículas minerais ou compostos híbridos que possuam propriedades adsorventes, catalíticas

ou estruturais capazes de induzir ou intensificar a formação de grânulos (WEI et al., 2013). Materiais como argilas modificadas, zeólitas, silicatos e outros suportes inertes têm sido empregados tanto como superfície para adesão celular quanto como moduladores da composição iônica do meio, promovendo um ambiente mais propício à granulação (LIN et al., 2020). Czarnota et al. (2020) avaliaram a adição de diferentes pós minerais, observando granulação completa em 33 dias com pó de cerâmica, 47 dias com pó de granito e 54 dias com pó de calcário, enquanto o reator controle, sem adição, não atingiu granulação completa durante 89 dias de operação. De forma semelhante, Lin et al. (2020) investigaram o uso de zeólita, cuja presença no sistema antecipou a granulação em 18 dias, em comparação ao sistema controle, que não apresentou granulação nesse mesmo intervalo. Esses resultados evidenciam o potencial dessas adições na aceleração e estabilização da formação de grânulos aeróbios.

Outro tipo de adição em busca de acelerar a granulação é a de íons metálicos, como íons de sódio (Na^+), potássio (K^+), cálcio (Ca^{2+}), magnésio (Mg^{2+}) e de ferro (Fe^{2+} e Fe^{3+}). Esses cátions exercem papel fundamental na estabilização da matriz de EPS, por meio da formação de pontes iônicas entre os grupos funcionais negativos presentes nos polímeros extracelulares (CAI et al., 2018). A influência de íons metálicos na granulação também tem sido objeto de estudo. Li et al. (2009) investigaram o efeito do magnésio (Mg^{2+}) e observaram que a adição de 10 mg· $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ /L resultou na antecipação da granulação em 18 dias em relação ao sistema controle, sem adição. Já Kong et al. (2014) avaliaram o uso de ferro nas formas Fe^{2+} e Fe^{3+} , por meio da adição de 30 g de ferro zero-valente ao sistema. Nessa condição, a granulação foi alcançada em 43 dias, enquanto o reator sem suplementação apresentou granulação apenas após 64 dias de operação. Esses resultados reforçam o papel dos íons metálicos na aceleração do processo de formação de grânulos aeróbios.

É importante ressaltar que a forma de aplicação e dosagem do material escolhido é de suma importância para o tratamento, pensando não apenas na granulação, mas se há alguma possibilidade de impactos negativos no lodo e no efluente gerado, como acúmulo desses compostos, além dos custos operacionais que podem se elevar com as adições (HAO et al., 2016).

Dessa forma, a utilização de aditivos deve considerar não apenas sua eficácia na compactação e estabilidade dos grânulos, mas também seus efeitos no equilíbrio

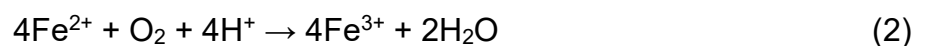
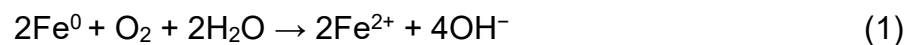
químico e microbiológico do sistema. Os íons de ferro, em especial, destacam-se por favorecerem a formação da matriz EPS e contribuírem na remoção de nutrientes, atuando como agentes coagulantes e estruturais, ganhando destaque o uso do ferro zero-valente (Fe^0), uma forma inovadora que alia liberação controlada de íons, atuação como núcleo físico de granulação e potencial redutor (FAN et al., 2024).

3.3 Adição de ferro no lodo granular aeróbio

Elemento químico distribuído na natureza, classificado como metal de transição na tabela periódica, o ferro (Fe) é essencial para diversos processos biológicos e tecnológicos. Ele pode ser encontrado na natureza em formato de minério, se apresentado em estados de oxidação, como na forma de Fe^{2+} e Fe^{3+} (CORNELL et al., 2003). Presente também nos tratamentos biológicos de esgotos, o ferro desempenha um papel importante, como o de micronutrientes, essencial para o metabolismo celular dos microrganismos presentes no sistema (RONEY, 2005).

3.3.1 Ferro zero-valente no lodo granular aeróbio

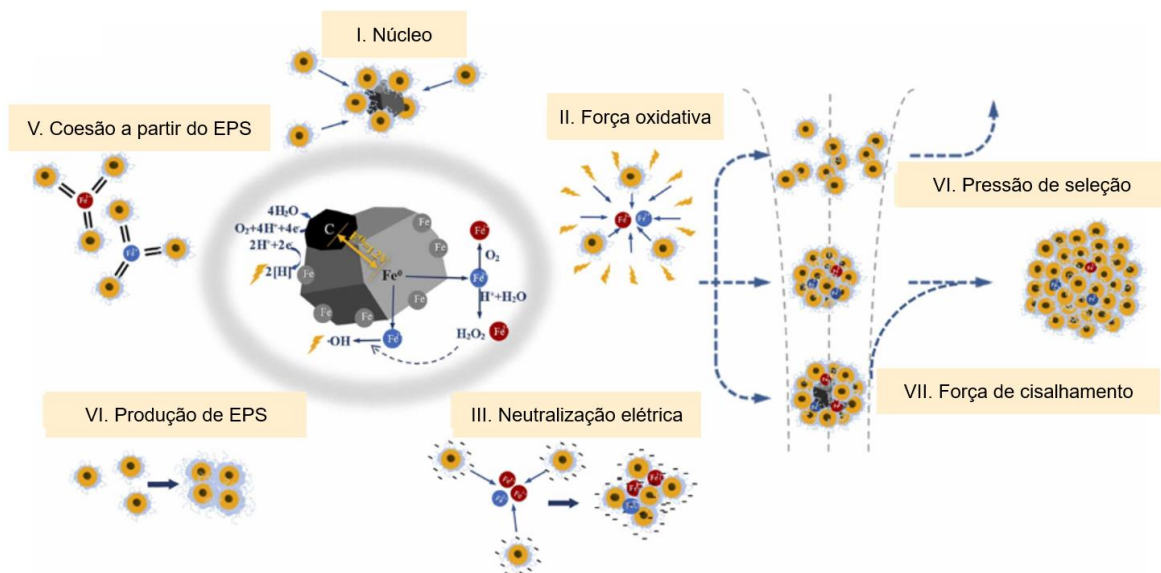
O zero-valente (Fe^0), que é a forma metálica do ferro com o número de oxidação igual a zero, dessa forma, o Fe^0 tem sido utilizado em tecnologias ambientais devido à sua alta reatividade redox. Ele se oxida naturalmente em contato com meio aquoso ou com o oxigênio, liberando íons de Fe^{2+} e Fe^{3+} (equações 1 e 2) (RANGSIVEK; JEKEL, 2005).



Na tecnologia do LGA, a inserção de Fe^0 tem se mostrado promissora por favorecer tanto a granulação quanto a remoção de poluentes. A liberação gradual de íons ferrosos é importante para a ligação célula-célula, acelerando assim, o processo de granulação e conferindo resistência aos grânulos aeróbios (CAI et al., 2018). Além disso, foi reportado que a adição de ferro tem a capacidade de estimular a produção

de Substâncias Poliméricas Extracelulares (EPS) gerada pelos microrganismos presentes no sistema, o que contribui para a agregação microbiana, estimulando, também, a granulação, ampliando o desempenho do tratamento (PAN et al., 2021).

Figura 3 - Mecanismo de granulação do lodo granular aeróbio enriquecido com ferro.

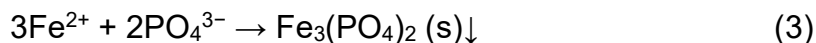


Fonte: Adaptado de PAN et al. (2021).

O ferro atua como um núcleo de agregação, servindo como ponto de adesão para os microrganismos (Figura 3). A presença de oxigênio no sistema favorece a formação de hidróxidos de ferro, que funcionam como força motriz para o início da granulação. Simultaneamente, ocorre a neutralização eletrostática entre os íons metálicos e as superfícies celulares negativamente carregadas, promovendo a agregação microbiana. Além disso, o ferro estimula a produção de EPS, reforçando a coesão e a estabilidade dos grânulos. Paralelamente aos efeitos do ferro, destaca-se o papel da força de cisalhamento gerada pela aeração do sistema, que contribui para a seleção de agregados mais densos e resistentes, consolidando a estrutura granular ao longo do processo (PAN et al., 2021).

A presença de ferro também pode influenciar positivamente na seleção microbiana, favorecendo populações mais adaptadas à formação de biofilmes e estruturas granulares (WANG; LI, 2022). O ferro também pode desenvolver um papel importante na remoção de nutrientes como fósforo, por meio da precipitação de fosfatos, os íons reagem ao fosfato presente no sistema, precipitando em forma de

fosfato ferroso (equação 3) e se aderindo a biomassa, auxiliando na remoção desse composto, melhorando a eficiência do processo (DA COSTA et al., 2020).



Assim, o Fe^0 é considerado um aditivo multifuncional com grande potencial para otimizar o desempenho de sistemas de LGA, promovendo grânulos mais estáveis, compactos e eficazes na remoção de poluentes em reatores aeróbios operados em bateladas sequenciais. Eljamal et al. (2020) e Zhang et al. (2023) concluíram que a adição de ferro zero-valente proporcionou resultados positivos tanto na formação de grânulos aeróbios quanto na remoção de nutrientes, evidenciando seu potencial como aditivo multifuncional em sistemas biológicos de tratamento de esgoto.

3.3.2 Magnetita no lodo granular aeróbio

Assim como o ferro zero-valente, a magnetita (Fe_3O_4) também é uma fonte de ferro. Ela é um óxido misto de ferro, onde sua composição química envolve simultaneamente íons ferrosos (Fe^{2+}) e férricos (Fe^{3+}), organizados em uma estrutura cristalina do tipo espinélio inverso. Nessa estrutura, os íons Fe^{3+} ocupam tanto sítios tetraédricos quanto parte dos octaédricos, enquanto os Fe^{2+} ocupam os octaédricos restantes, possibilitando trocas eletrônicas internas que conferem propriedades magnéticas e condutivas ao mineral (DUDCHENKO et al., 2022).

A presença da magnetita no tratamento de efluentes pode exercer efeitos semelhantes aos do ferro zero-valente (Fe^0) na formação de grânulos aeróbios, através da ação dos íons metálicos. No entanto, suas formas de atuação diferem. A magnetita disponibiliza íons metálicos diretamente no sistema, promovendo interações físico-químicas imediatas com os microrganismos e o lodo granular. Já o Fe^0 atua por meio de reações redox, onde, ao ser exposto a um meio aquoso e aeróbio, sofre oxidação, liberando gradualmente íons ferro (Fe^{2+} e Fe^{3+}), que então participam dos processos de agregação microbiana e estabilização dos grânulos (REN et al., 2018).

Dessa forma, a suplementação de reatores com lodo granular aeróbio (LGA) por meio da adição de magnetita tem se mostrado uma estratégia eficaz para acelerar

o processo de granulação, manter a estabilidade dos grânulos e melhorar a remoção de nutrientes. Estudos como os de Domingos et al. (2021) e Ren et al. (2018) demonstraram resultados positivos com o uso da magnetita, destacando seu papel na intensificação da agregação microbiana e na eficiência dos processos biológicos de tratamento de efluentes.

3.4 Recuperação de subprodutos

Além de um sistema eficiente para a remoção de matéria orgânica e nutrientes, o LGA possui um potencial para a recuperação de subprodutos de valor agregado, que pode ser uma alternativa para os resíduos gerados durante o tratamento (HAMZA et al., 2022). A formação dos grânulos favorece o acúmulo de compostos intracelulares e extracelulares, gerando uma matriz favorável para a extração de recursos (ADAV; LEE, 2008)

Entre esses subprodutos, já foram pontuados o fósforo e o nitrogênio (ZHAO et al., 2018), que podem ser recuperados por meio de processos como bioacumulação, extração seletiva e tecnologias integradas, permitindo a obtenção de fertilizantes sustentáveis, por exemplo (CAI et al., 2019).

O LGA também é capaz de produzir biopolímeros extracelulares, sintetizados pelas bactérias presentes no sistema e acumulados na biomassa, sendo as substâncias poliméricas extracelulares (EPS, do inglês *extracellular polymeric substances*). As EPS são constituídas, predominantemente, por proteínas, polissacarídeos e lipídios (MORE et al., 2014). Entre os subprodutos associados as EPS, destaca-se o exopolissacarídeo do tipo alginato, conhecido como ALE (do inglês *alginate-like exopolymers*), que tem despertado crescente interesse devido ao seu potencial de recuperação e aplicação em diferentes setores (YANG et al., 2014).

3.4.1 Substâncias Poliméricas Extracelulares (EPS)

As substâncias poliméricas extracelulares (EPS, do inglês *extracellular polymeric substances*) são biopolímeros produzidos por microrganismos, que compõem a matriz celular de biofilmes e agregados microbianos, como os presentes no tratamento de esgoto por LGA (FLEMMING; WINGENDER, 2010)

Em sua composição, as proteínas e os polissacarídeos são componentes dominantes, porém outros compostos somam a sua formação, como os ácidos nucleicos, ácidos húmicos e os lipídeos (MCSWAIN et al., 2005). Eles podem ser classificados por EPS fracamente ligado, classificando-os como mais solúveis e dispersos e fortemente ligado, os que formam uma porção mais estrutural da matriz (SHENG; YU; LI, 2010)

No LGA, as EPS desempenham funções importantíssimas para o tratamento, promovem a agregação celular e assim auxilia na formação e estabilidade dos grânulos aeróbios, além de atribuírem características hidrofóbicas, ajudando na comunicação celular e assim favorecendo um ambiente para o desenvolvimento microbiano (LIU; TAY, 2002).

Além do seu impacto operacional, a EPS tem sido considerado como subprodutos passíveis de recuperação e com potencial de aplicações em diversas áreas, com isso, métodos para a sua extração vem sendo estudados para utilizar esse recurso que está presente no lodo (FELZ et al., 2019). Nesse cenário, destaca-se uma fração específica dos EPS conhecida como ALE, o exopolissacarídeo do tipo alginato, originário do inglês, *alginate-like exopolysaccharides*, cujas características e aplicações vêm sendo cada vez mais exploradas em estudos voltados à recuperação de subprodutos de valor agregado.

3.4.2 Exopolissacarídeos do tipo alginato (ALE)

O alginato é um polissacarídeo natural encontrado em algas marrons, é composto, em sua maioria por unidade de ácido β -D-manurônico (M) e ácido α -L-gulurônico (G), que ficam organizadas em blocos como M-M, G-G ou M-G, variando em proporção, comprimento e sequência, e assim determinam as propriedades físico-químicas dessa molécula (SMIDSROD et al., 1990).

Uma das principais características do alginato é sua elevada capacidade de ligação, atribuída aos grupos carboxila livres presentes na molécula. Esses grupos interagem facilmente com cátions bivalentes, como Ca^{2+} e Mg^{2+} , formando ligações iônicas que promovem a reticulação das cadeias poliméricas. Como resultado, ocorre a gelificação do material, originando hidrogéis estáveis (LEE et al., 2012).

Devido a essa capacidade de formar géis, o alginato possui ampla aplicação em diversos setores industriais. Na indústria farmacêutica, é utilizado como agente

encapsulante de fármacos. Na indústria alimentícia, atua como espessante, estabilizante e formador de revestimentos comestíveis, contribuindo para a preservação e qualidade dos alimentos. Além disso, suas propriedades de gelificação permitem seu uso em formulações cosméticas e de biomateriais, evidenciando seu valor como um biopolímero versátil e funcional (ZENG et al., 2023).

A partir do entendimento da estrutura e das propriedades do alginato, estudos passaram a identificar compostos semelhantes produzidos em ambientes bacterianos, mais especificamente exopolissacarídeos com características estruturais e funcionais similares, denominados ALE (*alginate-like exopolysaccharides*) (FELZ et al., 2016; SCHAMBECK et al., 2020; YANG et al., 2014). O ALE é produzido por algumas espécies bacterianas, como *Pseudomonas aeruginosa*, frequentemente encontradas em sistemas biológicos de tratamento de efluentes, como os de esgoto (HAY et al., 2013). Embora o ALE não seja idêntico ao alginato extraído de algas marinhas, ele compartilha propriedades fundamentais, como a presença de interações iônicas, que conferem capacidade de formar géis, o que tornam o ALE um composto de interesse crescente para recuperação e aplicação em diferentes processos biotecnológicos (LI et al., 2022).

O ALE é gerado a partir da síntese de EPS, que são excretados pelas células microbianas presentes, principalmente, em sistemas de tratamento de esgoto por meio do lodo granular aeróbio. Esses EPS se acumulam na biomassa, desempenhando funções essenciais na formação e estabilidade dos grânulos (LIANG et al., 2010). Durante esse processo, tem-se observado a presença de ALE, por meio da formação de hidrogéis. Esse hidrogel, por sua vez, é considerado indispensável para a coesão estrutural dos grânulos, elemento-chave para a eficiência desse tipo de tratamento biológico (ZAHRA et al., 2022).

Felz et al. (2016) pontuou a presença do ALE no LGA a partir da produção de EPS, quantificando que cerca de 63% da EPS gerado pelas bactérias presentes no tratamento granular são compostos por ALE. Além desse estudo, Sarvajith e Nancharaiah (2023) também pontuaram o ALE como principal componente do LGA, representando cerca de 44%, 12% acima do quantificado pelo tratamento de lodos ativados.

Dessa forma, fica evidente que o LGA, além de proporcionar um tratamento eficiente na remoção de matéria orgânica e nutrientes, também representa uma alternativa promissora para a recuperação de biopolímeros, por meio da extração do

ALE. Essa possibilidade reforça o potencial de reutilização desses compostos, alinhando-se aos princípios da economia circular e da valorização de resíduos, ao transformar subprodutos do tratamento de efluentes em recursos com valor agregado.

3.4.3 Efeito da adição de ferro zero na produção de ALE

A suplementação por ferro no sistema de LGA tem se mostrado uma estratégia eficaz para a formação e estabilidade dos grânulos, como pode ser visto nos tópicos 3.3.1 e 3.3.2, mas através desse estímulo, as adições podem elevar a produção do ALE por meio da produção de EPS.

A presença de ferro no sistema pode induzir estresse oxidativo nas bactérias, estimulando as células microbianas a excretarem maiores quantidades de EPS como mecanismo de proteção (OH; ANDREWS; JEON, 2018). Consequentemente, o aumento na produção de EPS pode favorecer também a elevação na síntese de ALE, dado que esse exopolissacarídeo está associado à matriz extracelular formada durante o processo de granulação.

Detalhadamente, a inserção de íons metálicos em sistemas de tratamento com LGA pode desempenhar um papel importante na intensificação da granulação, principalmente por meio de interações iônicas com os componentes da biomassa. Esses íons estimulam a produção de EPS, promovendo maior adesão celular e aumentando a resistência estrutural dos grânulos. Parte dessa adesão é atribuída à formação de hidrogéis, resultantes da presença de ALE na matriz extracelular, que contribuem significativamente para a coesão e estabilidade dos agregados microbianos (ZENG et al., 2023).

Ren et al. (2018) avaliaram o efeito da adição de Fe^{2+} , Fe^{3+} e Fe_3O_4 em sistemas com LGA e observaram que o conteúdo polimérico da biomassa aumentou significativamente com a presença desses íons, associando esse aumento a maior produção de EPS, o que contribuiu diretamente para a formação e estabilidade dos grânulos, reforçando a coesão celular e a integridade estrutural do sistema.

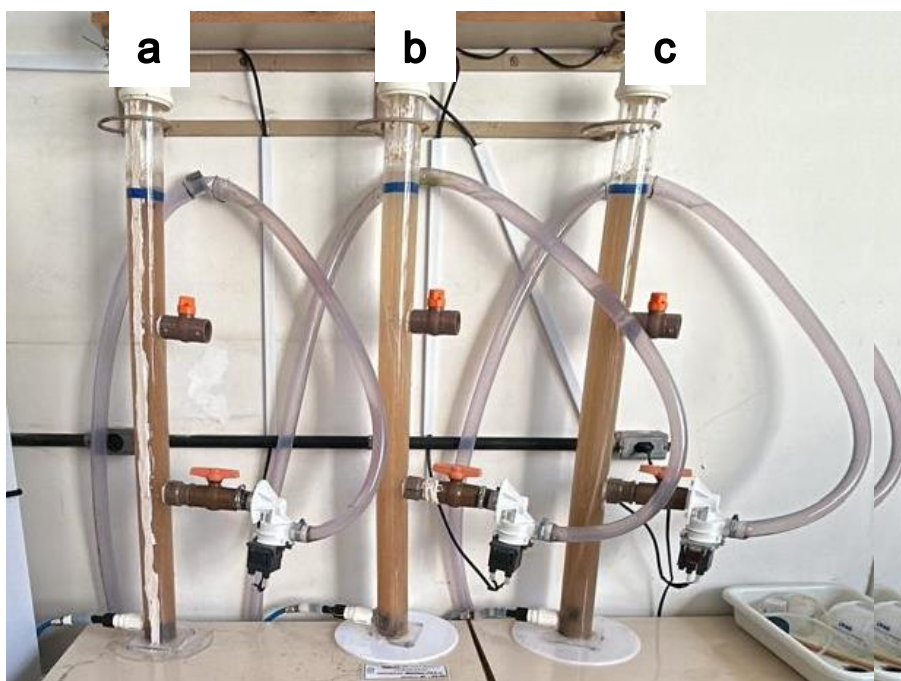
4. MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo, serão apresentados os materiais e métodos utilizados para o desenvolvimento do experimento.

4.1 Sistema Experimental

O sistema experimental foi realizado no Laboratório de Saneamento Ambiental (LSA) da UFPE, com três reatores em bateladas sequenciais (RBS) em escala de bancada, como mostra a Figura 4.

Figura 4 – Imagem dos reatores. R1 – controle (a), R2 – magnetita (b), R3 – ferro zero-valente (c).

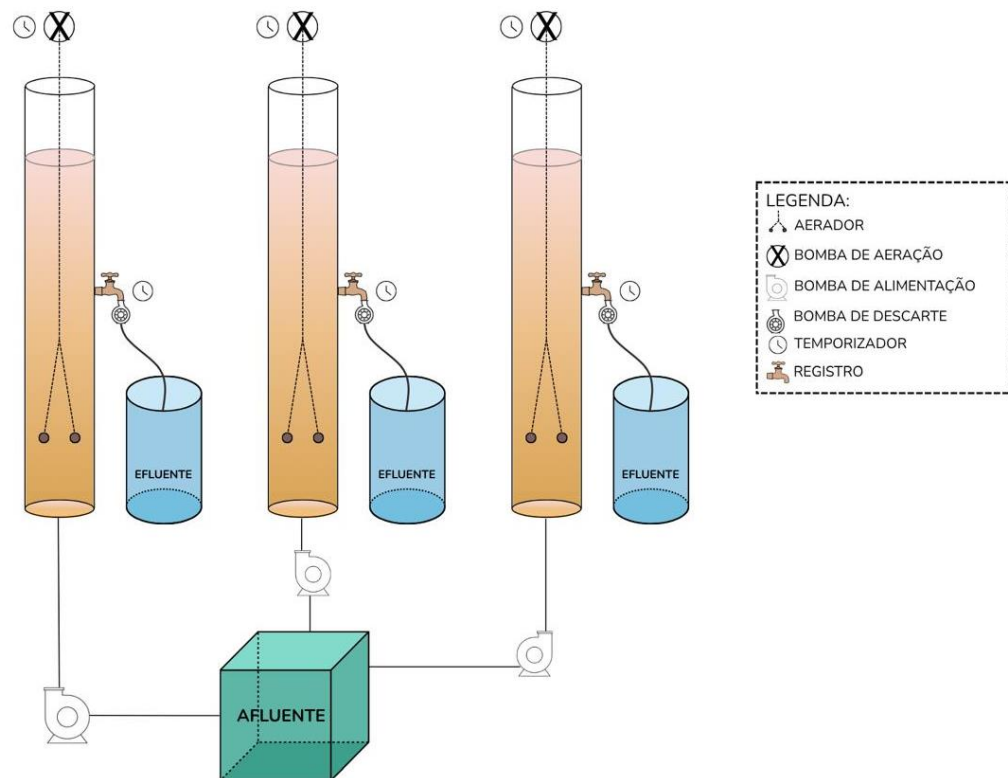


Fonte: A autora (2025).

O aparato experimental era comum aos três reatores e foi composto por bombas dosadoras (HANNA®, modelo BL Black Stone, Brasil) para alimentação com uma vazão de 1,4 L/h, bombas de eletro drenagem (Consul) para realizar os descartes dos efluentes e bombas de aeração (BOYU SC- 7500, China), distribuindo aos reatores uma velocidade ascensional de 0,5 cm/s. Os sistemas foram automatizados com o auxílio de temporizadores (CROSTEC, modelo ST-T01, China). Os RBS foram confeccionados em acrílico formato de coluna, possuindo as seguintes dimensões:

coluna com 1,0 m de altura, 0,05 m de diâmetro interno, volume útil de 2 L, troca volumétrica de 65% e um tempo de detenção hidráulica (TDH) de 6,15 horas (Figura 5 - esquema dos reatores).

Figura 5 - Esquema da montagem experimental dos reatores.



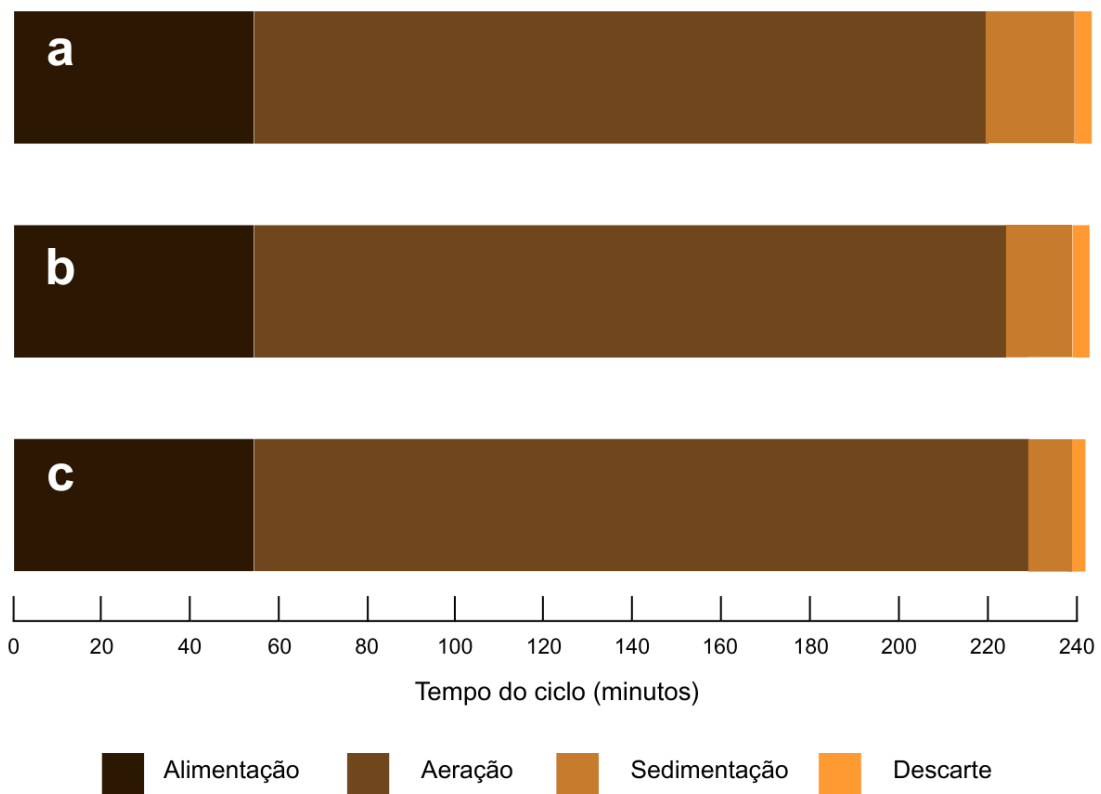
Fonte: A autora (2025).

4.2 Condições operacionais

Os reatores foram operados por 81 dias, com ciclos de 4 horas, totalizando 6 ciclos por dia. No modo operacional inicial, mantido até o 43º dia, cada ciclo consistia em: alimentação não aerada 55 minutos), fase aeróbia (163 minutos), sedimentação (20 minutos) e descarte (2 minutos). A partir do 44º dia, foram realizadas alterações nos tempos das etapas, visando favorecer a seleção de uma biomassa mais densa e granular. Assim, o ciclo passou a ser composto por: alimentação não aerada (55 minutos), fase aeróbia (168 minutos), sedimentação (15 minutos) e descarte (2 minutos). Essa configuração foi mantida até o 47º dia, quando uma nova modificação foi implementada e mantida até o final do experimento: alimentação não aerada (55

minutos), fase aeróbia (173 minutos), sedimentação (10 minutos) e descarte (2 minutos) (Figura 6 – esquema do ciclo).

Figura 6 - Configuração dos ciclos operacionais – 1º ao 44º dia (a) – 44º ao 47º dia (b) – 47º ao 81º dia (c).



Fonte: A autora (2025).

O primeiro reator (R1) foi utilizado como controle, sem adição de materiais ou modificações no sistema. No segundo reator (R2), foi realizada a dosagem de 10 mg/L de magnetita com diâmetro de 5 μ m, enquanto no terceiro reator (R3) foram dosados 10 mg/L de ferro zero-valente, com diâmetro médio e 5 μ m. As dosagens de magnetita e ferro foram realizadas diretamente nos reatores a cada dois dias, durante todo o experimento, conforme o procedimento descrito por Domingos et al. (2021).

4.3 Composição do efluente sintético

Os reatores foram alimentados com efluente sintético, composto por uma fonte de carbono, uma solução composta por glicose, cloreto de amônio, fosfato de potássio

monobásico, cloreto de cálcio, sulfato de magnésio e sulfato de ferro (Tabela 1). Foi adicionada ainda uma solução de micronutrientes para somar na composição do esgoto (HUANG et al., 2015), com concentrações apresentadas na tabela 02. A composição do esgoto foi definida de acordo com caracterização de efluente local, da estação de tratamento da Mangueira, em Recife-PE (DANTAS, 2018).

Tabela 1 - Formação do afluente sintético.

Composto	Formula Molecular	Concentração
Cloreto de amônio	NH ₄ Cl	226,49 mg/L
Glicose	C ₆ H ₁₂ O ₆	734,82 mg/L
Fosfato monopotássico	KH ₂ PO ₄	33,93 mg/L
Cloreto de cálcio	CaCl ₂	3,18 mg/L
Sulfato de magnésio heptahidratado	MgSO ₄ .7H ₂ O	3,18 mg/L
Sulfato de ferro heptahidratado	FeSO ₄ .7H ₂ O	1,58 mg/L
Solução de micronutrientes	-	1 mL/L

Fonte: Adaptado de Huang et al. (2015).

Tabela 2 - Formação da solução de micronutrientes.

Composto	Formula Molecular	Concentração
Ácido bórico	H ₃ BO ₃	50 mg/L
Cloreto de zinco	ZnCl ₂	50 mg/L
Cloreto de cobre II	CuCl ₂	38 mg/L
Sulfato de manganês II monohidratado	MnSO ₄ .H ₂ O	50 mg/L
Molibdato de amônio tetra hidratado	(NH ₄) ₆ Mo ₇ O ₂₄ .4H ₂ O	50 mg/L
Cloreto de alumínio	AlCl ₃	50 mg/L
Cloreto de cobalto	CoCl ₂	63 mg/L
Cloreto de níquel	NiCl ₂	50 mg/L

Fonte: Adaptado de Huang et al. (2015).

Os reatores foram inoculados com 0,7 L de lodo aeróbio (5,7 g SST/L e 3,5 g SSV/L) advindo da ETE – Janga no município de Paulista que integra a região metropolitana de Recife-PE.

4.4 Parâmetros analisados

As análises foram realizadas semanalmente nas amostras: afluente, licor misto e efluente.

4.4.1 Análises físico-químicas

As análises físico-químicas foram empregadas de acordo com o *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater* 21th Ed – APHA (2012), (Tabela 3).

Tabela 3 – Parâmetros de monitoramento.

Parâmetro	Método analítico	Pontos analisados
DQO (solúvel)	Espectrofotométrico	Afluente e efluente
Nitrogênio amoniacal	Titulométrico	Afluente e efluente
Nitrito	Cromatográfico	Afluente e efluente
Nitrato	Cromatográfico	Afluente e efluente
Fósforo total	Vanadato-molibdato	Afluente e efluente
Ortofosfato	Cromatográfico	Afluente e efluente
pH	Potenciométrico	Afluente, efluente e licor misto
Oxigênio dissolvido	Potenciométrico	Afluente, efluente e licor misto
Temperatura	Potenciométrico	Afluente, efluente e licor misto
Alcalinidade	Potenciométrico	Afluente e efluente
Ferro total	Espectrofotométrico	Afluente e efluente
Série de sólidos suspensos	Gravimétrico	Licor misto e efluente

Fonte: APHA (2012).

4.4.2 Caracterização da biomassa

Para avaliar a formação e estabilidade do lodo granular, foram empregadas análises específicas de caracterização da biomassa.

4.4.2.1 Índice Volumétrico do Lodo (IVL)

A partir da metodologia proposta por Schwarzenbeck et al. (2004), foi monitorada a sedimentabilidade da biomassa em diferentes tempos. Para uma avaliação qualitativa da sedimentabilidade, Yang et al. (2004) recomendam que o (IVL) seja determinado após 10 e 30 minutos de sedimentação, utilizando a equação 4.

$$IVLt = \frac{VLS \times 1000}{SST} \quad (4)$$

Onde: IVLt é o índice volumétrico de lodo no tempo t (mL/g), o VLS é o volume de lodo sedimentado (mL/L), o SST é a concentração de sólidos suspensos totais na amostra (mg/L).

4.4.2.2 Granulometria

A análise granulométrica foi realizada com base em uma metodologia adaptada de Bin et al. (2011), utilizando o método de peneiramento. Dessa forma, foram coletadas amostras de 100 mL do licor misto de cada reator. As peneiras foram empilhadas em ordem decrescente de abertura com diâmetros de 2,8 mm, 2,0 mm, 1,0 mm, 0,6 mm, 0,4 mm e 0,2 mm. Abaixo da peneira de menor abertura (0,2 mm), foi acoplado um recipiente para coletar a biomassa que passou por todas as peneiras.

Em seguida, a biomassa retida de cada faixa granulométrica ($\emptyset < 0,2$ mm; $0,2$ mm $< \emptyset < 0,4$ mm; $0,4$ mm $< \emptyset < 0,6$ mm; $0,6$ mm $< \emptyset < 1,0$ mm; $1,0$ mm $< \emptyset < 2,0$ mm; $2,0$ mm $< \emptyset < 2,8$ mm; $\emptyset > 2,8$ mm) foram filtradas para determinação da concentração de sólidos suspensos totais (SST), conforme a metodologia descrita no APHA (2012).

4.4.2.3 Microscopia

A morfologia da biomassa também foi monitorada por microscopia, teve o objetivo de observar a morfologia dos grânulos, onde auxiliou na identificação do formato, na presença de filamentos e de microrganismos no sistema. A microscopia

foi realizada semanalmente através de um microscópio óptico (marca Leica®, modelo MDE), com ampliações de 100, 200 e 400x.

4.4.3 Substâncias Poliméricas Extracelulares (EPS)

A análise de EPS foi realizada conforme o protocolo descrito por Arellano-Badillo et al. (2014), com adaptações. Inicialmente, foram coletados 50 mL do licor misto e transferidos para tubos do tipo Falcon, sendo então centrifugados a 3.000 rpm por 20 minutos. O sobrenadante foi descartado, e sobre o pellet resultante foram adicionados 15 mL de solução de NaCl a 0,9%. Em seguida, os tubos foram submetidos à agitação em vortex para homogeneizar as amostras.

Após essa etapa, as amostras foram submetidas em banho-maria a 90 °C por 1 hora. Finalizado o aquecimento, os tubos foram novamente centrifugados a 3.000 rpm por 10 minutos. O sobrenadante obtido foi então filtrado em membrana de fibra de vidro com porosidade de 1,2 µm. A fração líquida filtrada foi utilizada para quantificação das frações de EPS, proteínas e polissacarídeos, que foram determinadas pelos métodos de Lowry et al. (1951) e Dubois et al. (1956), respectivamente.

4.4.4 Exopolissacarídeos Semelhante ao Alginato (ALE)

A quantificação do ALE foi realizada por meio de sua extração, conforme a metodologia descrita por Felz et al. (2016). Para isso, foram coletados 3 g de licor misto úmido, que foram centrifugados a 3.000 rpm por 20 minutos. O pellet obtido foi transferido para um frasco Erlenmeyer de 125 mL contendo 50 mL de água deionizada e 0,67 g de carbonato de sódio (Na_2CO_3). A mistura foi submetida a aquecimento em banho-maria a 80 °C, sob agitação constante a 400 rpm, durante 35 minutos. Tanto o Erlenmeyer quanto o recipiente do banho-maria foram vedados com papel-alumínio, a fim de evitar perdas por evaporação.

Após o aquecimento, a amostra foi novamente centrifugada nas mesmas condições, e o sobrenadante contendo o ALE foi coletado. A sua precipitação foi conduzida por meio da adição gradual de solução de ácido clorídrico (HCl) 1 M, até que o pH atingisse $2,2 \pm 0,05$, promovendo a conversão do ALE para sua forma ácida.

Em seguida, a amostra foi submetida a nova centrifugação a 3.000 rpm por 20 minutos, e o pellet precipitado foi separado para a quantificação, que foi realizada por método gravimétrico, com base na determinação dos sólidos voláteis (SV), conforme os procedimentos descritos no APHA (2012).

4.5 Tratamento estatístico

Os dados obtidos nas análises foram tratados estatisticamente com o objetivo de avaliar a significância das diferenças entre os tratamentos dos reatores. Para isso, aplicou-se a análise de variância (ANOVA) com nível de confiança de 95% ($p < 0,05$), com o intuito de verificar se havia diferença estatística entre os reatores para cada parâmetro avaliado. Quando o valor de p obtido na ANOVA foi inferior a 0,05 ($p < 0,05$), considerou-se que houve diferença estatisticamente significativa entre os reatores. Por outro lado, valores de p superiores a 0,05 ($p > 0,05$) indicaram ausência de diferença significativa. Nos casos em que se identificaram diferenças, foi utilizado o teste de Tukey para comparações múltiplas entre os tratamentos.

5. RESULTADOS

Neste capítulo, serão apresentados as discussões e os resultados obtidos no desenvolvimento do experimento.

5.1 Caracterização da biomassa

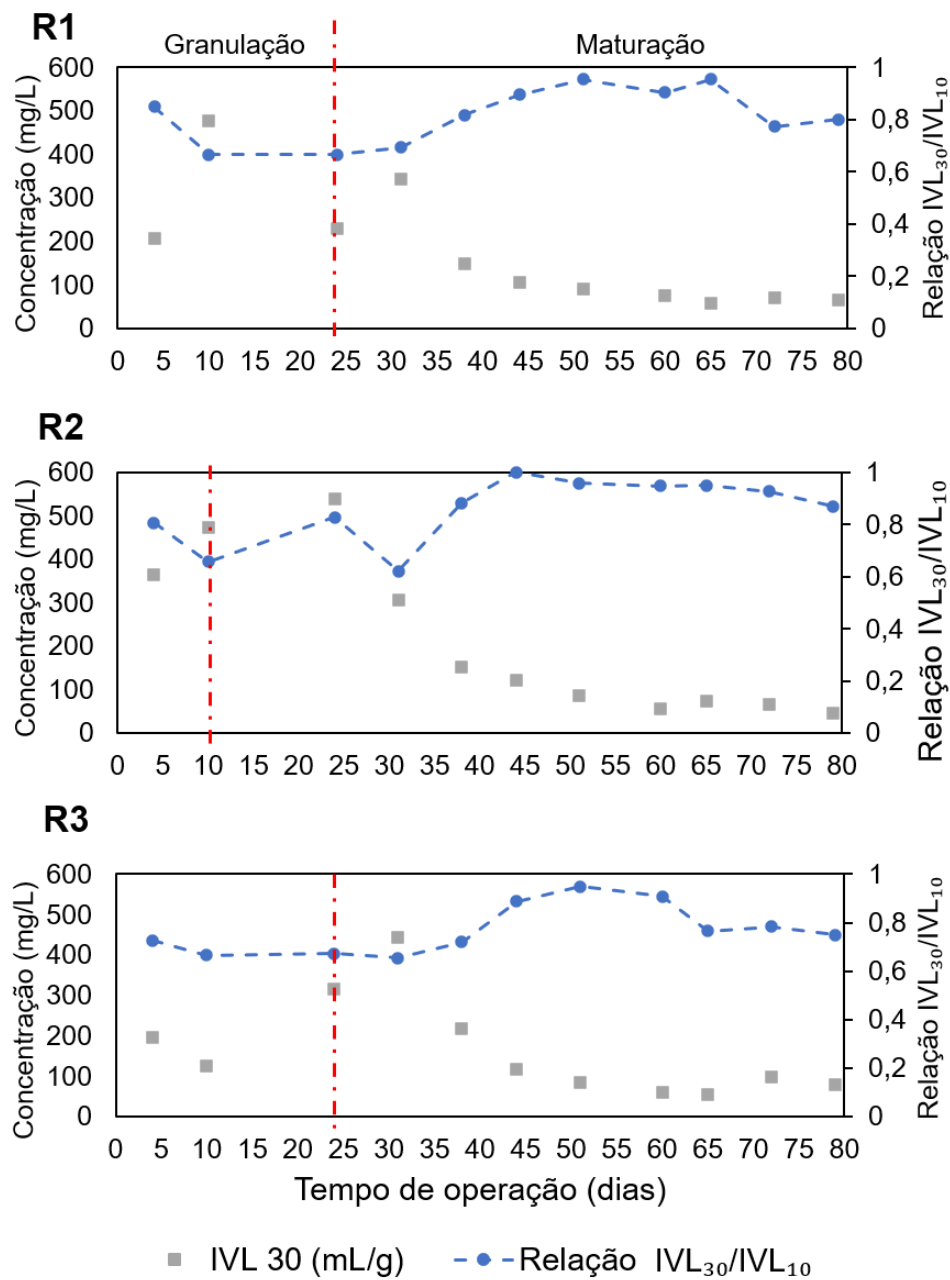
Neste capítulo, serão apresentados os resultados referentes à caracterização da biomassa ao longo do experimento

5.1.1 Formação dos grânulos aeróbios

Os valores do IVL ao longo do experimento são apresentados na Figura 7, evidenciando os resultados obtidos nos sistemas, o R1 (controle), R2 (adição de magnetita) e o R3 (adição de ferro zero-valente). Nos primeiros dias de operação, observou-se que os três reatores apresentaram elevados valores de IVL₃₀ de 206,81 mL/g para o R1, 363,32 para o R2 e 196,39 para o R3, caracterizando um lodo floculento e com baixa sedimentabilidade, valores comuns para o período de *startup* do sistema (DERLON et al., 2016).

Após o 44º dia de operação, observou-se uma redução nos valores de IVL₃₀ no R1 (105,98 mg/L), R2 (122,48 mg/L) e R3 (118,34 mg/L), indicando a presença de grânulos mais densos e compactos. Ao final da operação, o R2 apresentou menor IVL₃₀, mantendo valores inferiores a 100 mg/L até o término do experimento, juntamente com o R3. O R1 também se estabilizou com valores inferiores a 100 mg/L, porém apresentou uma redução mais lenta, quando comparado ao R2 e R3. Os valores nos reatores com adição de magnetita (R2) e de ferro zero-valente (R3) confirmam os resultados observados em sistemas similares, reforçando que esses materiais favorecem a formação de biomassa mais compacta e com melhor sedimentabilidade (FAN et al., 2024).

Figura 7 - Valores de IVL₃₀ e da relação IVL₃₀/IVL₁₀ no R1 (controle), R2 (adição de magnetita) e R3 (adição de ferro zero-valente).



Fonte: A autora (2025).

A relação IVL_{30}/IVL_{10} , também abordada na Figura 7, foi utilizada como um parâmetro para auxiliar na identificação da sedimentabilidade do lodo ao longo do tempo, onde valores entre 0,9 e 1,0 indicam um lodo granular e com alta sedimentabilidade (DERLON et al., 2016). Nos três reatores houve um decaimento nas primeiras semanas de operação, indicando uma adaptação da biomassa ao sistema e após o dia 44, os reatores atingiram valores próximos ou superiores a 0,9 (R1 0,89; R2 1,0; R3 0,88), mas o R1 e R3 apresentaram algumas variações até o

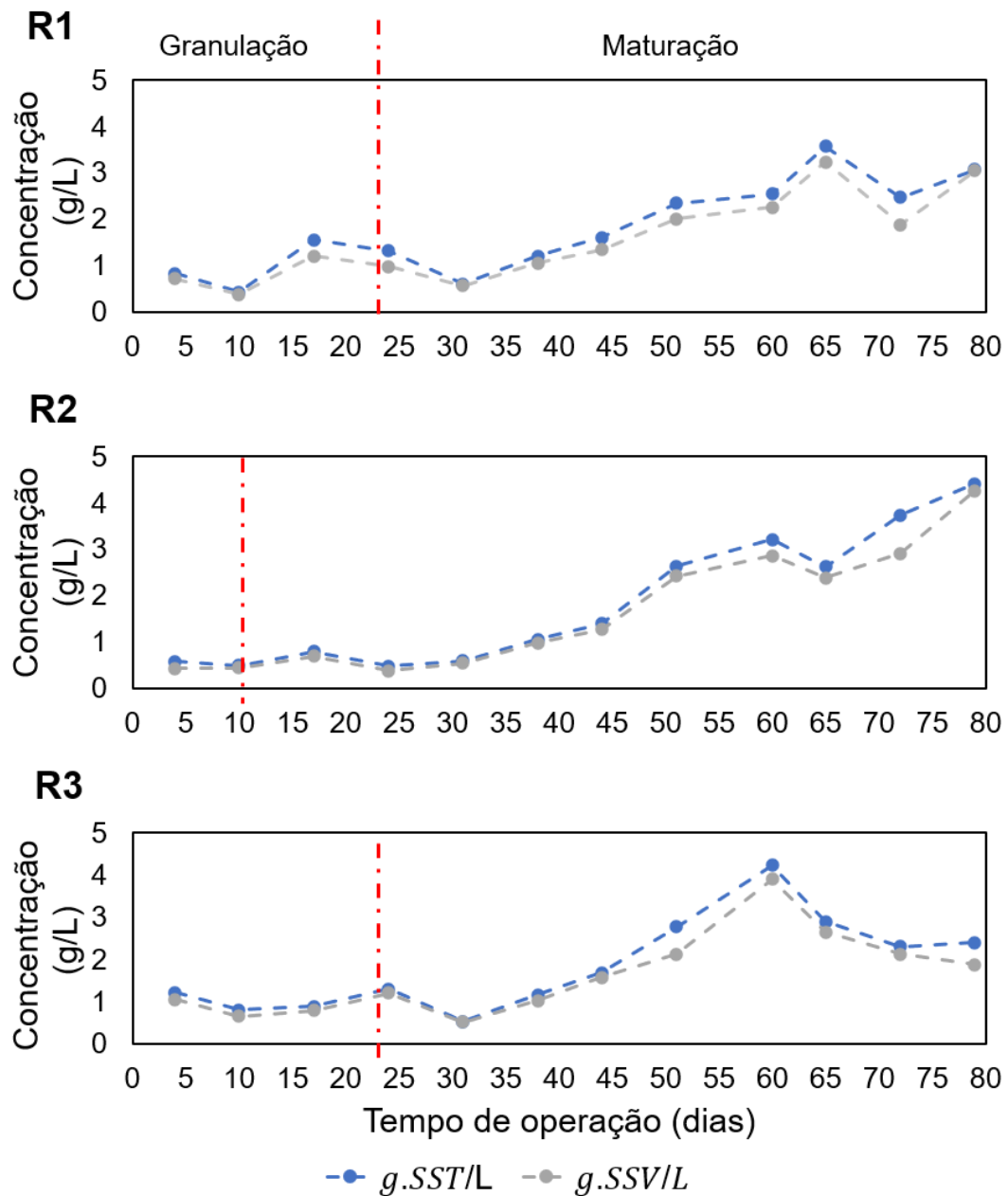
final do experimento e o R2 se manteve mais estável, com uma relação IVL_{30}/IVL_{10} superior a 0,9 até o término da operação.

Com o intuito de avaliar o desenvolvimento da biomassa presente nos sistemas, R1 (controle), R2 (adição de magnetita) e o R3 (adição de ferro zero-valente), foram monitoradas as concentrações de sólidos suspensos no licor misto (SSLM), avaliando os sólidos suspensos totais (SST) e sólidos suspensos voláteis (SSV), que podem ser avaliadas na Figura 8. No R1, observou-se um crescimento gradual de SST e SSV, com valores iniciais de 0,82 g SST/L e 0,71 g SSV/L no 4º dia de operação, entre os dias 10 e 31 as concentrações variaram no reator 1 devido ao descarte de uma parcela floculenta da biomassa (ALMEIDA et al., 2024). No 65º dia de operação a concentração atingiu 3,57 g SST/L e 3,23 g SSV/L no R1, decaindo após esse dia até o final do experimento, indicando uma possível desintegração da biomassa (XAVIER et al., 2021).

A biomassa em R2 apresentou crescimento constante, comparado a R1 e R3. A biomassa iniciou com valores de 0,57 g SST/L e 0,43 g SSV/L no 4º dia de operação, porém seu desenvolvimento ocorreu de forma mais contínua e linear. Os valores finais foram 4,42 g SST/L e 4,27 g SSV/L no final da operação (79º dia), sendo o maior valor observado no experimento. Nota-se também valores elevados de SSV durante o experimento, indicando que o acúmulo de sólidos foi consistente e representativo de biomassa ativa (POVIS et al., 2024). A presença da magnetita parece ter favorecido a formação de agregados biológicos mais densos e resistentes ao cisalhamento, contribuindo para o aumento da concentração de sólidos no meio (DOMINGOS et al., 2021).

No R3, a biomassa iniciou com concentrações superiores ao do R1 e R2, com valores de 1,22 g SST/L e 1,06 g SSV/L, apresentando uma instabilidade, assim como o R1, entre os dias 10 e 31. A partir do 31º dia de operação foi observado um padrão de crescimento acelerado e contínuo, onde atingiu um pico de 4,32 g SST/L e 3,90 g SSV/L no 60º dia de operação. Após esse período, o R3 apresentou uma tendência de queda, indicando uma possível desintegração granular do sistema, o que pode estar associado ao acúmulo da concentração de ferro zero-valente ao longo do tempo no sistema, prejudicando a comunidade microbiana no sistema (DARAEI et al., 2019).

Figura 8 - Concentrações de SST e SSV no R1 (controle), R2 (adição de magnetita) e R3 (adição de ferro zero-valente).



Fonte: A autora (2025).

Os valores de SSLM e de IVL permitem inferir que a suplementação por ferro (magnetita e ferro zero-valente) contribuíram para a granulação e melhorar a sedimentabilidade e a magnetita apresentou um desempenho um pouco melhor em relação aos outros reatores, o que indica sua eficiência no processo de granulação. Resultados que somam com estudos anteriores, pois, a suplementação com ferro tem sido relatada como uma estratégia eficaz para melhorar a sedimentabilidade do lodo em sistemas biológicos. Esse efeito está associado à liberação de íons ferrosos e férricos a partir dos compostos adicionados, que interagem com as cargas negativas

presentes nas superfícies das células microbianas (WANG et al., 2022). Essa interação promove a neutralização de cargas eletrostáticas e favorece a agregação microbiana, resultando na formação de flocos ou grânulos mais compactos, densos e com melhor capacidade de decantação (NI et al., 2013).

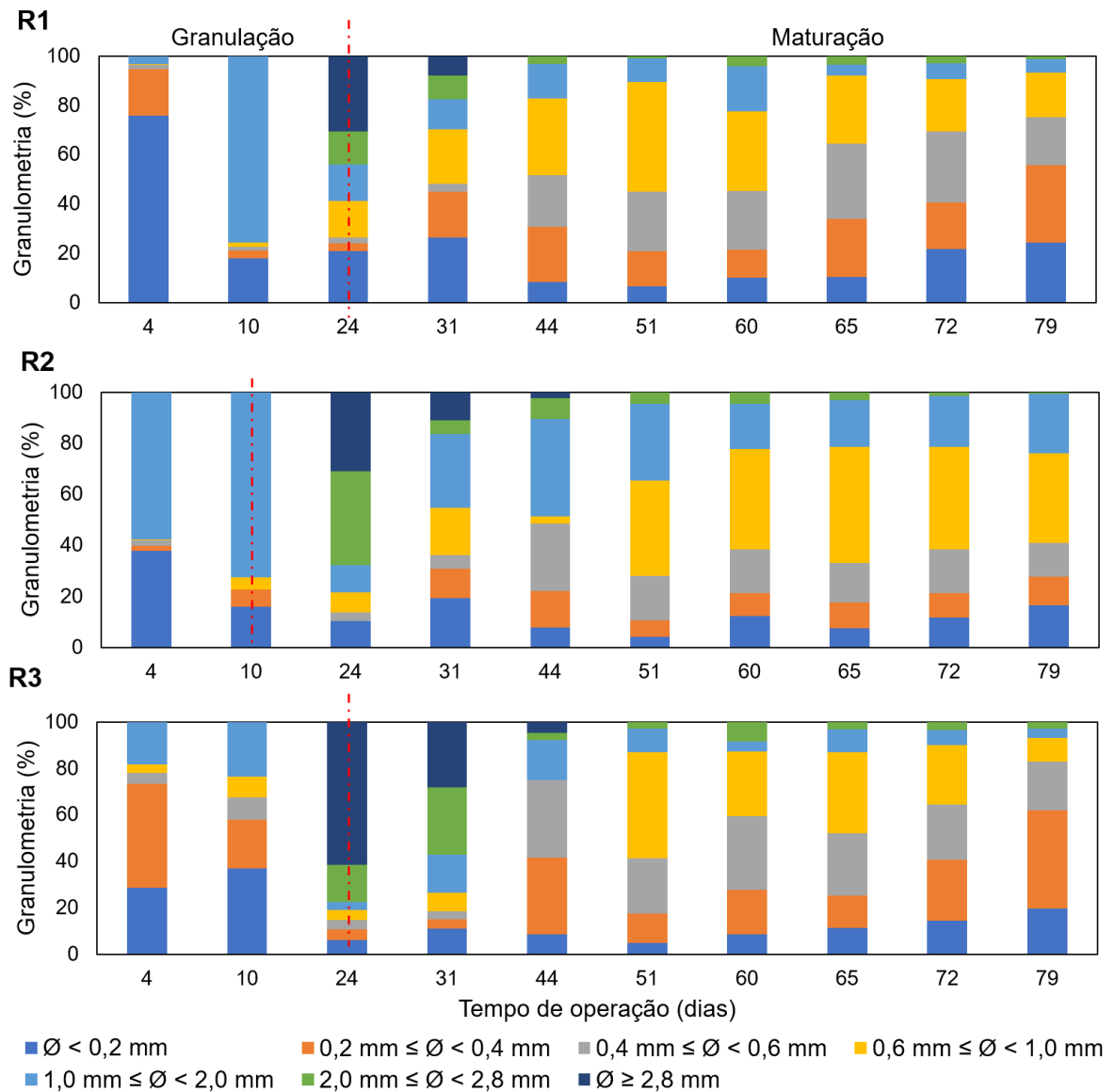
5.1.2 Distribuição granulométrica

A distribuição granulométrica da biomassa ao longo do experimento é apresentada na Figura 9. Conforme o critério estabelecido por De Kreuk et al. (2005), considera-se que há granulação completa quando ao menos 80% da biomassa apresenta diâmetro maior ou igual a 0,2 mm. O reator R1 atingiu essa condição no 24º dia de operação, com predominância de partículas entre 0,6 mm e 1,0 mm, e presença pontual de grânulos com diâmetro superior a 2,8 mm. A partir do 44º dia, a biomassa manteve uma distribuição relativamente estável até o 72º dia, quando se observou um aumento da fração floculenta ($< 0,2$ mm), indicando possível desestabilização até o final do experimento.

O reator R2, que recebeu adição de magnetita, apresentou a formação mais rápida e consistente de grânulos, atingindo granulação completa já no 10º dia de operação. A biomassa mostrou distribuição equilibrada ao longo do tempo, com maior concentração nas faixas entre 0,6 mm e 2,0 mm, e presença de partículas com diâmetro $\geq 2,8$ mm. O sistema permaneceu granular e estável até o final do experimento.

O reator R3, suplementado com ferro zero-valente, alcançou granulação completa a partir do 24º dia. A distribuição granulométrica manteve-se relativamente uniforme, com parcelas significativas nas faixas intermediárias e presença de grânulos maiores em momentos específicos. Assim como o R2, o R3 permaneceu com características de biomassa granular até o final do período experimental, embora com menor regularidade e estabilidade visual em comparação ao reator com magnetita.

Figura 9 - Granulometria do R1 (controle), R2 (magnetita) e R3 (ferro zero-valente).



Fonte: A autora (2025).

Em resumo, observa-se que os reatores suplementados com ferro (R2 e R3) apresentaram desempenhos superiores em relação ao reator controle (R1) no que se refere à granulometria da biomassa. A adição de magnetita no R2 resultou em uma formação rápida e estável de grânulos, mantendo o sistema com características granulares durante todo o experimento, o que está de acordo com os resultados reportados por Domingos et al. (2021). Já a suplementação com ferro zero-valente no R3 também promoveu a granulação do sistema e permitiu a manutenção da biomassa em estado granular até o final da operação. Em contraste, o reator controle apresentou tendência à desagregação da biomassa, com aumento da fração floculenta nos últimos dias, indicando perda da estabilidade granular, em conformidade com observações similares descritas por Kong et al. (2014).

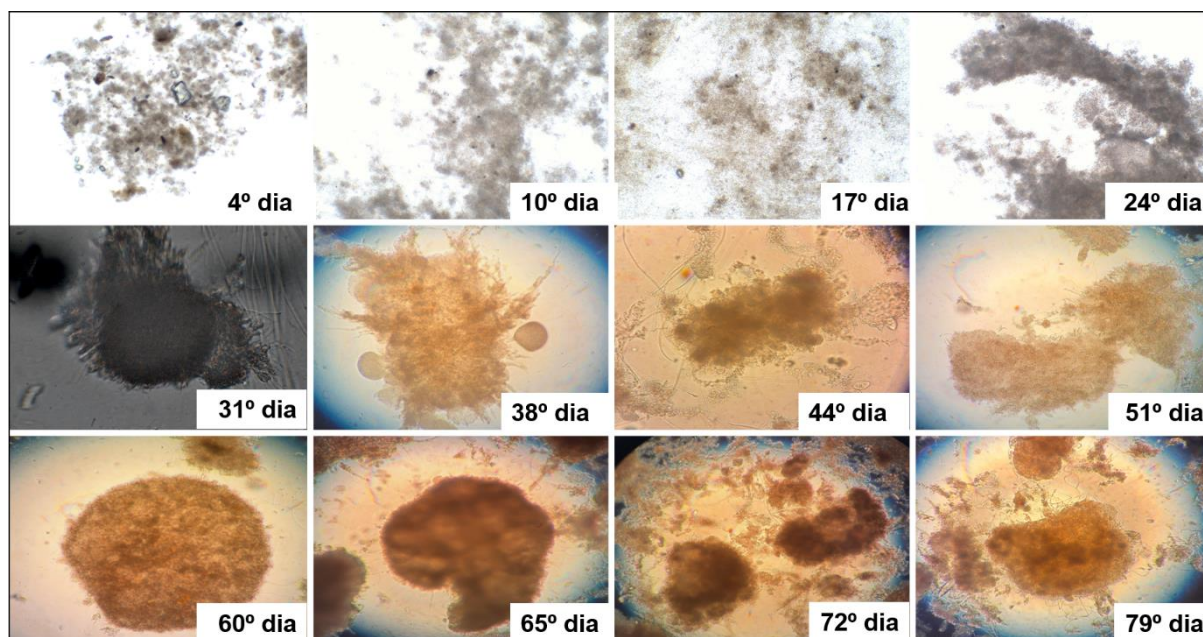
5.1.3 Desenvolvimento da biomassa

As características morfológicas da biomassa foram avaliadas por meio de microscopia óptica ao longo do experimento e podem ser observadas na Figura 10, 11 e 12. No início do experimento, observou-se a presença de uma biomassa mais floculenta com estrutura pouco compacta e com filamentos nos três reatores, caracterizando como uma fase de adaptação.

Ao decorrer o experimento, foi possível observar uma biomassa mais agregada, onde no R1, o retorno controle, já foi possível observar o início da granulação a partir do 24º dia de operação. Já no R2, reator com adição de magnetita, no dia 10 já era perceptível pequenos grânulos formados. O R3, com a adição de ferro zero-valente, assim como o R1, foi possível observar uma biomassa mais agregada a partir do dia 24 do experimento.

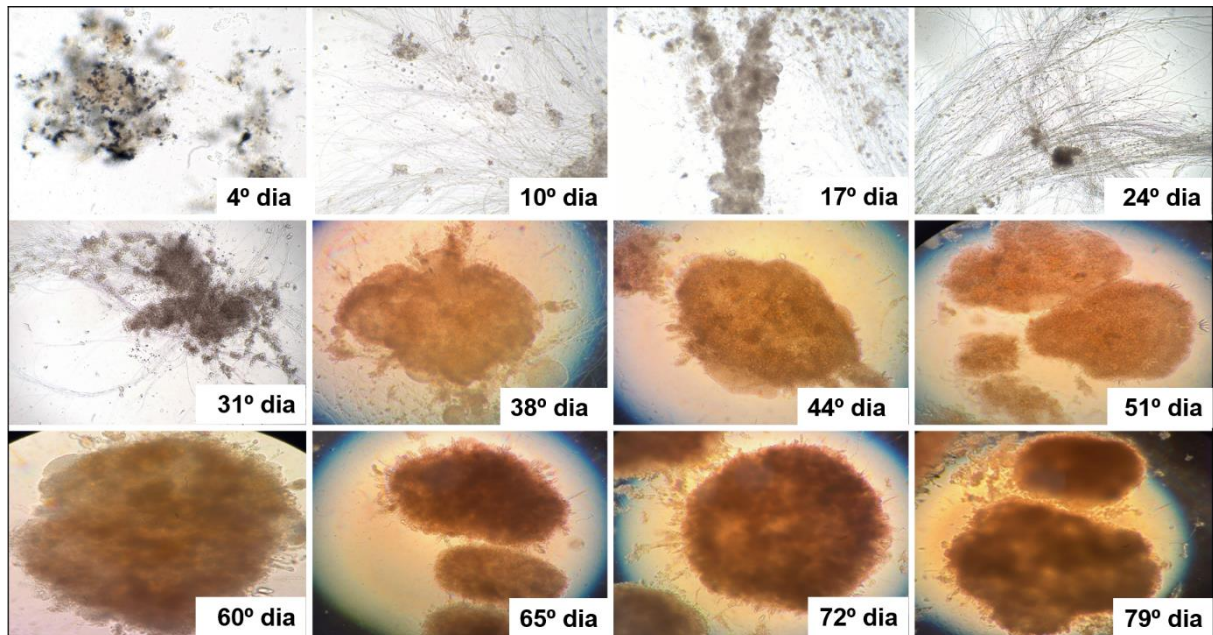
Após o 51º dia de operação, a biomassa do R2 e do R3 apresentaram grânulos bem formados e com pouco filamentos, diferentemente do R1 que mesmo bem agrado, ainda mostrava mais filamentos em comparação com os outros reatores.

Figura 10 - Desenvolvimento da biomassa do R1 utilizando microscopia óptica com ampliação de 100x.



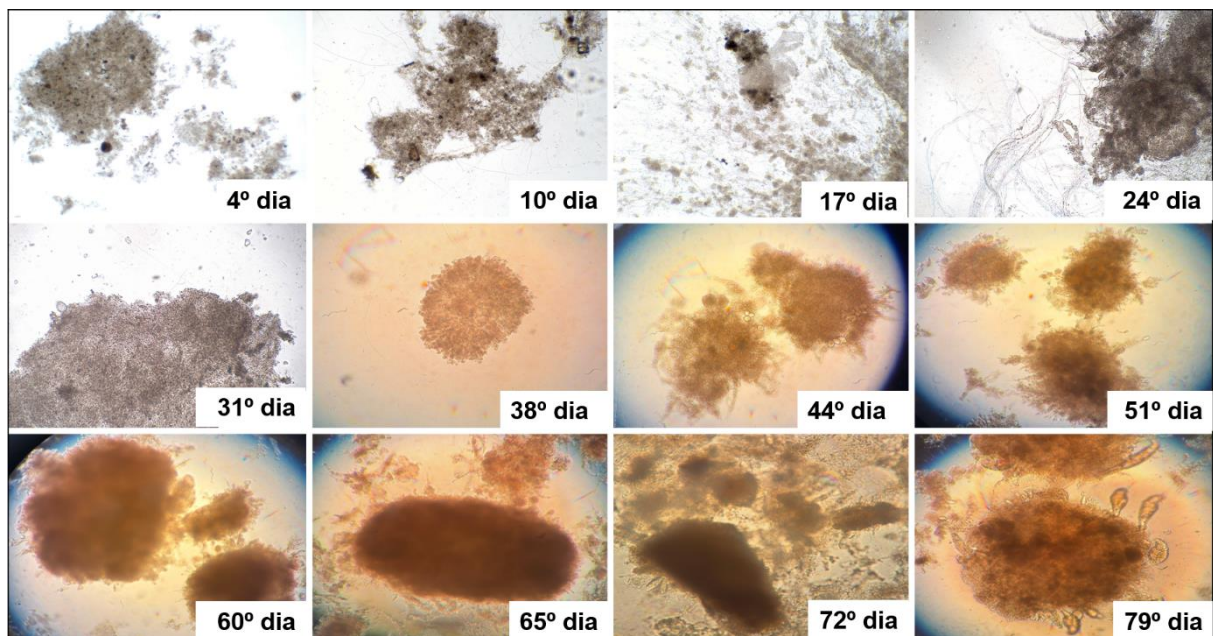
Fonte: A autora (2025).

Figura 11 - Desenvolvimento da biomassa do R2 utilizando microscopia óptica com ampliação de 100x.



Fonte: A autora (2025).

Figura 12 - Desenvolvimento da biomassa do R3 utilizando microscopia óptica com ampliação de 100x.



Fonte: A autora (2025).

A partir do dia 60, grânulos de maiores dimensões foram observados nos três reatores (diâmetros superiores a 2,0 mm) bem formados e estáveis. Porém a biomassa formada no R2 destacou-se pela sua rápida formação de grânulos com estrutura compacta, indicando maior maturidade e densidade celular. Além disso,

houve menor presença de filamentos, o que sugere um sistema mais estável e menos propenso à dispersão de sólidos (DOMINGOS et al., 2021).

5.2 Remoção de poluentes

A eficiência do tratamento nos reatores foi avaliada por meio das análises de demanda química de oxigênio (DQO), nitrogênio amoniacal e fósforo total (Tabela 4). Para verificar possíveis diferenças nas remoções desses parâmetros entre os sistemas, aplicou-se a análise estatística de variância (ANOVA). Os resultados indicaram que não houveram diferenças estatisticamente significativas nas remoções de DQO ($p = 0,15$; $p > 0,05$), nitrogênio amoniacal ($p = 0,52$; $p > 0,05$) e fósforo total ($p = 0,17$; $p > 0,05$) entre os três reatores. Esses dados sugerem que as adições de magnetita e ferro zero-valente não influenciaram de forma estatisticamente significativa a eficiência de remoção de poluentes.

Resultados semelhantes foram relatados por Daraei et al. (2019) e Ren et al. (2018), que avaliaram a adição de ferro zero-valente e magnetita, respectivamente, em sistemas com lodo granular aeróbio. Em ambos os estudos, observou-se boa eficiência na remoção de poluentes; no entanto, os autores não identificaram diferenças significativas entre os reatores com e sem suplementação de ferro.

Tabela 4 - Valores médios das remoções de poluentes.

Parâmetros	Eficiência de Remoção (%)					
	Granulação			Maturação		
	R1	R2	R3	R1	R2	R3
	n = 7	n = 3	n = 7	n = 16	n = 20	n = 16
DQO	76,6±8,3	73,6±15,2	78,0±11,0	85,1±5,9	79,7±6,8	85,3±5,0
Nitrogênio amoniacal	44,1±13,9	38,2±9,1	41,3±13,5	76,5±14,2	72,2±11,1	70,2±16,6
Fósforo	57,4±25,0	80,1±15,9	59±27,5	41,2±15,1	38,7±13,9	38,0±12,1

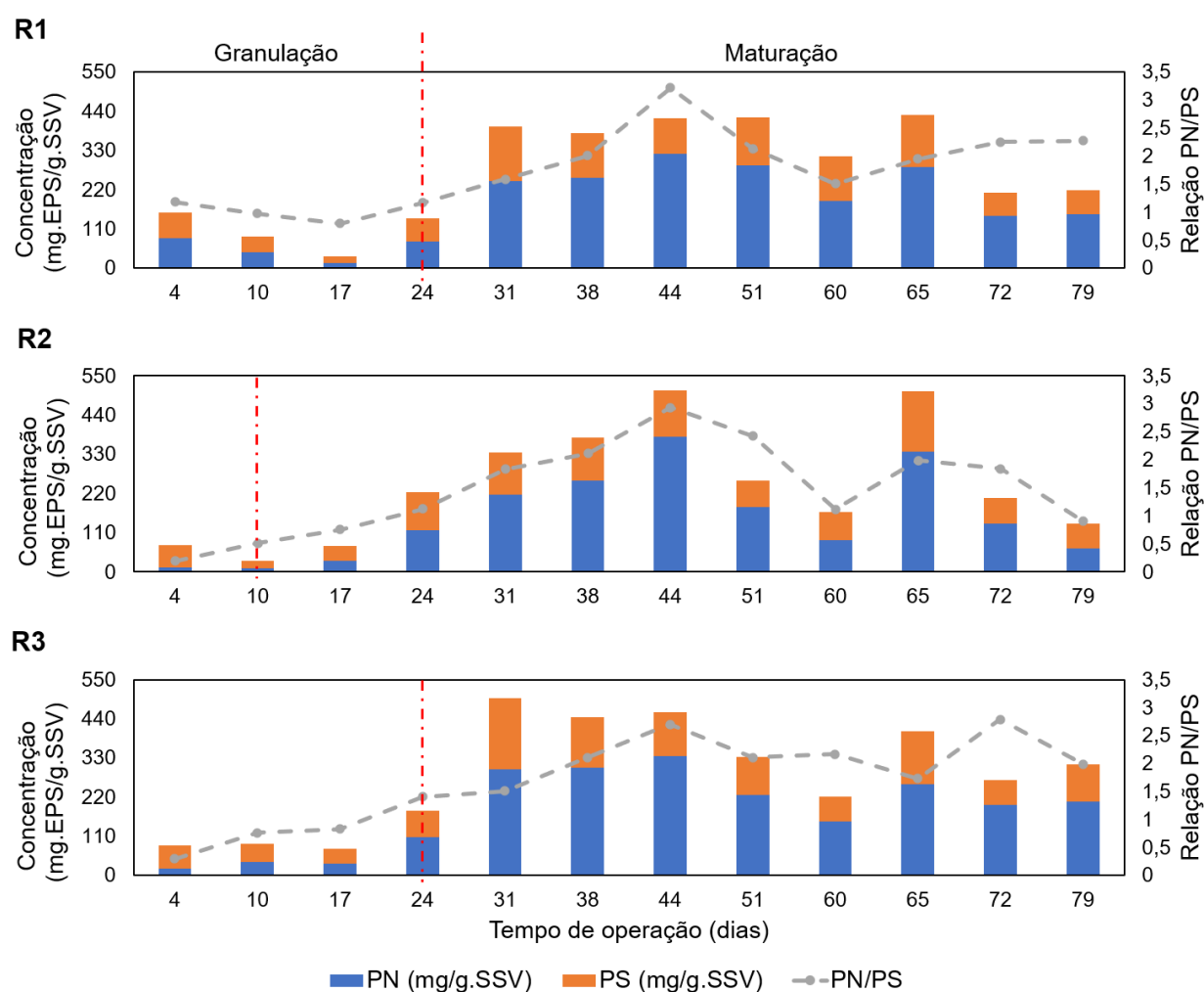
Nota: R1 (controle), R2 (magnetita), R3 (ferro zero-valente); Granulação: R1 do 1º ao 24º dia, R2 do 1º ao 10º dia, R3 do 1º ao 24º dia; Maturação: R1 do 25º ao 81º dia, R2 do 11º ao 81º dia, R3 do 25º ao 81º dia.

Fonte: A autora (2025).

5.3 Quantificação das substâncias poliméricas extracelulares (EPS)

A produção de EPS ao longo da operação foi avaliada com base nas concentrações das frações de proteínas (PN) e polissacarídeos (PS) nos três reatores. De acordo com a análise estatística realizada por meio do teste ANOVA, não foram observadas diferenças estatisticamente significativas entre os reatores em função da suplementação aplicada ($p = 0,07$; $p > 0,05$), considerando um nível de significância de 5%. Apesar disso, podemos observar que os dados experimentais demonstraram comportamentos distintos entre os reatores, conforme pode ser observado na Figura 13, tanto na produção de EPS total quanto nas variações individuais das frações PN e PS.

Figura 13 - Produção de EPS, PN e PS do R1 (controle), R2 (magnetita) e R3 (ferro zero-valente).



Fonte: A autora (2025).

A biomassa em R1, o controle, possuía menores concentrações de EPS total, em comparação aos outros reatores, com concentrações variando entre 32,59 e 429,14 mg/g SSV. O ponto máximo de produção ocorreu entre os dias 31 e 65, período de maturação granular, porém com menor intensidade que no R2 e R3. A fração de PN foi superior a de PS, trazendo uma relação PN/PS superior a 1,0 na maior parte dos pontos analisados, o que foi condizente com os resultados de Liu et al. (2022), o que pode estar associado uma matriz extracelular firme, por conta da hidrofobicidade configuradas as proteínas (MCSWAIN et al., 2005). A produção inferior de PS ao longo do tempo, em relação a produção de PN, mostram que as proteínas foram os componentes dominantes da produção de EPS no sistema (ALMEIDA et al., 2024).

Já a produção de EPS do R2, com adição de magnetita, aumentou gradualmente, atingindo seu máximo no dia 44, com uma concentração de 508,66 mg/g.SSV, apresentando uma queda nos dias seguintes, que pode estar associada a diminuição do tempo de sedimentação do ciclo do reator, onde a biomassa mais densa é selecionada (PENG et al., 2022). Após o 24º dia de operação, a produção de PN se sobressaiu em relação a de PS, tendo um crescimento acentuado, enquanto a fração de polissacarídeos se mantinha constante, o que pode estar relacionado a uma influência da magnetita na produção de proteínas, assim como pontuado por Domingos et al. (2021), onde a adição dessas partículas causou grandes mudanças na produção da fração de PN, sem grandes impactos na parcela de PS.

Em comparação aos outros reatores, o R3, suplementado com ferro zero-valente, apresentou concentrações de EPS diferenciada, a produção foi estimulada mais rapidamente, obtendo o seu ponto máximo já no dia 31, com uma concentração de 496,70 mg/g SSV, além de se diferenciar pela maior produção de PN durante o experimento. É possível observar que as concentrações de proteínas se apresentam mais elevadas, apresentando uma relação PN/PS superior a 1,0, em sua maioria, o que pode indicar que a presença de ferro pode ter favorecido a síntese de proteínas extracelulares, assim como aborda Kong et al. (2014), destacando que a adição de ferro zero-valente desenvolve uma melhor produção de EPS através do aumento da fração proteica, ocorrendo devido liberação de íons ferrosos, os quais promovem a agregação dos microrganismos carregados negativamente.

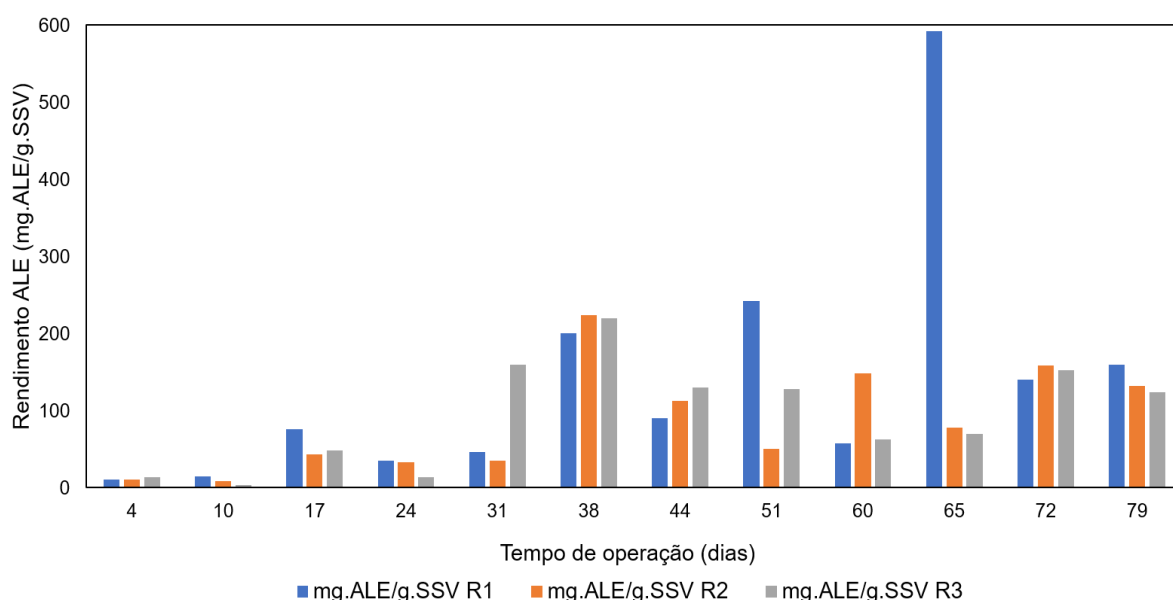
Diante do que foi observado, os valores encontrados de EPS total, a partir das parcelas de PN e PS, indicam que podem estar relacionados a adição de compostos

férricos, influenciando na formação e estabilidade granular (ELJAMAL et al., 2020). Apesar da biomassa formada no reator controle também ter apresentado concentrações elevadas de EPS, a condição aplicada nos reatores enriquecidos, foram favoráveis a formação de EPS, corroborando com Liang et al. (2017), que destaca o papel da adição de materiais metálicos, como ferro e magnetita, na produção de EPS e no favorecimento da granulação aeróbia.

5.4 Avaliação dos exopolissacarídeos semelhante ao alginato (ALE)

A produção de ALE foi quantificada durante todo o experimento nos três reatores e de acordo com a análise estatística ANOVA, os reatores apresentaram diferenças significativas ($p = 0,028$; $p < 0,05$), avaliado a um nível de significância de 5%, porém quando comparados com o teste de Tukey, não houve diferença estatisticamente significativas, não atribuindo as diferenças existentes aos compostos adicionados nos reatores. Dessa forma, podemos observar na Figura 14, os valores das concentrações de ALE nos reatores estudados.

Figura 14 - Concentração de ALE na biomassa do R1 (controle), R2 (magnetita) e R3 (ferro zero-valente).



Fonte: A autora (2025).

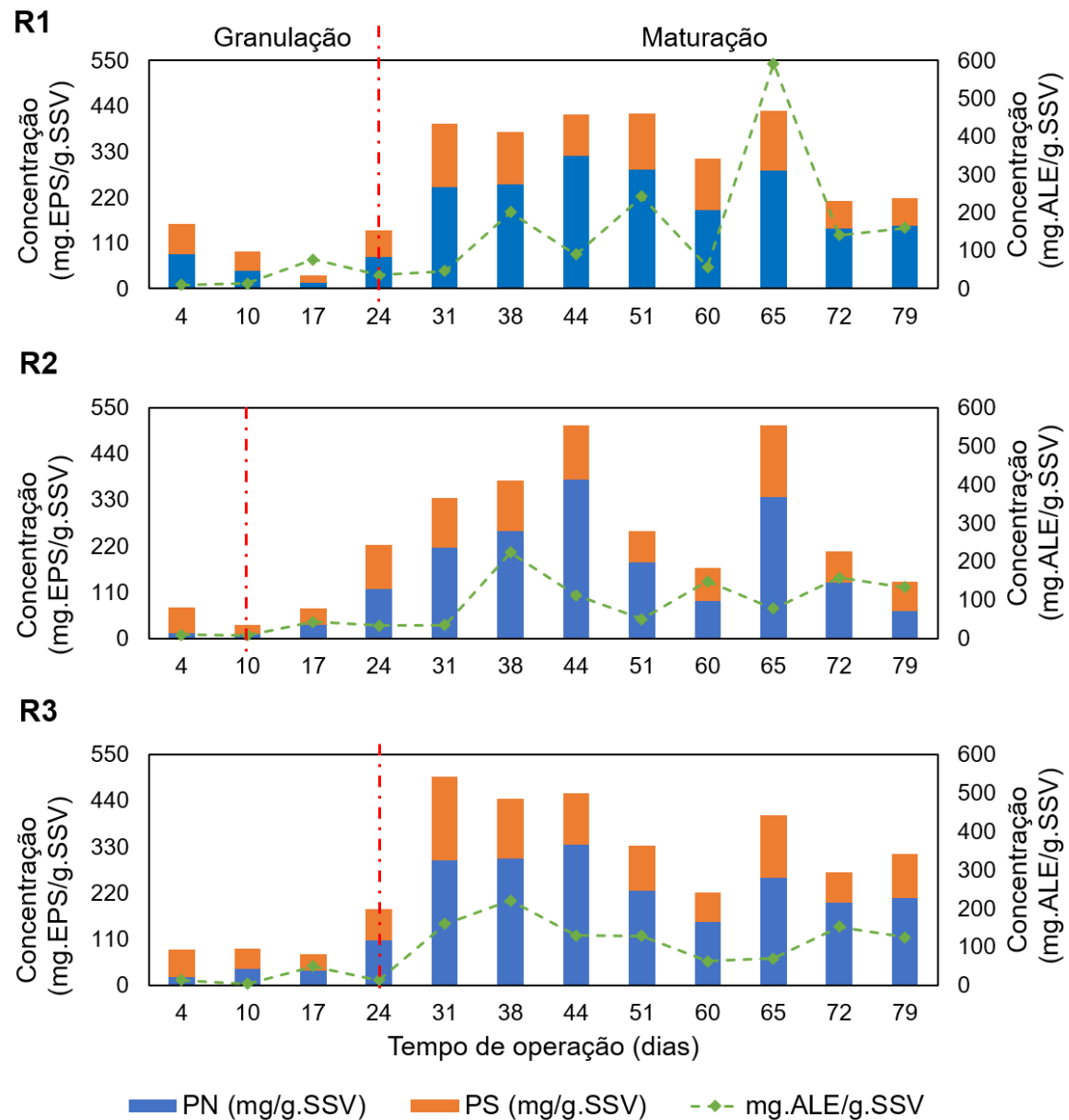
As concentrações dos três sistemas apresentaram variações durante o período experimental, não se estabilizando durante o período de maturação dos grânulos,

obtendo médias de $107,88 \pm 82,43$ mg ALE/g SSV para o R1 (controle), $86,06 \pm 68,34$ mg ALE/g SSV para o R2 (adição de magnetita) e $93,88 \pm 68,52$ mg ALE/g SSV para o R3 (adição de ferro zero-valente), resultados que diferem parcialmente dos abordados por Nascimento (2022) e Schambeck et al. (2020). Em contrapartida, a produção de ALE no sistema corrobora com os valores encontrados em outros trabalhos (ALMEIDA et al., 2024; DOS SANTOS et al., 2022), como o relatado por Dos Santos et al. (2022), que avaliaram a influência da fonte de carbono utilizada na recuperação de ALE e identificou que a o uso da glicose, também adotada neste estudo, resultou em menores concentrações (média de $100,16 \pm 35,27$ mg ALE/g VSS), em comparação a outras fontes de carbono. Esse comportamento pode estar associado a concentrações reduzidas de DQO, uma vez que sistemas operados com afluente sintético e maiores teores de DQO apresentaram aumento na produção de ALE (ZAHRA et al., 2022).

Neste estudo, a suplementação com magnetita e ferro zero-valente não promoveu aumento significativo na produção de ALE nos reatores R2 e R3. De outro modo, os rendimentos mais elevados foram registrados no reator controle (R1), ainda que de forma ligeiramente superior. Isso indica que a presença de compostos férricos não exerceu influência expressiva sobre as bactérias produtoras de ALE. Tal comportamento pode estar associado à baixa concentração de ferro aplicada, a qual possivelmente não foi suficiente para desencadear alterações metabólicas relevantes. Resultado semelhante foi relatado por Almeida et al. (2024), ao observar que concentrações reduzidas de íons salinos também não impactaram significativamente a biossíntese de ALE, reforçando a hipótese de que a intensidade da resposta microbiana está diretamente relacionada à dosagem e à biodisponibilidade dos íons no meio.

O ALE representa uma fração de EPS, especificamente enquadrada na parcela dos polissacarídeos, e se assemelha ao alginato natural, conferindo propriedades hidrofílicas e de viscosidade ao sistema (ZAHRA et al., 2022).

Figura 15 - Concentrações de EPS e ALE do R1 (controle), R2 (magnetita) e R3 (ferro zero-valente).



Fonte: A autora (2025).

Observa-se que, em alguns pontos analisados no R1, a concentração de ALE foi superior a de EPS total (Figura 15), resultado também reportado por Frutuoso et al. (2024). Esse comportamento pode estar relacionado a uma composição mais complexa do ALE, que pode incluir, além de polissacarídeos, ácidos e lipídios, o que confirma também que a composição de EPS presente no lodo granular aeróbio é majoritariamente constituída por ALE (ALMEIDA et al., 2024; DOS SANTOS et al., 2022; FELZ et al., 2016).

6. CONCLUSÕES

O LGA formado nos reatores com adição de magnetita (R2) e ferro (R3) apresentou concentrações de sólidos suspensos totais e voláteis numericamente superiores às observadas no reator controle (R1). Embora sem diferenças estatisticamente significativas, o R2 demonstrou comportamento mais estável ao longo do tempo, com crescimento contínuo dos sólidos e boa sedimentabilidade, sugerindo condições mais favoráveis à formação e manutenção do lodo granular aeróbio em comparação aos demais reatores. A adição de magnetita também se mostrou mais eficiente em relação a formação dos grânulos, chegando a granulação completa ao 10º de operação, com comparação ao reator controle e ao reator com adição de ferro zero-valente, que atingiram a granulação completa igualmente ao 24º do experimento.

Os experimentos conseguiram obter boas eficiências de remoção de poluentes nos sistemas, superando marcas de 80% de remoção de DQO, 70% de remoção de nitrogênio amoniacal e 40% de remoção de fósforo. As adições de ferro zero-valente e magnetita não interferiram no desempenho de remoção de poluentes dos reatores, pois não foram encontradas diferenças estatisticamente significativas entre os tratamentos.

As concentrações de EPS dos reatores suplementados com ferro (R2 e R3) apesar de próximas aos valores obtidos no reator controle (R1), indicaram que a adição de compostos metálicos nas concentrações deste estudo, são benéficas a produção de EPS e favoráveis a formação dos grânulos aeróbios.

A produção do ALE foi quantificada nos três sistemas, porém sem muita expressividade, além de não trazer diferenças estatisticamente significativas entre o R1, R2 e R3, o que podemos relacionar com a baixa dosagem aplicada aos reatores com magnetita e ferro zero-valente.

7. RECOMENDAÇÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Após realizar o estudo e avaliar os resultados e conclusões obtidas, apresentamos algumas recomendações para o desenvolvimento de trabalho futuros.

- Aumentar a dosagem dos aditivos, a fim de promover diferenças entre os tratamentos aplicados;
- Fazer um balanço do ferro que entra no sistema, comparando com os compostos que podem se formar a partir dele dentro dos reatores;
- Desenvolver maiores períodos de experimento, a fim de observar a formação de grânulos e acompanhar a sua estabilidade;
- Caracterizar o ALE produzido pelos microrganismos presentes no tratamento, buscando avaliar melhor a sua composição;
- Realizar análises de que identifique os compostos adicionados ao tratamento, verificando a sua aderência ao grânulo, como análises de Microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectroscopia de dispersão de energia de raios X (EDS);
- Implementar o sistema de LGA em escala piloto, tratando esgoto doméstico real, verificando a sua possibilidade de recuperação de ALE.

REFERÊNCIAS

- ADAV, Sunil S.; LEE, Duu-Jong. Extraction of extracellular polymeric substances from aerobic granule with compact interior structure. **Journal of hazardous materials**, v. 154, n. 1-3, p. 1120-1126, 2008.
- ALMEIDA, Francisca Denise Pereira et al. Aerobic granulation and resource production under continuous and intermittent saline stress. **Chemosphere**, v. 360, p. 142402, 2024.
- AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION (APHA). **Standard Methods for the examination of water and wastewater**. 22 ed. United Book Press: Washington, 2012.
- ARELLANO-BADILLO, Víctor Manuel; MORENO-ANDRADE, Iván; BUITRÓN, Germán. Effect of the Organic Matter to Ammonia Ratio on Aerobic Granulation during 4-Chlorophenol Degradation in a Sequencing Batch Reactor. **CLEAN–Soil, Air, Water**, v. 42, n. 4, p. 428-433, 2014.
- ARROJO, Belen et al. Aerobic granulation with industrial wastewater in sequencing batch reactors. **Water Research**, v. 38, n. 14-15, p. 3389-3399, 2004.
- BEUN, J. J. et al. Aerobic granulation in a sequencing batch reactor. **Water research**, v. 33, n. 10, p. 2283-2290, 1999.
- BIN, Zhang et al. Dynamic and distribution of ammonia-oxidizing bacteria communities during sludge granulation in an anaerobic–aerobic sequencing batch reactor. **Water Research**, v. 45, n. 18, p. 6207-6216, 2011.
- BOU-SARKIS, A. et al. Effects of alkaline solvents and heating temperatures on the solubilization and degradation of gel-forming Extracellular Polymeric Substances extracted from aerobic granular sludge. **Biochemical Engineering Journal**, v.185, p.108500, jul. 2022.
- CAI, Wei et al. Influence of ferrous iron dosing strategy on aerobic granulation of activated sludge and bioavailability of phosphorus accumulated in granules. **Bioresource Technology Reports**, v. 2, p. 7-14, 2018.
- CAI, Wei et al. Algae granulation for nutrients uptake and algae harvesting during wastewater treatment. **Chemosphere**, v. 214, p. 55-59, 2019.
- CHEN, Hong et al. Iron robustly stimulates simultaneous nitrification and denitrification under aerobic conditions. **Environmental science & technology**, v. 52, n. 3, p. 1404-1412, 2018.
- CORNELL, Rochelle M. et al. **The iron oxides: structure, properties, reactions, occurrences, and uses**. Weinheim: Wiley-vch, 2003.
- CZARNOTA, Joanna et al. The impact of different powdered mineral materials on selected properties of aerobic granular sludge. **Molecules**, v. 25, n. 2, p. 386, 2020.

DA COSTA, Nathan Pacheco Amin Vieira et al. Impact of additive application on the establishment of fast and stable aerobic granulation. **Applied microbiology and biotechnology**, v. 104, n. 13, p. 5697-5709, 2020.

DANTAS, B. K. S. F. **Formação de lodo granular aeróbio em reatores em bateladas sequenciais para o tratamento de esgoto doméstico de baixa carga visando à remoção de nutrientes**. Dissertação. 95p. Recife: Universidade Federal de Pernambuco, 2018.

DARAEI, Hasti et al. A comparative study on the toxicity of nano zero valent iron (nZVI) on aerobic granular sludge and flocculent activated sludge: Reactor performance, microbial behavior, and mechanism of toxicity. **Process Safety and Environmental Protection**, v. 129, p. 238-248, 2019.

DAWEN, Gao; NABI, Mohammad. Aerobic Granular Sludge. In: Novel Approaches Towards Wastewater Treatment: Effective Strategies and Techniques. **Cham: Springer Nature Switzerland**, 2024. p. 91-165.

DE CARVALHO, Clara Bandeira et al. Influence of saline stress in alternating pulses on aerobic granulation and resource production using different inoculum sources. **Bioprocess and Biosystems Engineering**, p. 1-20, 2025.

DE KREUK, M. K.; HEIJNEN, J. J.; VAN LOOSDRECHT, M. C. M. Simultaneous COD, Nitrogen, and Phosphate Removal by Aerobic Granular Sludge. **Biotechnology and Bioengineering**, v. 90, n. 6, p. 761-769, 2005.

DERLON, N.; WAGNER, J.; DA COSTA, R. H. R.; MORGENROTH, E. Formation of aerobic granules for the treatment of real and low-strength municipal wastewater using a sequencing batch reactor operated at constant volume. **Water Research**, v. 105, p. 341–350, 2016.

DOMINGOS, Dayane Gonzaga et al. The effect of Np-magnetite on the granulation process of an SBR reactor used for domestic wastewater treatment. **Bioprocess and Biosystems Engineering**, v. 44, n. 1, p. 161-171, 2021.

DOS SANTOS, Amanda Ferreira et al. Carbon source affects the resource recovery in aerobic granular sludge systems treating wastewater. **Bioresource Technology**, v. 357, p. 127355, 2022.

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

DUDCHENKO, Nataliia et al. Magnetite nanoparticles: Synthesis and applications in optics and nanophotonics. **Materials**, v. 15, n. 7, p. 2601, 2022.

EKAMA, George A. Recent developments in biological nutrient removal. **Water SA**, v. 41, n. 4, p. 515-524, 2015.

ELJAMAL, Ramadan et al. Impact of nZVI on the formation of aerobic granules, bacterial growth and nutrient removal using aerobic sequencing batch reactor. **Environmental Technology & Innovation**, v. 19, p. 100911, 2020.

FAN, Jiawei et al. Zero-Valent Iron Enhances Nutrient Removal and Long-Term Stability of Algal–Bacterial Granular Sludge under Low Carbon Conditions. **ACS ES&T Water**, v. 4, n. 8, p. 3568-3578, 2024.

FELZ, S. et al. Extraction of structural extracellular polymeric substances from aerobic granular sludge. JoVE. **Journal of Visualized Experiments**, n. 115, p. e54534, 2016.

FELZ, Simon et al. Chemical characterization methods for the analysis of structural extracellular polymeric substances (EPS). **Water Research**, v. 157, p. 201-208, 2019.

FLEMMING, Hans-Curt; WINGENDER, Jost. The biofilm matrix. **Nature reviews microbiology**, v. 8, n. 9, p. 623-633, 2010.

FRUTUOSO, Francisca Kamila Amancio et al. Aerobic granulation and bioresource production under intermittent saline stress. **Journal of Environmental Chemical Engineering**, v. 12, n. 3, p. 112948, 2024.

GAO, Dawen et al. Aerobic granular sludge: characterization, mechanism of granulation and application to wastewater treatment. **Critical reviews in biotechnology**, v. 31, n. 2, p. 137-152, 2011.

HAMZA, Rania et al. A review of the state of development of aerobic granular sludge technology over the last 20 years: Full-scale applications and resource recovery. **Case Studies in Chemical and Environmental Engineering**, v. 5, p. 100173, 2022.

HAN, Xushen; JIN, Yan; YU, Jianguo. Formação rápida de lodo granular aeróbico por tecnologia de bioaugmentação: uma revisão. **Chemical Engineering Journal**, v. 437, p. 134971, 2022.

HAO, Wen et al. The biological effect of metal ions on the granulation of aerobic granular activated sludge. **Journal of environmental sciences**, v. 44, p. 252-259, 2016.

HAY, Iain D. et al. Microbial alginate production, modification and its applications. **Microbial biotechnology**, v. 6, n. 6, p. 637-650, 2013.

HUANG, Wenli et al. Effect of algae growth on aerobic granulation and nutrients removal from synthetic wastewater by using sequencing batch reactors. **Bioresource Technology**, v. 179, p. 187-192, 2015.

KONG, Qiang et al. Enhancement of aerobic granulation by zero-valent iron in sequencing batch airlift reactor. **Journal of hazardous materials**, v. 279, p. 511-517, 2014.

LEE, Kuen Yong; MOONEY, David J. Alginate: properties and biomedical applications. **Progress in polymer science**, v. 37, n. 1, p. 106-126, 2012.

LI, Ji et al. Controlling factors and involved mechanisms on forming alginate like extracellular polymers in flocculent sludge. **Chemical Engineering Journal**, v. 439, p. 135792, 2022.

LIANG, Xue-You; GAO, Bao-Yu; NI, Shou-Qing. Effects of magnetic nanoparticles on aerobic granulation process. **Bioresource technology**, v. 227, p. 44-49, 2017.

LIANG, Zhiwei et al. Extraction and structural characteristics of extracellular polymeric substances (EPS), pellets in autotrophic nitrifying biofilm and activated sludge. **Chemosphere**, v. 81, n. 5, p. 626-632, 2010.

LIN, Huihua et al. Positive effects of zeolite powder on aerobic granulation: Nitrogen and phosphorus removal and insights into the interaction mechanisms. **Environmental research**, v. 191, p. 110098, 2020.

LIU, Xiaoying et al. Functional analysis of extracellular polymeric substances (EPS) during the granulation of aerobic sludge: Relationship among EPS, granulation and nutrients removal. **Environmental research**, v. 208, p. 112692, 2022.

LIU, Yu; TAY, Joo-Hwa. The essential role of hydrodynamic shear force in the formation of biofilm and granular sludge. **Water research**, v. 36, n. 7, p. 1653-1665, 2002.

LIU, Yu; TAY, Joo-Hwa. State of the art of biogranulation technology for wastewater treatment. **Biotechnology advances**, v. 22, n. 7, p. 533-563, 2004.

LIU, Y.Q.; TAY, J.H. Fast formation of aerobic granules by combining strong hydraulic selection pressure with overstressed organic loading rate. **Water Research**, v. 80, p. 256–266, 2015.

LI, Xiao-Ming et al. Enhanced aerobic sludge granulation in sequencing batch reactor by Mg²⁺ augmentation. **Bioresource Technology**, v. 100, n. 1, p. 64-67, 2009.

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

MCSWAIN, B. S. et al. Composition and distribution of extracellular polymeric substances in aerobic flocs and granular sludge. **Applied and environmental microbiology**, v. 71, n. 2, p. 1051-1057, 2005.

MORADALI, M. Fata; GHODS, Shirin; REHM, Bernd HA. Alginate biosynthesis and biotechnological production. In: **Alginates and their biomedical applications**. Singapore: Springer Singapore, p. 1-25, 2017.

MORE, T. T. et al. Extracellular polymeric substances of bacteria and their potential environmental applications. **Journal of environmental management**, v. 144, p. 1-25, 2014.

NANCHARAI AH, Y. V.; REDDY, G. K. Aerobic granular sludge technology: mechanisms of granulation and biotechnological applications. **Bioresource Technology**, v. 247, p. 1128–1143, 2018.

NASCIMENTO, Elissandra Cheu Pereira do. **Recuperação de bioprodutos de lodo granular aeróbio e de consórcio granular algal-bacteriano**. Dissertação. 91p. Recife: Universidade Federal de Pernambuco, 2022.

NI, ShouQing; NI, JianYuan; YANG, Ning; WANG, Juan. Effect of magnetic nanoparticles on the performance of activated sludge treatment system. **Bioresource Technology**, v. 143, p. 555–561, 2013.

OH, Euna; ANDREWS, Katelyn J.; JEON, Byeonghwa. Enhanced biofilm formation by ferrous and ferric iron through oxidative stress in *Campylobacter jejuni*. **Frontiers in microbiology**, v. 9, p. 1204, 2018.

PAN, Zengrui et al. Adding waste iron shavings in reactor to develop aerobic granular sludge and enhance removal of nitrogen and phosphorus. **Journal of Environmental Chemical Engineering**, v. 9, n. 6, p. 106620, 2021.

PENG, Ting et al. Effect of different forms and components of EPS on sludge aggregation during granulation process of aerobic granular sludge. **Chemosphere**, v. 303, p. 135116, 2022.

POVIS, Arlitt Amy Lozano et al. Effect of dissolved oxygen concentration on biomass production in wastewater. **Revista Ambiente & Água**, v. 19, p. e2937, 2024.

PRONK, Mario et al. Full scale performance of the aerobic granular sludge process for sewage treatment. **Water research**, v. 84, p. 207-217, 2015.

RANGSIVEK, R.; JEKEL, M. R. Removal of dissolved metals by zero-valent iron (ZVI): Kinetics, equilibria, processes and implications for stormwater runoff treatment. **Water Research**, v. 39, n. 17, p. 4153-4163, 2005.

REN, Xiaomin et al. The influence of Fe²⁺, Fe³⁺ and magnet powder (Fe₃O₄) on aerobic granulation and their mechanisms. **Ecotoxicology and environmental safety**, v. 164, p. 1-11, 2018.

RONEY, Nickolette. **Toxicological profile for zinc**. US Department of Health and Human Services, Public Health Service, Agency for Toxic Substances and Disease Registry, 2005.

SARMA, Saurabh Jyoti; TAY, Joo Hwa; CHU, Angus. Finding knowledge gaps in aerobic granulation technology. **Trends in biotechnology**, v. 35, n. 1, p. 66-78, 2017.

SARVAJITH, M.; NANCHARAI AH, Y. V. Properties of alginate-like exopolymers recovered from flocculent and granular microbial sludges of different biological treatment systems treating real municipal wastewater. **Separation and Purification Technology**, v. 313, p. 123460, 2023.

SCHAMBECK, C. M. et al. Biopolymers recovery: dynamics and characterization of alginate-like exopolymers in an aerobic granular sludge system treating municipal wastewater without sludge inoculum. **Journal of environmental management**, v. 263, p. 110394, 2020.

SCHWARZENBECK, N., ERLEY, R., WILDERER, P. Aerobic granular sludge in a SBR system treating wastewater rich in particulate matter. **Water Science & Technology**, 49, 41-46, Reino Unido, 2004.

SHENG, Guo-Ping; YU, Han-Qing; LI, Xiao-Yan. Extracellular polymeric substances (EPS) of microbial aggregates in biological wastewater treatment systems: a review. **Biotechnology advances**, v. 28, n. 6, p. 882-894, 2010.

SMIDSRØD, Olav et al. Alginate as immobilization matrix for cells. **Trends in biotechnology**, v. 8, p. 71-78, 1990.

STURM, BS McSwain; IRVINE, R. L. Dissolved oxygen as a key parameter to aerobic granule formation. **Water Science and Technology**, v. 58, n. 4, p. 781-787, 2008.

TAY, J.-H.; LIU, Q.-S.; LIU, Yu. The effects of shear force on the formation, structure and metabolism of aerobic granules. **Applied microbiology and biotechnology**, v. 57, p. 227-233, 2001.

VON SPERLING, Marcos. **Wastewater characteristics, treatment and disposal**. London: IWA Publishing, 2007.

WANG, Danyang; LI, Anjie. Effect of zero-valent iron and granular activated carbon on nutrient removal and community assembly of photogranules treating low-strength wastewater. **Science of The Total Environment**, v. 806, p. 151311, 2022.

WEI, Dong et al. Enhanced aerobic granulation and nitrogen removal by the addition of zeolite powder in a sequencing batch reactor. **Applied microbiology and biotechnology**, v. 97, p. 9235-9243, 2013.

XAVIER, Jéssica A. et al. How volumetric exchange ratio and carbon availability contribute to enhance granular sludge stability in a fill/draw mode SBR treating domestic wastewater?. **Journal of Water Process Engineering**, v. 40, p. 101917, 2021.

YANG, Shu-Fang; TAY, Joo-Hwa; LIU, Yu. Respirometric activities of heterotrophic and nitrifying populations in aerobic granules developed at different substrate N/COD ratios. **Current Microbiology**, v. 49, p. 42-46, 2004.

YANG, Ya-Chun et al. Accelerated aerobic granulation using alternating feed loadings: alginate-like exopolysaccharides. **Bioresource technology**, v. 171, p. 360-366, 2014.

YIN, Y. et al. Effect Of Nitrogen Deficiency The Stability Of Aerobic granular sludge. **Bioresource Technology**, v. 275, n. October 2018, p. 307–313, 2019.

ZAHRA, Sasmitha Aulia et al. Alginate-like exopolysaccharides in aerobic granular sludge: A review. **Materials Today: Proceedings**, v. 65, p. 3046-3053, 2022.

ZENG, Run-Gen et al. A review of alginate-like extracellular polymers from excess sludge: Extraction, characterization, and potential application. **Journal of Water Process Engineering**, v. 56, p. 104346, 2023.

ZHANG, Feiyu et al. Effects of zero-valent iron (ZVI) on nitrogen conversion, transformation of sulfamethoxazole (SMX) and abundance of antibiotic resistance genes (ARGs) in aerobic granular sludge process. **Journal of Environmental Management**, v. 348, p. 119194, 2023.

ZHANG, Quanguo; HU, Jianjun; LEE, Duu-Jong. Aerobic granular processes: current research trends. **Bioresource Technology**, v. 210, p. 74-80, 2016.

ZHAO, Ziwen et al. Response of algal-bacterial granular system to low carbon wastewater: Focus on granular stability, nutrients removal and accumulation. **Bioresource technology**, v. 268, p. 221-229, 2018.