

II-598 - SUPLEMENTAÇÃO COM MACRO E MICRONUTRIENTES NO TRATAMENTO BIOLÓGICO ANAERÓBIO DE EFLUENTE DA PRODUÇÃO DE BIODIESEL

Priscilla Braga Antunes Bedor⁽¹⁾

Licenciada em Biologia pelo Instituto de Biologia da UFRJ. Mestre em Tecnologia de Processos Químicos e Bioquímicos pela Escola de Química da UFRJ.

João Victor Roza Cruz

Graduando em Engenharia de Bioprocessos pela Escola de Química da UFRJ.

Priscilla Lopes Florido

Química de Petróleo Pleno da Petróleo Brasileiro S/A. Doutora em Engenharia Metalúrgica pela PUC Rio.

Lídia Yokoyama

Professora Associada III do Departamento de Processos Inorgânicos da Escola de Química da UFRJ. Doutora em Química pela PUC-Rio.

Magali Christe Cammarota

Professora Associada IV do Departamento de Engenharia Bioquímica da Escola de Química da UFRJ. Doutorado em Bioquímica pela UFRJ.

Endereço⁽¹⁾: Universidade Federal do Rio de Janeiro, Escola de Química, Av Horacio Macedo 2030, Ed. do Centro de Tecnologia - Bloco E - Sl. 203 - Cidade Universitária - CEP 21941-909 - Rio de Janeiro, RJ - Brasil- e-mail: christe@eq.ufrj.br.

RESUMO

O aumento do percentual de biodiesel na mistura com o diesel convencional resultou no aumento da produção de biodiesel e consequentemente dos efluentes gerados no processo. A água de lavagem resultante deste processo de purificação é somada a outras correntes, constituindo o efluente do processo, que contém resíduos de sabões de sódio e potássio, ácidos graxos, glicerina, álcool (metanol ou etanol), dentre outros poluentes. Visando ao enquadramento dos padrões de descarte e à produção de energia na forma de metano, que pode ser aproveitada na própria indústria produtora de biodiesel, o tratamento biológico anaeróbio foi avaliado após um tratamento físico-químico (coagulação/floculação), necessário para remoção de óleos e graxas e material coloidal. Diferentes condições de suplementação foram avaliadas na etapa biológica, sendo a suplementação com NH_4Cl , KH_2PO_4 (para uma relação DQO:N:P de 350:5:1) e 1 mL/L de solução de micronutrientes a que apresentou maior remoção de demanda química de oxigênio – DQO (>95 %) e produção específica de metano (268,8 e 278,9 mL CH_4/g DQO removida para lodo novo e adaptado). Esta condição foi selecionada para a operação de um reator anaeróbio de manta de lodo e fluxo ascendente (UASB).

PALAVRAS-CHAVE: Biodiesel, Digestão anaeróbia, Respirômetro, Suplementação nutricional, Tratamento de efluente.

INTRODUÇÃO

O grande potencial brasileiro para a produção de biodiesel se deve à sua extensa área geográfica e clima tropical e subtropical, o que favorece uma ampla diversidade de matérias-primas para a produção deste biocombustível. A introdução do biodiesel na matriz energética brasileira é de relevante importância ambiental, social e econômica, configurando-se também como um marco histórico de investimentos em energias mais limpas no Brasil, tais como o álcool e as hidrelétricas (SEBRAE, 2007).

O aumento do percentual obrigatório de 4% para 5% de biodiesel na mistura com óleo diesel acarretou uma maior produção de biodiesel e, consequentemente, do volume de efluentes nas indústrias produtoras deste biocombustível. Assim, o tratamento destes efluentes torna-se essencial para reuso do efluente tratado como água de lavagem do biodiesel ou para descarte nos corpos d'água sem danos ambientais (CNPE, 2009).

Na produção de biodiesel, óleo e gordura vegetal são submetidos a uma reação de transesterificação, que consiste na reação entre um triglicerídeo e um álcool de cadeia curta, na presença de um catalisador, geralmente alcalino (DABDOUB *et al.*, 2009). Após esta reação, o glicerol é separado dos ésteres metílicos por decantação. No entanto,

visando atender aos critérios de qualidade do biodiesel, previstos na Resolução ANP 07/2008, é necessária uma etapa de purificação para remover qualquer resíduo que tenha ficado no biodiesel, sendo a lavagem aquosa a técnica utilizada atualmente (MENESES *et al.*, 2012). Após a etapa de purificação, o efluente é composto, em suma, por resíduos de sabões de sódio e potássio, além de ácidos graxos, glicerina, álcool (metanol ou etanol), dentre outros contaminantes (PALOMINO-ROMERO *et al.*, 2012).

O tratamento destas águas residuárias, quimicamente inadequadas para lançamento em corpos hídricos, se faz necessário. O tratamento visa à remoção preliminar de óleos e graxas e matéria suspensa por processos de coagulação/floculação e/ou flotação, antes do tratamento biológico (ARAÚJO, 2011). Suehara *et al.* (2005), em seus experimentos, demonstraram que quanto maior a concentração de sólidos presentes no efluente, menor é a taxa de crescimento específica máxima dos micro-organismos. Portanto, uma remoção preliminar de óleos e graxas e matéria suspensa se faz necessária antes do tratamento biológico.

Após o tratamento físico-químico, a aplicação do tratamento biológico permitirá a obtenção de um efluente tratado que atenda aos padrões de descarte estabelecidos na legislação ou a parâmetros de qualidade que permitam seu reuso como água de lavagem do biodiesel após tratamentos físico-químicos para polimento do mesmo. A elevada carga orgânica desses efluentes torna o tratamento biológico anaeróbio muito mais adequado, embora esta alternativa ainda seja pouco utilizada nas usinas.

Assim, o objetivo deste trabalho foi avaliar diferentes condições de suplementação na etapa de tratamento biológico anaeróbio, em frascos penicilina e respirômetro, visando maiores eficiências de remoção de demanda química de oxigênio (DQO) e produção específica de metano, para posterior aplicação no tratamento em reator anaeróbio de manta de lodo e fluxo ascendente (UASB).

MATERIAIS E MÉTODOS

COLETA E CARACTERIZAÇÃO DO EFLUENTE

Cinco amostras do efluente gerado na Usina de Candeias (Salvador, Bahia) foram coletadas após o separador água /óleo (SAO) da planta de tratamento de efluentes. Uma alíquota era separada para caracterização e o restante empregado no tratamento físico-químico, que consistiu de uma etapa de acidificação com HCl a pH < 2 para separação de óleo livre, seguido de coagulação/floculação com 150 mg/L de cloreto férrico a pH 6 para redução de turbidez e coloides, nas mesmas condições adotadas por Oliveira (2013).

Os efluentes bruto (após SAO) e pós tratamento físico-químico foram caracterizados e armazenados sob refrigeração a 4°C até o momento de sua utilização. A caracterização foi realizada com métodos físico-químicos conduzidos sob condições padrão, segundo o Standard Methods (APHA, 2005), a Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT, 2012), Ripley *et al.* (1986) e British Standards (2003).

ENSAIOS DE BIODEGRADABILIDADE ANAERÓBIA

Visando a avaliação da melhor condição de suplementação na produção de metano, foram realizados experimentos em respirômetro BIOPROCESS CONTROL AMPTS II. Os ensaios foram conduzidos em frascos de vidro com 400 mL de misturas de lodo anaeróbio ((proveniente de reator UASB - upflow anaerobic sludge blanket em operação em indústria de abate de aves, com SVT = 26.130 mg/L) e efluente diluído (DQO = 3000 mg/L ou 12000 mg/L) para uma relação DQO:SVT inicial de 1:1.

A mistura foi suplementada conforme condições 1 a 6 apresentadas na Tabela 1. A caracterização do efluente após tratamento físico-químico indicou elevada deficiência de nitrogênio e fósforo (relação DQO: N: P = 150.727: 10,5: 0,8), tendo-se avaliado a suplementação do meio com nitrogênio (NH₄Cl ou ureia) e fósforo (KH₂PO₄) para uma relação ideal DQO: N: P = 350: 5: 1 (CHERNICHARO, 2007). Avaliou-se também a suplementação com soluções de macro e micronutrientes propostas por Chernicharo (2007). O volume de solução de micronutrientes adicionado foi calculado com base na proporção das soluções de macro e micronutrientes propostas por Chernicharo (1 mL da solução micro/L da solução macro).

Os frascos foram mantidos em banho-maria a 30°C e agitação intermitente por agitadores rotacionais automáticos. O biogás, continuamente produzido, era conduzido por vias individuais, a frascos que continham solução alcalina (NaOH 0,1N), que absorvia gases ácidos (CO₂ e H₂S), só permitindo a passagem do gás metano pela unidade de monitoramento de produção de biogás, medido nas condições normais de temperatura e pressão (CNTP).

Tabela 1: Condições de suplementação avaliadas.

Condição	Suplementação
1 (Controle)	Sem
2	Ureia + KH_2PO_4
3	NH_4Cl + KH_2PO_4
4	Ureia + KH_2PO_4 + Sol. de micronutrientes*
5	NH_4Cl + KH_2PO_4 + Sol. de micronutrientes*
6	Sol. de macronutrientes* + Sol. de micronutrientes*

* Conforme proposto por CHERNICHARO (2007).

Dois experimentos foram realizados com DQO inicial em torno de 3000 mg/L. No primeiro foram avaliadas triplicatas das condições 1 a 5. O monitoramento da produção de metano neste experimento ocorreu por 12 dias. Um segundo experimento foi conduzido com a mesma DQO inicial de 3000 mg/L em 5 réplicas das condições 1, 3 e 6. A produção de metano neste experimento foi monitorada por 8 dias. Um terceiro experimento foi realizado com DQO inicial em torno de 12000 mg/L e lodo anaeróbio contendo 28160 mg SVT/L a fim de avaliar o efeito da suplementação sob uma maior concentração de substrato e da adaptação do lodo. Foram avaliadas triplicatas das condições 1 e 5 com lodo não adaptado e adaptado (do experimento anterior). A produção de metano neste experimento foi monitorada por um período de 8 dias.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Tabela 2 apresenta as faixas de valores encontradas para o efluente antes (bruto) e após a aplicação de um tratamento físico-químico. Uma etapa de caracterização é essencial para conhecimento dos poluentes presentes no efluente, bem como de possíveis carências nutricionais que possam ser suplementadas no tratamento biológico posterior do efluente em questão.

Tabela 2: Caracterização do efluente da indústria de biodiesel antes e após tratamento físico-químico.

Parâmetro	Efluente bruto	Efluente após tratamento físico-químico
pH	1,2 – 2,2	1,2 – 4,2
DQO total	135.812 – 188.160	34.666 – 182.833
DQO solúvel	115.304 – 184.493	30.056 – 178.582
DBO ₅	37.120 – 115.760	36.320 – 60.960
Sólidos Totais	809 – 35.363	651 – 35.767
Sólidos Totais Voláteis	563 – 28.893	511 – 24.333
Sólidos Totais Fixos	246 – 6.470	140 – 11.434
Sólidos sedimentáveis	< 1	< 1
Turbidez	26 – 36	10 – 29
Óleos e Graxas	136 – 298	24 – 228
Ácidos graxos voláteis	120 – 481	345 – 540
Cloretos	400 – 6.498	600 – 7.098
Sódio	1.490	5.000
o-fosfatos	0,8 – 91,0	2,3 – 129,0
Nitrogênio total	2,8 – 7,3	4,6 – 11,7
Nitrogênio amoniacal	0 – 1,5	0 – 2,8
Metanol	50,1	7,8 – 128,0

Todos os valores em mg/L, exceto pH, Sólidos Sedimentáveis (mL/L), metanol (g/L) e turbidez (FTU). DQO = demanda química de oxigênio; DBO₅ = demanda bioquímica de oxigênio em 5 dias/20°C.

O efluente denominado bruto, coletado após o separador água-óleo (SAO) na ETE da Usina, apresenta pH muito ácido ($< 3,0$) em função da adição de HCl para melhor separação do óleo livre no SAO. O pH aumenta após o tratamento físico-químico, mas ainda permanece ácido (valores próximos a 4,0) na maioria das amostras analisadas, necessitando de ajuste com NaHCO_3 para valores próximos de 7,0 antes dos ensaios de biodegradabilidade anaeróbia.

A concentração de matéria orgânica é elevada nos efluentes bruto e após físico-químico. Considerando o erro do método de determinação da demanda química de oxigênio (DQO), pode-se dizer que, para as amostras recebidas, apesar de o tratamento físico-químico reduzir a concentração de óleos e graxas (O&G) de 83-89%, a DQO permanece praticamente constante. Tal resultado se deve à DQO encontrar-se predominantemente na forma solúvel (85-89% no efluente bruto e 96% no efluente após tratamento físico-químico), fração não removida no tratamento físico-químico. Esta DQO solúvel provavelmente se deve ao metanol não recuperado no processo. Oliveira (2013) também avaliou o efluente proveniente de uma usina de produção de biodiesel do sistema Petrobras que utiliza como matéria-prima uma mistura de óleos vegetais e sebo bovino com reação de transesterificação seguindo a rota metílica e obteve 26800 mg/L de metanol e uma DQO de 79760 mg/L no efluente bruto. Assim, na caracterização do efluente do presente estudo, observou-se uma maior concentração de metanol (50,1 g/L) e, consequentemente, de DQO (164.000 mg/L, em média). Chavalparit e Ongwandee (2009) caracterizaram um efluente da produção de biodiesel, obtendo 10.667 mg/L de metanol e 30.980 mg/L de DQO. Selma *et al.* (2010) encontraram no efluente da produção de biodiesel de óleo de soja e metanol, produzido em escala laboratorial, 10,4% de glicerina e 7,2% de metanol.

A princípio, o tratamento físico-químico não contribui para uma maior fração de matéria orgânica biodegradável no efluente, pois esta é de 32-35% antes e 25% após o pré-tratamento. Considerando que o método de determinação da demanda bioquímica de oxigênio (DBO_5) emprega microrganismos não adaptados aos constituintes do efluente, pode-se inferir que apesar da baixa relação DBO_5/DQO (0,25) o efluente após o tratamento físico-químico deve apresentar melhores resultados nos ensaios de biodegradabilidade mediante uma gradual adaptação.

O efluente apresentou-se límpido, com cor amarelo claro, sendo os sólidos detectados na caracterização predominantemente dissolvidos, o que também explica a pouca alteração após o tratamento físico-químico. Os sólidos apresentam elevado teor de orgânicos (como SVT, alcançando cerca de 80% do total), que é ligeiramente reduzido após o tratamento físico-químico (para 68% do total), provavelmente em função da remoção de material orgânico insolúvel como óleo livre e emulsionado (O&G). Apesar da menor proporção, a concentração de sólidos totais fixos apresenta valores elevados, denotando salinidade elevada. A salinidade do efluente é confirmada pelos resultados de cloretos (presente no efluente em função da redução de pH na entrada do SAO ser realizada com HCl) e sódio (que aumenta no efluente após tratamento físico-químico em função do ajuste de pH com NaOH) e é uma preocupação para o tratamento biológico, pois a presença de sais em altas concentrações também pode inibir a atividade microbiana (SPEECE, 1996).

As baixas concentrações de ácidos graxos voláteis (AGV) e nitrogênio amoniacal indicam que o efluente apresenta-se pouco deteriorado, provavelmente em decorrência dos baixos valores de pH, que inibem a ação de microrganismos. Os níveis de nitrogênio e fósforo são baixos e apontam para a necessidade de suplementação destes macronutrientes no tratamento biológico.

Os resultados obtidos nos três ensaios de biodegradação anaeróbia são apresentados na Tabela 3 e Figura 1. Verificou-se que, em relação a experimentos anteriores com frascos tipo penicilina (dados não apresentados), houve um melhor controle das condições de incubação no respirômetro. Além disto, a introdução de agitação intermitente aumentou consideravelmente a produção específica de metano (PEM) e reduziu a diferença entre as condições. No primeiro experimento com DQO inicial de 3000 mg/L, a condição 5, seguida da condição 3, foram as que apresentaram maiores valores de PEM.

No segundo ensaio com DQO inicial de 3000 mg/L, nas condições 1, 3 e 6, a reprodutibilidade dos resultados pôde ser conferida nas condições 1 e 3. Verificou-se que os resultados foram bem próximos nas duas condições e que a condição 3 apresentou o maior valor de PEM.

A adição das soluções de macro e micronutrientes (condição 6) não fez muita diferença na produção de metano, quando comparada à condição Controle. O estudo de Florencio *et al.* (1993), entretanto, comprova a importância dos micronutrientes, em especial, o cobalto. Os resultados indicaram que o cobalto é um elemento

crítico para a digestão anaeróbia de efluentes com conteúdo metanólico, já que este elemento está diretamente relacionado à síntese de proteínas corrinoídes que, por sua vez, atuam na formação de metano. Quando os autores testaram meios sem cobalto, a atividade metanogênica foi bastante reduzida. Com o uso de uma mistura de micronutrientes contendo cobalto, a eficiência da degradação aumentou significativamente. Os autores reportaram que no reator com suplementação com cobalto, foi identificado o maior valor de atividade metanogênica específica (AME), com 1891 g DQO_{CH₄}/g SVS.d, enquanto no reator sem suplementação com cobalto o valor de AME foi 1104 g DQO_{CH₄}/g SVS.d, com uma diferença percentual de aproximadamente 42%.

Tabela 3: Resumo dos resultados obtidos em termos de remoção de DQO e produção específica de metano para o efluente pré-tratado sob diferentes condições de suplementação.

Condição	DQO inicial (mg/L)	DQO final (mg/L)	pH final	Remoção DQO (%)	Volume CH ₄ (CNTP)	PEM (mLCH ₄ /g DQO removida)
Ensaio 1 – DQO inicial = 3000 mg/L						
1	2493 ± 9	60 ± 1	6,3±0,1	97,6±0,1	201,0±3,1	229,4
2	2515 ± 76	57 ± 6	7,0±0,0	97,7±0,2	190,8±1,0	208,7
3	2629 ± 57	54 ± 8	6,5±0,1	97,9±0,3	205,5±5,9	223,4
4	2516 ± 109	64 ± 3	7,0±0,0	97,5±0,2	192,6±0,7	213,5
5	2583 ± 6	73 ± 7	6,7±0,1	97,2±0,5	206,6±3,5	229,7
Ensaio 2 – DQO inicial = 3000 mg/L						
1	2898±35	128±32	7,00	95,1±1,2	221,1±7,3	216,9
3	2908±76	146±9	6,98	95,0±0,3	218,1±6,3	224,0
6	2951±35	116±6	7,01	96,1±0,2	220,5±7,0	220,8
Ensaio 3 – DQO inicial = 12000 mg/L						
1 LN	11340	94 ± 12	6,4±0,0	99,2±0,1	623,2±14,0	246,8
1 LA	12318	346 ± 169	6,9±0,0	97,2±1,4	665,5±5,1	252,7
5 LN	10856	108 ± 7	6,4±0,0	99,0±0,1	671,2±21,1	268,8
5 LA	11461	357 ± 137	6,9±0,0	96,9±1,2	717,9±11,0	278,9

pH inicial 7,00 ± 0,02. LN = lodo novo (não adaptado), LA = lodo adaptado.

No terceiro ensaio, com triplicatas das condições 1 e 5, que apresentaram maiores valores de PEM no primeiro ensaio em respirômetro, conforme esperado, os lodos adaptados apresentaram maior PEM que os lodos novos, comprovando que a adaptação pode gerar resultados mais promissores em termos de metano. Ao se comparar a PEM nas condições 1 e 5 com lodo novo e DQO inicial 3000 mg/L e 12.000 mg/L, a PEM aumenta cerca de 17% na condição 5 e 11% na condição 1, com maior DQO inicial. Portanto, não houve inibição pelo substrato.

Os microrganismos geralmente têm capacidade de se adaptar, em certa medida, para as concentrações inibidoras da maioria dos materiais. O grau de adaptação é relativo, e em alguns casos, a atividade depois da adaptação pode aproximar-se da obtida na ausência do material inibitório, e em outros casos, a adaptação pode não ser suficiente para alguns microrganismos quando entram em contato com determinados agentes inibitórios, fazendo com que sua eficiência seja menor que a inicial (MCCARTY, 1964).

Com base nos resultados obtidos, decidiu-se por selecionar a condição 5 ((suplementação com NH₄Cl, KH₂PO₄ para uma relação DQO:N:P = 350:5:1, e solução de micronutrientes 1 mL/L) para a partida de um reator de bancada tipo UASB e reduzir gradualmente a suplementação ao longo da operação do mesmo.

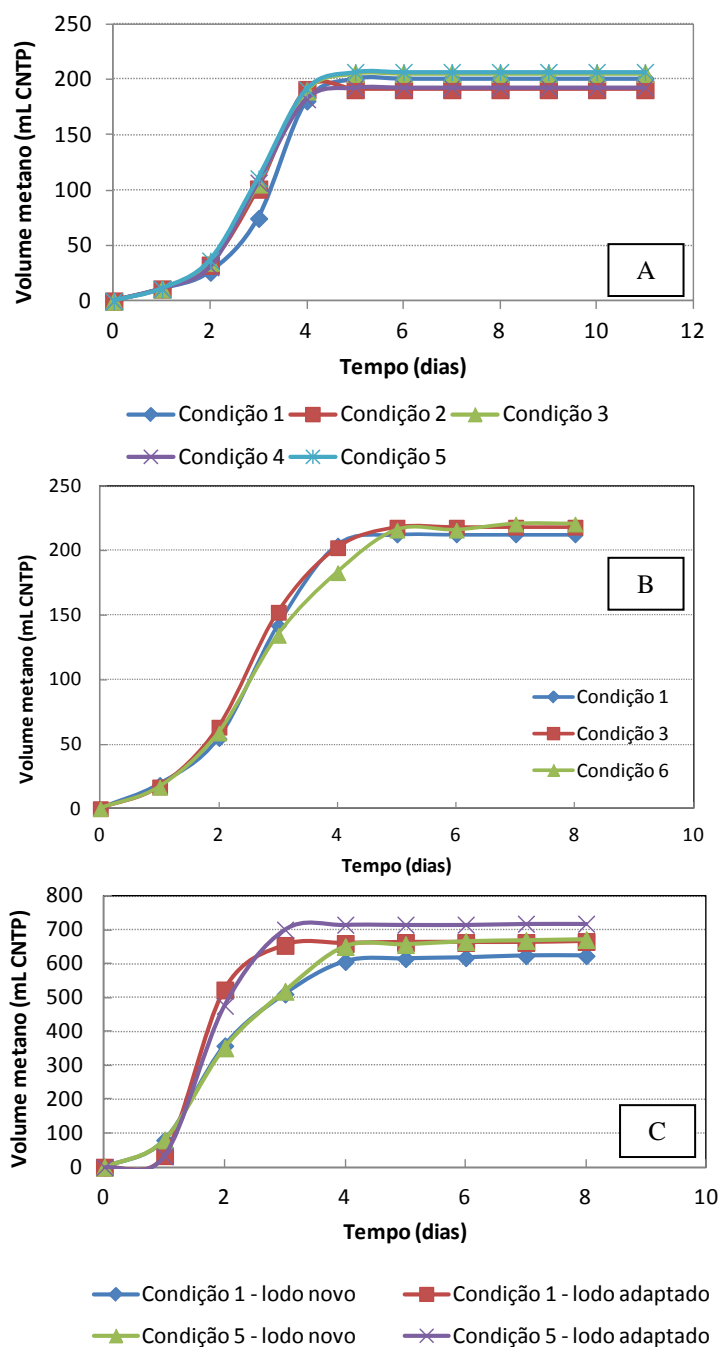


Figura 1: Evolução da produção de metano (30°C) do efluente pré-tratado sem (condição 1) e com suplementação com NH_4Cl (condições 3 e 5), ureia (condições 2 e 4), KH_2PO_4 (condições 2, 3, 4 e 5) para relações DQO:N:P = 100:5:1 e solução de micronutrientes 1 mL/L (condições 4, 5 e 6) em respirômetro com DQO inicial de 3000 mg/L (A e B) ou 12000 mg/L (C).

CONCLUSÃO

Os testes de biodegradabilidade anaeróbia em respirômetro mostraram que o efluente estudado, quando em contato com lodo adaptado e suplementado com soluções contendo nitrogênio, fósforo e micronutrientes apresenta elevada eficiência na degradação de matéria orgânica – acima de 95% - e produção específica de metano – 278,9 mL CH_4 /g DQO removida. Os estudos apontam que o aumento gradativo da DQO inicial possibilitará uma melhor adaptação das bactérias anaeróbias e, com isso, o aumento da remoção de DQO com menor suplementação, visando à aplicação deste tratamento nas indústrias produtoras de biodiesel.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. ABNT. Determinação de metanol por cromatografia gasosa. 4ª edição. ABNT NBR 15343, 2012.
2. ANP - AGÊNCIA NACIONAL DO PETRÓLEO, GÁS NATURAL E BIOCOMBUSTÍVEIS. Biocombustíveis. Disponível em: <<http://www.anp.gov.br/?pg=60467&m=&t1=&t2=&t3=&t4=&ar=&ps=&cachebust=1380460143236>>. Acessado em: 28/09/2013.
3. ARAÚJO, A.B.L. Tratamento do efluente da produção de biodiesel a partir do rejeito de óleo de fritura. Dissertação (Mestrado em Tecnologia de Processos Químicos e Bioquímicos) – Escola de Química, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 89 p., 2011.
4. BRITISH STANDARD, Fat and oil derivatives, fatty acid methyl esters (FAME). Determination of sodium by atomic absorption spectrometry, BS EN 14109:2003, p.1-12, 2003.
5. CHAVALPARIT, O., ONGWANDEE, M. Optimizing electrocoagulation process for the treatment of biodiesel wastewater using response surface methodology. *Journal of Environmental Sciences*, v.21, n.11, 1491-1496, 2009.
6. CHERNICHARO, C.A.L. Reatores anaeróbios - Edição revisada e ampliada. Departamento de Engenharia Sanitária e Ambiental, Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG), Belo Horizonte, MG, 379 p., 2007.
7. CNPE - CONSELHO NACIONAL DE POLÍTICA ENERGÉTICA (BRASIL). Resolução CNPE: Resolução vigente publicada em 23 de outubro de 2009. Ministério de Minas e Energia. 16 p., 2009.
8. DABDOUB, M.J., BRONZEL, J.I., RAMPIN, M.A. Biodiesel: visão crítica do status atual e perspectivas na academia e na indústria. *Química Nova* v.32, n.3, 776-792, 2009.
9. FLORENCIO, L., JENICEK, P., FIELD, J.A., LETTINGA, G. Effect of cobalt on the anaerobic degradation of methanol. *Journal of Fermentation and Bioengineering*. v.75, n.5, 368-374, 1993.
10. McCARTY, P. L. Anaerobic waste treatment fundamentals. *Public Works – Parts 1, 2, 3 and 4*. v.95, n.9, 107-112; n.10, 123-126; n.11, 91-94; n.12, 95-99, 1964.
11. MENESSES, J.M., VASCONCELOS, R.F., FERNANDES, T.F., ARAÚJO, G.T. Tratamento do efluente do biodiesel utilizando a eletrocoagulação/flotação: investigação dos parâmetros operacionais. *Química Nova* v.35, n.2, p.235-240. 2012.
12. OLIVEIRA, H. B. Tratamento de efluente da indústria de biodiesel visando o aproveitamento energético. Dissertação (Mestrado em Tecnologia de Processos Químicos e Bioquímicos) – Escola de Química, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 75 p., 2013.
13. PALOMINO-ROMERO, J.A., LEITE, O.M., EGUILUZ, K.I.B., SALAZAR-BANDA, G.R., SILVA, D.P., CAVALCANTI, E.B. Tratamento dos efluentes gerados na produção de biodiesel. *Química Nova* v.35, n.2, p. 367-378, 2012.
14. RIPLEY, L.E., BOYLE, W.C., CONVERSE, J.C. Improved alkalimetric monitoring for anaerobic digester of high-strength wastes. *Journal Water Pollution Controll Federation*, v.58, n.5, 406-411, 1986.
15. SEBRAE - SERVIÇO BRASILEIRO DE APOIO ÀS MICRO E PEQUENAS EMPRESAS. Cartilha de Biodiesel. Brasília, Distrito Federal, 65p., 2007.
16. SELMA, V.C., COTRIM, L.H.B., RODRIGUES, J.A.D., RATUSZNEI, S.M., ZAIAT, M., FORESTI, E. ASBR applied to the treatment of biodiesel production effluent: effect of organic load and fill time on performance and methane production. *Applied Biochemistry Biotechnology*, v.162,n.8, 2365-2380, 2010.
17. SPEECE, R.E. Anaerobic biotechnology for industrial wastewaters. *Archae Press*, USA, p. 566-588, 1996.
18. SUEHARA, K., KAWAMOTO, Y., FUJII, E., KOHDA, J., NAKANO, Y., YANO, T. Biological treatment of wastewater discharged from biodiesel fuel production plant with alkali-catalyzed transesterification. *Journal of Bioscience and Bioengineering*. v.100, n.4, p. 437-442, 2005.