

II-496 - RECUPERAÇÃO DA BIOMASSA DE ALGAS EM EFLUENTES DE LAGOAS DE ESTABILIZAÇÃO PARA PRODUÇÃO DE BIODIESEL

Dayana Melo Torres ⁽¹⁾

Tecnóloga em Gestão Ambiental e Bióloga. Mestre em Engenharia Sanitária (UFRN). Doutora em Engenharia Ambiental (UEPB). Docente do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio Grande do Norte (IFRN).

André Luís Calado Araújo

Engenheiro Civil. Mestre em Engenharia Sanitária (UFCG). Doutor em Engenharia Civil (University of Leeds). Docente do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio Grande do Norte (IFRN).

Rui de Oliveira

Engenheiro Civil. Mestre em Engenharia Civil. Doutor em Engenharia Civil (University of Leeds). Docente da Universidade Estadual da Paraíba (UEPB).

André Câmara de Brito

Engenheiro Ambiental. Mestre em Engenharia Sanitária (UFRN).

Keville Pereira de Oliveira

Químico. Mestre em Ciências Ambientais (IFRN). Técnico de Laboratório do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio Grande do Norte (IFRN).

Endereço⁽¹⁾: Rua Adeodato José dos Reis, 1100, Bloco A, Apto 701, Nova Parnamirim, Parnamirim/RN – CEP: 59152-820 - Brasil - Tel: (84) 997046447 - e-mail: dayana.torres@ifrn.edu.br

RESUMO

Esta pesquisa avaliou a recuperação da biomassa de algas em efluentes de lagoas de estabilização através de flotação por ar dissolvido (FAD) para produção de biodiesel. Os experimentos foram executados com os efluentes de lagoas de estabilização (lagoa facultativa primária e de maturação) que tratam esgotos domésticos, sendo aplicado o policloreto de alumínio (PAC) como coagulante, seguindo um delineamento experimental em fatorial aleatório (3^{4-1} - 4 fatores e 3 níveis). A análise fatorial mostrou que a dose de coagulante foi o fator mais importante nos experimentos com PAC tanto para lagoa facultativa como para a de maturação. Com isso, é possível tratar o efluente com o pH da amostra natural, dosagem de 100 mg/l, taxa de recirculação de 10% e tempo de floculação de 15 minutos, sendo capaz de recuperar uma biomassa de algas de cerca de 1140 kg/dia e 541 kg/dia, em base seca, para a lagoa facultativa e de maturação, respectivamente. As espécies predominantes na biomassa das lagoas foram *Synechococcus* sp., *Synechocystis* sp. e *Chlorella* sp. A extração da fração lipídica da biomassa foi feita a partir de agitador mecânico associado à ultrassom utilizando n-hexano, sendo o extrato analisado através de técnicas espectroscópicas e termogravimétricas. Os espectros de infravermelho (FTIR) e a cromatografia em camada delgada (CCD) detectaram a presença de éster, ácidos graxos e triglicerídeos no extrato do material lipídico. De acordo com os resultados obtidos, conclui-se que o material lipídico extraído das microalgas identificadas nas lagoas de estabilização tem o potencial de produzir um óleo rico em triacilglicerídeos que pode ser utilizado na produção de biodiesel.

PALAVRAS-CHAVE: Lagoas de estabilização, Algas, Flotação por ar dissolvido, Biodiesel.

INTRODUÇÃO

Os efluentes das lagoas de estabilização possuem elevada concentração de sólidos em suspensão, devido à presença de algas e vários estudos indicam a potencialidade da biomassa de algas como fonte energética. No entanto, é fundamental que os processos de recuperação da biomassa dos efluentes sejam satisfatórios, tanto no âmbito econômico como ambiental. De acordo com Cabanelas *et al.* (2013) a produção de microalgas é economicamente viável quando associado ao tratamento de águas residuárias, e as estações de tratamento de esgotos domésticos são consideradas um valioso meio para o cultivo de biomassa de algas. O cultivo de *Chlorella vulgaris* por esses autores possibilitou uma geração de biomassa que variou de 39 a 195 mg/l.dia.

O aproveitamento da biomassa de algas em lagoas de estabilização é vantajoso sob os pontos de vista ambiental, sanitário e econômico, já que, depois do pós-tratamento, o qual pode ser através da flotação por ar dissolvido (FAD), o efluente possuirá uma melhor qualidade, além da possibilidade da geração de renda a partir da produtividade energética, assim como obtenção de outros subprodutos, como pigmentos. Atualmente, o principal desafio de uma ETE não é apenas a produção de efluentes com qualidade adequada para disposição final mas também que permita o seu reúso e a produção de novos recursos, tornando os sistemas de tratamento mais sustentáveis. Uma nova e revolucionária abordagem é combinar o tratamento de águas residuárias à produção de energia renovável, utilizando-se a biomassa algal (TORRES, 2017).

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

A partir da otimização dos processos de recuperação da biomassa de algas, esta poderá ser utilizada para produção de energia, sobretudo, de biocombustíveis. A inclusão de biocombustíveis no mercado é algo crescente e atual, sendo uma demanda necessária mediante as frequentes crises no comércio dos combustíveis fósseis. Essa abordagem inovadora pode representar uma alternativa mais sustentável para o setor de saneamento (RAWAT *et al.*, 2011; ASSEMANY *et al.*, 2013).

Nesse sentido, o objetivo desse trabalho consiste em realizar o pós-tratamento de efluentes de lagoas de estabilização, através de FAD, visando o aproveitamento da biomassa de microalgas para a produção de biodiesel.

MATERIAIS E MÉTODOS

A pesquisa foi realizada na Estação de Tratamento de Esgoto (ETE) de Ponta Negra, localizada no município de Natal, Rio Grande do Norte (5° 47' 42" de latitude sul e 35° 12' 34" de longitude oeste). A ETE trata esgotos domésticos, a vazão de 134 L/s, e apresenta tratamento preliminar composto por gradeamento e caixas de areia; após o tratamento preliminar o sistema apresenta uma lagoa facultativa primária, seguida de duas lagoas de maturação em série (Figura 1). O efluente final é disposto no solo por valas de infiltração.



Figura 1: Fotografia aérea da ETE Ponta Negra (Natal).
Foto: Ronaldo Diniz (2014)

Os efluentes da lagoa facultativa primária (LF) e da segunda lagoa de maturação (LM) foram coletados semanalmente no período da manhã, entre dezembro de 2014 e agosto de 2016 e foram submetidas a ensaios de coagulação, floculação e FAD, utilizando-se PAC como coagulante em diferentes dosagens. Para a mistura rápida foi adotado um gradiente de velocidade de 274 s^{-1} , durante 20 segundos, enquanto que para a mistura lenta foi fixado um gradiente de 63 s^{-1} , variando-se o tempo de floculação. Foram testados os seguintes fatores a fim de se obter as condições operacionais que maximizem as eficiências de remoção da biomassa algal: dose de coagulante, pH, taxa de recirculação e tempo de mistura lenta.

Para a realização dos ensaios com a FAD foi feito um planejamento experimental envolvendo os fatores pH, concentração de coagulante, taxa de recirculação da água saturada e tempo de floculação (Tabela 1). Estes fatores foram variados em três níveis (-, 0 e +) para a determinação das condições operacionais ótimas. Os ensaios foram realizados em triplicata e planejados em fatorial aleatório, utilizando o critério k^{a-1} , em que k é o número de níveis e a é o número de fatores, resultando, no presente caso, em 81 ensaios ($3^{4-1} = 27 \text{ ensaios} \times 3 \text{ réplicas}$) para cada tipo de efluente testado.

Tabela 1: Variáveis testadas no processo de coagulação-floculação-flotação para o PAC.

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

Os indicadores físico-químicos analisados e os respectivos métodos analíticos estão apresentados na Tabela 2, e as análises foram realizadas no Laboratório de Saneamento Ambiental do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio Grande do Norte (IFRN), Campus Natal Central.

Tabela 2: Indicadores físico-químicos analisados e respectivas metodologias.

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

Para a identificação e contagem do fitoplâncton foram coletadas amostras com frequência mensal, fixadas com solução de lugol acético. As observações das amostras foram realizadas utilizando-se microscópio óptico Olympus (aumento de 1000x) e microscópio invertido Nikon Eclipse TS100 (aumento de 400x) para a contagem e identificação, sempre que possível, em nível de espécie, através da análise de características morfológicas e morfométricas. Os indivíduos (células, colônias, cenóbios, filamentos) foram enumerados em

campos aleatórios (UHELINGER, 1964), utilizando a técnica de sedimentação (UTERMÖHL, 1958), sendo contados, pelo menos, 100 espécimes da espécie mais frequente ($p < 0,05$, LUND *et al.*, 1958). O volume sedimentado foi definido de acordo com a concentração de algas e/ou detritos.

Com base nos resultados de otimização do processo de recuperação da biomassa de algas foram feitos experimentos para separar a parte sólida da líquida no flotatesto, e esta fração sólida foi submetida aos experimentos para extração do óleo. Além disso, a recuperação da biomassa de algas também foi realizada sem o uso de coagulantes (biomassa *in natura*) através de centrifugação e desidratação em estufa a 60 °C, a fim de que as cadeias de ácidos graxos fossem preservadas. Após isto, foram feitos ensaios para extração do óleo das microalgas utilizando-se n-hexano como solvente acoplado a técnicas mecânicas de ultrassom (40 kHz por 2h e 30 minutos) e agitação magnética (1500 rpm) para otimizar a extração de óleo. Por gravimetria estimou-se o rendimento do processo de extração.

A avaliação do extrato do óleo também passou por análises de Infravermelho (FTIR), Cromatografia em Camada Delgada (CCD) e Termogravimetria (TGA). Essas análises possibilitaram a quantificação não somente do teor lipídico, mas também de proteínas e carboidratos, o que torna fundamental quando se pretende avaliar as possibilidades de reaproveitamento da biomassa residual para produção de outros subprodutos energéticos, como biogás e bioetanol.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os dados obtidos para os efluentes das lagoas são apresentados na Tabela 3, onde são destacados os valores médios, mínimos e máximos.

Tabela 3: Caracterização físico-química média (mínimo – máximo) das lagoas monitoradas da ETE Ponta Negra.

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

Os resultados foram submetidos à análise através do diagrama de Pareto de efeitos padronizados, já que através deles é possível indicar quais os parâmetros e interações têm influências significativas sobre cada variável resposta considerada, ou seja, a partir do diagrama podem-se identificar quais parâmetros operacionais mais influenciam na recuperação da biomassa de algas. Para um nível de confiança de 95%, observou-se que a dosagem de coagulante foi a variável resposta de maior influência na remoção de todos os parâmetros para os efluentes, utilizando-se o PAC como coagulante (Figura 2). Esses resultados demonstram que para os efluentes testados não é necessário realizar a correção do pH, e pode-se aplicar o pós-tratamento com o efluente das lagoas em seu pH natural.

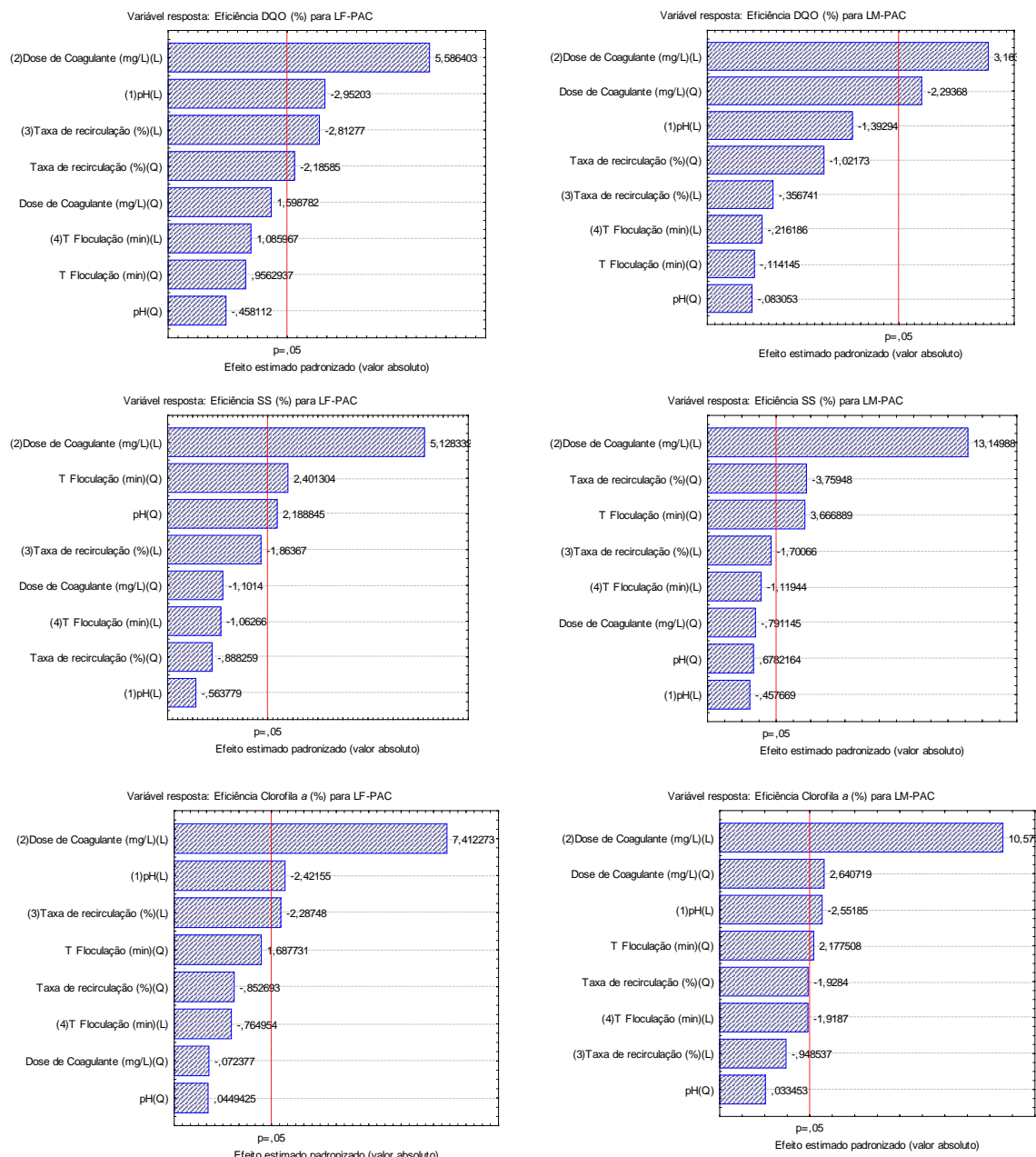


Figura 12: Diagramas de Pareto para avaliação das variáveis resposta x variáveis operacionais em LF e LM.

Com base nos resultados foram definidas as melhores condições operacionais a fim de se avaliar a quantidade de sólidos, em base seca, gerados diariamente pela ETE, caso fosse aplicada a FAD como pós-tratamento. Como a quantidade de algas está diretamente relacionada aos índices de sólidos suspensos e Clorofila *a*, verificou-se a eficiência de remoção desse parâmetro, tanto para o efluente da lagoa facultativa, como para a de maturação. Para ambos efluentes a configuração que demonstrou melhores índices, através da adição de PAC, para remoção de Clorofila *a* foi a com dosagem de coagulante de 100 mg/l, pH igual a 7, taxa de recirculação igual a 10% e tempo de flocculação de 15 minutos. É importante destacar que tal configuração também foi a que apresentou melhores resultados, de maneira geral, para os demais parâmetros analisados nessa pesquisa. Em geral, observou-se uma média de eficiência do processo entre 60 e 80% para todas as variáveis medidas, alcançando em condições operacionais otimizadas, valores acima de 90%.

A Tabela 4 apresenta uma estimativa da quantidade de sólidos, em base seca, gerados diariamente pela ETE caso fosse aplicado a FAD para recuperação da biomassa.

Tabela 4: Recuperação de sólidos suspensos totais, em base seca, através de FAD nos efluentes da ETE.

Lagoa	Dosagem (mg/L)	pH	Taxa de recirculação (%)	Tempo de floculação (min)	Biomassa recuperada (kg/d)	Eficiência de remoção (%)
Facultativa	100	7	10	15	1140	77
Maturação	100	7	10	15	541	66

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

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

Tabela 5: Rendimento médio para extração do óleo de microalgas.

Amostras	Rendimento (%)
LF	$4,50 \pm 0,37$
LF – PAC	$5,18 \pm 0,06$
LM	$4,10 \pm 0,51$
LM – PAC	$1,33 \pm 0,10$

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

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

A análise da espectroscopia de infravermelho (FTIR) detectou bandas de absorção de éster e a análise cromatografia em camada delgada (CCD) a presença de éster, ácidos graxos e triglicerídeos nos extratos obtidos da biomassa da lagoa facultativa e de maturação. Já a análise termogravimétrica da biomassa desidratada evidenciou a presença de carboidratos, proteínas e lipídios; e no extrato a presença de

triacilglicerídeos. Dessa forma, o extrato obtido das microalgas identificadas nas lagoas de estabilização é viável tecnicamente para produzir um óleo rico em triacilglicerídeos que pode ser utilizado na produção de biodiesel.

CONCLUSÕES

Uma das principais vantagens em se utilizar lagoas de estabilização é a produção de biomassa de algas que pode ser usada para diversos fins, principalmente no âmbito energético, como, por exemplo, para a produção de biocombustíveis, após a recuperação da mesma. Viabilizar a recuperação da biomassa nos efluentes garante que os nutrientes e a matéria orgânica particulada não cheguem aos mananciais ou aos solos, minimizando a geração de impactos ambientais, como eutrofização das águas e salinização dos solos. Atualmente, muitas pesquisas são realizadas para recuperar a biomassa algal através da FAD, pois é uma técnica com custos reduzidos, desde que sejam adotadas as condições ótimas, considerando-se a relação entre custos e benefícios.

Identificou-se que a dosagem de PAC foi o fator preponderante para o pós-tratamento através da FAD. Os testes realizados com o pH 7, próximo às concentrações naturais dos efluentes apresentaram resultados satisfatórios, demonstrando que para os efluentes testados não é necessário realizar a correção do pH, e pode-se aplicar o pós-tratamento com o pH natural dos efluentes. A partir dos resultados constatou-se que a melhor condição operacional foi a do teste que apresentou pH igual a 7, concentração de PAC igual a 100 mg/l, taxa de recirculação de 10% e tempo de floculação de 15 minutos. Extrapolando-se essas condições para o sistema em escala real, é possível obter uma produção de sólidos, em base seca, de 1140 kg/dia na lagoa facultativa, e 541 kg/dia na lagoa de maturação.

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

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. AMARO, H. M.; GUEDES, A. C.; MALCATA, F. X. Advances and perspectives in using microalgae to produce biodiesel. **Applied Energy**, 88, 3402-3410, 2011.
2. AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION – APHA; AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION – AWWA; WATER ENVIRONMENT FEDERATION – WEF. **Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater**. 21ed. Hardcover. 2005. 1368p.
3. ASSEMAN, P. P.; CALIJURI, M. L.; DO COUTO, E. A.; MACHADO, K. F.; FONSECA, A. S. Tratamento de esgoto doméstico em lagoa de alta taxa visando a produção de energia. In: 27º Congresso Brasileiro de Engenharia Sanitária e Ambiental, 2013, Goiânia. **Anais do 27º Congresso Brasileiro de Engenharia Sanitária e Ambiental**. Rio de Janeiro: ABES, 2013.
4. CABANELAS, I. T. D. et al. Comparing the use of different domestic wastewaters for coupling microalgal production and nutrient removal. **Bioresource Technology**, v. 131, p. 429–436, 2013.
5. CHISTI, Y.; PRATT, S. Towards a luxury uptake process via microalgae – defining the polyphosphate dynamics. **Water Research**, 43, 4207–4213, 2009.
6. Conselho Nacional do Meio Ambiente - CONAMA. **Resolução nº 430, de 13 de maio de 2011**. Dispõe sobre as condições de lançamento de efluentes, complementa e altera a Resolução nº 357, de 17 de março de 2005, do Conselho Nacional do Meio Ambiente – CONAMA. MMA, Brasília, 2011.
7. HALIM, R.; DANQUAH, M. K.; WEBLEY, P. A. Extraction of oil from microalgae for biodiesel production: a review. **Biotechnology Advances**, 30, 709-732. 2012.
8. JONES, J.G. **A guide to methods for estimating microbial numbers and biomass in fresh water**. Ambleside: Freshwater Biological Association - Scientific Publication (39). 1979.
9. LUND, J.W.G., KIPLING, C., LECREN, E.D. 1958. The inverted microscope method of estimating algal number and the statistical basis of estimating by counting. **Hydrobiologia**, 11, 143-170.
10. MIZSEY, P.; RACZ, L. Cleaner production alternatives: Biomass utilisation options. **Journal of Cleaner Production**, v. 18, n. 8, p. 767–770, 2010.

11. RAWAT, I., KUMAR, R., MUTANDA, T., BUX, F. Dual role of microalgae: Phytoremediation of domestic wastewater and biomass production for sustainable biofuels production. **Applied Energy**, v. 88, p 3411-3424, 2011.
12. SILVA, A. P. F. de S.; COSTA, M. C.; LOPES, A. C.; ABDALA NETO, E. F.; LEITÃO, R. C.; MOTA, C. R.; SANTOS, A. B. dos. Comparison of pretreatment methods for total lipids extraction from mixed microalgae. **Renewable Energy**, 63, 762-766. 2014.
13. TORRES, D. M. **Recuperação da biomassa de algas de lagoas de estabilização por flotação por ar dissolvido**. Tese (Doutorado em Engenharia Ambiental) – Universidade Estadual da Paraíba. Campina Grande, p. 133. 2017.
14. UHELINGER, V. Étude statistique des méthodes de dénombrement planctonique. **Arch. Sci.**, 17, 121–223. 1964.
15. UTERMÖHL, H. Zur Vervollkommnung der quantitativen Phytoplankton Methodik. **Mitt. Int. Ver. Limnol.**, 9, 1–38. 1958.