

# Estudo das Condicionantes Ambientais para Mitigação de Biofilme de Ocre em Filtros Geotêxteis

Luiza Gabriela Cruz dos Santos Correia

Doutora em Eng. Civil, COPPE/Universidade Federal do Rio de Janeiro, Brasil, lgcorreia@coc.ufrj.br

Mauricio Ehrlich

Professor, COPPE/Universidade Federal do Rio de Janeiro, Brasil, me@coc.ufrj.br

Marcos Barreto de Mendonça

Professor, Escola Politécnica/Universidade Federal do Rio de Janeiro, Brasil, mbm@poli.ufrj.br

Carolina Neumann Keim

Professora, Instituto de Microbiologia/Universidade Federal do Rio de Janeiro, Brasil, cnkeim@micro.ufrj.br

**RESUMO:** A colmatção de sistemas drenantes pela formação de ocre é considerada uma grande ameaça ao desempenho dos filtros e sistemas de drenagem. Visando compreender os fatores que levam a tal fenômeno, ensaios de coluna foram realizados utilizando filtros geotêxteis sob três diferentes condições de submersão e com percolação de citrato férrico, composto utilizado para estimular a produção de ocre. Após 76 dias de ensaio, em metade dos testes de coluna o citrato férrico foi trocado por D-glicose no fluido de percolação, com o objetivo de remover o ocre pela dissolução redutiva do ferro. Parâmetros como concentrações de oxigênio dissolvido (OD), Fe(II), Fe(III) e pH foram monitoradas em função do tempo. Além disso, os filtros geotêxteis foram observados por microscopia eletrônica de varredura (MEV) acoplada à espectroscopia de energia dispersiva (EDS). Os resultados indicam que a formação de ocre foi substancialmente inferior nos filtros submersos devido à menor disponibilidade de oxigênio para atividades aeróbicas microbianas. Além disso, a percolação com D-glicose acarretou baixas concentrações de OD, reduziu o pH no fluido de percolação e estimulou uma população pré-existente de bactérias redutoras de ferro, que reduziu o Fe(III) a Fe(II) solúvel, revertendo parcialmente a colmatção em geotêxteis filtros.

**PALAVRAS-CHAVE:** Geotêxtil, Colmatção, Ocre.

**ABSTRACT:** The clogging of drainage systems due to the formation of ochre is considered a major threat to the performance of filters and drainage systems. To understand the factors leading to clogging, column tests were conducted using geotextile filters under three different filter submersion conditions and ferric citrate percolation to stimulate ochre production. After 76 days, in half of the column tests, the ferric citrate was changed to D-glucose in the percolation fluid to remove the ochre by reductive dissolution of iron. The concentrations of dissolved oxygen (DO), Fe(II), Fe(III), and pH were monitored as a function of time. In addition, geotextile filters were observed by scanning electron microscopy (SEM) coupled to energy-dispersive spectroscopy (EDS). The results indicate that ochre formation was substantially smaller in the submerged filters due to the lower availability of oxygen for microbial aerobic activities. Additionally, percolation with D-glucose led to low DO concentrations, reduced pH in the percolation fluid, and stimulation of a pre-existing population of iron-reducing bacteria, which reduced the Fe(III) to soluble Fe(II), partially reversing the clogging in the geotextile filters.

**KEYWORDS:** Geotextile, Clogging, Ochre.

## 1 INTRODUÇÃO

O ocre é um material gelatinoso de coloração alaranjada, composto de microrganismos, polímeros secretados e oxi-hidróxidos de ferro (Kuntze, 1982). O crescimento de microrganismos, a secreção de substâncias poliméricas e a precipitação de minerais de ferro levam à formação deste biofilme que reveste as superfícies sólidas dos sistemas de drenagem, reduzindo os vazios disponíveis para infiltração de água. Como

resultado, ocorre a colmatação, comprometendo a eficiência operacional do sistema de drenagem (Ford, 1979; Forrester, 1995; Kuntze, 1982; Puig et al., 1986; Mendonça et al., 2003; Mendonça e Ehrlich, 2006; Fannin, 2010; Koerner e Koerner, 2015).

Estratégias para a mitigar a colmatação por ocre têm sido propostas, como a eliminação da interface ar-água ou a produção de fluxo turbulento no sistema (Abromeit, 2002). A principal rota para a precipitação de óxidos de ferro na natureza ocorre quando o Fe(II) dissolvido de ambientes anóxicos encontra condições favoráveis à oxidação para Fe(III), levando à precipitação de minerais. O estado de oxidação do ferro no meio ambiente depende de vários fatores, incluindo o oxigênio dissolvido (OD); pH; produtos químicos, como sulfeto de hidrogênio; e microorganismos. Sob condições estagnadas, o OD é reabastecido por difusão. Assim, a formação de ocre é mais intensa nas proximidades da interface ar-água devido à maior disponibilidade de OD. Portanto, a formação de ocre diminui com a profundidade do filtro em relação à interface ar-água, e acompanha a redução esperada do OD disponível, conforme demonstrado por Correia et al. (2017).

Em ambientes micro-óxicos com pH próximo ao neutro, a taxa de reação de oxidação química de Fe(II) em Fe(III) é relativamente baixa. No entanto, a oxidação do Fe(II) em Fe(III) que acarreta a precipitação do oxihidróxido de ferro pode ocorrer pela ação de microrganismos, aumentando a taxa de reação. Estes microrganismos são conhecidos como bactérias oxidantes de ferro.

Analogamente, em ambientes anóxicos, as bactérias redutoras de ferro dissimilatórias realizam respiração anaeróbica reduzindo Fe(III) a Fe(II) acoplada à oxidação de produtos orgânicos sob condições anóxicas. O presente estudo tem como objetivo verificar experimentalmente a eficácia da promoção de condições redutoras de ferro para desobstruir filtros geotêxteis revestidos com ocre.

## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

Para os testes realizados, foi utilizado um filtro geotêxtil de polipropileno tecido de 0,4 mm de espessura (ASTM D5199) com permeabilidade de 0,36 mm/s, permissividade de 0,9 seg<sup>-1</sup> (ASTM D4491) e abertura de filtração ou tamanho de abertura aparente (AOS - ASTM D4751) 0,8 mm.

Amostras de ocre foram coletadas em ambiente natural para obtenção do inóculo de microrganismos precipitadoras de ferro para a cultura bruta que foi utilizada nos testes. As amostras foram coletadas em frascos plásticos da superfície do solo na Floresta da Tijuca, no Rio de Janeiro, onde foram avaliadas a umidade, temperatura, condições de água doce e a presença de ferro solúvel favorável à presença de bactérias precipitadoras de ferro. Uma sub-amostra foi preparada para observação em microscopia óptica.

Para investigar a produção de ocre, a colmatação do filtro geotêxtil e, posteriormente, a possibilidade de utilização de D-glicose para desobstrução, foram realizados ensaios de coluna com fluxo ascendente. A primeira parte dos ensaios consistiu na percolação do fluido nas colunas e através dos filtros geotêxteis para estimular a formação do ocre. Em cada coluna o meio de cultura descrito acima foi diluído 1:50 em água da torneira e usado como fluido de percolação e, em seguida, 50 mL de cultura bacteriana bruta de bactérias precipitadoras de ferro enriquecidas em laboratório foram introduzidas como inóculo ( $t = 0$ ). O reservatório do fluido percolado (Fig.1) foi reabastecido uma vez por semana.

Foram realizados seis ensaios de coluna de filtração, cujo cronograma é descrito na Tabela 1. Cada coluna foi equipada com filtros geotêxteis e colocada em diferentes profundidades de submersão (L) (Fig. 1). Para um par de colunas, o filtro foi colocado na interface ar-água ( $L = 0$  mm), onde ocorreu a saturação máxima de oxigênio. Nos outros dois pares de colunas, os filtros geotêxteis foram submersos nas profundidades (L) de 20 mm e 45 mm. Essas profundidades de submersão foram as mesmas adotadas por Correia et al. (2017), que foram estabelecidas para produzir diferentes concentrações de OD. Os testes foram realizados durante um período de 76 dias em duplicata. Em seguida, as duplicatas tornaram-se diferenciadas, pois a D-glicose foi inserida em apenas um ensaio de cada par para avaliar seu efeito na remoção do ocre, enquanto o outro ensaio foi interrompido para analisar o ocre nos geotêxteis. Durante os ensaios, foram monitoradas as concentrações de OD, Fe(II), Fe(III) e o pH. O OD e o pH foram medidos diariamente por meio de eletrodos (sonda multiparâmetro AKSO AK87), enquanto as concentrações de Fe(II) e Fe(total) nos fluidos de entrada e saída foram avaliadas uma vez por semana pelo método da ortofenantrolina. A concentração de Fe(III) foi calculada como a diferença entre as concentrações de Fe(total) e Fe(II).

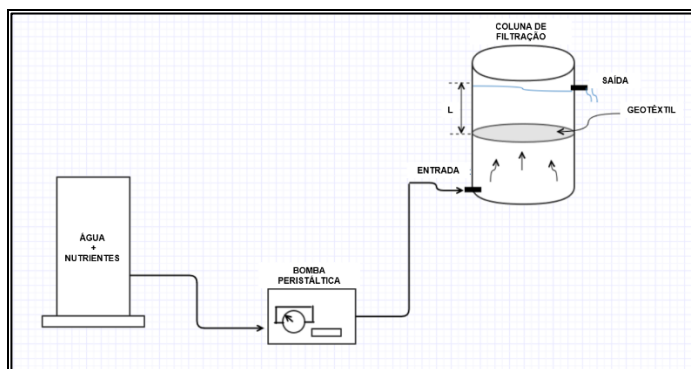


Figura 1. Representação esquemática dos ensaios de percolação. Foram utilizadas seis colunas, com 3 pares a 0, 2 e 4,5 cm de profundidade em relação à interface ar-água.

Tabela 1. Cronograma de ensaios.

Ensaio	Profundidade do filtro L (mm)	Citrato férrico (76 dias)	D-glicose (21 dias)
1	0	X	
2		X	X
3		X	
4	20	X	X
5		X	
6		X	X

Para observar a presença de colonização por microrganismos e avaliar a formação de ocre nos filtros geotêxteis ao final dos testes, foram utilizadas microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura (MEV).

Amostras dos filtros geotêxteis foram utilizadas para medir as concentrações de Fe(total) e Fe(II) no material aderido às suas superfícies. As concentrações de Fe(II) e Fe(total) foram avaliadas usando o método da ferrozina segundo Keim et al. (2021). As concentrações de Fe(III) foram calculadas como a diferença entre Fe(total) e Fe(II).

### 3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

A Figura 2 apresenta fotomicrografias da amostra de ocre utilizada como inóculo em microscopia de campo claro e fluorescência. A cor de ferrugem indica a presença de óxidos de ferro (Fig. 2a, d). A fluorescência azul mostra DNA dentro dos microrganismos com morfologias de bastonetes e cocos (Fig. 2b), distribuídos dentro de uma massa de exopolímeros e óxidos de ferro (Fig. 2c). Algumas estruturas lembram as bainhas de microrganismos do gênero *Leptothrix*, comuns em ambientes ricos em ferro, em solos alagados e de água doce. A fluorescência vermelha da clorofila indicou a presença de microalgas (Fig. 2d-f). As observações ilustram a diversidade de microrganismos do ocre que podem ser responsáveis pela colmatção dos sistemas de drenagem.

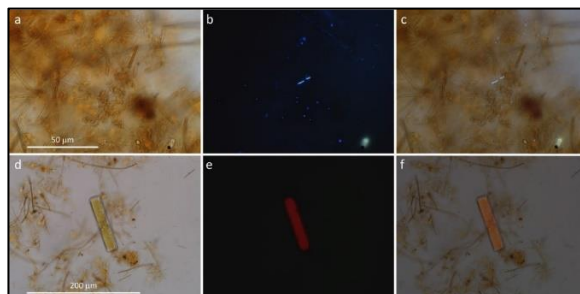


Figura 2. Micrografias ópticas de amostras de ocre natural. (a, d) Campo claro; (b, e) microscopia de fluorescência; (c, f) superposição das imagens de campo claro e fluorescência.

A Figura 3 mostra as variações de OD e pH em função do tempo nas colunas durante a percolação com citrato férrico seguido por D-glicose. O OD e o pH da solução influente foram medidos regularmente e os valores registrados ao longo do tempo estão dispostos na Figura 3.

A Figura 4 apresenta as curvas de massa acumulada de Fe(II) e Fe(III) de entrada ( $Fe(II)_{ac\ entrada}$  e  $Fe(III)_{ac\ entrada}$ ) e saída ( $Fe(II)_{ac\ saída}$  e  $Fe(III)_{ac\ saída}$ ) durante o tempo de percolação para cada teste. As massas acumuladas de Fe(II) e Fe(III) foram determinadas considerando as concentrações de ferro na entrada e na saída e o volume de percolação acumulado calculado para cada tempo específico. A massa retida de Fe ( $Fe_R$ ) representa a massa acumulada de Fe(II) ou Fe(III) que permaneceu no interior da coluna, considerando a massa de ferro que entrou e saiu dela. Observe que Fe(II) e Fe(III) são intercambiáveis devido à oxidação e redução, e que a maior parte do Fe provavelmente fica retida no filtro como Fe(III). Os ensaios duplicados para cada profundidade de submersão ( $L = 0, 20$  e  $45$  mm) mostram uma grande variabilidade na massa de ferro retida, o que provavelmente está relacionado à dinâmica de formação do ocre, que não é muito reproduzível. No entanto, uma tendência semelhante para a evolução do ferro retido em função do tempo pôde ser observada para cada teste duplicado. Em todos os casos, houve um aumento na retenção de Fe(II) e Fe(III) ao longo do tempo, o que foi relacionado às atividades microbianas e à precipitação de minerais, como observado anteriormente (Mendonça e Ehrlich, 2006).

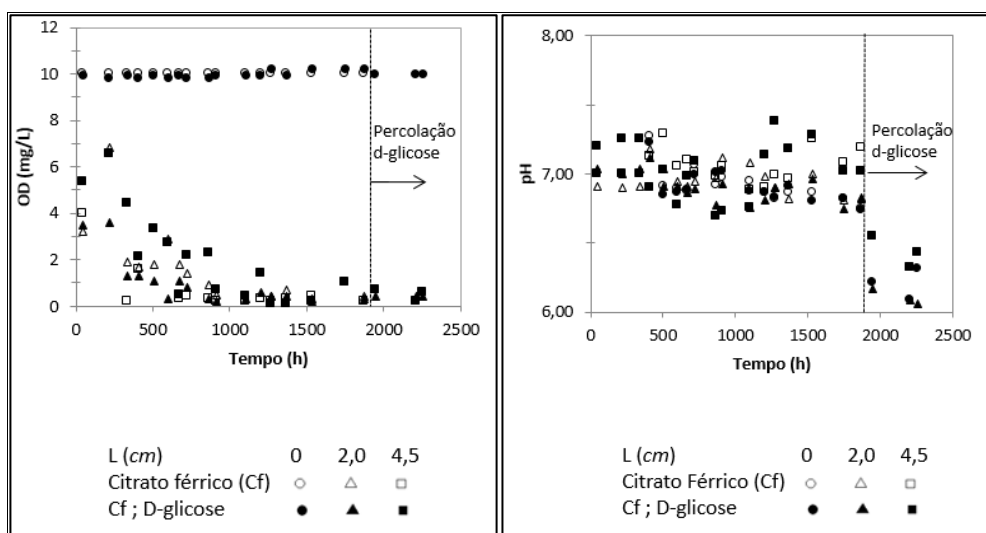


Figura 3. Medições de (a) oxigênio dissolvido (OD) e (b) pH ao longo do tempo em cada experimento, diferenciados pela profundidade ( $L$ ) e pela presença ou ausência de D-glicose.

A Figura 5 mostra os resultados das massas retidas de Fe(II) e Fe(III) em função do tempo, conforme definido pelas Eqs. 1 e 2. Nas Figuras 5b, 5d e 5f foram incluídos os valores normalizados de  $Fe_R/Fe_{Rmax}$ , onde  $Fe_{Rmax}$  é o valor máximo de  $Fe_R$  medido no respectivo teste:

$$Fe(II)_R = Fe(II)_{ac\ entrada} - Fe(III)_{ac\ saída} \quad (1)$$

$$Fe(III)_R = Fe(III)_{ac\ entrada} - Fe(III)_{ac\ saída} \quad (2)$$

Na Figura 5, os resultados indicam que, após o período inicial (cerca de 400 horas), o Fe(II) e o Fe(III) foram efetivamente retidos no sistema, indicando o crescimento do biofilme de ocre. Nota-se que a maior retenção de Fe(III) e formação de ocre ocorreram nos filtros da interface ar-água ( $L = 0$ ), enquanto uma maior retenção de Fe(II) foi observada naqueles que estavam submersos ( $L = 20$  e  $45$ ).

A Figura 5 mostra ainda como a proporção da massa retida de ferro apresentou períodos que aumentaram rapidamente intercalados com períodos que tiveram uma variação muito pequena nessa massa retida, incluindo alguns momentos onde houve uma ligeira diminuição. Esses períodos com pequena variação podem indicar que, quando o biofilme de ocre ficou mais espesso e estruturado, parte dele foi sendo liberado para o fluido percolante, devido ao enfraquecimento de sua adesão. Os resultados reportados por Mendonça e Ehrlich (2006) confirmam tal comportamento.

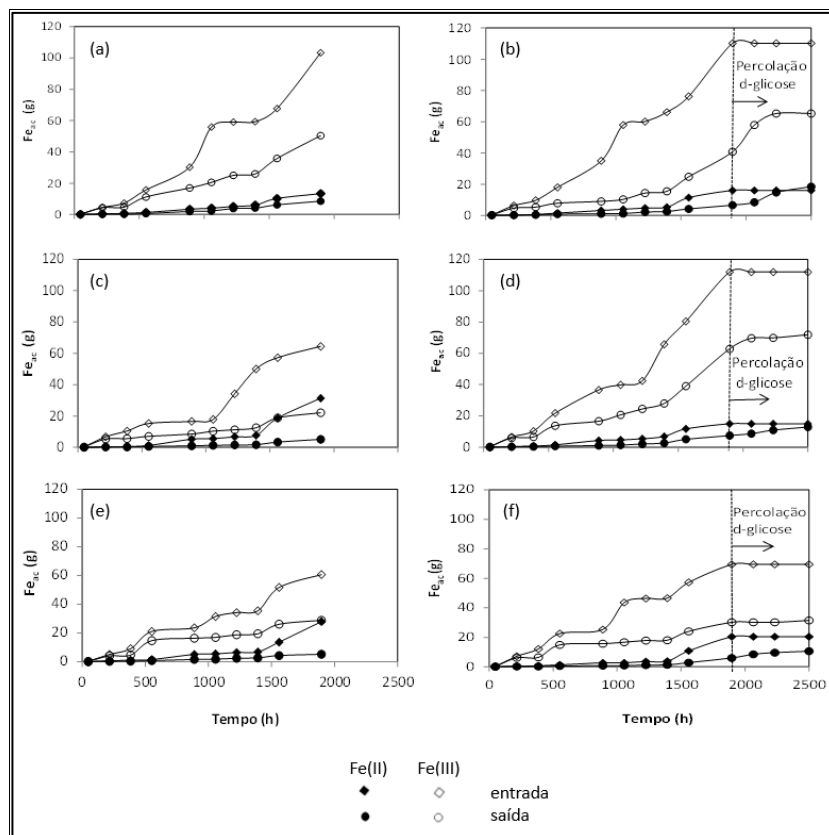


Figura 4. Curvas de entrada e saída de massas acumuladas de Fe(II) e Fe(III). (a-b) L=0; (c-d) L=20 mm; (e-f) L=45 mm; (a, c, e) Percolação apenas com citrato férrico; (b, d, f) Percolação com D-glicose após percolação com citrato férrico.

A Figura 6 apresenta a massa de ferro Fe(II), Fe(III) e Fe(Total) retida nas amostras de geotêxtil por área superficial (valor médio) ao final dos ensaios. A Figura 6a mostra uma maior deposição de ferro no teste com filtros geotêxteis no nível da água L=0 como resultado da maior disponibilidade de oxigênio. Os valores medidos nos testes com L= 20 mm e L= 45mm foram cerca de 20% a 25% do valor medido em L=0, respectivamente. Os resultados podem indicar que existe um limite máximo de profundidade de submersão, a partir do qual a influência da profundidade é insignificante.

A Figura 6b exibe uma diminuição notável no ferro retido nos filtros após percolação com D-glicose para as três profundidades de submersão (~ 2 a 3 ordens de grandeza). Os valores de Fe(II) e Fe(III) representaram cerca de 0,5, 0,2 e 0,2% dos valores medidos nos testes correspondentes sem percolação de D-glicose para L= 0, L= 20 e L= 45mm, respectivamente (Figura 6a). Como os testes correspondentes foram realizados sob condições semelhantes antes da percolação com D-glicose, estes resultados indicam que a percolação de D-glicose promoveu uma remoção significativa de ferro do ocre. Entretanto, os resultados da Figura 5 não mostram diferenças tão grandes no ferro retido entre as amostras correspondentes percoladas ou não por D-glicose, como mostra a Figura 6. A diferença entre esses resultados pode ser devido ao uso de métodos distintos.

A Tabela 2 apresenta as relações Fe(II)/Fe(Total) e Fe(III)/Fe(Total) para o ferro retido nos geotêxteis ao final dos ensaios com percolação apenas de citrato férrico, e para os ensaios com citrato férrico seguido por D-glicose.

Ao final dos ensaios, as amostras de geotêxteis dos Ensaios 1 e 2 foram observadas em microscópio de fluorescência (Fig. 7).

Foram utilizadas as técnicas de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e de Espectroscopia de Dispersão de Energia de raios X (EDS) para observar amostras dos filtros geotêxteis mantidos na interface ar-água (L=0) após a realização dos testes (Fig. 8). O EDS forneceu uma análise qualitativa dos elementos químicos presentes no ocre, que foram expressos como mapas elementares. As Figuras 8a e 8b mostram as áreas com ocre das amostras relacionadas aos Ensaios 1 e 2, respectivamente.

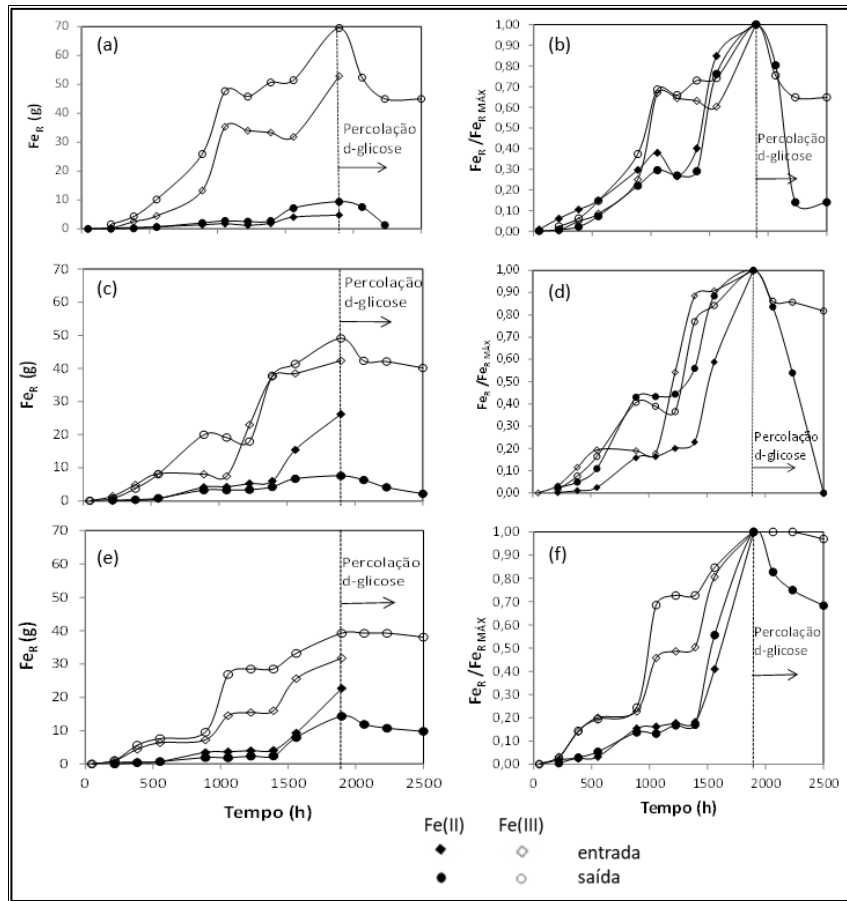


Figura 5. Massa retida de Ferro ( $Fe_R = Fe_{ac\ entrada} - Fe_{ac\ saída}$ ) versus tempo de percolação. (a-b) L=0; (c-d) L=20 mm; (e-f) L=45 mm.

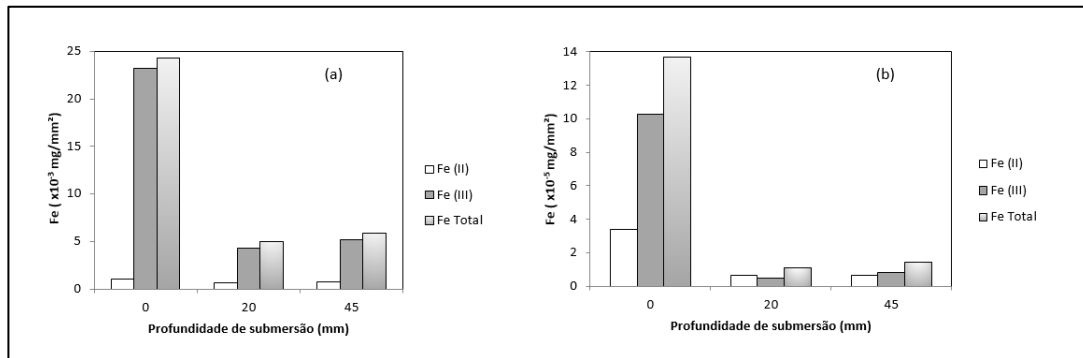


Figura 6. Massas de ferro nos filtros geotêxteis ao final dos ensaios. (a) Amostras 1, 3 e 5 com percolação apenas de citrato férrico (b) Amostras 2, 4 e 6 com percolação de citrato férrico seguida de D-glicose.

Tabela 2. Razões Fe(II)/Fe Total e Fe(III)/Fe Total em filtros localizados a diferentes profundidades de submersão ao final dos ensaios, calculadas por medições diretas do ocre.

Ensaio	Profundidade do filtro, L (mm)	Citrato férrico (76 dias)	D-glicose (21 dias)	Fe(II)/Fe(Total) (%)	Fe(III)/Fe(Total) (%)
1	0	X		4,2	95,8
2		X	X	24,8	75,2
3	20	X		13,7	86,3
4		X	X	56,5	43,5
5	45	X		11,9	88,0
6		X	X	44,7	55,3

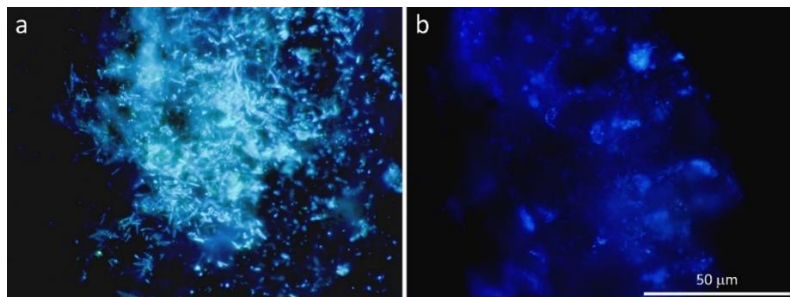


Figura 7. Fotomicrografias de fluorescência de amostras de geotêxteis para  $L = 0$  tiradas ao final dos ensaios, tingidas com DAPI para observação de DNA. (a) Ensaio 1, percolado com citrato férrico; (b) Ensaio 2, percolado com citrato férrico seguido de D-glicose.

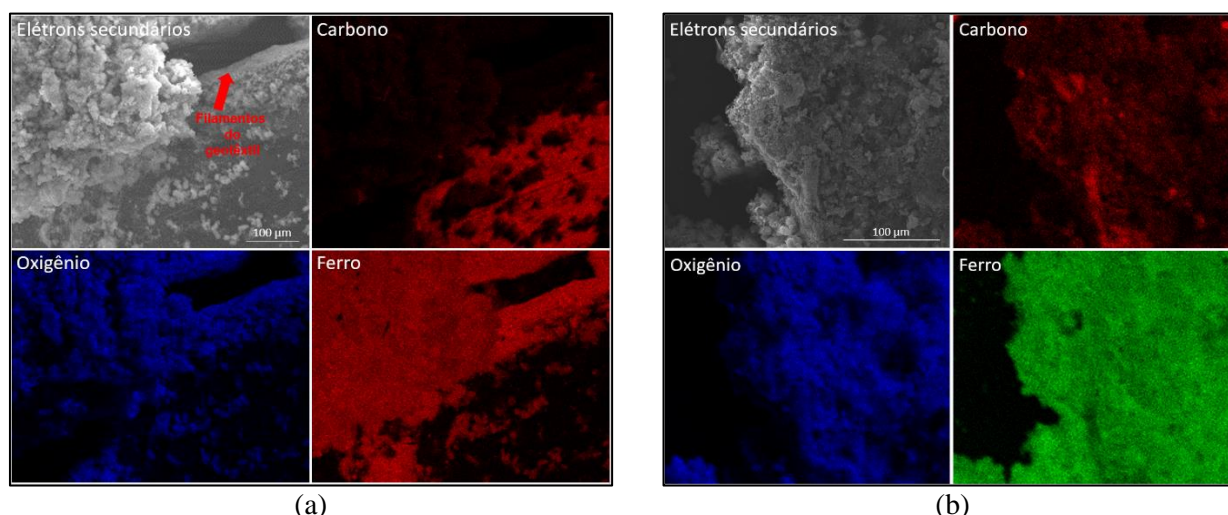


Figura 8. Imagem de MEV e mapas elementares obtidos por EDS de amostras representativas de geotêxtil. (a) amostra percolada com solução de citrato férrico por 76 dias (Ensaio 1,  $L = 0$ ); (b) amostra percolada com solução de citrato férrico seguida de D-glicose (Ensaio 2,  $L = 0$ )

Os mapas da Figura 8 mostram carbono concentrado no polipropileno do geotêxtil exposto, o que significa que o ocre possuía menos carbono que o geotêxtil. As imagens de elétrons secundários mostram que a amostra retirada do Ensaio 2 (Fig. 8b), esta percolada com D-glicose, era aparentemente menos áspera do que a amostra retirada do Ensaio 1 (Fig. 8a).

#### 4 CONCLUSÕES

O monitoramento do pH, OD e concentrações de Fe(II) e Fe(III) foi crucial para avançar na compreensão da dinâmica de formação e remoção do ocre. A formação de ocre foi mais intensa no filtro localizado na superfície da água, onde o oxigênio estava prontamente disponível. A diminuição do OD levou a uma degradação mais lenta do citrato pelos microrganismos aeróbios, levando a uma liberação mais lenta de Fe(III) e à precipitação de óxido de ferro nos filtros submersos.

A inserção de D-glicose estimulou uma população pré-existente de bactérias redutoras de ferro, que reduziu Fe(III) a Fe(II) em bolsas anóxicas dentro do biofilme ocre, levando à dissolução parcial de oxidrilos de ferro e alguma perda da integridade estrutural do biofilme. A percolação de D-glicose promoveu, portanto, uma remoção significativa de ferro do ocre.

A pesquisa apresenta-se como básica ao indicar alternativas para novos procedimentos de mitigação e remoção do ocre dos sistemas de drenagem. No entanto, testes de campo precisam ser realizados para avaliar a viabilidade desta estratégia de remediação.

## AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem o financiamento deste estudo fornecido pelo Conselho Nacional de Pesquisa, CNPq e pela Agência Federal de Apoio e Avaliação do Ensino de Pós-Graduação, CAPES.

## DECLARAÇÕES

O presente trabalho é uma versão resumida do artigo de Correia et al. (2022).

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Abromeit, H.-U., 2002. Revetment damage as a result of geotextile colmation by flocculated ochreous products and possible repair methods, in: Proc. 7th Int. Conf. on Geosynthetics, Balkema Publisher, Nice, France, 1085–1088.
- Correia, L.G.C.S., Ehrlich, M., Mendonca, M.B., 2017. The effect of submersion in the ochre formation in geotextile filters. *J. Geotext. Geomembranes.*, 45, 1–7.
- Correia, L.G.C.S., Ehrlich, M., Mendonca, M.B., Keim, C.N., 2022. Laboratory studies on ochre formation and removal from geotextile filters. *Can. Geotech. J.* 60: 31–43.
- Fannin, R.J., 2010. On the clogging of geotextile filters, in: 9th Int. Conf. on Geosynthetics, Guarujá, Brazil. 401–412.
- Ford, H.W., 1979. Biological clogging of synthetic drain envelopes, in: Proc. 2nd Int. Drainage Workshop. Washington, D.C.
- Forrester, K., 1995. Ochre clogging in subsoil drains, in: D.H. Bell, (Ed.), *Landslides*. Balkema, Rotterdam, The Netherlands, 1761–1766.
- Koerner, R.M., Koerner, G.R., 2015. Lessons learned from geotextile filter failures under challenging field conditions. *J. Geotext. Geomembr.* 43(1), 272–281.
- Keim, C.N., Serna, J.D.P., Acosta-Avalos, D., Neumann, R., Silva, A.S., Jurelevicius, D.A., Pereira, R.S., de Souza, P.M., Seldin, L., Farina, M., 2021. Dissimilatory Iron-Reducing Microorganisms Are Present and Active in the Sediments of the Doce River and Tributaries Impacted by Iron Mine Tailings from the Collapsed Fundão Dam (Mariana, MG, Brazil). *Minerals*, 11, 244.
- Koerner, R.M., Koerner, G.R., 2015. Lessons learned from geotextile filter failures under challenging field conditions. *Geotextiles and Geomembranes*, 43(1): 272–281.
- Kuntze, H., 1982. Iron clogging in soils and pipes, analysis and treatment, in: German Association for Water Resources and Land Improvement, Bulletin 10, Pitman.
- Mendonca, M.B., Ehrlich, M., 2006. Column test studies of ochre biofilm formation in geotextile filters. *J. Geotech. Geoenviron. Eng.* 132, 1284–1292.
- Mendonca, M.B., Ehrlich, M., Camarota, M.C., 2003. Conditioning factors of iron ochre formation on geotextile filters. *Can. Geotech. J.* 40(6), 1225–1234.
- Puig, J., Gouy, J.L., Labroue, L., 1986. Ferric clogging of drains. in: Proc. 3rd Int. Conf. on Geotextiles, v.4, pp. 1179–1184, Viena, Áustria.