UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO

ESCOLA DE ENGENHARIA DE SÃO CARLOS

DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA HIDRÁULICA E SANEAMENTO

CAROLINA IBELLI BIANCO

Caracterização da matéria orgânica de resíduos sólidos orgânicos biodegradáveis e a reprodutibilidade dos métodos utilizados: Uma revisão sistemática da literatura

VERSÃO CORRIGIDA

SÃO CARLOS – SP

2019

Página intencionalmente deixada em branco

CAROLINA IBELLI BIANCO

Caracterização da matéria orgânica de resíduos sólidos orgânicos biodegradáveis e a reprodutibilidade dos métodos utilizados: Uma revisão sistemática da literatura

Tese apresentada à Escola de Engenharia de São Carlos da Universidade de São Paulo como parte dos requisitos para a obtenção do título de Doutora em Ciências: Engenharia Hidráulica e Saneamento.

Orientador: Professor Sênior Valdir Schalch

SÃO CARLOS – SP

2019

AUTORIZO A REPRODUÇÃO TOTAL OU PARCIAL DESTE TRABALHO, POR QUALQUER MEIO CONVENCIONAL OU ELETRÔNICO, PARA FINS DE ESTUDO E PESQUISA, DESDE QUE CITADA A FONTE.

Ficha catalográfica elaborada pela Biblioteca Prof. Dr. Sérgio Rodrigues Fontes da EESC/USP com os dados inseridos pelo(a) autor(a).

Ibelli-Bianco, Carolina
I578c Caracterização da matéria orgânica de resíduos sólidos orgânicos biodegradáveis e a reprodutibilidade dos métodos utilizados: Uma revisão sistemática da literatura. / Carolina Ibelli-Bianco; orientador Valdir Schalch. São Carlos, 2019.

Tese (Doutorado) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Hidráulica e Saneamento e Área de Concentração em Hidráulica e Saneamento -- Escola de Engenharia de São Carlos da Universidade de São Paulo, 2019.

1. Análise físico-química de amostra sólida. 2. Substrato heterogêneo. 3. Demanda química de oxigênio (DQO). 4. Valorização de resíduo sólido orgânico. 5. Protocolo de revisão sistemática. I. Título.

Eduardo Graziosi Silva - CRB - 8/8907

FOLHA DE JULGAMENTO

Candidata: Bacharela **CAROLINA IBELLI BIANCO.**

Título da tese: "Quais técnicas analíticas e respectivos métodos são empregados na análise da matéria orgânica e da biodegradabilidade de resíduos sólidos orgânicos? Uma revisão sistemática da literatura".

Data da defesa: 29/11/2019.

Comissão Julgadora:	**Resultado:**
Prof. Associado **Valdir Schalch (Orientador)** (Escola de Engenharia de São Carlos/EESC)	APROVADA
Prof. Dr. **Ronan Cleber Contrera** (Escola Politécnica/EP-USP)	APROVADA
Profa. Dra. **Lisete Celina Lange** (Universidade Federal de Minas Gerais/UFMG)	APROVADA
Profa. Dra. **Luciana Paulo Gomes** (Universidade do Vale do Rio dos Sinos/UNISINOS)	APROVADA
Prof. Associado **Daniel Capaldo Amaral** (Escola de Engenharia de São Carlos/EESC)	APROVADA

Coordenador do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Hidráulica e Saneamento:
Prof. Dr. **Eduardo Mario Mendiondo**

Presidente da Comissão de Pós-Graduação:
Prof. Titular **Murilo Araujo Romero**

Página intencionalmente deixada em branco

Àqueles que não desistem frente ao cenário desfavorável que ora se apresenta...assim será sempre nessa nossa jornada no mundo, independente da época.

Àqueles que trazem beleza ao mundo por não deixarem que o próprio mundo lhe ofusque o brilho do olhar.

Àqueles que inspiram pelos seus atos, dispensando qualquer palavra pronunciada.

Dedico

Página intencionalmente deixada em branco

AGRADECIMENTOS

Esse trabalho é fruto semeado e cuidado por mais de duas mãos e uma cabeça...Agradecer traz consigo toda carga emocional da qual a tese também é feita: ela não se restringe apenas ao que se lê nas próximas páginas...

Ao Universo que, com seu mistério e complexidade de sempre, me colocou em caminhos e encontros necessários ao meu desenvolvimento.

Agradeço aos meus pais, Silvia Helena Ibelli Bianco e João Carlos Bianco, e aos meus irmãos, Camila e Matheus Ibelli Bianco: nossa convivência faz com que eu descubra quem sou como indivíduo; com vocês reencontro minhas raízes e me reconecto a mim mesma. Os amo infinitamente!

Ao professor Valdir Schalch, agradeço por essa jornada de sete anos e meio (orientação do estágio obrigatório da graduação, do mestrado e do doutorado): pelas oportunidades concedidas e pela confiança que existiu em nossa relação orientador-orientanda; pela amizade que seguramente continuará a ser construída e pelo exemplo de ser humano que você é.

À Natália de Souza Pelinson, pelo seu enorme coração, por sempre estar disposta a me ajudar com sua experiência e conselhos, desde o meu ingresso no departamento, até o final dessa jornada. Muito obrigada!

A minha amiga Raiza Hanada: foi em uma conversa de bandejão que ela me deu a ideia de fazer uma revisão sistemática para o então "problema" dessa tese. Aqui está minha amiga! Obrigada pela amizade e pelas conversas dessa vida!

Aos meus companheiros de caminhada, Juliana Argente Caetano, André Luis Gomes Simões e Túlio Queijo de Lima: obrigada pela parceria, ideias e muito trabalho dispendido no desenvolvimento dessa revisão sistemática. Vocês foram fundamentais para que ela existisse!

Aos companheiros do NEPER (Núcleo de Estudo e Pesquisa em Resíduos Sólidos): Rodrigo, Marco, Yovana, Amanda, Fernanda, Júlia, Felipe, Caroline, Juliana, André, Túlio, Priscila, Gabriela, Viviane, Laura, Ana Maria, Isadora, Gabriela Oviedo, Hylma, Ana Paula, Jonatas, Renan, Fernando e Cristiane – obrigada pelos momentos compartilhados!

Ao cursinho popular Emancipa São Carlos/SP: meu objetivo principal ao participar desse projeto em 2017 foi o de aprender mais sobre "dar aula". A experiência foi além: aprendi sobre a vida se transformando por meio da educação, da comunicação, dos círculos (rodas de conversa), do escutar, do contribuir com a nossa opinião, do respeitar às diferenças. Agradeço a todos com quem convivi nesse período! Parte do que sou hoje devo a vocês!

Ao Forró CAASO: a todos os alunos-professores-voluntários que mantêm um espaço maravilhoso de convivência dentro da universidade pública. Agradeço a todos os amigos que fiz através da dança, a qual me traz alegria, leveza e autoconhecimento. E dá-lhe forró!

Agradeço ao Dr. Francisco Raposo Bejines (Paco): uma pessoa incrível que a vida me permitiu conhecer (para além do nome no artigo científico que me fez acreditar nessa tese). Obrigada por tudo o que fez por mim, pelo incentivo diário, pelos aprendizados que me proporcionou

(inclusive aqueles *del penúltimo BMP*), pelo exemplo de pessoa e profissional que tem o brilho nos olhos pelo que faz. À todos os que conheci em Sevilha/Espanha e no *Instituto de la Grasa - Consejo Superior de Investigaciones Científicas (CSIC)*, os quais fizeram com que o meu intercâmbio fosse inesquecível: Sônia, Martina, Ângelis, Juan, Maria José, Gabi, Visa, Verenice, Érica, Ainoa, Rafael, Fernando, Maribel, Maria, Ramón. ¡*Soy una miarma más, seguro*!

Agradeço à família que (re)encontrei do outro lado do Atlântico: Eva Valderrama, por tudo o que me ensinou sendo simplesmente você; Juan, Jaime e Gonzalo, *mis hermanitos*, cada um a sua maneira, me acolheram e me fizeram lembrar que o mundo visto a partir dos olhos da nossa criança interior é descomplicado e apaixonante todos os dias. *Los quiero mucho*!

Agradeço à comissão julgadora da tese, Professoras Liséte Celina Lange e Luciana Paulo Gomes e Professores Daniel Capaldo Amaral e Ronan Cleber Contrera, cujos comentários e sugestões foram valiosos para que o trabalho chegasse a essa versão final apresentada ao leitor.

À Escola de Engenharia de São Carlos - Universidade de São Paulo pela infra-estrutura que permite o desenvolvimento em várias dimensões de todos aqueles que por ali passam; aos funcionários do Departamento de Engenharia Hidráulica e Saneamento, cujo trabalho é essencial para que tudo flua a contento.

Agradeço às agências brasileiras de fomento à pesquisa, fundamentais para o desenvolvimento da ciência no Brasil: tive o apoio de bolsas institucionais da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) e do Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq). A CAPES também me concedeu a bolsa de intercâmbio pelo Programa de Doutorado-Sanduíche no Exterior (PDSE) e, através do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Hidráulica e Saneamento, tive apoio do Programa de Excelência Acadêmica (PROEX).

O cientista, antes de tudo, deve ser um curioso. Caso contrário sua arrogância irá impor fim às descobertas. Um cientista que chega a uma resposta se deparará com outras dúvidas inevitáveis e até então desconhecidas. Então segue o caminho. Ele ainda não chegou. A ciência não é um destino, mas um horizonte.

Flávio Siqueira

Página intencionalmente deixada em branco

RESUMO

BIANCO, C. I. **Caracterização da matéria orgânica de resíduos sólidos orgânicos biodegradáveis e a reprodutibilidade dos métodos utilizados: Uma revisão sistemática da literatura.** 2019. 233 f. Tese (Doutorado) - Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2019.

Caracterizar os resíduos sólidos orgânicos biodegradáveis (RSOb) ainda é um desafio, devido a heterogeneidade da amostra e a indisponibilidade de métodos padronizados. O presente trabalho apresenta dois capítulos complementares: no Capítulo 1 foi realizada uma revisão sistemática da literatura a fim de identificar as técnicas analíticas e respectivos métodos que tem sido utilizados na caracterização da matéria orgânica de RSOb, bem como se os métodos tem sido relatados de forma a permitirem a reprodução por outros pesquisadores; no Capítulo 2, o método de demanda química de oxigênio (DQO) modificado e otimizado por Raposo et al. (2008) para amostras sólidas (ou líquidas com elevado conteúdo de sólidos) foi analisado quanto aos custos, tempo de execução, geração de resíduos perigosos e confiabilidade. No Capítulo 1, a partir de 356 documentos selecionados sistematicamente de três bancos de dados, sendo que a maior parte (89%) foram publicações revisadas por pares, verificou-se que a matéria orgânica de RSOb é caracterizada principalmente pelas técnicas analíticas de sólidos totais e/ou voláteis (79%), demanda química de oxigênio total (65%) e nitrogênio total (61%), as quais são determinadas majoritariamente com base em métodos destinados originalmente à análise de amostras líquidas (APHA; AWWA; WPCF foi a referência mais citada para essas três técnicas analíticas). Além da comprovação da ausência de métodos padronizados para a caracterização de amostras orgânicas, visto a variação de métodos empregados para a mesma técnica analítica (entre 5 e 58 métodos diferentes), as informações fornecidas pelos autores em relação aos métodos utilizados na caracterização da matéria orgânica de RSOb são, em sua maioria, insuficientes para que sejam reproduzidos (menos de 50% dos documentos citaram/descreveram os métodos de forma a permitir sua reprodução para 13 das 16 técnicas analíticas analisadas). No Capítulo 2, o método de Raposo et al. (2008) caracterizou-se como uma alternativa para a determinação da DQO em amostras sólidas com um custo estimado por amostra de aproximadamente 7 reais (ou 5 euros), tempo total de execução (preparo das soluções reagentes, digestão e titulação da amostra) estimado em 10 horas, sendo que a maior geração de resíduo perigoso é advindo da prova do branco (142 mL/prova). O método mostrou-se confiável para a determinação da DQO das duas amostras sólidas testadas (farinha de grão de bico e celulose), com recuperação de 100% quando comparada à DQO teórica.

Palavras-chave: Análise físico-química de amostra sólida. Substrato heterogêneo. Demanda química de oxigênio (DQO). Valorização de resíduo sólido orgânico. Protocolo de revisão sistemática.

ABSTRACT

BIANCO, C. I. **Organic matter characterization of biodegradable organic solid waste and the reproducibility of the used methods: A systematic literature review** 2019. 233 f. Tese (Doutorado) - Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2019.

Characterizing biodegradable organic solid waste is still a challenge, due to the heterogeneity of the sample and the unavailability of standardized methods. This study presents two complementary sections: in Chapter 1, a systematic literature review was carried out in order to identify the analytical techniques and respective methods that have been used in the characterization of organic matter of biodegradable organic solid waste, as well as whether the methods have been reported to allow reproduction by other researchers; in Chapter 2, the chemical oxygen demand (COD) method modified and optimized by Raposo et al. (2008) for solid samples (or liquids with a high solids content) was analyzed in terms of costs, execution time, generation of hazardous waste and reliability. In Chapter 1, from 356 documents selected systematically from three databases, most of which (89%) were peer-reviewed publications, it was found that the organic matter of biodegradable organic solid waste is characterized mainly by total and/or volatile solids (79%), total chemical oxygen demand (65%) and total nitrogen (61%), which are mainly determined based on methods originally intended for the analysis of liquid samples (APHA; AWWA; WPCF was the most cited reference for these three analytical techniques). In addition to proving the absence of standardized methods for the characterization of organic solid samples, given the variation of methods used for the same analytical technique (between 5 and 58 different methods), the information provided by the authors in relation to the methods used in the characterization of organic matter of biodegradable organic solid waste are, in most cases, insufficient to be reproduced (less than 50% of the documents cited/ described the methods in order to allow their reproduction for 13 of the 16 analytical techniques analyzed). In Chapter 2, the method by Raposo et al. (2008) was characterized as an alternative for the determination of COD in solid samples with an estimated cost per sample of approximately 7 reais (or 5 euros), total execution time (preparation of the reagent solutions, digestion and sample titration) estimated in 10 hours, with the largest generation of hazardous waste coming from the blank test (142 mL/test). The method proved to be reliable for determining the COD of the two tested solid samples (chickpea flour and cellulose), with 100% recovery when compared to the theoretical COD.

Keywords: Physico-chemical analysis of solid sample. Heterogeneous substrate. Chemical oxygen demand (COD). Organic solid waste valorisation. Systematic review protocol.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1-1 Áreas do conhecimento e respectivas quantidades de revisões sistemáticas (entre parêntesis) publicadas até o ano de 2018 37
Figura 1-2 Histórico quantitativo de revisões sistemáticas registradas no banco de dados *Scopus* até o ano de 2018 38
Figura 1-3 Esquema das principais etapas envolvidas na elaboração de uma revisão sistemática da literatura 40
Figura 1-4 Os seis chapéus do pensamento de Edward de Bono: associação entre o significado das cores dos chapéus e as funções do pensamento 44
Figura 1-5 Resumo quantitativo dos documentos obtidos em cada etapa da revisão sistemática 53
Figura 1-6 Caracterização dos documentos aceitos em função dos meios nos quais foram publicados 54
Figura 1-7 Representatividade dos periódicos revisados por pares quanto à quantidade documentos publicados (em %) 55
Figura 1-8 Ano de publicação dos documentos 56
Figura 1-9 Quantidade de documentos publicada por país de origem das instituições dos autores 58
Figura 1-10 Os cinco países que mais publicaram em conjunto 59
Figura 1-11 Os cinco países que mais publicaram sozinhos 59
Figura 1-12 Nuvem com as palavras-chave apresentadas nos documentos 61
Figura 1-13 Temas centrais dos documentos analisados 65
Figura 1-14 Técnicas analíticas utilizadas na análise da matéria orgânica (grupo 1) e da biodegradabilidade (grupo 2) em resíduos sólidos orgânicos biodegradáveis e as respectivas frequências de uso (%) 67
Figura 1-15 Técnicas analíticas complementares as respectivas frequências de uso (%) 68
Figura 1-16 Quantidade de métodos/referências citados para cada uma das 16 técnicas analíticas de caracterização de resíduo sólido orgânico biodegradável 71
Figura 1-17 Porcentagem (%) de documentos que apresentaram informações suficientes para a reprodução dos métodos utilizados nas determinações analíticas de caracterização de resíduos sólidos orgânicos biodegradáveis 76
Figura 2-1 Aspecto granular do lodo anaeróbio utilizado no teste de potencial bioquímico de metano 208
Figura 2-2 Detalhe do sistema de vedação do reator e de condução do biogás gerado. 210
Figura 2-3 Aparato experimental completo do experimento de potencial bioquímico de metano 210
Figura 2-4 Resíduo gerado na determinação da DQO pelo método de Raposo et al. (2008) 220
Figura 2-5 Farinha de grão de bico: rendimentos experimentais (5 réplicas) e teórico de metano 223
Figura 2-6 Celulose: rendimentos experimentais (2 réplicas) e teórico de metano 224

LISTA DE TABELAS

Tabela 1-1 Instituições de origem do primeiro autor com no mínimo 4 documentos 60
Tabela 1-2 Amostras estudadas pelos documentos selecionados: divisão em nove categorias com os respectivos termos sinônimos e frequências relativas (f) (em porcentagem) 62
Tabela 1-3 As duas referências mais citadas e a frequência de uso (%) para as 16 técnicas analíticas utilizadas na caracterização de resíduos sólidos orgânicos biodegradáveis (n = número de documentos que utilizaram a técnica analítica) 74
Tabela 2-1 Caracterização dos substratos quanto ao conteúdo de sólidos: valores médios acompanhados dos respectivos desvios padrões 196
Tabela 2-2 Caracterização do inóculo: valores médios acompanhados dos respectivos desvios padrões 208
Tabela 2-3 Componentes da solução de nutrientes e micronutrientes e as respectivas concentrações para o teste de potencial bioquímico de metano 211
Tabela 2-4 Componentes da solução de micronutrientes e as respectivas concentrações para o teste de potencial bioquímico de metano 212
Tabela 2-5 Solução de nutrientes e micronutrientes preparada para o teste de potencial bioquímico de metano 212
Tabela 2-6 Valores experimentais de DQO dos substratos utilizados (1ª análise) 215
Tabela 2-7 Valores experimentais de DQO dos substratos utilizados (2ª análise) 216
Tabela 2-8 Valores teóricos de DQO dos substratos utilizados e recuperação obtida com o método modificado e otimizado por Raposo et al. (2008) 216
Tabela 2-9 Estimativa de custo (em real e em euro) para a determinação da DQO de 10 provas de amostra pelo método modificado e otimizado por Raposo et al. (2008) 218
Tabela 2-10 Estimativa de custo (em real e em euro) para a determinação da DQO do branco (duplicata) pelo método modificado e otimizado por Raposo et al. (2008) 219
Tabela 2-11 Estimativa de custo (em real e em euro) para a padronização do agente titulante (duplicata) utilizado no método de DQO modificado e otimizado por Raposo et al. (2008) 219
Tabela 2-12 Rendimento teórico de metano calculado a partir da demanda química de oxigênio experimental dos substratos 222
Tabela 2-13 Rendimento experimental de metano dos substratos e relação entre os rendimentos experimental e teórico 223

LISTA DE QUADROS

Quadro 1-1 Possíveis banco de dados a serem utilizados na revisão sistemática e respectivas características.....47
Quadro 1-2 Motivos da rejeição dos bancos de dados não selecionados.....48
Quadro 1-3 Características de cada um dos três filtros aplicados para a seleção dos documentos 50
Quadro 1-4 Informações extraídas dos documentos analisados nos filtros 2 e 3.....51
Quadro 1-5 Síntese comparativa das técnicas analíticas mais utilizadas e menos utilizadas em diferentes formas de destinação de resíduo sólido orgânico biodegradável. As técnicas analíticas são apresentadas em ordem decrescente de uso dentro de cada destinação.....69
Quadro 2-1 Referências relacionadas à adaptação e otimização de métodos existentes de Demanda Química de Oxigênio para uso em amostras sólidas e/ou líquidas com elevado conteúdo de sólidos 190
Quadro 2-2 Detalhes das adaptações propostas por Yadvika et al. (2006) para a determinação de DQO em amostras líquidas com elevado conteúdo de sólidos.....192
Quadro 2-3 Detalhes das adaptações propostas por Raposo et al. (2008) para a determinação de DQO em amostras sólidas e amostras líquidas com elevado conteúdo de sólidos.....192
Quadro 2-4 Detalhes das adaptações propostas por Zupančič e Roš (2012) para a determinação de DQO em amostras sólidas e amostras líquidas com elevado conteúdo de sólidos.....192
Quadro 2-5 Detalhes das adaptações propostas por Noguerol-Arias et al. (2012) para a determinação de DQO em amostras sólidas e amostras líquidas com elevado conteúdo de sólidos.....193
Quadro 2-6 Detalhes das adaptações propostas por Harnadek, Guilford e Edwards (2015) para a determinação de DQO em amostras sólidas e amostras líquidas com elevado conteúdo de sólidos.....194
Quadro 2-7 Detalhes das adaptações propostas por Andre, Pauss e Ribeiro (2017) para a determinação de DQO em amostras sólidas e amostras líquidas com elevado conteúdo de sólidos.....194
Quadro 2-8 Detalhes das adaptações propostas por Cazaudehore et al. (2019) para a determinação de DQO em amostras sólidas e amostras líquidas com elevado conteúdo de sólidos.....195
Quadro 2-9 Materiais permanentes e de consumo necessários à execução do método de Demanda Química de Oxigênio modificado e otimizado por Raposo et al. (2008).....197
Quadro 2-10 Modo e tempo de preparo da solução de dicromato de potássio 1,2 M.....198
Quadro 2-11 Modo e tempo de preparo da solução de ácido sulfúrico com sulfato de prata199
Quadro 2-12 Modo e tempo de preparo da solução de dicromato de potássio 1 N 199
Quadro 2-13 Modo e tempo de preparo da solução indicadora de ferroína.....200
Quadro 2-14 Modo e tempo de preparo da solução de sulfato amônico ferroso (SAF) 0,5 N 200
Quadro 2-15 Padronização da solução de sulfato amônico ferroso (SAF) e tempo de execução 201
Quadro 2-16 Preparo e titulação das triplicatas da amostra e do branco, além do tempo demandado para execução dos procedimentos.....202

Página intencionalmente deixada em branco

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABRELPE	Associação Brasileira de Empresas de Limpeza Pública e Resíduos Especiais
AFNOR	*Association Française de Normalization*
AGV	Ácidos Graxos Voláteis
AL	Ácido Lático
Alc	Alcalinidade
AMPTS	*Automatic Methane Potential Test System*
APHA -AWWA-WEF	*American Public Health Association/American Water Works Association/Water Environment Federation*
BDTD	Biblioteca Digital Brasileira de Teses e Dissertações
CAPES	Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior
$CARB_e$	Carboidratos estruturais
$CARB_{ne}$	Carboidratos não estruturais
$CARB_t$	Carboidratos totais
CE	Condutividade Elétrica
CNPq	Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico
CNTP	Condições Normais de Temperatura e Pressão
COD	*Chemical Oxygen Demand*
COT	Carbono Orgânico Total
CRD	*Centre for Reviews and Dissemination*
CT	Carbono Total
DBO	Demanda Bioquímica de Oxigênio
DQO	Demanda Química de Oxigênio
DQOs	Demanda Química de Oxigênio solúvel
DQOt	Demanda Química de Oxigênio total
FORSU	Fração Orgânica dos Resíduos Sólidos Urbanos
HPLC	*High performance liquid chromatography*
LIG	Lignina
LIP	Lipídeos
NEPER	Núcleo de Estudo e Pesquisa em Resíduos Sólidos
NT	Nitrogênio Total
OD	Oxigênio Dissolvido
P	Fósforo
PBM	Potencial Bioquímico de Metano
PDF	*Portable Document Format*
PDSE	Programa de Doutorado Sanduíche no Exterior
PNRS	Política Nacional de Resíduos Sólidos
PO_4^{3-}	Fosfato
PRISMA-P	*Preferred reporting items for systematic review and meta-analysis protocols*
PROT	Proteínas
RE_{CH4}	Rendimento experimental de metano
RIS	Relação inóculo/substrato
ROSES	*RepOrting standards for Systematic Evidence Syntheses*
RSO	Resíduos Sólidos Orgânicos
RSOb	Resíduos Sólidos Orgânicos biodegradáveis
RSU	Resíduos Sólidos Urbanos
RT_{CH4}	Rendimento teórico de metano
SAF	Sulfato Amônico Ferroso
ST	Sólidos Totais
SV	Sólidos Voláteis

Página intencionalmente deixada em branco

SUMÁRIO

CAPÍTULO 1 Caracterização da matéria orgânica de resíduos sólidos orgânicos biodegradáveis e a reprodutibilidade dos métodos utilizados: Uma revisão sistemática da literatura 25

1 INTRODUÇÃO 26

2 HIPÓTESES E OBJETIVOS 28

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA 29

3.1 Resíduos Sólidos Orgânicos biodegradáveis (RSO_b) 29

3.2 Reprodutibilidade científica 32

3.3 Revisão sistemática da literatura 33

4 MATERIAL E MÉTODOS 39

4.1 Protocolo da revisão sistemática: informações gerais 41

4.2 Protocolo da revisão sistemática: justificativa, questões e objetivos 45

4.3 Protocolo da revisão sistemática: bancos de dados e *string* de busca 46

4.4 Protocolo da revisão sistemática: estratégia de busca 49

4.5 Protocolo da revisão sistemática: critérios de exclusão 50

4.6 Protocolo da revisão sistemática: informações extraídas 51

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO 52

5.1 Processo de seleção dos documentos 52

5.2 Documentos selecionados: características 54

5.3 Documentos selecionados: respondendo às questões da revisão 64

6 CONCLUSÕES 79

REFERÊNCIAS 81

APÊNDICE 1A – Método dos seis chapéus do pensamento aplicado na elaboração dos itens do protocolo de uma revisão sistemática 86

APÊNDICE 1B – Documentos selecionados (n=356) para responder às perguntas da revisão sistemática 89

APÊNDICE 1C - Frequência de uso das técnicas analíticas para diferentes formas de destinação de resíduos sólidos orgânicos biodegradáveis 112

APÊNDICE 1D – Métodos/referências citados para cada uma das 16 técnicas analíticas identificadas, tipo de amostra a qual os métodos/referências se destinam e número de documentos que os utilizaram 117

APÊNDICE 1E – Informações mínimas consideradas na análise dos documentos quanto à reprodutibilidade dos métodos relatados para cada técnica analítica e porcentagem de documentos considerados reprodutíveis 175

CAPÍTULO 2 Determinação da demanda química de oxigênio em amostras sólidas ou líquidas com elevado conteúdo de sólidos 185

1 INTRODUÇÃO 186

2 OBJETIVOS 188

2.1 Objetivo geral 188

2.2 Objetivos específicos 188

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA 189

3.1 Princípio da técnica analítica de demanda química de oxigênio 189

3.2 Propostas de modificação e otimização de métodos de demanda química de oxigênio para a análise de amostras sólidas 189

4 MATERIAIS E MÉTODOS 196

4.1 Demanda Química de Oxigênio (DQO): método modificado e otimizado por Raposo et al. (2008) 196

4.2 Potencial Bioquímico de Metano (PBM): uso da DQO experimental (método de Raposo et al. (2008)) para a predição da produção de metano 207

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO 215

5.1 Recuperação do método 215

5.2 Estimativa do tempo necessário à execução do método 217

5.3 Estimativa dos custos 218

5.4 Quantificação dos resíduos perigosos gerados 219

5.5 Predição da produção de metano na digestão anaeróbia de resíduos sólidos orgânicos 221

6 CONCLUSÕES 226

REFERÊNCIAS 227

APÊNDICE 2A – Atividades desenvolvidas durante o intercâmbio 231

APÊNDICE 2B - Materiais permanentes e de consumo necessários à execução do método de demanda química de oxigênio proposto por Raposo et al. (2008): especificações e preços (em Real e Euro – cotação no ano de 2019) 232

ESTRUTURA DA TESE

A presente tese foi dividida em dois Capítulos:

- Capítulo 1 – Caracterização da matéria orgânica de resíduos sólidos orgânicos biodegradáveis e a reprodutibilidade dos métodos utilizados: Uma revisão sistemática da literatura;
- Capítulo 2 – Determinação da demanda química de oxigênio em amostras sólidas ou líquidas com elevado conteúdo de sólidos.

O primeiro Capítulo recebeu o mesmo título da tese, pois o conteúdo é o cerne do trabalho: uma revisão sistemática da literatura sobre técnicas analíticas e respectivos métodos que tem sido empregados na caracterização da matéria orgânica em resíduos sólidos orgânicos biodegradáveis (RSOb). Atrelado a esse assunto, a partir das evidências coletadas na literatura selecionada, discute-se uma questão essencial ao progresso científico na área: se os métodos utilizados na caracterização de RSOb tem sido relatados de forma a garantir a reprodução por outros pesquisadores.

O segundo Capítulo é um complemento ao primeiro Capítulo, abordando uma técnica analítica em especial, a demanda química de oxigênio (DQO), que apesar de importante para a caracterização de RSOb, ainda apresenta desafios quando a amostra analisa é sólida ou contém elevado conteúdo de sólidos. São apresentadas referências sobre DQO para amostras sólidas e uma discussão sobre o tema enfatizando um método em específico.

Apesar de complementares quanto ao conteúdo, os Capítulos 1 e 2 são independentes quanto à estrutura: cada um apresenta sua introdução, objetivos, revisão bibliográfica, resultados, discussão, conclusão, referências e apêndices.

Página intencionalmente deixada em branco

Capítulo 1 Caracterização da matéria orgânica de resíduos sólidos orgânicos biodegradáveis e a reprodutibilidade dos métodos utilizados: Uma revisão sistemática da literatura

1 INTRODUÇÃO

Os resíduos sólidos orgânicos biodegradáveis (RSOb) são constituídos basicamente por restos animais e vegetais (CECILIA et al., 2019), sendo a biodegradabilidade uma característica instrínseca a esse tipo de resíduo. Além disso, são heterogêneos quanto à composição físico-química, já que podem ser gerados em diversos locais e processos (urbano, industrial, agrossilvipastoril e outros) (BRASIL, 2017).

Para além da disposição em lixões e aterros sanitários, onde os resíduos putrescíveis provocam impactos ambientais (poluição das águas subterrâneas, mudanças climáticas globais, odores, incêndios e instabilidade mecânica) (COSSU et al., 2017), a economia circular tem trazido novas formas de lidar com a gestão e o gerenciamento dos RSOb, priorizando a sua valorização (ARANCON et al., 2013).

Paes et al. (2019), a partir de uma revisão sistemática da literatura unida à análise SWOT, identificaram que as principais ameaças e fraquezas para a gestão de RSOb por meio dos princípios da economia circular são: custo logístico e gerenciamento da cadeia de suprimentos; sazonalidade; disponibilidade e falta de homogeneização da matéria-prima; qualidade e eficiência do produto alternativo (o qual não é economicamente competitivo com os tradicionais); e falta de normas e regulamentos técnicos. Contudo, dentre os pontos fortes, está a possibilidade de gerar produtos químicos e energia de base biológica.

O cenário mundial caracterizado pelo desperdício de recursos, excesso de população, ameaça de aquecimento global e escassez de recursos fósseis demanda estratégias sustentáveis e inovadoras para a destinação dos RSOb.

Antes de propor uma destinação para um RSOb, há a necessidade de caracterizá-lo, já que a sua composição definirá a forma de valorização mais adequada à condição que ora se apresenta: seja a valorização de 1ª geração (por exemplo: compostagem e digestão anaeróbia) (LIM; LEE; WU, 2016; VAN et al., 2020) ou a de 2ª geração (por exemplo: produção de enzimas e bioplásticos) (BARAMPOUTI et al., 2019; VEA; ROMEO; THOMSEN, 2018).

Contudo, caracterizar amostras de RSOb é um desafio, principalmente pela falta de uma normatização amplamente aceita referente às técnicas analíticas que são utilizadas (CAZAUDEHORE et al., 2019; LANGE et al., 2002). Além disso, nota-se que a inadequação de muitos métodos que estão sendo utilizados é pouco discutido em publicações científicas e em eventos científicos da área. Uma das razões pode ser a dificuldade em reproduzir os métodos, e, portanto, de fazer uma afirmação quanto à inadequação.

Técnicas laboratoriais utilizadas para a caracterização físico-química-biológica dos RSOb tendem a envolver várias etapas e a demandarem muito tempo, fatores que restringem a

aplicabilidade em escala industrial. Propostas como o uso da espectroscopia no infravermelho próximo (CHARNIER et al., 2017) e o emprego de modelos preditivos (RODRIGUES et al., 2019) pretendem superar esses desafios. Entretanto, o sucesso de tais propostas dependem de técnicas analíticas de referência, que sejam adequadas à análise de RSOb e que forneçam resultados fidedignos, os quais serão garantidos, dentre outros fatores, por parâmetros de validação como a reprodutibilidade.

Há um grande volume de estudos experimentais com RSOb, contudo, não foram encontrados estudos que avaliassem e discutissem se os métodos utilizados para a caracterização desse tipo de amostra tem sido descritos de forma suficiente a permitir sua reprodução por terceiros.

O presente trabalho realizou uma revisão sistemática da literatura cujo foco foram estudos nos quais a amostra alvo são os RSOb. O objetivo foi verificar alguns aspectos relacionados à caracterização da matéria orgânica de RSOb, tais como se a destinação escolhida para esses resíduos influencia nas técnicas analíticas utilizadas na caracterização; se os métodos empregados são originalmente propostos para a análise desse tipo de amostra; e se os métodos utilizados são descritos de forma a permitir sua reprodução por outros pesquisadores.

Frente a indisponibilidade de métodos padronizados para a caracterização de RSOb, este trabalho é um material de consulta que reúne uma parcela significativa das técnicas analíticas e métodos que estão sendo empregados para caracterizar matéria orgânica em diferentes cenários de destinação de RSOb. Além disso, alerta e direciona pesquisas futuras quanto à forma de relatar os métodos utilizados na caracterização de RSOb, a fim de garantir a sua reprodução.

2 HIPÓTESES E OBJETIVOS

Hipótese A: As técnicas analíticas utilizadas para caracterizar matéria orgânica em RSOb variam de acordo com a destinação escolhida para esse tipo de resíduo.

Objetivos específicos:

A1 – Identificar quais formas de destinação tem sido estudadas para RSOb;

A2 – Identificar as técnicas analíticas mais frequentemente empregadas para caracterizar matéria orgânica em RSOb;

A3 – Relacionar a forma de destinação dos RSOb com as respectivas técnicas analíticas utilizadas para caracterizar a amostra.

Hipótese B: Os métodos/referências que tem sido empregados na caracterização da matéria orgânica de RSOb não foram originalmente propostos para a análise desse tipo de amostra.

Objetivos específicos:

B1 – Identificar os métodos/referências citados para cada uma das técnicas analíticas levantadas no objetivo A2;

B2 – Identificar para que tipo de amostra foram originalmente propostos os métodos/referências levantados no objetivo B1;

B3 – Determinar a frequência de uso de cada um dos métodos/referências citados.

Hipótese C: As informações fornecidas em relação aos métodos utilizados para caracterizar matéria orgânica em RSOb são insuficientes para que outros pesquisadores possam reproduzir os experimentos.

Objetivos específicos:

C1 – Identificar quais informações são fornecidas em relação aos métodos listados no objetivo B1;

C2 – Verificar se as informações fornecidas pelos autores em relação aos métodos utilizados para a caracterização de RSOb são suficientes para a reprodução dos experimentos.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Resíduos Sólidos Orgânicos biodegradáveis (RSO_b)

3.1.1 Definição

O marco legal que baliza as discussões sobre os resíduos sólidos em território brasileiro, a Lei nº 12.305/2010 que instituiu a Política Nacional de Resíduos Sólidos (PNRS) (BRASIL, 2010), faz menção ao termo "resíduos sólidos orgânicos", mas não o define. No artigo 36, inciso V, o termo "resíduos sólidos orgânicos" está associado ao termo "compostagem", o que permite inferir que esse tipo de resíduo é biodegradável.

Sete anos após a instituição da PNRS, a Resolução CONAMA nº 481/2017, no artigo 2, inciso XI, define o termo "resíduos orgânicos" como "fração orgânica dos resíduos sólidos, passível de compostagem, sejam eles de origem urbana, industrial, agrossilvipastoril ou outra" (BRASIL, 2017).

Apesar da PNRS empregar o termo "resíduos sólidos orgânicos" e a Resolução CONAMA nº 481/2017 apenas "resíduos orgânicos", pela definição apresentada na Resolução CONAMA está claro que os "resíduos orgânicos" são "sólidos" e, em ambas as normativas, que tais resíduos são passíveis de biodegradação. Portanto, no presente estudo, adotou-se o termo "resíduos sólidos orgânicos biodegradáveis", cuja definição se mantém a mesma daquela apresentada pela Resolução CONAMA nº 481/2017.

Ressalta-se que não há padronização internacional em relação ao termo adotado no presente estudo, o que dependerá do contexto no qual o termo está inserido. Como exemplo, a normativa da Comissão das Comunidades Européias, COM (2008) 811, utiliza o termo "resíduos biodegradáveis" ou "bio-resíduos", cuja abrangência é mais restrita em comparação àquela apresentada pela Resolução CONAMA nº 481/2017:

> Consideram-se bio-resíduos os resíduos biodegradáveis de jardins e parques, os resíduos alimentares e de cozinha das habitações, dos restaurantes, das unidades de catering e retalhistas e resíduos similares das unidades de transformação de alimentos. Esta definição não inclui os produtos residuais silvícolas e agrícolas, o estrume, as lamas de depuração nem outros resíduos biodegradáveis como os têxteis naturais, o papel ou a madeira transformada. Exclui também os subprodutos da produção alimentar que nunca se transformaram em resíduos (COMISSÃO DAS COMUNIDADES EUROPEIAS, 2008).

3.1.2 Características dos RSOb: biodegradabilidade, heterogeneidade, problemas e oportunidades

Os RSOb apresentam duas características principais que lhes distinguem dos demais tipos de resíduos existentes: a heterogeneidade somada à biodegradabilidade. Tais características influenciam nas decisões que envolvem a gestão e o gerenciamento dos RSOb.

A heterogeneidade dos RSOb é reflexo das diversas origens das quais esses resíduos podem provir (urbana, industrial, agrossilvipastoril ou outra) atrelada às questões climáticas e sócio-econômicas locais.

A biodegradabilidade dos RSOb se dá pelo fato desses resíduos ainda apresentarem componentes passíveis de aproveitamento microbiano. Os micro-organismos consomem a fração orgânica biodegradável (carboidratos, proteínas e lipídeos) para manterem-se vivos e gerarem novas células. Concomitantemente, a matéria orgânica biodegradável dos resíduos é estabilizada, transformando-se em biomassa microbiana e em compostos intermediários (por exemplo: ácidos graxos voláteis; hidrogênio) e/ou finais (por exemplo: dióxido de carbono; metano) (ANGELIDAKI; SANDERS, 2004).

O processo de biodegradação de RSOb pode ser afetado por dois grupos de fatores: 1) os relacionados ao ambiente - concentração de oxigênio, temperatura, pH, umidade, salinidade, disponibilidade de doadores e aceitadores de elétrons, concentração dos produtos químicos, etc.; 2) e os relacionados aos próprios RSOb - relação carbono/nitrogênio, tamanho das partículas, teor de nutrientes, presença de lignina e polissacarídeos estruturais, etc. (MAO et al., 2015; REYES-TORRES et al., 2018).

Quando disposto em local inadequado, os RSOb se tornam um problema pelo fato de serem biodegradáveis: a decomposição pode gerar odores desagradáveis, emitir gases de efeito estufa e produzir chorume (líquido com elevada carga orgânica). O resultado é a contaminação ambiental (ar, solo e água), além de prejuízos sociais e econômicos (EL-FADEL; FINDIKAKIS; LECKIE, 1997; FERRONATO; TORRETTA, 2019).

Um agravante à biodegradabilidade é a geração de RSOb em todo o mundo. Dados sobre a quantificação mundial de RSOb não estão disponíveis, o que pode ser justificado pela origem heterogênea desses resíduos. Contudo, é possível se ter uma noção quantitativa a partir de um dos componentes dos RSOb: a fração orgânica dos resíduos sólidos urbanos (FORSU). No Brasil, no ano de 2012, foi estimado que de um total de aproximadamente 57 milhões de toneladas de resíduos sólidos urbanos (RSU) coletados, 51,4% representavam a fração orgânica (ABRELPE ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE EMPRESAS DE LIMPEZA PÚBLICA E

RESÍDUOS ESPECIAIS, 2012). Vale ressaltar que há uma carência de dados quantitativos atuais sobre a FORSU brasileira. Além disso, Franceschi et al. (2017) apontaram limitações e inconsistências nos dados anuais (2003 a 2014) divulgados pela Associação Brasileira de Empresas de Limpeza Pública e Resíduos Especiais (ABRELPE), nos respectivos Panoramas dos Resíduos Sólidos no Brasil. Para fins comparativos, nas grandes cidades da Europa, a fração orgânica representa de 40 a 60% dos RSU gerados (FAVA et al., 2015).

Os problemas decorrentes dos RSOb podem se transformar em oportunidades dentro da economia circular: a valorização desses resíduos permite que os produtos deles gerados supram necessidades em novos ciclos, agregando valor ao que antes era desperdiçado e demandava gastos (financeiros, ambientais e sociais). A valorização dos RSOb pode ser realizada de diversas maneiras, as quais são classificadas em valorização de primeira e de segunda geração.

As estratégias de valorização de primeira geração utilizam os resíduos por completo, da maneira como se apresentam, limitando-se à pré-tratamentos quando necessário. Alguns exemplos de estratégias de primeira geração: uso como ração animal; produção de condicionadores de solo a partir da digestão anaeróbia e compostagem; geração de energia utilizando a digestão anaeróbia ou a combustão, entre outros (KUSCH et al., 2014; VEA; ROMEO; THOMSEN, 2018).

Por outro lado, as estratégias de valorização de segunda geração têm como foco frações específicas dos resíduos (por exemplo: açúcares, amido, lipídios, fenóis, fitoquímicos, aminoácidos, pectina), pois o objetivo é melhorá-las ou convertê-las em produtos-alvo definidos que tenham maior valor agregado no mercado (KUSCH et al., 2014; VEA; ROMEO; THOMSEN, 2018).

A oportunidade em relação aos RSOb reside no fato de ainda apresentarem componentes passíveis de aproveitamento e/ou transformação. Portanto, é fundamental conhecer as propriedades de tais resíduos, visando a melhor destinação dentro das condições que ora se apresentam.

3.1.3 Caracterização de RSOb

A análise de amostras orgânicas biodegradáveis deve ser realizada imediatamente após a coleta. Caso não seja possível (seja pela amostragem ser realizada em locais distantes do local de análise ou pelos testes laboratoriais serem demorados), as amostras devem ser armazenadas de forma a interromper a atividade biológica (arrefecimento entre 4 e 0 °C (por dias) ou o congelamento à 18 °C), evitando a modificação das características originais (POGNANI et al., 2012).

Como abordado anteriormente, os RSOb são amostras heterogêneas, o que exige cuidado no preparo da amostra para a análise, a fim de garantir a sua representatividade. O método de amostragem dependerá da natureza do resíduo, sendo que quanto menos homogênea estiver a amostra, maior a massa que deverá ser utilizada na análise (SOUZA et al., 2016).

Os RSOb geralmente são caracterizados quanto ao conteúdo de sólidos (totais, voláteis e fixos), de carbono orgânico, celulose, lignina, testes de lixiviação, entre outros. Quando se pretende determinar a estabilidade de degradação, são utilizados testes como o potencial bioquímico de metano (PBM) ou testes de respirometria (BAYARD et al., 2016; COBO; LÓPEZ; LOBO, 2008; FISGATIVA et al., 2017; FISGATIVA; TREMIER; DABERT, 2016; TRIOLO et al., 2011).

Essas análises mencionadas serão denominadas de “técnicas analíticas” no presente trabalho, sendo que cada técnica analítica pode apresentar mais de um método pelo qual pode ser executada. Dessa forma, “técnica analítica” refere-se a um princípio analítico específico, enquanto que “método” refere-se aos processos e à respectiva ordem de execução a fim de atingir um resultado desejado.

Para a escolha de um método, Schumacher (2002) elenca alguns fatores que devem ser considerados, desde a preparação até a quantificação da amostra: facilidade de uso, preocupação com saúde e segurança, custo, taxa de amostragem e comparabilidade com os métodos de referência padrão.

A escolha dos métodos de análise para RSOb é um desafio: não há métodos específicos para esse tipo de amostra e a literatura no assunto ainda é escassa e imprecisa. Nesse cenário, é recorrente o uso de métodos originalmente desenvolvidos para a análise de amostras de água, águas residuárias e solo, correndo-se o risco dos resultados não serem fiéis às características das amostras de RSOb (LANGE et al., 2002).

3.2 Reprodutibilidade científica

A reprodutibilidade refere-se à realização de um experimento utilizando o mesmo método, mas com operadores, laboratórios e equipamentos diferentes, expressando, portanto a precisão entre laboratórios (SOUZA et al., 2016).

A reprodução de um experimento é possível quando são fornecidas informações suficientes sobre os métodos empregados. As omissões são feitas com vantagem, ou seja, não prejudicam o trabalho de quem irá reproduzir o experimento. A omissão com vantagem pode ser compreendida de maneira didática a partir do exemplo que segue:

> Para assar um bom pedaço de pão, não basta saber que ele contém farinha. Nem é suficiente saber que contém farinha, água, sal e fermento. A marca da farinha pode ser omitida da receita com vantagem, assim como o dia da semana em que o pão foi assado. Mas a proporção de ingredientes, as operações, o tempo e a temperatura do forno não podem (STARK, 2018, tradução nossa).

Atualmente não há um consenso quanto à definição do termo "reprodutibilidade científica" (GOODMAN; FANELLI; IOANNIDIS, 2018), mas é de comum acordo que o avanço científico ocorre quando os resultados de um pesquisador são confirmados por outros pesquisadores, garantindo, assim, a credibilidade desses resultados. Além disso, o avanço científico é mais rápido à medida que menos tempo é perdido na busca de pistas falsas (FIDLER; WILCOX, 2018).

Uma pesquisa da revista científica *Nature*, realizada no ano de 2016 com 1.576 pesquisadores, os quais responderam a um questionário *on-line* sobre reprodutibilidade em pesquisas, revelou que mais de 70% dos pesquisadores falharam ao tentar reproduzir os experimentos de outro pesquisador (reprodutibilidade), enquanto que mais da metade não conseguiu reproduzir seus próprios experimentos (repetibilidade) (BAKER, 2016).

É crescente a preocupação dos pesquisadores de diversas áreas quanto à reprodutibilidade (e repetibilidade) dos estudos que têm sido publicados (LARAWAY et al., 2019): enquanto uns dizem que o período é de "crise da reprodutibilidade" (BAKER, 2016), outros encaram a fase como sendo uma "revolução da credibilidade" (VAZIRE, 2018).

Independente do ponto de vista, Munafò et al. (2017) afirmam que há espaço substancial para melhorias quanto às práticas científicas, a fim de maximizar a eficiência dos esforços científicos e dos investimentos financeiros depositados na ciência. Os autores propõe medidas relacionadas aos métodos, à comunicação e divulgação, à reprodutibilidade em si, à avaliação e à incentivos para combater as ameaças à reprodutibilidade científica. Tais medidas devem ser adotadas por todos os atores envolvidos com a ciência: pesquisadores, instituições, periódicos e financiadores.

3.3 Revisão sistemática da literatura

A revisão da literatura consiste em selecionar, ler e resumir estudos já realizados a fim de compreender qual a fronteira do conhecimento em determinado tema, sendo, portanto, uma ferramenta indispensável ao avanço da ciência, já que a geração de conhecimento não se inicia totalmente do marco zero, mas sim a partir de conhecimentos preexistentes.

Uma revisão de literatura é um estudo secundário, pois estabelece conclusões a partir de outros estudos, que podem ser primários (investigações originais) ou secundários, como a própria revisão (CAMPANA, 1999).

Dependendo do propósito para o qual se realiza uma revisão da literatura, pode-se optar entre dois métodos principais: o método não sistemático ou o método sistemático. A principal diferença entre esses dois métodos pode ser compreendida ao interpretar as próprias denominações: algo não sistemático implica que não exige rigor em sua realização quando comparado com algo sistemático.

A revisão não sistemática (também conhecida como revisão narrativa, clássica ou tradicional) emprega métodos subjetivos para buscar, selecionar e interpretar dados. A ausência de regras explícitas pode influenciar a escolha de estudos que promovam ou reforcem a visão do próprio autor sobre um tema (PAI et al., 2004). Contudo, esse viés pode ser evitado quando opta-se pela revisão sistemática, já que esta exige que os métodos de busca, seleção e análise dos estudos sejam descritos de forma explícita em um protocolo (CENTRE FOR REVIEWS AND DISSEMINATION, 2009).

O protocolo é a ferramenta chave contra a arbitrariedade durante a condução de uma revisão da literatura, pois contém a pergunta a ser respondida pela revisão e os critérios de inclusão e exclusão dos documentos que serão obtidos a partir de uma busca planejada. Utilizando o protocolo como guia, a condução da revisão por parte do grupo torna-se consistente, garantindo integridade e transparência ao produto final (MOHER et al., 2015). Além disso, as informações descritas no protocolo devem ser detalhadas de maneira que garantam a rastreabilidade dos estudos incluídos e permitam a repetibilidade da revisão realizada (LANGER; HADDAWAY; LAND, 2015).

A pergunta da revisão sistemática deve ser respondida com base em documentos revisados por pares, mas também deve incluir a chamada literatura cinzenta, a qual refere-se a documentos não controlados por editoras comerciais, pois a publicação não é a atividade principal do órgão produtor. Contudo, a literatura cinzenta é protegida por direitos de propriedade intelectual e apresenta qualidade suficiente para ser preservada por bibliotecas e repositórios institucionais (LANGER; HADDAWAY; LAND, 2015; SCHÖPFEL, 2010).

Originalmente, a revisão sistemática foi desenvolvida para uso na área da saúde (BIOLCHINI et al., 2007), mas outras áreas do conhecimento também a adotaram devido a sua capacidade de (KITCHENHAM, 2004):

- resumir evidências (benefícios e limitações) de uma tecnologia ou tratamento;

- fornecer bases científicas que suportem novas pesquisas;
- identificar *gaps* em pesquisas atuais a fim de sugerir novas pesquisas;
- examinar até que ponto as evidências empíricas sustentam/contradizem hipóteses teóricas;
- auxiliar na geração de novas hipóteses.

Não há um formato universal a ser seguido para elaborar uma revisão sistemática. Entretanto, existem guias de organizações internacionais como:

- *Cochrane Handbook for Systematic Reviews of Interventions* (HIGGINS; GREEN, 2011);
- *Centre for Reviews and Dissemination guidance for undertaking systematic reviews* (CENTRE FOR REVIEWS AND DISSEMINATION, 2009);
- *How to review the evidence: systematic identification and review of the scientific literature - Handbook series on preparing clinical practice guidelines* (AUSTRALIAN NATIONAL HEALTH AND MEDICAL RESEARCH COUNCIL, 2000).

Esses guias são algumas das referências no assunto e, a partir deles, surgiram diversas adaptações e rearranjos para serem aplicados em temas específicos. Um exemplo é o trabalho de Kitchenham (2004), que propõe um guia para elaborar revisão sistemática na área de engenharia de *software*.

De forma geral, Kitchenham (2004) divide a elaboração da revisão sistemática em três fases sequenciais e iterativas:

1) Planejamento da revisão – o primeiro passo é verificar se é necessário realizar a revisão sistemática. Em caso positivo, iniciasse-se a elaboração do protocolo de busca.

2) Condução da revisão – consiste em aplicar (e aprimorar quando necessário) o protocolo.

3) Apresentação da revisão – sintetizar e publicar os resultados da revisão sistemática.

A fim de identificar as áreas do conhecimento que estão fazendo uso da revisão sistemática, bem como obter a evolução quantitativa do uso desse estudo secundário ao longo do tempo, realizou-se a seguinte busca no Scopus, em junho de 2019:

- *string* de busca em inglês: “systematic review” OR “systematic literature review” OR “systematic bibliographic review”;

- campos de busca: título do artigo, resumo e palavras-chave;
- ano de busca: até 2018.

No período considerado, a maior parte das revisões sistemáticas registradas no banco de dados *Scopus* é da área da saúde (87%), enquanto que os outros 13% são pertencentes as mais diversas áreas do conhecimento, como: Ciências sociais; Artes e Humanidades; Ciências agrárias e biológicas; Ciências da computação; Negócios, gestão e contabilidade; Ciências dos Materiais; Física e Astronomia; Química; e Ciências da decisão (Figura 1-1).

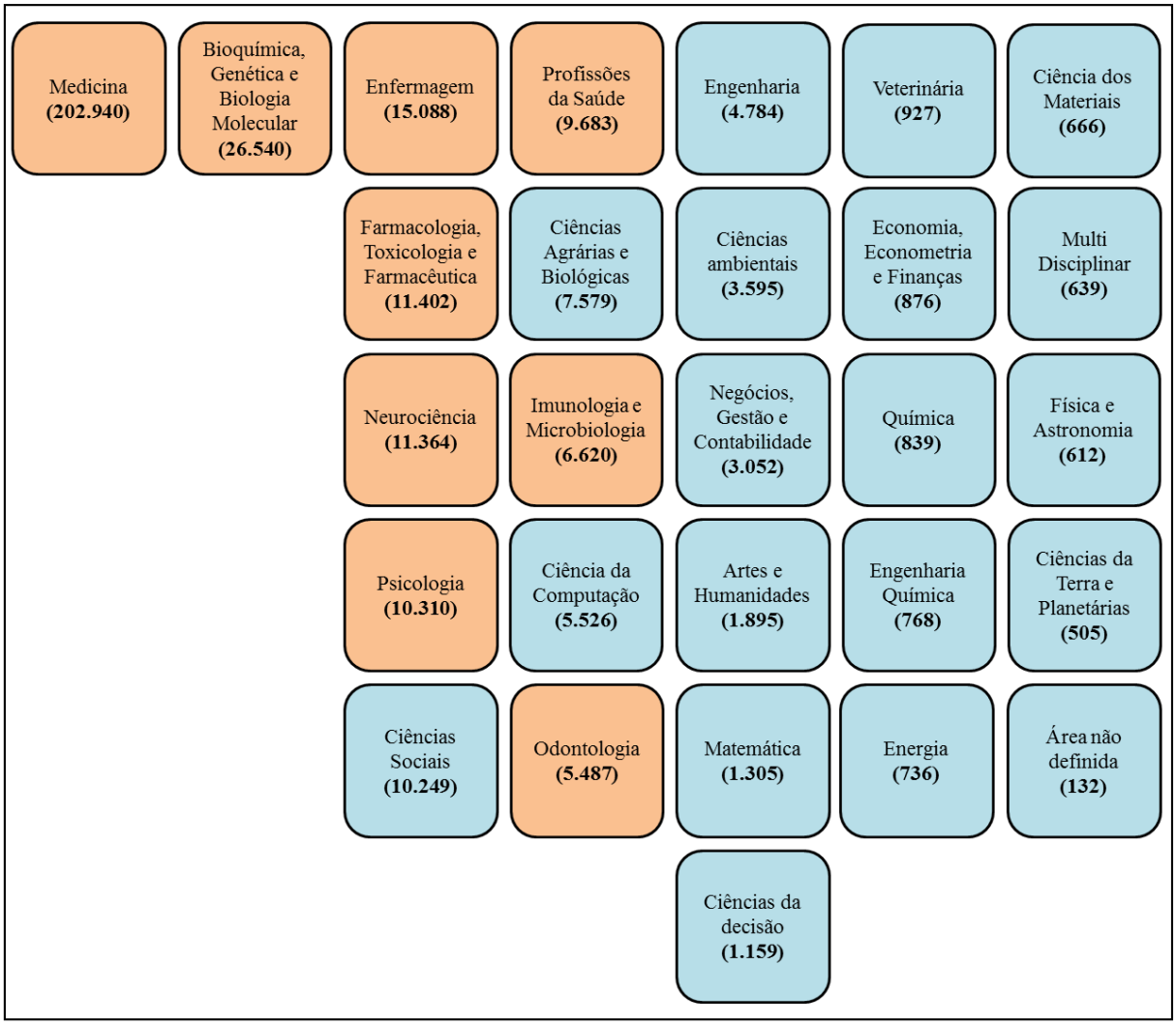
O primeiro registro no *Scopus* com o termo "revisão sistemática" é do ano de 1889, ou seja, são 129 anos de uso da revisão sistemática até o ano de 2018. Esse dado mostra que a revisão sistemática não é uma prática recente. Contudo, segundo Biolchini et al. (2007), a revisão sistemática ganhou força apenas na década de 1970, com o desenvolvimento de novas propostas metodológicas para a integração de resultados de estudos primários, assim como diversas aplicações desenvolvidas nas Ciências sociais.

Os dados das Figuras 1-1 e 1-2 corroboram com Biolchini et al. (2007): na Figura 1-1 verifica-se que as Ciências sociais se posicionam logo atrás da área da saúde em quantidade de revisões sistemáticas publicadas e na Figura 1-2 percebe-se um aumento nas publicações de revisões sistemáticas a partir de 1970.

A revisão sistemática, como ferramenta de construção do conhecimento, ainda é majoritariamente utilizada na área da saúde, na qual se originou. Entretanto, o uso da revisão sistemática já é perceptível em praticamente todas as áreas do conhecimento (Figura 1-1).

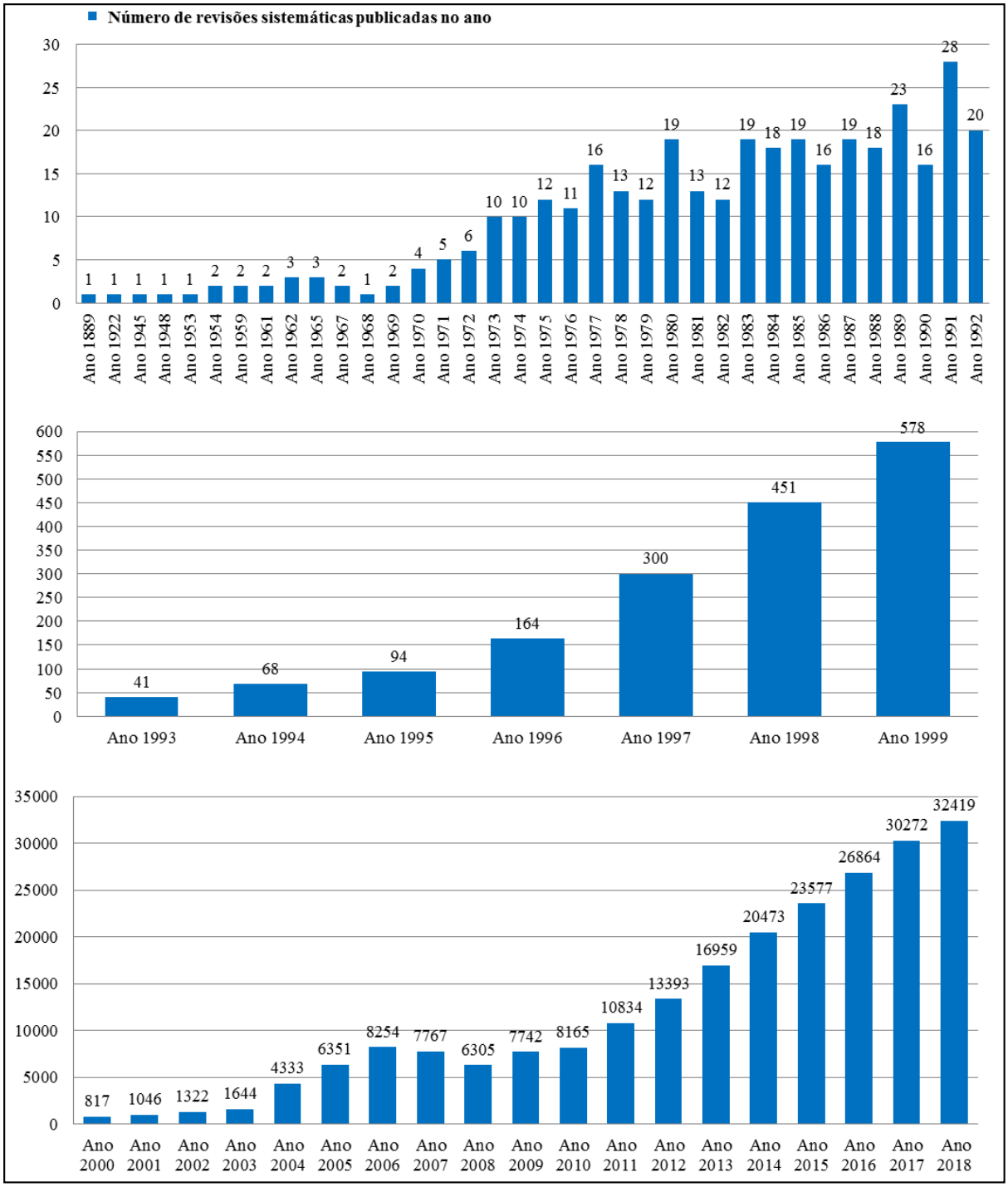
O emprego de métodos sistemáticos para integrar descobertas e discutir dados contraditórios de estudos primários torna-se essencial, principalmente no cenário atual de intensa produção científica, o que pode ser verificado pela expressiva produção de revisões sistemáticas nos anos de 2016 a 2018: em média, 29.800 revisões sistemáticas por ano, as maiores produções de todo o período considerado (Figura 1-2).

Figura 1-1 Áreas do conhecimento e respectivas quantidades de revisões sistemáticas (entre parêntesis) publicadas até o ano de 2018



Fonte: Autoria própria, com base em dados do *Scopus*.
Legenda: Em laranja – áreas relacionadas à saúde; Em azul – demais áreas. As áreas foram organizadas quantitativamente em colunas em relação ao número de revisões sistemática publicadas.

Figura 1-2 Histórico quantitativo de revisões sistemáticas registradas no banco de dados *Scopus* até o ano de 2018



Fonte: Autoria própria, com base em dados do Scopus.

4 MATERIAL E MÉTODOS

As hipóteses do presente estudo foram testadas a partir de informações contidas em estudos primários na área de RSOb. Devido ao grande volume de estudos primários cujo foco são amostras de RSOb, optou-se por realizar uma revisão sistemática da literatura, a fim de minimizar o viés na busca, seleção e análise dos documentos que foram utilizados para testar as hipóteses. Além disso, a exigência de elaborar um protocolo para conduzir a revisão sistemática torna o processo transparente e permite que o resultado final seja atualizado futuramente, utilizando-se o mesmo protocolo ou modificando-o.

Na Figura 1-3 apresenta-se um esquema que sintetiza o caminho percorrido para a elaboração da presente revisão sistemática. Esse esquema é apresentado de forma a interagir com o leitor e tem como alvo o método da revisão sistemática (e não o tema específico da presente pesquisa), pois a intenção é auxiliar àqueles que pretendem realizar uma revisão sistemática, principalmente aos iniciantes, para que tenham uma noção de todas as etapas.

Figura 1-3 Esquema das principais etapas envolvidas na elaboração de uma revisão sistemática da literatura

Você tem dúvidas sobre um determinado assunto e tem a impressão de não ter encontrado materiais que as esclareçam?

1 Escreva em forma de **pergunta(s)** sua dúvida(s).

2 Faça uma **revisão bibliográfica** a fim de confirmar a inexistência de materiais que respondam satisfatoriamente essa(s) pergunta(s). Se respostas satisfatórias não forem encontradas, você já tem uma **justificativa** para realizar uma **revisão sistemática da literatura.**

3 Antes de iniciar a elaboração da revisão sistemática, **familiarize-se com o método** desse tipo de estudo: busque guias sobre o tema e exemplos de revisões sistemáticas publicadas.

4 Defina se a revisão sistemática será realizada **apenas por você ou por uma equipe**.

5 Elabore um **protocolo** para a revisão sistemática. Alguns **itens básicos** a considerar:

- ✓ Perguntas a serem respondidas pela revisão;
- ✓ Objetivos da revisão;
- ✓ Justificativa da revisão;
- ✓ Palavras-chave e *string* de busca;
- ✓ Restrições da busca (tipo de documento, período de publicação, etc.);
- ✓ Bancos de dados que serão utilizados na busca;
- ✓ Critérios de inclusão e exclusão dos documentos;
- ✓ Informações que serão extraídas dos documentos selecionados.

6 **Teste e aperfeiçoe o protocolo:** simule a busca dos documentos nos bancos de dados, utilizando a *string* de busca; faça verificações de adequação do protocolo, por exemplo, se o formato da *string* está adequada aos bancos de dados, se o número de documentos retornados é adequado, etc. Faça anotações sobre os testes realizados e modifique o protocolo até que o julgue adequado à revisão sistemática proposta.

7 **Conduza a revisão sistemática com o protocolo:** utilize a *string* de busca elaborada para buscar os documentos nos bancos de dados; selecione os documentos de acordo com os critérios de inclusão e exclusão pré-estabelecidos; faça a extração de informações dos documentos selecionados.

8 **Analise e relacione as informações extraídas** a fim de responder à(s) pergunta(s) da revisão (faça uma análise crítica do material coletado, compare, utilize gráficos, esquemas, etc. Seja criativo!).

Fonte: Autoria própria.

Ainda em relação à Figura 1-3, são apresentadas algumas considerações complementares:

- Realizar uma revisão sistemática da literatura demanda investimento substancial de tempo e esforço. É uma metodologia rigorosa e repetitiva que exige planejamento e cuidado a cada etapa. Caso a revisão seja realizada por uma equipe, é importante que todos estejam conscientes desses fatores antes de começar, pois a revisão exigirá comprometimento contínuo até que seja finalizada.
- A leitura de guias e revisões sistemáticas publicadas não substitui o treinamento formal no método de revisão sistemática. Procure por cursos, por pessoas que trabalham com o método (ou que já o realizaram) e por orientações/aconselhamento em plataformas *online* de organizações envolvidas com a publicação de revisões sistemáticas, como por exemplo, a *Collaboration for Environmental Evidence.*
- Pense na publicação da revisão antes de iniciá-la: após ter um esboço do protocolo da revisão, procure por possíveis periódicos para publicá-la. Veja se o periódico aceita a publicação de revisões sistemáticas e, em caso positivo, estude em quais condições. Alguns já exigem que o protocolo seja submetido antes mesmo de se iniciar a revisão propriamente dita.
- Documente todos os detalhes possíveis do que é realizado durante a elaboração da revisão sistemática: anote o motivo de cada escolha/alteração, datas de realização de cada atividade, mantenha arquivado os documentos rejeitados, bem como as planilhas de extração dos dados. Logicamente, nem todas as informações serão publicadas, mas auxiliarão no processo de elaboração da revisão a ser publicada.

4.1 Protocolo da revisão sistemática: informações gerais

A equipe da revisão sistemática foi composta pela coordenadora da pesquisa (Carolina Ibelli Bianco) e por mais três revisores (Juliana Argente Caetano, André Luis Gomes Simões e Túlio Queijo de Lima), todos membros do Núcleo de Estudo e Pesquisa em Resíduos Sólidos (NEPER), vinculado ao Departamento de Engenharia Hidráulica e Saneamento da Escola de Engenharia de São Carlos – Universidade de São Paulo. Todos participaram da elaboração do protocolo e da seleção dos documentos até o segundo filtro. O terceiro filtro foi executado apenas pela coordenadora da pesquisa, assim como a análise das informações.

O protocolo foi elaborado baseando-se principalmente em dois materiais: o Guia da *Collaboration For Environmental Evidence* (2013), direcionado à área ambiental, e o relatório técnico de Kitchenham (2004), que apesar de ter como foco a engenharia de *software*, apresenta

conteúdo aplicável a qualquer área.

A estrutura do protocolo foi dividida em quatro pilares principais e seus respectivos itens componentes:

i. justificativa, perguntas e objetivos da revisão sistemática;
ii. banco de dados e *string* de busca;
iii. critérios de inclusão e exclusão de documentos (filtros 1, 2 e 3);
iv. informações a serem extraídas dos documentos selecionados.

O desenvolvimento dos itens do protocolo compreende definir a justificativa, perguntas e objetivos da revisão; escolher os bancos de dados e elaborar a *string* de busca; definir os critérios de inclusão e exclusão dos documentos; além de deixar claro quais informações serão extraídas dos documentos selecionados.

Em busca de informações que auxiliassem no desenvolvimento dos itens do protocolo, realizou-se uma revisão bibliográfica preliminar na área de RSOb (sem o rigor de uma revisão sistemática) a fim de localizar fontes primárias (livros, artigos, teses, dissertações, Anais de eventos, periódicos, bases de dados, etc.) que fossem úteis ao processo (CONFORTO; AMARAL; SILVA, 2011).

A partir do conhecimento prévio dos revisores, somada às informações levantadas na revisão bibliográfica preliminar, reuniões foram realizadas a fim de desenvolver os itens do protocolo. Com o intuito de otimizar as reuniões, quanto à qualidade e ao tempo de obtenção do resultado, utilizou-se um método de tomada de decisão: o método dos seis chapéus do pensamento (BONO, 1986). Esse método permite explorar um assunto sob as diferentes perspectivas do pensamento (informação, emoção, criatividade, esperança, dúvida e lógica). O diferencial é que cada perspectiva é explorada em um momento específico, uma de cada vez, evitando a confusão do pensamento e a possível perda de ideias.

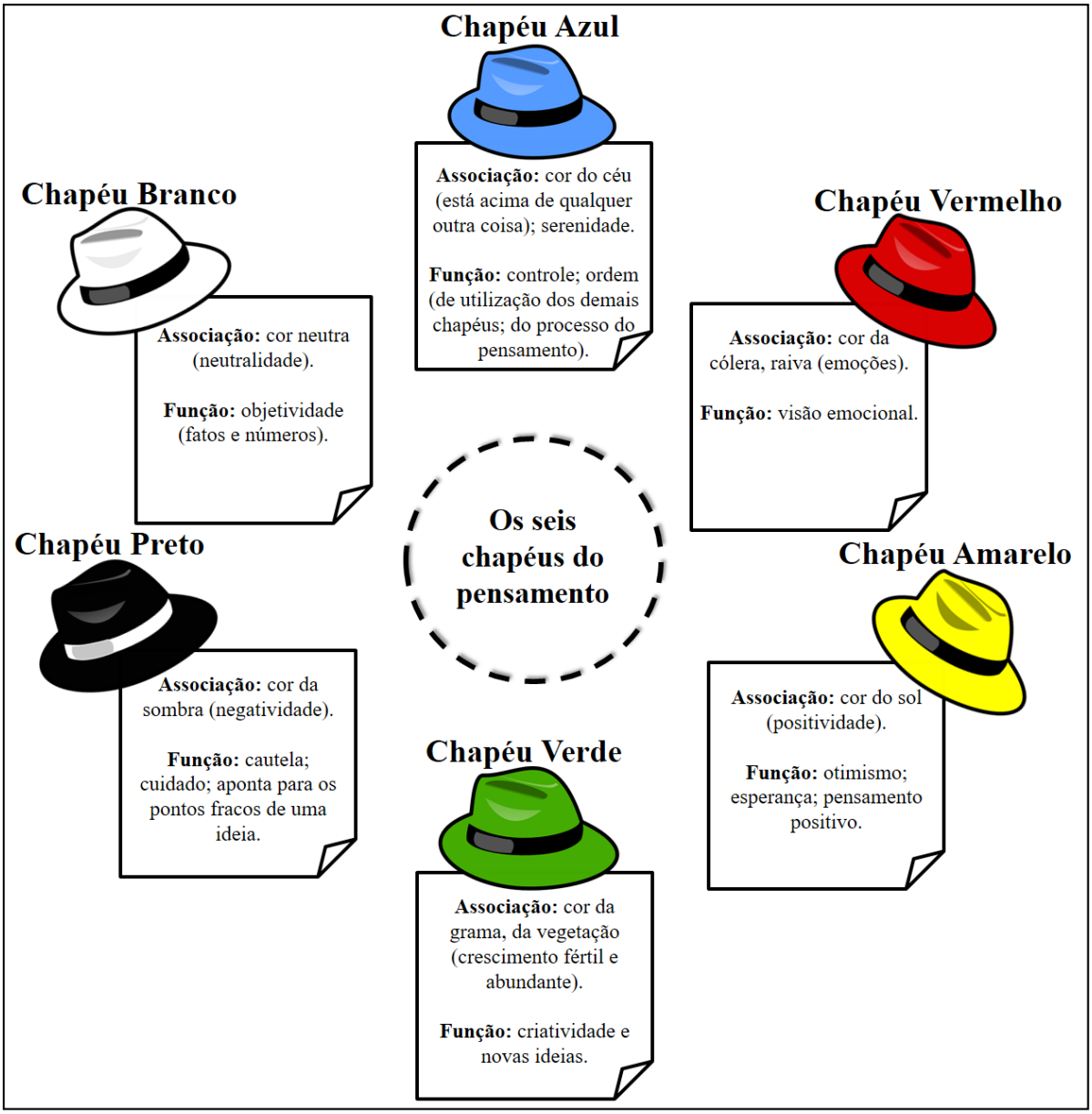
O método dos seis chapéus do pensamento potencializa a tomada de decisão em grupo, pois todos exploram determinada perspectiva ao mesmo tempo. Os pensamentos são expostos paralelamente, ou seja, ninguém responde ao que a última pessoa falou, apenas acrescenta uma ideia ao lado das que já foram ditas. Como consequência, um assunto é explorado em sua totalidade e com rapidez, pois não surgem debates a cada etapa. Isso não quer dizer que não haja pensamentos contraditórios: eles existem e são considerados da mesma forma. Se mais tarde for imprescindível optar por uma das posições, uma escolha será feita. Caso não seja possível tomar uma decisão, o projeto terá que incluir ambas as possibilidades (BONO, 1986).

A escolha do método dos seis chapéus do pensamento deu-se por ser de fácil

compreensão e aplicação devido à metáfora que relaciona cada uma das cores dos seis chapéus com uma função do pensamento (Figura 1-4). A seguir, apresenta-se com detalhes a função de cada chapéu em uma reunião para a tomada de decisão:

- chapéu azul – utilizado no início e no encerramento da reunião. No início, tem a função de expor o motivo da reunião, definir o objetivo a ser atingido, bem como a sequência de chapéus a ser utilizada e o tempo de cada participação/rodada. No final da reunião, tem a função de resumir o que foi alcançado (resultados e conclusões) e propor tópicos para a próxima reunião, se necessário.
- chapéu branco - relatar os pensamentos óbvios/informações em relação ao item em foco (nesse momento, são apresentados os conhecimentos prévios dos participantes e as informações coletadas de fontes primárias, a partir da revisão bibliográfica preliminar);
- chapéu verde: ao contrário do chapéu branco, o chapéu verde permite ir além dos limites da obviedade e propor pensamentos que sejam inéditos, que modifiquem e melhorem aquilo de comum trazido pelo chapéu branco; o uso desse chapéu exige um tempo maior para o esforço criativo individual antes de pronunciar-se;
- chapéu vermelho: momento de expressar a intuição, sentimentos e emoções em relação às propostas levantadas pelos chapéus branco e verde; não é preciso explicar nem de justificar o que foi falado;
- chapéu amarelo: com esse chapéu devemos avaliar os tópicos levantados de forma a encontrar seus benefícios. Uma fundamentação/justificativa deve ser apresentada. Contudo, se não for possível fazê-la, o que for falado será considerado como uma especulação positiva;
- chapéu preto: momento de apontar os erros de raciocínio, avaliar os riscos e questionar o que já foi exposto. Durante a reunião, os membros do grupo devem fazer anotações das observações críticas que lhes surgirem e apresentá-las somente quando o chapéu preto estiver em uso.

Figura 1-4 Os seis chapéus do pensamento de Edward de Bono: associação entre o significado das cores dos chapéus e as funções do pensamento



Fonte: Autoria própria. As imagens dos chapéus foram obtidas em *www.pinclipart.com*.

Não existe uma ordem correta para uso dos chapéus, tampouco é necessário utilizar todos os chapéus. Qualquer sequência que faça sentido com uma “estratégia de pensamento” é válida e consequentemente funcionará (BONO, 1986).

No Apêndice 1A encontra-se um exemplo de como o método dos seis chapéus do pensamento foi aplicado no desenvolvimento de um dos itens do protocolo: a escolha dos bancos de dados. Os demais itens foram desenvolvidos de maneira similar.

4.2 Protocolo da revisão sistemática: justificativa, questões e objetivos

Um grande volume de publicações experimentais com RSOb é gerado constantemente, sendo a caracterização da amostra uma etapa fundamental. Contudo, devido a indisponibilidade de métodos padronizados para caracterizar RSOb, é necessário assegurar que os métodos utilizados sejam descritos de forma suficiente a permitir sua reprodução por terceiros.

Nesse cenário de indisponibilidade de métodos padronizados para a caracterização de RSOb, não foram encontrados estudos que apresentassem um panorama referente a como tem sido realizada a caracterização da matéria orgânica desse tipo de amostra, tampouco discussões aprofundadas quanto à reprodutibilidade dos métodos utilizados. Nesse contexto, justifica-se a realização de uma revisão sistemática da literatura com foco em documentos cuja amostra sejam RSOb, a fim de responder às seguintes questões por meio dos respectivos objetivos específicos:

Questão A: As técnicas analíticas utilizadas para caracterizar matéria orgânica em RSOb variam em razão da destinação escolhida para esse tipo de resíduo?

Objetivos específicos:

A1 – Identificar quais formas de destinação tem sido estudadas para RSOb;

A2 – Identificar as técnicas analíticas mais frequentemente empregadas para caracterizar matéria orgânica em RSOb;

A3 – Relacionar a forma de destinação dos RSOb com as respectivas técnicas analíticas utilizadas para caracterizar a amostra.

Questão B: Os métodos/referências que tem sido empregados para caracterizar matéria orgânica em RSOb foram originalmente propostos para a análise desse tipo de amostra?

Objetivos específicos:

B1 – Identificar os métodos/referências citados para cada uma das técnicas analíticas levantadas no objetivo A2;

B2 – Identificar para que tipo de amostra são originalmente propostos os métodos/referências levantados no objetivo B1;

B3 – Determinar a frequência de uso de cada um dos métodos/referências citados;

Questão C: As informações fornecidas em relação aos métodos/referências utilizados para caracterizar matéria orgânica em RSOb são suficientes para que outros pesquisadores possam reproduzir os experimentos?

Objetivos específicos:

C1 – Identificar quais informações são fornecidas em relação aos métodos listados no objetivo B1;

C2 – Verificar se as informações fornecidas pelos autores em relação aos métodos utilizados para a caracterização de RSOb são suficientes para a reprodução dos experimentos.

4.3 Protocolo da revisão sistemática: bancos de dados e *string* de busca

Inicialmente, foram elencados oito possíveis banco de dados: Banco de Teses e Dissertações da Capes, Biblioteca Digital Brasileira de Teses e Dissertações (BDTD), *Google* acadêmico, *Science Direct*, *Web of Science*, *Engineering Village*, *Scielo* e *Scopus*. As características principais de cada um são apresentadas no Quadro 1-1.

Quadro 1-1 Possíveis banco de dados a serem utilizados na revisão sistemática e respectivas características

Banco de dados	Características principais
Banco de Teses e Dissertações da Capes	- Acesso à trabalhos acadêmicos que podem não estar publicados em Anais científicos ou periódicos revisados por pares - Abrangência geográfica: Brasil - Multidisciplinar
Biblioteca Digital Brasileira de Teses e Dissertações (BDTD)	- Acesso à trabalhos acadêmicos brasileiros que podem não estar publicados em Anais científicos ou periódicos revisados por pares - Disponibiliza trabalhos acadêmicos defendidos antes de 2013 (quando comparado com o Banco de Teses e Dissertações da Capes - Abrangência geográfica: Brasil - Multidisciplinar
Google acadêmico	- Acesso à documentos diversos (acadêmicos, de eventos, revisados por pares, etc.) - Abrangência geográfica: global - Multidisciplinar
Science Direct	- Acesso à publicações em texto completo, incluindo artigos de periódicos e capítulos de livros - Abrangência geográfica: global - Multidisciplinar
Web of Science (anteriormente conhecido como *Web of Knowledge*)	- Acesso à periódicos, livros e anais de conferências - Abrangência geográfica: global - Multidisciplinar
Engineering Village	- Abrangência geográfica: global - Acesso à publicações na área de Engenharia
Scielo	- Acesso livre - Abrangência geográfica: América Latina e países ibéricos - Multidisciplinar
Scopus	- O maior banco de dados em quantidade de documentos - Abrangência geográfica: global - Multidisciplinar

Fonte: Autoria própria com base em informações disponíveis nos banco de dados.

Dos oito banco de dados elencados, três foram selecionados: a BDTD, por permitir acesso à trabalhos acadêmicos que talvez não tenham sido publicados em Anais científicos ou periódicos revisados por pares; o *Scopus*, por ser o maior banco de dados de resumos e citações da literatura científica revisada por pares; e o *Google* acadêmico, por complementar as buscas da BDTD e do *Scopus*, devido à diversidade de documentos que retorna (artigos revisados por especialistas, teses e dissertações, livros, arquivos de pré-publicações entre outros trabalhos completos). Ainda, tais bancos de dados foram escolhidos por serem multidisciplinares e, juntos, permitirem a recuperação de documentos do tipo literatura cinzenta e do tipo revisado

por pares. No Quadro 1-2 são apresentados os motivos pelos quais os demais bancos de dados foram rejeitados.

Quadro 1-2 Motivos da rejeição dos bancos de dados não selecionados

Banco de dados	Motivos da rejeição
Banco de Teses e Dissertações da Capes	- Os trabalhos acadêmicos disponíveis *online* são apenas os defendidos a partir de 2013
Science Direct	- Somente publicações da *Elsevier*
Web of Science	- Indexa somente os periódicos mais citados em suas respectivas áreas
Engineering Village	- Publicações apenas da área de Engenharia
Scielo	- Os documentos retornado por esse banco de dados também são retornados pelo *Google* acadêmico

Fonte: Autoria própria com base em informações disponíveis nos banco de dados.

Quanto à *string* de busca, esta foi composta por duas partes principais conectadas pelo operador booleano "AND": uma parte relacionada à amostra e a outra relacionada às técnicas analíticas.

Na primeira parte da *string* de busca utilizou-se o termo geral "resíduo sólido orgânico" e a derivação "resíduo orgânico"; incluiu-se também o termo "restos de alimentos", um tipo específico de RSOb que tem sido largamente estudado e geralmente é tratado em conjunto com outros tipos de RSOb, aumentando as possibilidades de recuperar maior variedade de técnicas analíticas e métodos a eles atrelados.

Na segunda parte da *string*, os revisores incluíram termos e respectivas abreviações relacionados à análise da matéria orgânica ("demanda química de oxigênio", "carbono orgânico total", "MAB peróxido" e "sólidos totais voláteis") e da biodegradabilidade ("demanda bioquímica de oxigênio"). Esses termos não esgotam todas as possibilidades de técnicas analíticas relacionadas à análise da matéria orgânica de RSOb. Contudo, esse fator não limita a abrangência de documentos pela *string* de busca, pois tais técnicas analíticas geralmente são aplicadas em conjunto com outras que não estão na *string*, como, por exemplo, "carbono total" e "potencial bioquímico de metano". A técnica analítica MAB peróxido é geralmente utilizada para análise de solos (BORGES et al., 2013; SCHUMACHER, 2002) e foi incluída a fim de verificar sua aplicação na análise de RSOb.

A seguir, são apresentadas as *strings* de busca no formato e idioma nos quais foram utilizadas em cada um dos bancos de dados.

BDTD e Google acadêmico - *string* em português:

((“resíduo sólido orgânico” OR “resíduo orgânico” OR “restos de alimento”) AND (“demanda química de oxigênio” OR “DQO” OR “demanda bioquímica de oxigênio” OR “DBO” OR “carbono orgânico total” OR “COT” OR “MAB peróxido” OR “peróxido de hidrogênio” OR “sólidos totais voláteis”)).

Scopus - *string* em inglês:

TITLE-ABS-KEY (({organic solid waste} OR {organic waste} OR {organic residue} OR {food waste}) AND ({chemical oxygen demand} OR {COD} OR {biochemical oxygen demand} OR {BOD} OR {total organic carbon} OR {TOC} OR {MAB peroxide} OR {hydrogen peroxide} OR {volatile solid})).

4.4 Protocolo da revisão sistemática: estratégia de busca

A busca dos documentos foi realizada com a assinatura institucional da Universidade de São Paulo (USP), utilizando-se a ferramenta “busca avançada” disponível nos três bancos de dados selecionados. Nenhuma restrição de tempo foi aplicada, retornando, portanto, documentos indexados até o dia no qual a busca e *download* foram feitos: 27 de março de 2017.

Realizou-se alguns pré-testes nos bancos de dados, a fim de verificar a adequação do formato da *string* e o número de documentos retornados (não poderia ser tão baixo a ponto de não validar a execução de uma revisão sistemática, restringindo o conteúdo que responderia às questões, nem tão alto a ponto de inviabilizar a execução da revisão devido a não especificidade dos documentos).

As *strings* foram copiadas na mesma formatação daquela utilizada nos testes prévios (*strings* escritas em documento *Word*), pois notou-se quantidades diferentes de documentos retornados quando as *strings* foram copiadas de documento em formato *PDF*.

O *download* foi realizado para todos os documentos retornados. Caso estivessem inacessíveis nas bases de dados de origem, buscou-se o título do documento no motor de pesquisa do *Google*, a fim de verificar se o documento se encontrava disponível em outra plataforma, como *ResearchGate*, por exemplo. Caso não fosse possível realizar o *download* a partir da estratégia descrita, as publicações inacessíveis foram automaticamente excluídas.

Os documentos acessíveis a partir da busca nos bancos de dados foram armazenados, organizados e compartilhados entre os revisores por meio do serviço de armazenamento na nuvem *Google drive*.

4.5 Protocolo da revisão sistemática: critérios de exclusão

Três filtros foram aplicados para a seleção dos documentos retornados nas buscas. No Quadro 1-3 são apresentadas as características de cada filtro (divisão dos documentos entre os revisores, partes analisadas do documento e os critérios de exclusão - por consequência, o contrário de um critério de exclusão refere-se a um critério de inclusão).

Alguns critérios se repetem de um filtro para outro, já que a análise mais criteriosa e aprofundada do filtro seguinte pode detectar um item de exclusão que não havia sido percebido no filtro anterior.

Quadro 1-3 Características de cada um dos três filtros aplicados para a seleção dos documentos

Filtro 1
Divisão dos documentos entre os revisores: o número total de documentos retornados e acessíveis foi dividido igualmente entre os quatro revisores. ***Partes analisadas do documento****:* título, resumo e palavras-chave. ***Critérios de exclusão do Filtro 1:*** • publicações que não estejam em inglês ou português; • publicações que não apresentem texto completo; • publicações que não sejam sobre resíduos sólidos orgânicos; • publicações que não abordem técnica analítica para medição/estimativa de matéria orgânica e/ou biodegradabilidade em amostra de resíduos sólidos orgânicos. ***Observação:*** o documento deve ser rejeitado caso apresente pelo menos um dos critérios de exclusão.
Filtro 2
Divisão dos documentos entre os revisores: os documentos aceitos pelo filtro 1 foram divididos igualmente entre os quatro revisores. ***Partes analisadas do documento****:* materiais e métodos. ***Critérios de exclusão do Filtro 2:*** • publicações que não sejam sobre resíduos sólidos orgânicos; • publicações que não abordem técnica analítica para medição/estimativa de matéria orgânica e/ou biodegradabilidade em amostra de resíduos sólidos orgânicos; • publicações cujo foco seja a fração líquida (chorume, lixiviado ou extrato líquido) oriunda da amostra de resíduo sólido orgânico e não o resíduo sólido orgânico em si. Observação: caso haja descrição de como o extrato líquido foi obtido a partir da amostra de resíduo sólido orgânico a fim de se realizar a análise, o documento deverá ser aceito. ***Observação:*** o documento deve ser rejeitado caso apresente pelo menos um dos critérios de exclusão
Filtro 3
Divisão dos documentos entre os revisores: os documentos aceitos pelo filtro 2 foram analisados apenas pela coordenadora da pesquisa. ***Partes analisadas do documento****:* materiais e métodos, resultados e discussão, referências. ***Critérios de exclusão do Filtro 3:*** • publicações cujo foco seja a fração líquida (chorume, lixiviado ou extrato líquido) oriunda da amostra de resíduo sólido orgânico e não o resíduo sólido orgânico em si. Observação: caso haja descrição de como o extrato líquido foi obtido a partir da amostra de resíduo sólido orgânico a fim de se realizar a análise, o documento deverá ser aceito. • publicações que apresentem apenas os resultados das análises, sem citação e/ou explicação do método/procedimento utilizado para medição/estimativa de matéria orgânica e/ou biodegradabilidade; ***Observação:*** o documento deve ser rejeitado caso apresente pelo menos um dos critérios de exclusão

Fonte: Autoria própria.

4.6 Protocolo da revisão sistemática: informações extraídas

Para os filtros 2 e 3, os revisores extraíram os dados apresentados no Quadro 1-4, organizando-os em planilhas do programa *Excel*. Cada documento foi analisado por apenas um revisor, pois no caso das condições da presente revisão sistemática (quantidade de documentos e tempo disponível), seria inviável a análise por pares. Contudo, os revisores justificaram seu posicionamento de aceitação, rejeição ou dúvida e, em caso de dúvida, o documento foi enviado a um segundo e a um terceiro revisores, a fim de se obter um consenso.

Quadro 1-4 Informações extraídas dos documentos analisados nos filtros 2 e 3

Informações extraídas dos documentos no Filtro 2
• Autores e ano de publicação (para identificar o documento e eliminar possíveis duplicações remanescentes); • Resíduos sólidos orgânicos biodegradáveis analisados; •Técnicas analíticas referentes à medição/estimativa de matéria orgânica e biodegradabilidade em amostras de resíduos sólidos orgânicos biodegradáveis; • Outras técnicas analíticas empregadas em conjunto com as técnicas analíticas referentes à medição/estimativa de matéria orgânica e biodegradabilidade em amostras de resíduos sólidos orgânicos biodegradáveis; • Observações que se julgassem necessárias.
Informações extraídas dos documentos no Filtro 3
• País(es) da(s) instituição(ões) do(s) autor(es); • Instituição do primeiro autor; • Palavras-chave; • Nome do meio de publicação (periódico; Anais de evento, trabalho acadêmico/instituição, etc.); • Tema central do estudo; • Procedimentos descritos e referências citadas para os métodos utilizados nas técnicas analíticas extraídas pelo filtro 2.

Fonte: Autoria própria.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Processo de seleção dos documentos

Na Figura 1-5 apresenta-se uma síntese da quantidade de documentos obtidas em cada uma das etapas da revisão sistemática: busca nos bancos de dados, *download* e análise pelos filtros 1, 2 e 3.

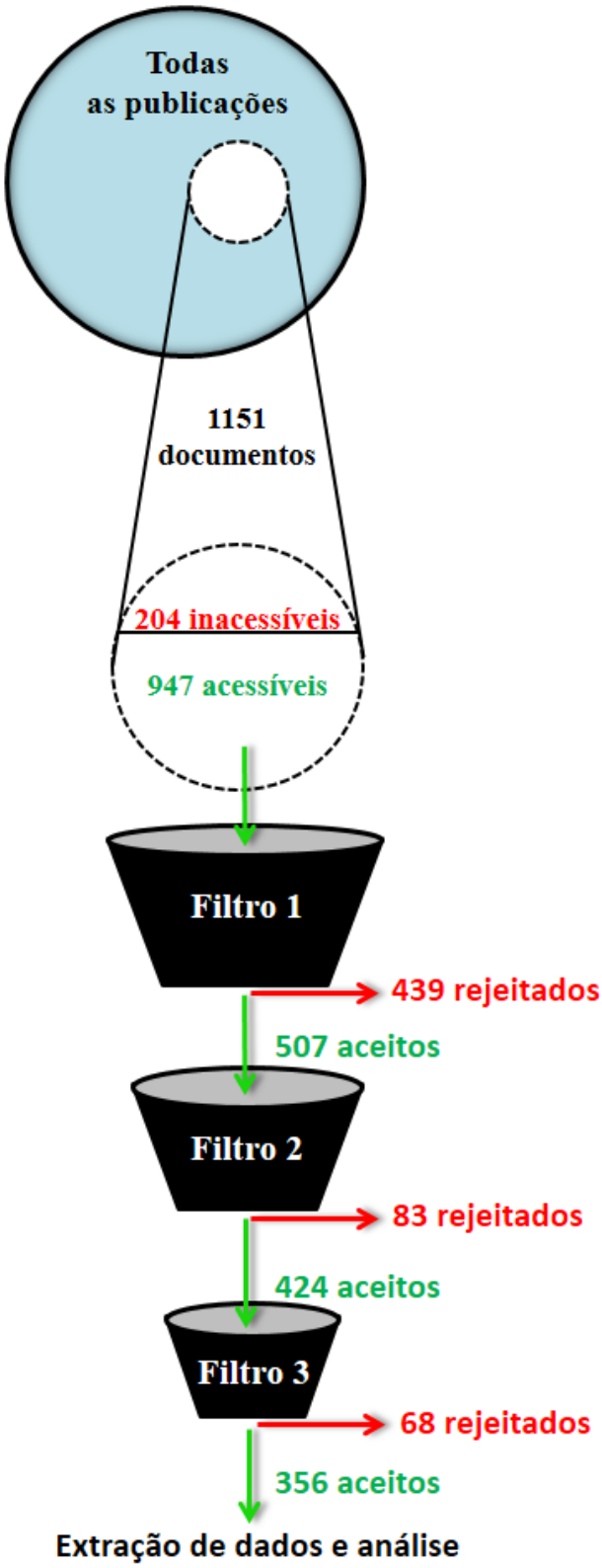
A busca utilizando as *strings* pré-definidas nos bancos de dados *Scopus*, *Google* Acadêmico e BDTD retornou um total de 1151 documentos, dos quais 84% vieram do *Scopus*, 12% do *Google* Acadêmico e 4% da BDTD. O maior retorno de documentos do *Scopus* é justificável por ser o maior banco de dados de resumos e citações (inclui revistas científicas, livros e anais de conferências em todas as disciplinas técnicas e científicas), enquanto que o menor retorno da BDTD é devido ao nicho específico de documentos (teses e dissertações brasileiras) abrigado por esse banco de dados.

Não foi possível fazer o *download* de 18% dos 1151 documentos retornados nas buscas. Dentre os documentos inacessíveis, 16% estão hospedados no *Scopus*.

Após a aplicação do filtro 1, quase metade dos documentos acessíveis (46%) foi rejeitada. Os documentos aceitos foram misturados e divididos de forma aleatória entre os revisores. A rejeição dos documentos do filtro 2 foi de 16%, a mesma porcentagem de rejeição apresentada pelo filtro 3.

A redução da rejeição de documentos do filtro 1 para o filtro 2 e a manutenção da rejeição de documentos do filtro 2 para o filtro 3 indicam que os critérios de exclusão foram bem definidos, garantindo a condução da análise por parte dos revisores e, consequentemente, a eficácia do filtro. Por fim, dos 947 documentos acessíveis inicialmente, restaram 38% para responder às questões dessa revisão sistemática. No Apêndice 1-B são apresentadas as referências dos documentos selecionados.

Figura 1-5 Resumo quantitativo dos documentos obtidos em cada etapa da revisão sistemática



Fonte: Autoria própria.

5.2 Documentos selecionados: características

5.2.1 Meios de publicação

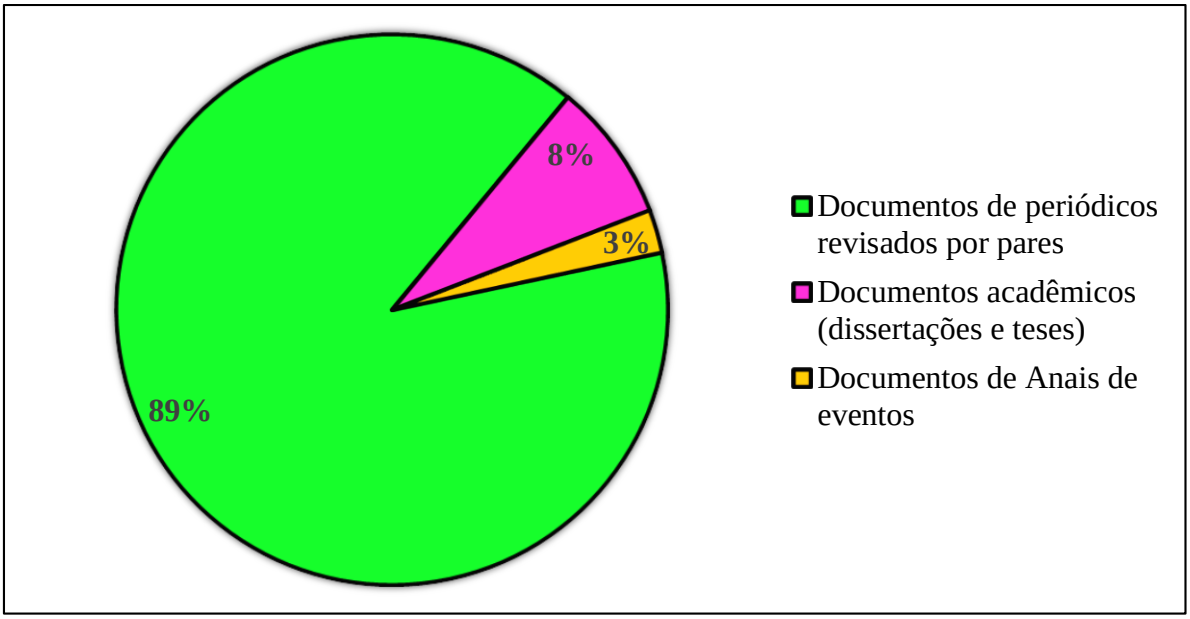
A maior parte dos documentos aceitos (89%) estão publicados em periódicos revisados por pares, ou seja, os dados que compõe a presente revisão sistemática foram extraídos, em sua maioria, de documentos cujas informações foram avaliadas criteriosamente antes de serem publicadas. O restante dos documentos (11%) representam a literatura cinzenta (Figura 1-6).

Os documentos da categoria "revisados por pares" foram publicados em 91 periódicos diferentes. Apesar dessa diversidade, apenas 3 periódicos concentram quase a metade (47%) desses documentos, com destaque para o periódico *Bioresource Technology* (30%) (Figura 1-7).

Quanto à categoria "literatura cinzenta", os documentos acadêmicos (8%) são todos originários de instituições brasileiras: 19 de instituições públicas e 1 de instituição particular. A maioria das instituições são das regiões sudeste (35%), nordeste (30%) e sul (30%) do Brasil. Apenas 1 documento de instituição da região norte e nenhum da região centro-oeste do país. Em relação ao tipo de documento acadêmico, 69% são dissertações de mestrado e 31% são teses de doutorado.

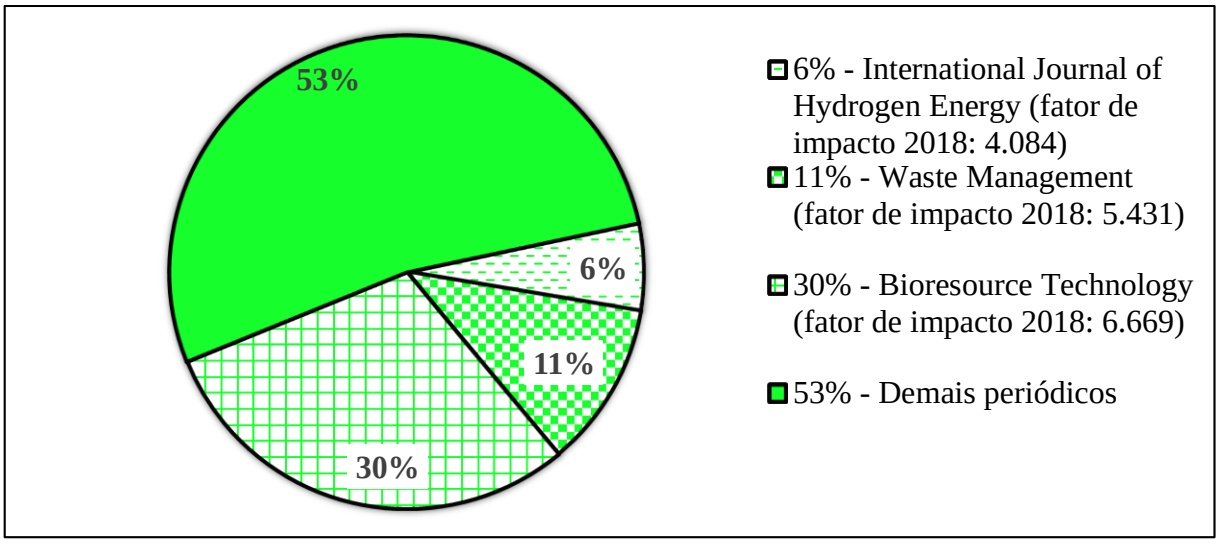
Por fim, 3% dos documentos aceitos também caracterizados como "literatura cinzenta" são publicações de Anais de eventos internacionais, o que permite inferir que as informações divulgadas nesses Anais são de ampla aceitação.

Figura 1-6 Caracterização dos documentos aceitos em função dos meios nos quais foram publicados



Fonte: Autoria própria.

Figura 1-7 Representatividade dos periódicos revisados por pares quanto à quantidade documentos publicados (em %)



Fonte: Autoria própria.

5.2.2 Ano de publicação

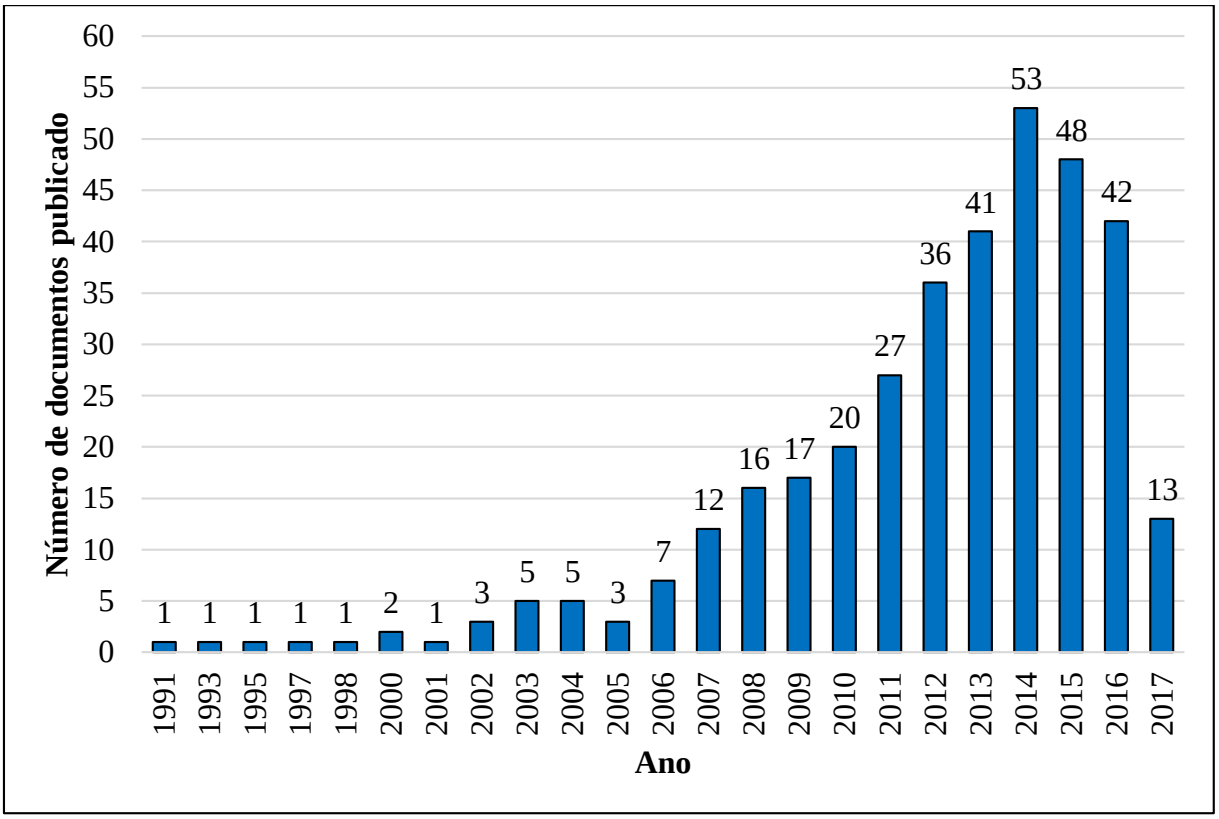
A análise da Figura 1-8 permite inferir que pesquisas desenvolvidas em temáticas relacionadas ao escopo dessa revisão sistemática são relativamente recentes, visto que o documento mais antigo data da última década do século XX.

Embora os documentos aceitos estejam compreendidos em um período de 26 anos (de 1991 a 2017), nota-se que o volume de pesquisas na área tem um aumento anual apenas a partir de 2006 e a maior produção (62%) está concentrada em apenas 5 desses 26 anos: de 2012 a 2016. Para o ano de 2017 foram contabilizados apenas os documentos publicados até o mês de março, no qual foram realizados a busca e *download* dos documentos.

Por questão de tempo disponível, não foi possível atualizar a presente revisão sistemática, incorporando documentos publicados a partir de março de 2017 até a data da defesa da tese (novembro de 2019).

É fato que a confiabilidade de uma revisão sistemática como síntese de "todas as evidências disponíveis" começa a diminuir logo após ser concluída. Contudo, a taxa de declínio depende da taxa de publicação de novos estudos e, portanto, varia de assunto para assunto (COLLABORATION FOR ENVIRONMENTAL EVIDENCE, 2013). Na área ambiental, a Collaboration for Environmental Evidence (2013) sugere que as revisões sistemáticas sejam atualizadas aproximadamente cinco anos após a publicação. Nesse caso, a presente revisão sistemática deverá ser atualizada no máximo até março de 2022.

Figura 1-8 Ano de publicação dos documentos



Fonte: Autoria própria.

5.2.3 País(es) das instituições dos autores

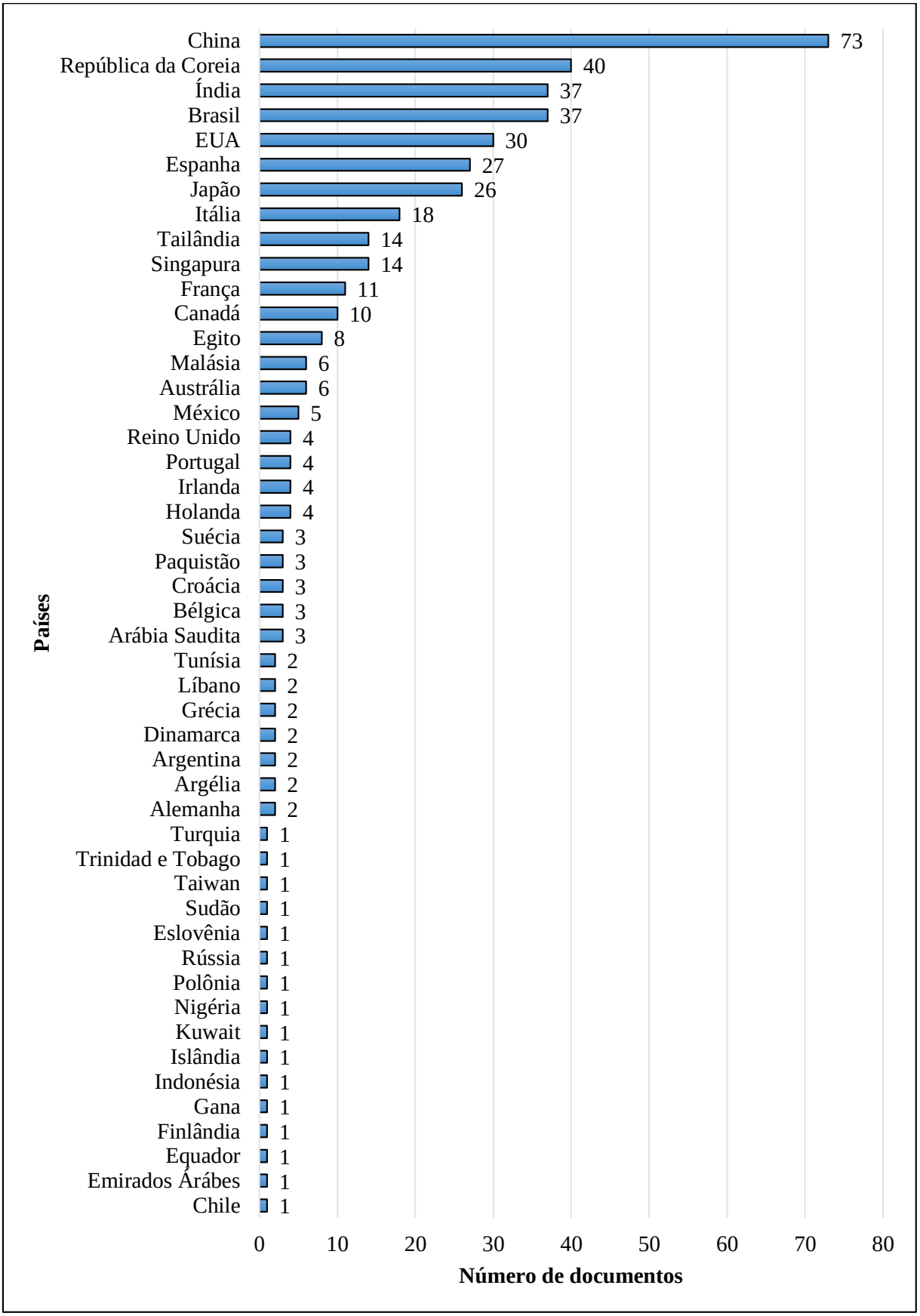
No total, os documentos aceitos são originários de 48 países, com representantes da América do Norte, América do Sul, Europa, África, Ásia e Oceania. Os três países com mais publicações são do continente asiático, com destaque para a China, cuja presença está em 21% dos documentos aceitos, seguida pela República da Coreia[1] (11%) e Índia (10%). Cabe lembrar que o fato do Brasil aparecer na quarta posição quanto à quantidade de documentos publicada é explicado pelo uso da *string* de busca em português e de um banco de dados exclusivamente brasileiro (a BDTD) (Figura 1-9).

Considerando a importância e interesse mundiais em temáticas que envolvam RSOb, a colaboração internacional entre pesquisadores da área é uma maneira de estabelecer diálogo e entendimento unificado que facilitem o avanço científico. Os cinco países que mais apresentam documentos em colaboração internacional são a China, Estados Unidos, Japão, República da Coreia e Canadá (Figura 1-10). Quanto àqueles que não estabeleceram parcerias, destacam-se os três países já mencionados com mais publicações totais (China, Índia e República da Coreia),

[1] Cabe ressaltar que República da Coreia refere-se à Coreia do Sul e República Democrática Popular da Coreia refere-se à Coreia do Norte.

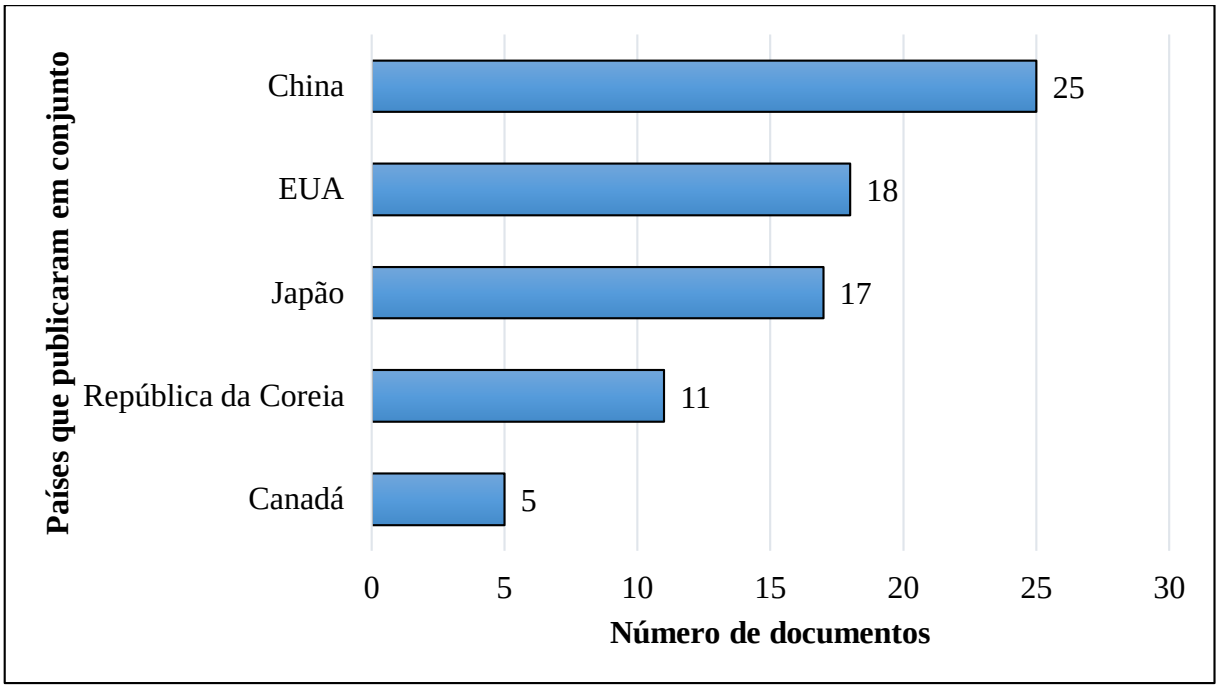
além do Brasil (que não apresenta nenhum documento com parceria) e da Espanha (Figura 1-11). É notória a presença de publicações da China ocupando a primeira posição em quantidade de documentos nos três grupos mencionados: países em geral, países que publicaram em conjunto e países que publicaram sozinhos (Figuras 1-9, 1-10 e 1-11).

Figura 1-9 Quantidade de documentos publicada por país de origem das instituições dos autores



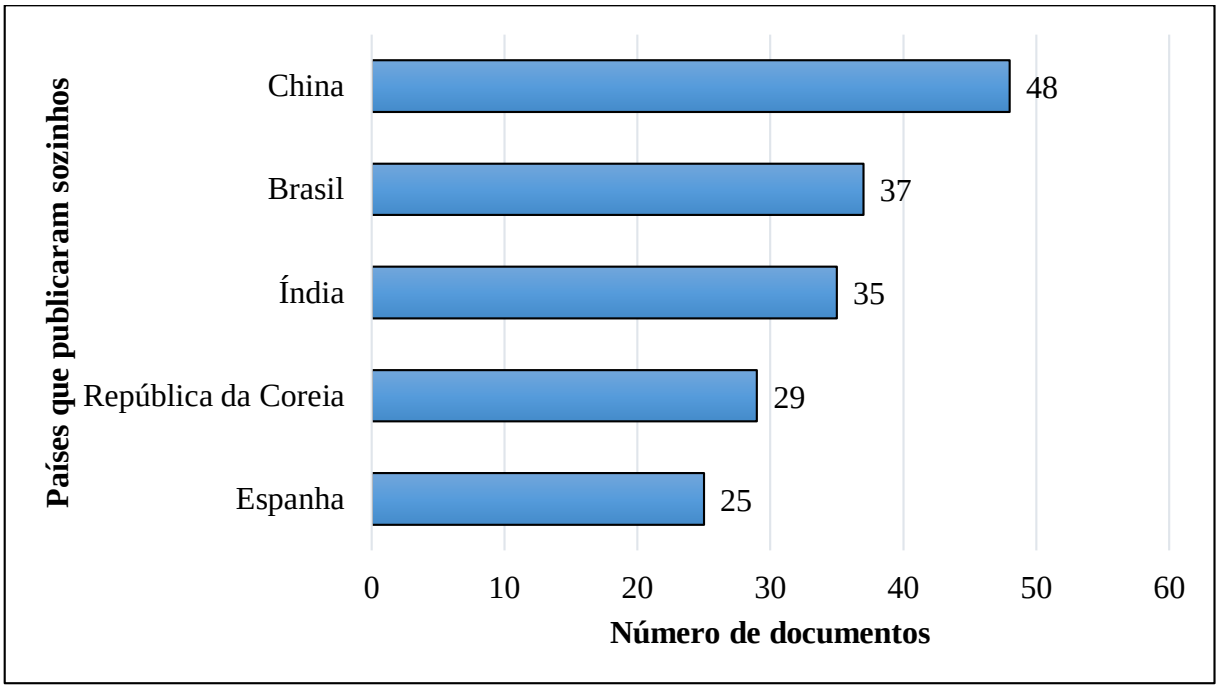
Fonte: Autoria própria.

Figura 1-10 Os cinco países que mais publicaram em conjunto



Fonte: Autoria própria.

Figura 1-11 Os cinco países que mais publicaram sozinhos



Fonte: Autoria própria.

5.2.4 Instituições de origem dos primeiros autores

Foram contabilizadas 243 diferentes instituições de origem dos primeiros autores. Na Tabela 1-1 são apresentadas as instituições dos primeiros autores com no mínimo 4 documentos.

As cinco primeiras posições em quantidade de documentos referem-se à instituições localizadas na Ásia. A primeira posição é ocupada pela maior universidade de pesquisa de Singapura: *Nanyang Technological University*. Nas segunda, terceira e quinta posições estão instituições chinesas: *Tongji University*, *China Agricultural University* e *Hong Kong Baptist University*, respectivamente, indicando que temas relacionados a RSOb é fortemente estudado em mais de uma instituição do país. Finalmente, a quarta posição é do *Korea Institute of Energy Research*, instituição da República da Coreia destinada à pesquisa e desenvolvimento em tecnologias energéticas.

Tabela 1-1 Instituições de origem do primeiro autor com no mínimo 4 documentos

Instituição de origem do primeiro autor	País	Número de documentos
Nanyang Technological University	Singapura	12
Tongji University	China	9
China Agricultural University	China	9
Korea Institute of Energy Research	República da Coreia	8
Hong Kong Baptist University	China	8
Korea Advanced Institute of Science and Technology	República da Coreia	7
Indian Institute of Technology	Índia	7
CSIR-Indian Institute of Chemical Technology	Índia	6
University of Cordoba	Espanha	5
Universidade Estadual da Paraíba	Brasil	5
Tsinghua University	China	5
Chulalongkorn University	Tailândia	5
Chinese Academy of Sciences	China	5
University College Cork	Irlanda	4
Universidade Estadual Paulista	Brasil	4
Universidad Nacional Autónoma de México	México	4
Egypt – Japan University of Science and Technology (E-JUST)	Egito	4

Fonte: Autoria própria.

5.2.5 Nuvem de palavras-chave

Dos 356 documentos aceitos, 93% apresentaram palavras-chave, as quais somam 1641 palavras. Utilizando o programa *online* gratuito *Wordclouds.com* foi gerada uma nuvem com as 1641 palavras-chave (Figura 1-12). Quanto maior a frequência de uso da palavra, maior é o tamanho em que aparece na nuvem.

Pode-se inferir que a *string* elaborada para a presente revisão sistemática obteve sucesso, já que o foco são os RSOb e dentre as palavras-chave mais utilizadas estão "resíduo" (*waste*) e "sólido" (*solid*), bem como dois representantes específicos dos orgânicos: "alimento" (*food*) e "lodo" (*sludge*). Outras duas palavras com frequências marcantes são "metano" (*methane*) e "ácidos graxos" (*fatty acids*), ambas relacionadas entre si e com a destinação de RSOb. Em relação às técnicas analíticas para caracterização de RSOb, destaca-se a "Demanda Química de Oxigênio" (*COD - Chemical Oxygen Demand*), sugerindo sua importância na área.

Figura 1-12 Nuvem com as palavras-chave apresentadas nos documentos

Fonte: Autoria própria.

5.2.6 Tipos de amostras sólidas (ou com elevado conteúdo de sólidos) analisadas pelos documentos

As amostras estudadas pelos 356 documentos foram reunidas em 9 categorias principais: restos de alimentos, fração orgânica dos resíduos sólidos urbanos, resíduos de plantas, lodos e digestatos, resíduos da indústria alimentícia, resíduos agrícolas, resíduos da pecuária, composto e vermicomposto e outros.

Na Tabela 1-2 as 9 categorias são apresentadas com as respectivas frequências em que foram alvo dos estudos e com um conjunto de termos a elas relacionadas, os quais foram mencionados nos documentos. Os termos foram mantidos em inglês a fim de identificar sinônimos e não perder o significado original com a tradução.

Em relação aos RSOb, percebe-se que mais da metade dos estudos tem foco direcionado aos restos de alimentos (62%) e aos lodos e digestatos (56%). Quanto às amostras no geral, é notável a heterogeneidade: seja em relação à origem (animal ou vegetal; urbana ou rural), ao estado de decomposição (amostra crua, em processo de decomposição ou estabilizada), ao grau de decomposição (facilmente ou dificilmente biodegradável) e ao estado físico no qual se encontra (sólido ou líquido com elevado conteúdo de sólidos).

Tabela 1-2 Amostras estudadas pelos documentos selecionados: divisão em nove categorias com os respectivos termos sinônimos e frequências relativas (f) (em porcentagem)

Restos de alimentos (f = 62%)
artificial kitchen garbage
catering waste
cooked and uncooked food waste
food waste
greenhouse vegetable
kitchen waste
municipal food waste
standardized food waste
synthetic food waste
uneaten food and food preparation leftovers
Lodos e digestatos (f = 56%)
activated digestate
aerobic sludge
dewatered anaerobic digested sludge
digestate from anaerobic digester
faecal sludge
granular sludge inoculum
sewage sludge
slurry from settling channel
waste activated sludge

Tabela 1-2 Amostras estudadas pelos documentos selecionados: divisão em nove categorias com os respectivos termos sinônimos e frequências relativas (f) (em porcentagem)

Resíduos da pecuária (f = 24%)
animal litter
animal dung
animal faeces
animal manure
solid fraction of animal slurry
Resíduos da indústria alimentícia (f = 15%)
almond skin
banana pills
bran (barley, rice, and gram bran)
citrus juice waste
dairy waste (cheese whey and buttermilk)
fat (oily waste effluent collected from a canned fish processing industry)
fish waste
fresh artichoke industrial waste
fresh soybean meal
gelatin solid waste
grape stalk, exhausted grape marc, grape marc, vinasse
lard
meat and fish extracts
olive milling waste, olive oil pomace, exhausted olive cake
organic waste streams from potato, meat and oil processing companies
rapeseed cake
ruminal waste and pig and cow waste slurries from meat idustry
slaughterhouse waste
spent mushroom substrate
stillage
straws (corn straw, rice straw and wheat straw)
sugar cane bagasse
tomato soup waste
wasted sardine oil
winery and distillery wastes
Outros (f = 14%)
biodiesel waste
dog food
fat-oil-grease (FOG)
floatable oil
fly ash from bark combustion
glycerol
green foundry sand
micro-algae
municipal solid waste
organic solid waste
paper waste (toilet paper, newspaper, copy paper)
slag
soil

Tabela 1-2 Amostras estudadas pelos documentos selecionados: divisão em nove categorias com os respectivos termos sinônimos e frequências relativas (f) (em porcentagem)

tannery solid waste
Resíduos de plantas (f = 13%)
dry leaves
forest green waste
forest litters
herbal waste
landscape waste (deciduous leaves)
sawdust
woodchips
yard trimmings
yard waste
Fração orgânica dos resíduos sólidos urbanos (f = 9%)
organic municipal waste
organic fraction of municipal solid waste
mechanically sorted organic fraction
simulated organic fraction of municipal solid waste
Resíduos agrícolas (f = 6%)
(energetic) crop residues
Composto e vermicomposto (f = 3%)
commercial humic material
commercial organic substrate
compost
vermicompost

Fonte: Autoria própria.

5.3 Documentos selecionados: respondendo às questões da revisão

5.3.1 Questão A - As técnicas analíticas utilizadas para caracterizar matéria orgânica em RSOb variam em razão da destinação escolhida para esse tipo de resíduo?

Análise dos temas centrais dos documentos selecionados

O tema central “destinação de RSOb” foi o foco da maioria (90,2%) dos 356 documentos, enquanto que a minoria dedicou-se à estudos voltados à “outros temas” (6,5%) e à “caracterização de amostra sólida orgânica” (3,4%) (Figura 1-13).

Dentro do tema central “caracterização de amostra sólida orgânica” foram desenvolvidos estudos sobre: modelos matemáticos para a conversão ou predição de parâmetros de caracterização (CARMO; SILVA, 2012; KOMILIS et al., 2012; NAVARRO et al., 1993; SCHIEVANO et al., 2009); comparação ou proposta de métodos para a análise de RSOb (BUFFIERE et al., 2008; JIMENEZ et al., 2015; MELO, 2007; PUYUELO et al., 2011; ZUPANČIČ; ROŠ, 2012); e uso da espectroscopia no infravermelho próximo para a caracterização de RSOb (CHARNIER et al., 2017; GALVEZ-SOLA et al., 2010; HUANG;

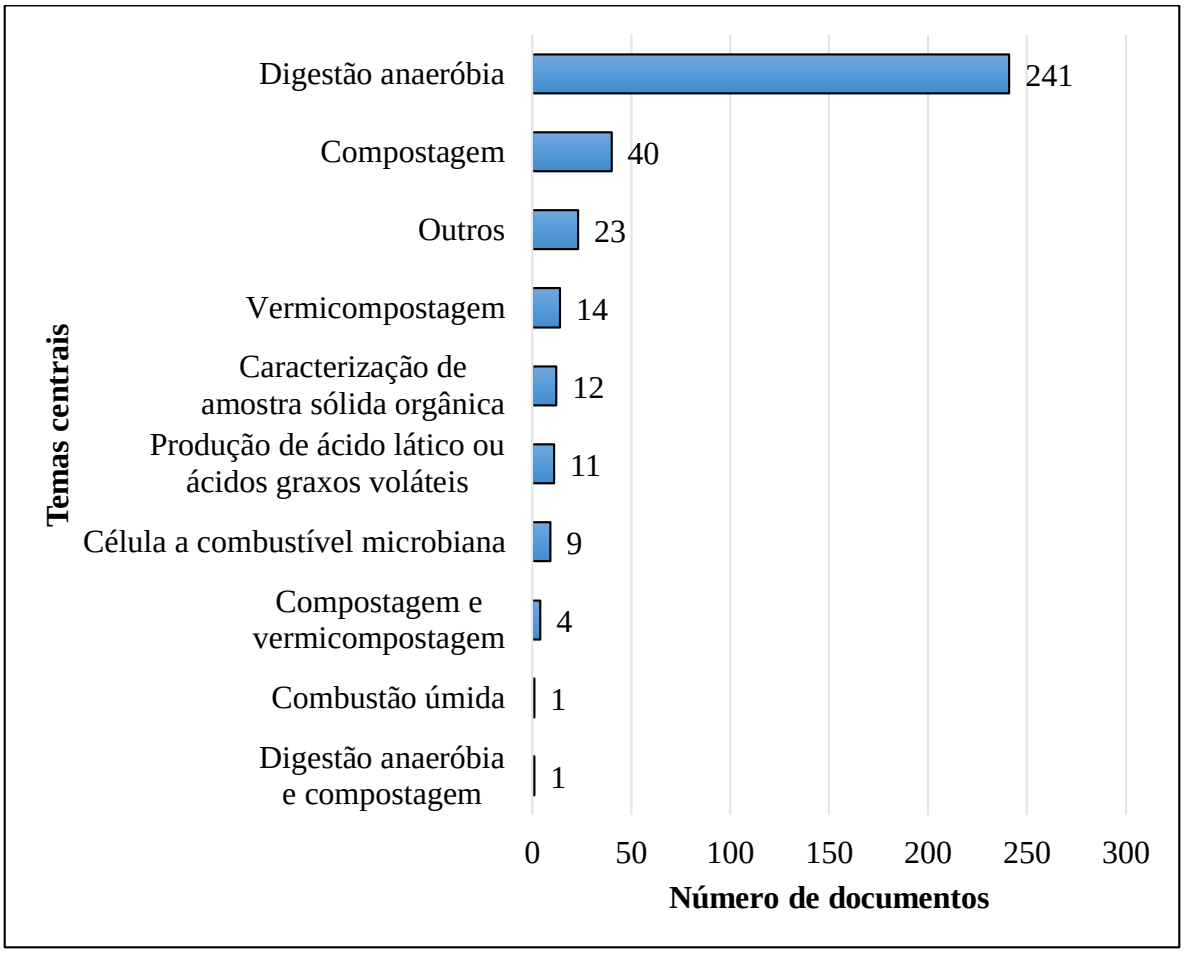
HAN; LIU, 2007).

"Outros temas" agrupam, por exemplo, estudos sobre formas de pré-tratamento de RSOb, cultivo de microalgas em substrato da fermentação de RSOb, estudos sobre emissão de odores a partir da degradação de RSOb, potencial energético em aterros sanitários, entre outros.

Em relação aos documentos cujo tema central foi "destinação de RSOb", dois grupos principais são notados: aqueles cujo foco foi a valorização de RSOb de 1ª geração (digestão anaeróbia, compostagem, vermicompostagem e combustão úmida), representando 85% dos documentos; e aqueles cujo foco foram formas de valorização de RSOb de 2ª geração (produção de ácido lático (AL) ou de ácidos graxos voláteis (AGV) e célula a combustível microbiana), representando apenas 5% dos estudos.

Verifica-se que a busca por processos e tecnologias que agreguem mais valor aos RSOb (valorização de 2ª geração) ainda é incipiente quando comparada ao estudo de formas de valorização de 1ª geração, dentro da qual a digestão anaeróbia se destaca como tema central de 68% dos documentos.

Figura 1-13 Temas centrais dos documentos analisados



Fonte: Autoria própria.

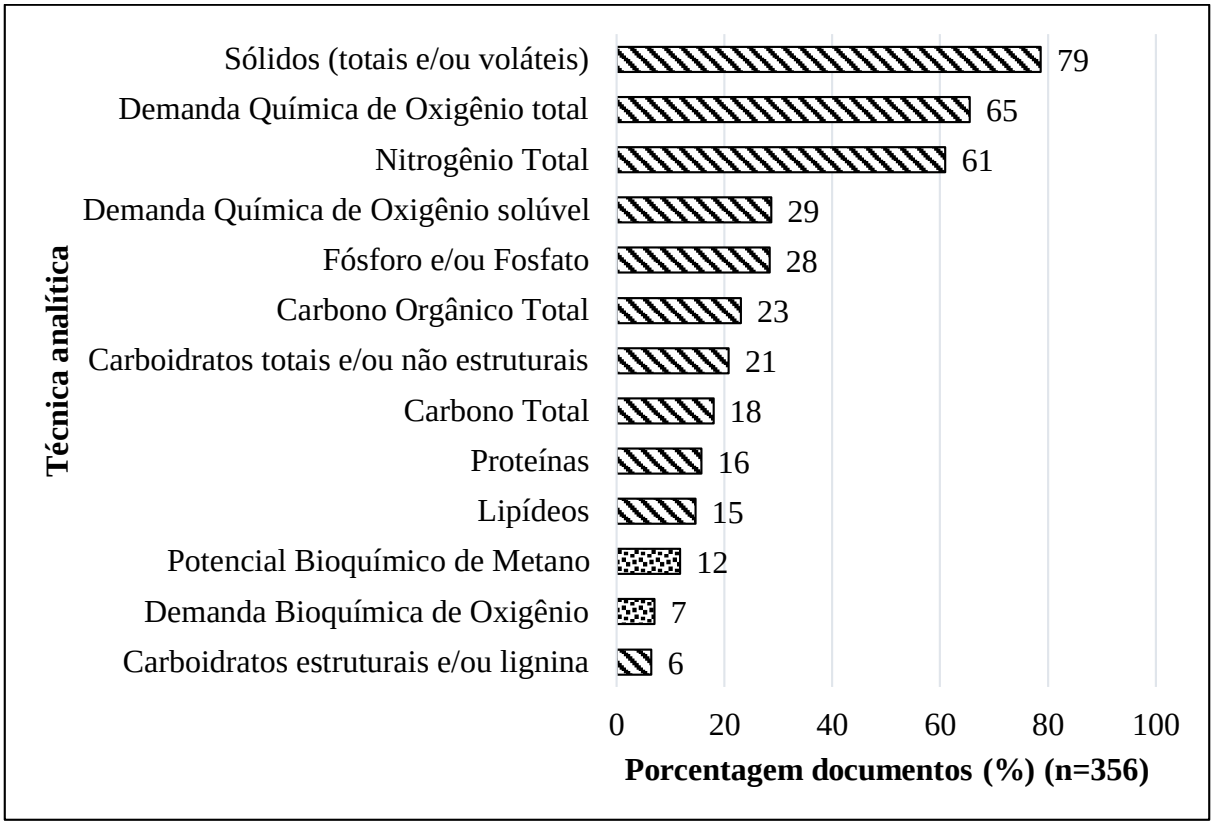
Técnicas analíticas empregadas para caracterizar a matéria orgânica em RSOb

Foram identificadas 11 técnicas analíticas frequentemente utilizadas na análise da matéria orgânica em RSOb, além de 2 técnicas analíticas relacionadas, em específico, com a matéria orgânica biodegradável presente na amostra. A fim de facilitar a discussão e a compreensão dos resultados, as 13 técnicas analíticas foram divididas em dois grupos principais e subgrupos específicos:

- Grupo 1. Técnicas analíticas – determinação da matéria orgânica:
    - *1.1 Análise química geral:* sólidos totais e/ou voláteis (ST e/ou SV); demanda química de oxigênio total (DQOt); demanda química de oxigênio solúvel (DQOs).
    - *1.2 Análise de elementos específicos:* carbono total (CT); carbono orgânico total (COT); nitrogênio total (NT); fósforo e/ou fosfato (P e/ou PO_4^{3-}).
    - *1.3 Análise da composição*: carboidratos totais e/ou não estruturais ($CARB_t$ e/ou $CARB_{ne}$); proteínas (PROT); lipídeos (LIP); carboidratos estruturais e/ou lignina ($CARB_e$ e/ou LIG).
- Grupo 2. Técnicas analíticas – determinação da biodegradabilidade:
    - *2.1 Análise na presença de oxigênio:* demanda bioquímica de oxigênio (DBO).
    - *2.2 Análise na ausência de oxigênio:* potencial bioquímico de metano (PBM).

Na Figura 1-14 apresenta-se a quantidade de documentos em porcentagem que utilizaram cada uma das 13 técnicas analíticas identificadas.

Figura 1-14 Técnicas analíticas utilizadas na análise da matéria orgânica (grupo 1) e da biodegradabilidade (grupo 2) em resíduos sólidos orgânicos biodegradáveis e as respectivas frequências de uso (%)



Fonte: Autoria própria.

Em relação à determinação da matéria orgânica em RSOb, verifica-se que:

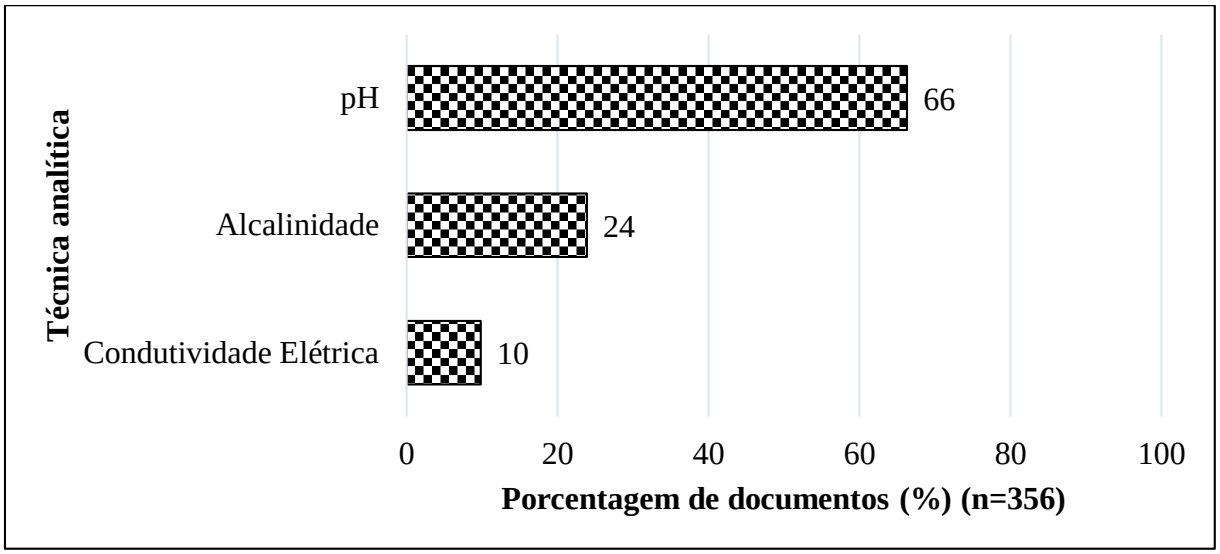
- as técnicas analíticas de análise geral (grupo 1.1) foram utilizadas por mais da metade dos documentos, com destaque para os sólidos (79%) e para a demanda química de oxigênio total (65%);
- o emprego de técnicas relacionadas à determinação de elementos específicos (grupo 1.2) são as mais utilizadas depois das técnicas de análise geral. É notável a importância dada à análise de nitrogênio total (61%), seguida pela de fósforo e/ou fosfato (28%), de carbono orgânico total (23%) e de carbono total (18%);
- por fim, as técnicas analíticas de composição (grupo 1.3) são as menos utilizadas para a análise da matéria orgânica em RSOb. Nessa categoria, destacam-se os carboidratos totais e/ou não estruturais (21%).

Quanto às técnicas analíticas relacionadas à biodegradabilidade, o potencial bioquímico de metano foi mais utilizado (12%) do que a demanda química de oxigênio (7%). Percebe-se a

preferência pelo uso de técnicas analíticas do grupo 1, sendo um dos possíveis motivos o fato de demandarem menos tempo (algumas horas) do que as do grupo 2 (alguns dias), já que as técnicas do grupo 2 são dependentes do metabolismo microbiano.

Em conjunto com as técnicas analíticas destinadas à análise de matéria orgânica e biodegradabilidade, também são determinados parâmetros como o pH, a alcalinidade e a condutividade elétrica (Figura 1-15). Nota-se que o pH é considerado mais relevante (66%) do que a alcalinidade (Alc) (24%) e a condutividade elétrica (CE) (10%).

Figura 1-15 Técnicas analíticas complementares as respectivas frequências de uso (%)



Fonte: Autoria própria.

Vale observar que a *string* de busca elaborada foi robusta o suficiente para localizar documentos que utilizaram outras técnicas analíticas que não aquelas presentes na *string*, confirmando a hipótese de recuperação de palavras/termos vinculados. A técnica analítica "MAB peróxido", que faz uso do peróxido de hidrogênio para a análise de matéria orgânica em solo, não foi mencionada em nenhum dos documentos selecionados, permitindo inferir que não tem importância reconhecida para a análise de RSOb.

<u>Relação entre destinação dos RSOb e as técnicas analíticas utilizadas para a caracterização da amostra</u>

Para as formas de destinação identificadas na Figura 1-13 - digestão anaeróbia, compostagem, vermicompostagem, produção de AL ou AGV e célula a combustível microbiana - foram verificadas as frequências de uso de cada uma das 13 técnicas analíticas identificadas anteriormente (relacionadas com a determinação de matéria orgânica e biodegradabilidade), além das 3 técnicas analíticas complementares (pH, alcalinidade e

condutividade elétrica)

No Apêndice 1C são apresentados gráficos sobre a frequência de uso de todas as técnicas analíticas para cada uma das formas de destinação. Já na Quadro 1-5, apresenta-se uma síntese comparativa das técnicas analíticas mais utilizadas (por 50% ou mais dos documentos) e das menos utilizadas (por 10% ou menos dos documentos) em cada uma das formas de destinação de RSOb.

Quadro 1-5 Síntese comparativa das técnicas analíticas mais utilizadas e menos utilizadas em diferentes formas de destinação de resíduo sólido orgânico biodegradável. As técnicas analíticas são apresentadas em ordem decrescente de uso dentro de cada destinação.

		Formas de destinação de resíduos sólidos orgânicos biodegradáveis				
		Digestão anaeróbia	**Compostagem**	**Vermi-compostagem**	**Produção de AL ou AGV**	**Célula a combustível microbiana**
Técnicas analíticas	**Mais utilizadas (≥ 50% dos documentos)**	ST e/ou SV DQOt pH NT	pH NT ST e/ou SV COT	NT COT pH P e/ou PO_4^{3-} CE	ST e/ou SV DQOt DQOs	DQOt pH
	Menos utilizadas (≤ 10% dos documentos)	DBO $CARB_e$ e/ou LIG CE	DBO $CARB_e$ e/ou LIG Alc DQOs $CARB_t$ e/ou $CARB_{ne}$ PROT LIP PBM	ST e/ou SV DQOs $CARB_t$ e/ou $CARB_{ne}$ $CARB_e$ e/ou LIG Alc CT PROT LIP PBM	Alc $CARB_e$ e/ou LIG CE COT PBM DBO	CE Alc ST e/ou SV P e/ou PO_4^{3-} COT CT LIP PBM DBO

Fonte: Autoria própria.

A partir da análise do Quadro 1-5, obtem-se a resposta para a questão A da revisão: as técnicas analíticas utilizadas para caracterizar matéria orgânica em RSOb variam em razão da destinação escolhida para esse tipo de resíduo.

Algumas técnicas analíticas são comuns à diferentes destinações, demonstrando sua importância na caracterização de RSOb: ST e/ou SV, DQOt, NT e pH, as quais predominam dentre as técnicas analíticas utilizadas por 50% ou mais dos documentos referentes às cinco formas de destinação consideradas. Em relação às técnicas analíticas menos utilizadas (por 10% ou menos dos documentos), destacam-se: PBM, DBO, $CARB_e$ e/ou LIG e alcalinidade.

O uso mais ou menos frequente de uma técnica analítica pode estar relacionado à diversos fatores como: rapidez e complexidade da análise, custo, disponibilidade de equipamento e materiais, além da adequação do resultado fornecido ao tipo de informação da

qual se necessita.

Comparando-se as formas de destinação quanto às técnicas analíticas mais utilizadas, observa-se que:

- a digestão anaeróbia e compostagem compartilham a importância de três parâmetros: ST e/ou SV, NT e pH. Entretanto, diferem quanto ao parâmetro relacionado à determinação de carbono: enquanto na digestão anaeróbia predomina-se a determinação da DQOt, na compostagem destaca-se o COT.
- na vermicompostagem o conjunto das técnicas analíticas mais empregadas (NT, COT, pH, P e/ou PO_4^{3-} e CE) refletem a preocupação quanto à quantificação de nutrientes (nitrogênio, carbono e fósforo), além da obtenção de um substrato suficientemente maturado. Esses fatores estão intimamente relacionados à finalidade da vermicompostagem: melhorar a qualidade físico-química de um material já em processo de estabilização para aplicação no solo.
- a produção de AL ou AGV e a geração de energia por uma célula a combustível microbiana dependem, principalmente, da disponibilidade de carbono no meio. A técnica analítica mais utilizada na determinação da matéria orgânica carbonácea em ambas as formas de destinação foi a DQOt.

As demais formas de destinação presentes na Figura 1-13 (compostagem com vermicompostagem; combustão úmida; e digestão anaeróbia com compostagem) não foram discutidas individualmente devido a pequena representatividade dos documentos que as utilizaram (1% ou menos).

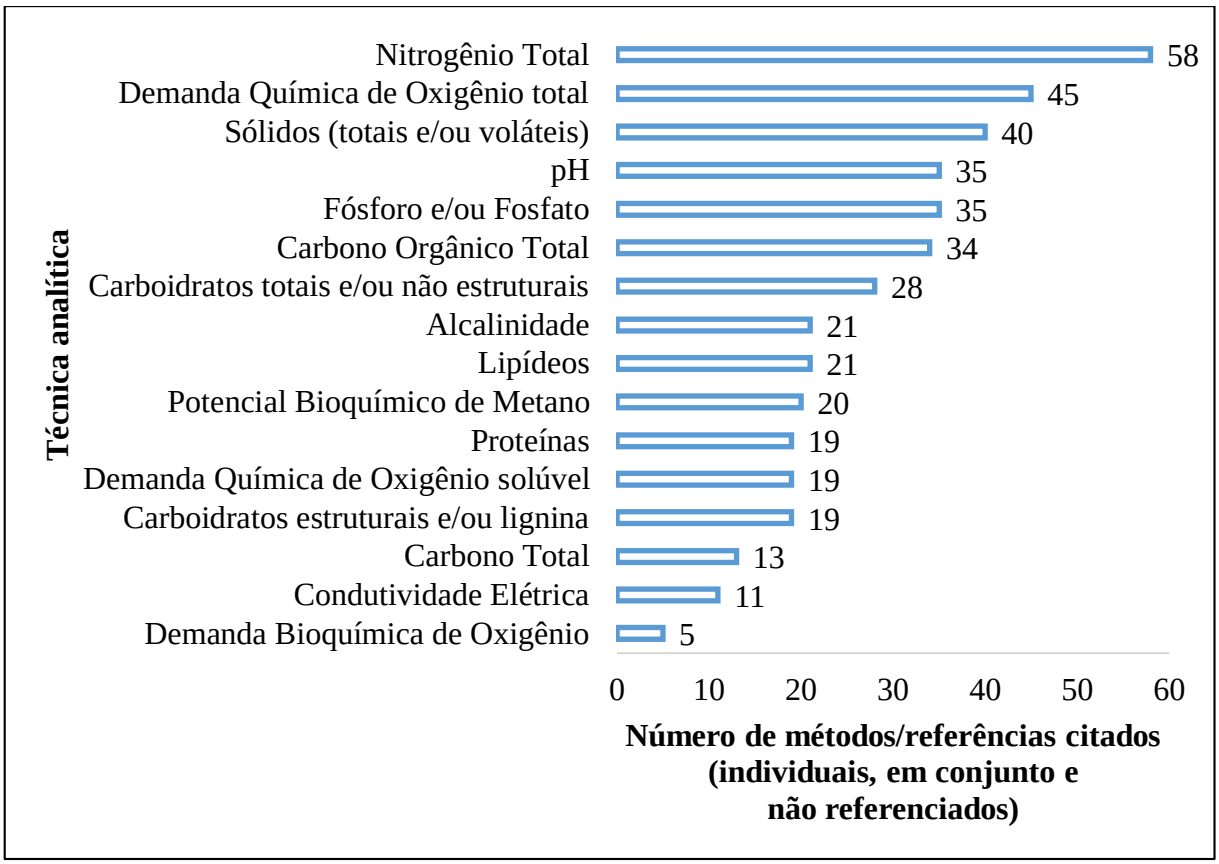
5.3.2 Questão B - Os métodos/referências que tem sido empregados para caracterizar matéria orgânica em RSOb foram originalmente propostos para a análise desse tipo de amostra?

No Apêndice 1D, tabelas individuais das 16 técnicas analíticas identificadas anteriormente são apresentadas com o seguinte conteúdo: métodos/referências citados para a técnica analítica; tipo de amostra para a qual cada método/referência foi originalmente proposto/utilizado; e quantos documentos empregaram o método/referência. Ressalta-se que alguns documentos citaram mais de um método/referência para a mesma técnica analítica, enquanto que outros não citaram nenhum método/referência. Todas essas informações estão presentes nas tabelas do Apêndice 1D.

Na Figura 1-16, apresenta-se um resumo da quantidade de métodos/referências

(individuais, em conjunto e não referenciados) citados para cada uma das 16 técnicas analíticas. Constata-se que a mesma técnica analítica é realizada de diferentes formas: as variações entre 5 (DBO) e 58 (NT) maneiras diferentes de se embasar/realizar uma técnica analítica demonstra a inexistência de normas padronizadas e universais para a análise de RSOb.

Figura 1-16 Quantidade de métodos/referências citados para cada uma das 16 técnicas analíticas de caracterização de resíduo sólido orgânico biodegradável



Fonte: Autoria própria.

Ioannidis (2005) afirma que quanto maior a flexibilidade dos modos analíticos em um campo científico, menor é a probabiblidade das descobertas das pesquisas serem verdadeiras. Essa flexibilidade dá espaço ao viés na pesquisa, ou seja, potencializa a transformação de resultados “negativos” em resultados “positivos”. O autor sugere que adotar padrões comuns provavelmente aumentará a proporção de descobertas verdadeiras.

Os métodos/referências apresentados nas tabelas do Apêndice 1D podem ser agrupados em três conjuntos principais:

1º) normas padronizadas e oficializadas dentro de um país/bloco político-econômico;

2º) publicações científicas (artigos, livros, trabalhos acadêmicos, trabalhos de eventos);

3º) equipamentos e *kits* de análise.

Em relação ao 1º grupo, foram identificadas normas padronizadas e oficiais de 12 países diferentes (Estados Unidos da América, Japão, França, Brasil, Itália, China, Índia, Finlândia, Corea do Sul, Suécia, Polônia e Holanda). Quanto ao 2º grupo (publicações científicas), são materiais que se dedicam a algum assunto específico e, por serem publicados mais rapidamente do que uma norma é atualizada, são utilizados como complementos/ajustes das normas ou até mesmo sozinhos. Por fim, quando um equipamento ou *kit* de análise é citado como referência (3º grupo), depreende-se que o método utilizado foi o mesmo especificado pelo fabricante.

Nem todos os métodos/referências utilizados para caracterizar RSOb foram originalmente propostos para a análise desse tipo de amostra: há desde métodos/referências destinados à análise de amostras que possuem alguma semelhança física-composicional com os RSOb, como vermicomposto, composto, condicionadores de solo, fertilizantes, corretivos, inoculantes, material biológico, sedimentos e solo, até métodos/referências cuja proposição é para analisar amostras praticamente opostas aos RSOb, como água, água do mar, água residuária e amostras líquidas no geral.

Na Tabela 1-3, para cada uma das 16 técnicas analíticas, são apresentados os dois métodos/referências com as maiores frequências de citação. APHA; AWWA; WPCF é a referência mais citada para analisar RSOb em 50% das técnicas analíticas, dentre as quais estão aquelas identificadas anteriormente como as mais utilizadas para a caracterização da matéria orgânica em RSOb: ST e/ou SV, DQOt e NT (Figura 1-14). Ressalta-se que, nesse caso, APHA; AWWA; WPCF foi citada sozinha, sem nenhuma outra referência como complemento.

O texto introdutório de APHA-AWWA-WEF deixa claro que os métodos que compõe o guia são destinados à análise de água e águas residuárias. Alguns procedimentos podem ser usados para lodos e sedimentos, mas ressalta que caso a amostra apresente características muito diferentes, adaptações devem ser feitas ou os métodos serão inapropriados. Quando se utilizam métodos destinados à análise de amostras líquidas para analisar amostras sólidas, adaptações são necessárias.

Dentre as primeiras referências mais citadas, a única que foi originalmente proposta para a análise de amostras do tipo RSOb é a de Van Soest, a qual destina-se à determinação de carboidratos estruturais e lignina em alimentos para a nutrição animal.

Considerando as duas referências mais citadas, não apresentar nenhuma referência para o método empregado representa 34% das posições (Tabela 1-3). Nesses casos, os autores mencionaram o equipamento no qual a determinação foi realizada (supõe-se que o método

utilizado foi o especificado pelo fabricante) e/ou descrevem as condições experimentais utilizadas. De qualquer maneira, a representatividade do “não apresentar referência” para técnicas analíticas de caracterização de RSOb é mais um indicativo da ausência de referências específicas, padronizadas e amplamente reconhecidas para esse tipo de amostra.

A diversidade de métodos/referências utilizados é reflexo direto da heterogeneidade dos RSOb: os representantes desse tipo de amostra apresentam variabilidade quanto às características físico-químicas e quanto ao grau de complexidade das interações entre os seus constituintes. Portanto, a disponibilidade de métodos únicos/universais referentes a cada técnica analítica de caracterização de RSOb é praticamente improvável. Contudo, a grande diversidade de métodos/referências pode dificultar/colocar em risco a comparação de resultados advindos de diferentes estudos.

Tabela 1-3 As duas referências mais citadas e a frequência de uso (%) para as 16 técnicas analíticas utilizadas na caracterização de resíduos sólidos orgânicos biodegradáveis (n = número de documentos que utilizaram a técnica analítica)

Técnica analítica	As duas referências mais citadas e a frequência de uso (f)	
Sólidos totais e/ou voláteis (n=280)	APHA; AWWA; WPCF (diferentes datas) (f = 66%)	Referência não citada (f = 11%)
Demanda química de oxigênio total (n=233)	APHA-AWWA-WEF (diferentes datas) (f = 59%)	Hach (kits e/ou método) (f = 17%)
Demanda química de oxigênio solúvel (n=102)	APHA-AWWA-WEF (diferentes datas) (f = 52%)	Hach (kits e/ou método) (f = 23%)
Carbono total (n=64)	Referência não citada. Indica equipamento e/ou pré-preparo (f = 72%)	Fator de conversão (f = 6%)
Carbono orgânico total (n=82)	Referência não citada. Indica equipamento (f = 22%)	Nelson; Sommers (1982, 1996) (f = 15%)
Nitrogênio total (n=217)	APHA-AWWA-WEF (diferentes datas) (f = 35%)	Referência não citada. Alguns citam equipamento (f = 32%)
Fósforo e/ou fosfato (n=101)	APHA-AWWA-WEF (diferentes datas) (f = 38%)	Referência não citada (f = 20%)
Carboidratos totais e/ou não estruturais (n=74)	Dubois et al. (1956) (f = 34%)	Referência não citada (f = 18%)
Proteínas (n=56)	Calculado (f = 39%)	Lowry (1951; 1995) (f = 27%)
Lipídeos (n=52)	APHA-AWWA-WEF (diferentes datas) (f = 31%)	Referência não citada (f = 25%)
Carboidratos estruturais e/ou lignina (n=23)	Van Soest (1963) Van Soest & Wine (1967) Van Soest; Wine (1968) Van Soest; Robertson; Lewis (1991) (f = 31%)	Sluiter et al. (2004, 2012) - National Renewable Energy Laboratory (NREL) (f = 9%)
Demanda bioquímica de oxigênio (n=25)	APHA-AWWA-WEF (diferentes datas) (f = 72%)	Referência não citada (f = 16%)
Potencial bioquímico de metano (n=42)	Referência não citada (f = 48%)	Owen et al. (1979) (f = 7%)
pH (n=236)	Referência não citada (f = 49%)	APHA-AWWA-WEF (diferentes datas) (f = 33%)
Condutividade elétrica (n=35)	Referência não citada (f = 57%)	APHA-AWWA-WEF (diferentes datas) (f = 14%)
Alcalinidade (n=85)	APHA-AWWA-WEF (diferentes datas) (f = 62%)	Dilallo; Alberton (1961) (f = 7%)

Fonte: Autoria própria.

5.3.3 Questão C: As informações fornecidas em relação aos métodos/referências utilizados para caracterizar matéria orgânica em RSOb são suficientes para que outros pesquisadores possam reproduzir os experimentos?

As informações fornecidas pelos documentos quanto aos métodos/referências utilizados para realizar as técnicas analíticas foram analisadas quanto a serem suficientes para que tais métodos fossem reproduzidos por outros pesquisadores e não com o objetivo de questionar a validade dos resultados. As informações consideradas nessa análise foram definidas com base nos fatores críticos que envolvem determinada técnica analítica.

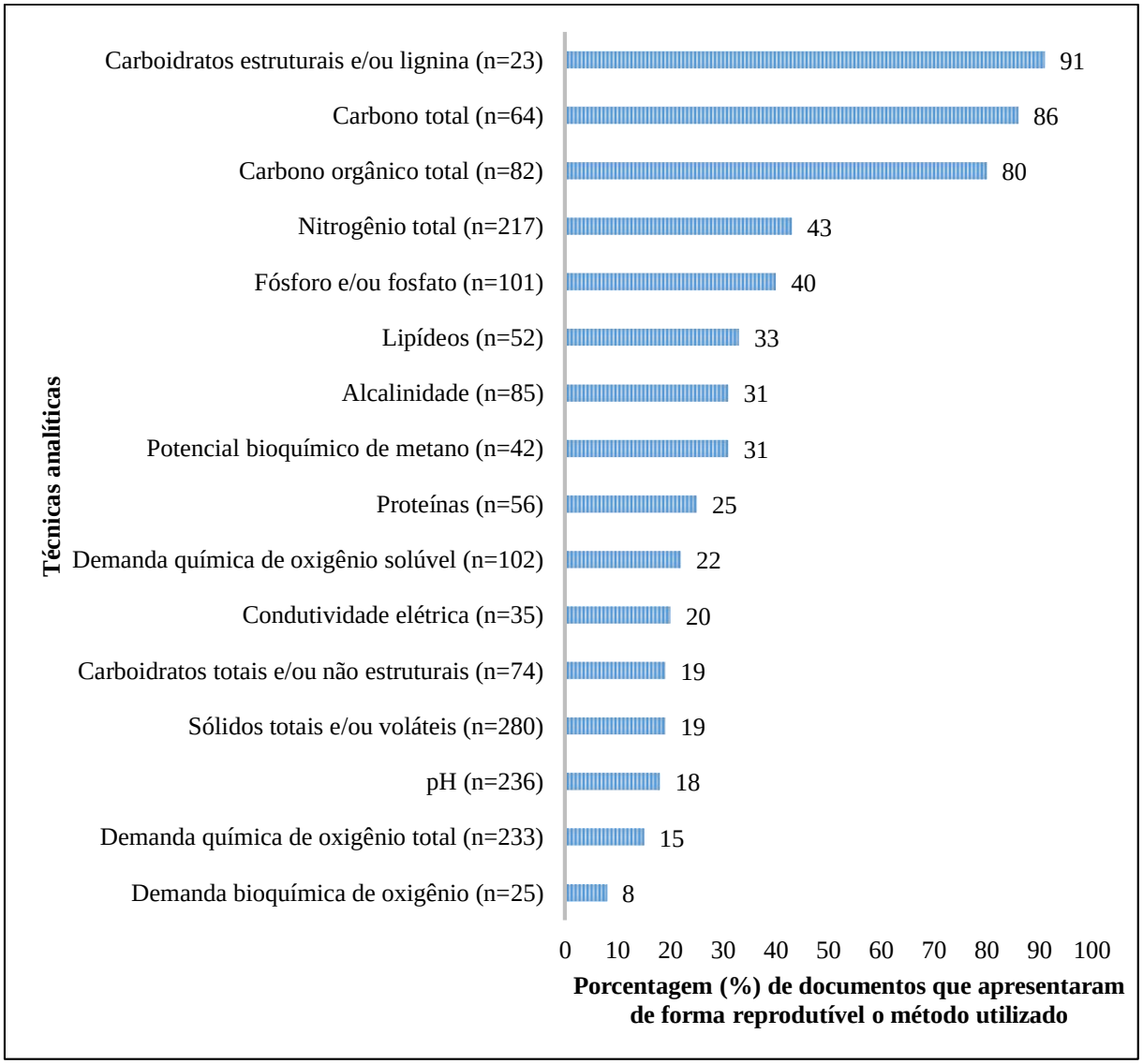
As tabelas do Apêndice 1E apresentam, para cada uma das 16 técnicas analíticas identificadas, as informações mínimas consideradas na análise e a porcentagem de documentos que forneceram tais informações mínimas, permitindo a reprodução do método/referência empregado.

As informações fornecidas pelos autores em relação aos métodos utilizados na caracterização da matéria orgânica de RSOb são, em sua maioria, insuficientes para que sejam reproduzidos. A porcentagem de documentos que citaram/descreveram os métodos de forma a permitir sua reprodução foi menor do que 50% para 13 das 16 técnicas analíticas analisadas, dentre elas, aquelas identificadas como as mais utilizadas na caracterização da matéria orgânica de RSOb: ST e/ou SV (19%), DQOt (15%) e NT (43%) (Figura 1-17).

Para exemplificação, a seguir são apresentadas algumas referências de documentos que forneceram informações suficientes para a reprodução dos métodos utilizados: LU et al. (2001); MELO, (2007); GUARDIA et al. (2010); CARMO; SILVA (2012); LATIF et al. (2012).

As maiores porcentagens de reprodutibilidade (entre 80% e 90%) foram apresentadas pelas determinações de carboidratos estruturais e/ou lignina e de carbono (total e orgânico total) (Figura 1-17), as quais são tais técnicas analíticas realizadas majoritariamente por métodos destinados à análise de amostras sólidas (Van Soest e combustão em analisador elementar, respectivamente), o que reduz a quantidade de informações necessárias a serem relatadas para permitir a reprodução.

Figura 1-17 Porcentagem (%) de documentos que apresentaram informações suficientes para a reprodução dos métodos utilizados nas determinações analíticas de caracterização de resíduos sólidos orgânicos biodegradáveis



Fonte: Autoria própria.

Alguns casos observados que não permitem a reprodução dos métodos utilizados são relatados e exemplificados a seguir:

- documentos que mencionam as técnicas analíticas realizadas e dizem que mais detalhes podem ser encontrados na referência “X”. Entretanto, quando consultado o documento da referência “X”, este cita uma referência “Y” e não apresenta nenhuma contribuição quanto aos procedimentos relacionados às técnicas analíticas (exemplos: ZHANG; JAHNG (2012); JAIN; WOLF; WAH (2014); WICKHAM et al. (2016));

- documentos que utilizam métodos destinados à análise de amostras líquidas e não descrevem as adaptações realizadas para analisar a amostra sólida (exemplo: VALDEZ-VAZQUEZ; POGGI-VARALDO (2009) - determinação de DQOt; BAYARD et al. (2016) - determinação de DBO; MENON et al. (2016) – determinação de carboidratos);
- documentos que mencionam que o parâmetro foi determinado por um laboratório particular (exemplos: BROWNE; MURPHY (2013, 2014) - determinação de carboidratos, proteínas e lipídeos; WICKHAM et al. (2016) – determinação de fósforo);
- documentos que apresentam informações vagas sobre os procedimentos realizados (exemplos: LI et al. (2014) – determinação de DQOt, "diluição apropriada"; MCDONALD; ACHARI; ABIOLA (2008) – determinação do PBM, "pequenas modificações no meio microbiano");

Teytelman (2018) afirma que protocolos resumidos impedem a comunidade científica de se mobilizar para fazer mais. Escrever "usamos uma versão ligeiramente modificada do protocolo do artigo Z", independente do protocolo completo estar disponível ou não, é mais fácil do que explicar todas as etapas, mas não é o suficiente.

Outro caso que também não permite a reprodução dos métodos utilizados é a inacessibilidade das referências citadas: normas padronizadas e oficiais de países/blocos político-econômicos que raramente apresentam versões de domínio público e/ou que não estejam em idioma de entendimento internacional (inglês); documentos antigos que não estão disponibilizados *online*; e documentos de acesso restrito, disponibilizados somente através da assinatura do periódico ou da compra do documento.

Ressalta-se que a inacessibilidade das referências não foi considerada dentro dos critérios para analisar a suficiência das informações fornecidas pelos documentos, visto ser relativizado pelas condições de acesso de cada pesquisador.

Por fim, para aqueles que precisam relatar suas análises de caracterização de RSOb, algumas recomendações são sugeridas:

1) Informe as condições da sua amostra (se foi armazenada e em quais condições, quanto tempo após a coleta foi analisada, etc.);

2) Informe as técnicas analíticas e respectivos métodos/referências (se houverem);

3) Para cada técnica analítica, forneça informações sobre o pré-preparo da amostra (redução do tamanho – equipamento utilizado, tamanho final da amostra; extração/lixiviação – qual relação amostra/solvente foi utilizada, como foi feita a mistura e por quanto tempo, a solução foi filtrada?, foi realizada diluição?; etc.);

4) Caso o método de referência citado não especifique alguma informação, por exemplo, a quantidade de amostra que deve ser utilizada, e você verifique que essa informação não pode ser omitida com vantagem, tal informação deve constar no seu relato;

5) Qualquer alteração realizada no método/referência utilizado deve ser informada;

6) Se nenhuma referência for seguida, descreva todas as etapas realizadas (aquelas que não podem ser omitidas com vantagem) para a execução do método empregado;

7) Releia as informações escritas e pergunte-se se você mesmo seria capaz de reproduzir (na verdade, repetir) tal análise com as informações que foram disponibilizadas.

Alguns periódicos incentivam ou exigem que os protocolos de análise sejam compartilhados “mediante solicitação”. Contudo Kidwell et al. (2016) não consideram tal política eficaz, pelo fato das solicitações serem feitas após o pesquisador concluir a pesquisa, publicar o artigo e perder ou esquecer materiais e dados detalhados. Portanto, sugerem que haja incentivos para que o compartilhamento ocorra enquanto os pesquisadores trabalham nos experimentos.

6 CONCLUSÕES

O uso da revisão sistemática da literatura na área de resíduos sólidos não é tão comum e tradicional quanto na área da saúde, contudo, é uma ferramenta útil para a síntese de evidências quando há um grande volume de publicações, como no caso de estudos envolvendo RSOb. As questões da presente tese, relacionadas às técnicas analíticas e respectivos métodos que tem sido utilizados para a caracterização da matéria orgânica de RSOb, foram respondidas a partir de informações contidas em 356 documentos selecionados sistematicamente de três bancos de dados (*Scopus*, *Google* Acadêmico e BDTD), sendo que a maior parte dos documentos (89%) são publicações revisadas por pares. As seguintes conclusões foram obtidas:

1) A caracterização da matéria orgânica de RSOb é realizada por diferentes técnicas analíticas, com diferentes graus de especificidade: há técnicas analíticas de análise química geral (ST e/ou SV, DQOt, DQOs), de análise de elementos específicos (CT, COT, NT, P e/ou PO43-), de análise da composição (CARBt e/ou CARBne, PROT, LIP, CARBe e/ou LIG) e de análise da biodegradabilidade (DBO e PBM). Em conjunto com as técnicas analíticas destinadas à análise da matéria orgânica, também são determinados parâmetros como o pH (66%), a alcalinidade (24%) e a condutividade elétrica (10%);
2) As técnicas analíticas de análise geral e de elementos específicos são preferidas em relação às demais, com destaque para a determinação de ST e/ou SV (79%), da DQOt (65%) e de NT (61%);
3) As técnicas analíticas utilizadas para caracterizar matéria orgânica em RSOb variam em razão da destinação escolhida para esse tipo de resíduo. Contudo, algumas técnicas analíticas são comuns à diferentes destinações, demonstrando sua importância na caracterização de RSOb: ST e/ou SV, DQOt, NT e pH. Em relação às técnicas analíticas menos utilizadas destacam-se: PBM, DBO, CARBe e/ou LIG e alcalinidade;
4) Constatou-se a inexistência de normas padronizadas e universais para a análise de RSOb, visto que a mesma técnica analítica é realizada de diferentes formas: foram identificadas de 5 a 58 maneiras diferentes de se embasar/realizar uma mesma técnica analítica;
5) A referência mais citada para a análise de RSOb não foi originalmente proposta para a análise de amostras sólidas, mas sim, para a análise de amostras líquidas: APHA; AWWA; WPCF é a referência mais citada para analisar RSOb em 50% das técnicas analíticas consideradas, dentre as quais estão aquelas identificadas como as mais utilizadas para a caracterização da matéria orgânica em RSOb: ST e/ou SV, DQOt e NT;

6) As informações fornecidas pelos autores em relação aos métodos utilizados na caracterização da matéria orgânica de RSOb são, em sua maioria, insuficientes para que sejam reproduzidos. A porcentagem de documentos que citaram/descreveram os métodos de forma a permitir sua reprodução foi menor do que 50% para 13 das 16 técnicas analíticas analisadas, dentre elas, aquelas identificadas como as mais utilizadas na caracterização da matéria orgânica de RSOb: ST e/ou SV (19%), DQOt (15%) e NT (43%);

Estudos que visam contribuir com o tema "caracterização de amostra sólida orgânica" é minoria (3,4%) quando comparado à estudos sobre a "destinação de RSOb" (90,2%). Visto o cenário atual obtido pela presente revisão sistemática, são necessários mais estudos visando uma maior uniformização dos métodos destinados à caracterização da matéria orgânica em RSOb, ainda mais pelo fato da caracterização ser pré-requisito para definir/executar qualquer forma de destinação para esse tipo de amostra.

A heterogeneidade dos RSOb é um fator que dificulta a existência de métodos únicos para a sua caracterização. Cabe ao pesquisador escolher a referência e o método que mais se adequa ao tipo de amostra que precisa analisar, a fim de obter resultados que representem a amostra. Informar as condições e procedimentos utilizados é uma forma de garantir a reprodução dos testes por outros pesquisadores e permitir a comparação de resultados. Com isso, abre-se para a oportunidade de propostas, melhorias e estabelecimento de métodos próprios para a análise de RSOb.

REFERÊNCIAS

ABRELPE ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE EMPRESAS DE LIMPEZA PÚBLICA E RESÍDUOS ESPECIAIS. **Panorama dos resíduos sólidos no Brasil.** São Paulo, 2012.

ANGELIDAKI, I.; SANDERS, W. Assessment of the anaerobic biodegradability of macropollutants. **Reviews in Environmental Science and Biotechnology**, v. 3, p. 117–129, 2004.

ARANCON, R. A. D. et al. Advances on waste valorization: New horizons for a more sustainable society. **Energy Science & Engineering**, v. 1, p. 53–71, 2013.

AUSTRALIAN NATIONAL HEALTH AND MEDICAL RESEARCH COUNCIL. **How to review the evidence: systematic identification and review of the scientific literature**. Canberra: Biotext, 2000.

BAKER, M. Is there a reproducibility crisis? **Nature**, v. 533, 2016.

BARAMPOUTI, E. M. et al. Liquid biofuels from the organic fraction of municipal solid waste: A review. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, v. 110, n. May, p. 298–314, 2019.

BAYARD, R. et al. Can Biomethane Potential (BMP) Be Predicted from Other Variables Such As Biochemical Composition in Lignocellulosic Biomass and Related Organic Residues? **Bioenergy Research**, v. 9, n. 2, p. 610–623, 2016.

BIOLCHINI, J. C. DE A. et al. Scientific research ontology to support systematic review in software engineering. **Advanced Engineering Informatics**, v. 21, n. 2, p. 133–151, 2007.

BONO, E. DE. **Six thinking hats.** Viking, England, 1986.

BORGES, P. H. DE C. et al. Peróxido de Hidrogênio na Determinação dos Teores de Carbono Orgânico do Solo - uma Alternativa Simples e de Menor Impacto Ambiental. Resumos do VIII Congresso Brasileiro de Agroecologia. **Anais**...Porto Alegre/RS: 2013

BRASIL. Lei nº 12.305, de 2 de agosto de 2010. Institui a Política Nacional de Resíduos Sólidos; altera a Lei no 9.605, de 12 de fevereiro de 1998; e dá outras providências. **Diário Oficial da União**, Brasília, DF, 3 de agosto de 2010.

BRASIL. Conselho Nacional do Meio Ambiente (CONAMA). Resolução nº 481 de 03 de outubro de 2017. **Estabelece critérios e procedimentos para garantir o controle e a qualidade ambiental do processo de compostagem de resíduos orgânicos, e dá outras providências.** Ministério do Meio Ambiente, 2017.

BROWNE, J. D.; MURPHY, J. D. Assessment of the resource associated with biomethane from food waste. **Applied Energy**, v. 104, p. 170–177, 2013.

BROWNE, J. D.; MURPHY, J. D. The impact of increasing organic loading in two phase digestion of food waste. **Renewable Energy**, v. 71, p. 69–76, 2014.

BUFFIERE, P. et al. A comprehensive method for organic matter characterization in solid wastes in view of assessing their anaerobic biodegradability. **Water Science and Technology**, v. 58, n. 9, p. 1783–1788, 2008.

CAMPANA, Á. O. Metodologia da investigação científica aplicada à área biomédica: 2. Investigações na área médica. **Jornal de Pneumologia**, v. 25, n. 2, p. 84–93, 1999.

CARMO, D. L. DO; SILVA, C. A. Métodos de quantificação de carbono e matéria orgânica em resíduos orgânicos. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 36, n. 4, p. 1211–1220, 2012.

CAZAUDEHORE, G. et al. Determination of chemical oxygen demand of agricultural wastes by combining acid hydrolysis and commercial COD kit analysis. **Journal of Environmental Management**, v. 250, n. August, p. 109464, 2019.

CECILIA, J. A. et al. Industrial Food Waste Valorization: A General Overview. **Biorefinery**, p. 253–277, 2019.

CENTRE FOR REVIEWS AND DISSEMINATION. **Systematic Reviews - CRD's guidance for undertaking reviews in health care.** University of York., 2009.

CHARNIER, C. et al. Fast characterization of solid organic waste content with near infrared spectroscopy in anaerobic digestion. **Waste Management**, v. 59, p. 140–148, 2017.

COBO, N.; LÓPEZ, A.; LOBO, A. Biodegradation stability of organic solid waste characterized by physico-chemical parameters. **WIT Transactions on Ecology and the Environment**, v. 109, p. 153–162, 2008.

COLLABORATION FOR ENVIRONMENTAL EVIDENCE. **Guidelines for Systematic Review and Evidence Synthesis in Environmental Management. Version 4.2.** Disponível em: <www.environmentalevidence.org/Documents/Guidelines/Guidelines4.2.pdf>.

COMISSÃO DAS COMUNIDADES EUROPEIAS. COM(2008) 811 final (versão em português). **Livro Verde sobre a gestãi dos bio-resíduos na União Européia.** Bruxelas, 2008.

CONFORTO, E. C.; AMARAL, D. C.; SILVA, S. L. DA. Roteiro para revisão bibliográfica sistemática : aplicação no desenvolvimento de produtos e gerenciamento de projetos. **8° Congresso Brasileiro de Gestão de Desenvolviemnto de Produto - CNGDP 2011**, p. 1–12, 2011.

COSSU, R. et al. Further steps in the standardization of BOD5/COD ratio as a biological stability index for MSW. **Waste Management**, v. 68, p. 16–23, 2017.

EL-FADEL, M.; FINDIKAKIS, A. N.; LECKIE, J. O. Environmental impacts of solid waste landfilling. **Journal of Environmental Management**, v. 50, p. 1–25, 1997.

FAVA, F. et al. Biowaste biorefinery in Europe: Opportunities and research & development needs. **New Biotechnology**, v. 32, p. 100–108, 2015.

FERRONATO, N.; TORRETTA, V. Waste mismanagement in developing countries: A review of global issues. **International Journal of Environmental Research and Public Health**, v. 16, p. 28, 2019.

FIDLER, F.; WILCOX, J. **Reproducibility of Scientific Results.**The Stanford Encyclopedia of Philosophy (Winter 2018 Edition), Edward N. Zalta (ed.). 2018. Disponível em: <https://plato.stanford.edu/archives/win2018/entries/scientific-reproducibility/>

FISGATIVA, H. et al. Understanding the anaerobic biodegradability of food waste: Relationship between the typological, biochemical and microbial characteristics. **Journal of Environmental Management**, v. 188, p. 95–107, 2017.

FISGATIVA, H.; TREMIER, A.; DABERT, P. Characterizing the variability of food waste quality: A need for efficient valorisation through anaerobic digestion. **Waste Management**, v. 50, p. 264–274, 2016.

FRANCESCHI, F. R. A. DE et al. Panorama dos resíduos sólidos no Brasil: uma discussão sobre a evolução dos dados no período 2003 2014. **Revista DAE**, v. 65, n. 206, p. 62–68, 2017.

GALVEZ-SOLA, L. et al. The potential of near infrared reflectance spectroscopy (NIRS) for the estimation of agroindustrial compost quality. **Science of the Total Environment**, v. 408, n. 6, p. 1414–1421, 2010.

GOODMAN, S. N.; FANELLI, D.; IOANNIDIS, J. P. A. What does research reproducibility mean? **Science Translational Medicine**, v. 8, n. 341, 2018.

GUARDIA, A. DE et al. Comparison of five organic wastes regarding their behaviour during composting: Part 1, biodegradability, stabilization kinetics and temperature rise. **Waste Management**, v. 30, n. 3, p. 402–414, 2010.

HIGGINS, J.; GREEN, S. **Cochrane Handbook for Systematic Reviews of Interventions Version 5.1.0 | Cochrane Training**. Disponível em: <http://training.cochrane.org/handbook>.

HUANG, G.; HAN, L.; LIU, X. Rapid estimation of the composition of animal manure compost by near infrared reflectance spectroscopy. **Journal of Near Infrared Spectroscopy**, v. 15, n. 6, p. 387–394, 2007.

IOANNIDIS, J. P. A. Why most published research findings are false. **PLoS Medicine**, v. 2, n. 8, p. 2–8, 2005.

JAIN, S.; WOLF, I. T.; WAH, T. Y. Anaerobic digestion of food waste using artificially cultured and natural anaerobes under Mesophilic conditions. **Journal of Materials and Environmental Science**, v. 5, n. 6, p. 1709–1714, 2014.

JIMENEZ, J. et al. A new organic matter fractionation methodology for organic wastes: Bioaccessibility and complexity characterization for treatment optimization. **Bioresource Technology**, v. 194, p. 344–353, 2015.

KIDWELL, M. C. et al. Badges to Acknowledge Open Practices: A Simple, Low-Cost, Effective Method for Increasing Transparency. **PLoS Biology**, v. 14, p. 1–15, 2016.

KITCHENHAM, B. **Procedures for performing systematic reviews.** Joint Technical Report. Software Engineering Group, Department of Computer Science, Keele University, United King and Empirical Software Engineering, National ICT Australia Ltd., Australia, 2004. Disponível em: <https://scholar.google.com/scholar?q=B. Kitchenham, Procedures for performing systematic reviews, Technical Report, Keele University and NICTA, 2004.>

KOMILIS, D. et al. Revisiting the elemental composition and the calorific value of the organic fraction of municipal solid wastes. **Waste Management**, v. 32, n. 3, p. 372–381, 2012.

KUSCH, S. et al. First- and second-generation valorisation of wastes and residues occuring in the food supply chain. **Fifth International Symposium on Energy from Biomass and Waste**, p. 1–13, 2014.

LANGE, L. C. et al. Estudo comparativo de metodologias empregadas para a análise de resíduos sólidos urbanos. XXVIII Congreso Interamericano de Ingeniería Sanitaria y Ambiental. **Anais**...Cancún, México: 2002

LANGER, L.; HADDAWAY, N.; LAND, M. **Losing sight in the jungle of reviews : a comment on the system behind "systematic reviews"Africa Evidence Network**, 2015. Disponível em: <http://www.africaevidencenetwork.org/loosing-sight-in-the-jungle-of-reviews-a-comment-on-the-system-behind-systematic-reviews/>. Acesso em: 24 jun. 2019

LARAWAY, S. et al. An Overview of Scientific Reproducibility: Consideration of Relevant Issues for Behavior Science/Analysis. **Perspectives on Behavior Science**, v. 42, n. 1, p. 33–

57, 2019.

LATIF, M. A. et al. Effect of Temperature and Organic Loading Rate on Upflow Anaerobic Sludge Blanket Reactor and CH 4 Production by Treating Liquidized Food Waste. **Environmental Progress & Sustainable Energy**, v. 31, n. 1, p. 114–121, 2012.

LI, X. et al. Lactic acid accumulation from sludge and food waste to improve the yield of propionic acid-enriched VFA. **Biochemical Engineering Journal**, v. 84, p. 28–35, 2014.

LIM, S. L.; LEE, L. H.; WU, T. Y. Sustainability of using composting and vermicomposting technologies for organic solid waste biotransformation: Recent overview, greenhouse gases emissions and economic analysis. **Journal of Cleaner Production**, v. 111, p. 262–278, 2016.

LU, S. G. et al. Effect of enforced aeration on in-vessel food waste composting. **Environmental Technology**, v. 22, n. 10, p. 1177–1182, 2001.

MAO, C. et al. Review on research achievements of biogas from anaerobic digestion. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, v. 45, p. 540–555, 2015.

MCDONALD, T.; ACHARI, G.; ABIOLA, A. Feasibility of increased biogas production from the co-digestion of agricultural, municipal, and agro-industrial wastes in rural communities. **Journal of Environmental Engineering and Science**, v. 7, n. 4, p. 263–273, 2008.

MELO, L. C. A. **Caracterização físico-química e comparação de métodos de digestão de resíduos orgânicos**. 72p. Dissertação (Mestrado em Agronomia) - Universidade Federal de Lavras, Lavras/Minas Gerais, 2007.

MENON, A. et al. Effect of pretreatment techniques on food waste solubilization and biogas production during thermophilic batch anaerobic digestion. **Journal of Material Cycles and Waste Management**, v. 18, n. 2, p. 222–230, 2016.

MUNAFÒ, M. R. et al. A manifesto for reproducible science. **Nature Human Behaviour**, v. 1, p. 1–9, 2017.

NAVARRO, A. E. et al. Relationships between organic matter and carbon contents of organic wastes. **Bioresource Technology**, v. 44, p. 203–207, 1993.

PAES, L. A. B. et al. Organic solid waste management in a circular economy perspective – A systematic review and SWOT analysis. **Journal of Cleaner Production**, v. 239, 2019.

PAI, M. et al. Systematic reviews and meta-analyses: An illustrated, step-by-step guide. **The National Medical Journal of India**, v. 17, n. 2, p. 86–95, 2004.

POGNANI, M. et al. Effect of freezing on the conservation of the biological activity of organic solid wastes. **Bioresource Technology**, v. 104, p. 832–836, 2012.

PUYUELO, B. et al. Determining C/N ratios for typical organic wastes using biodegradable fractions. **Chemosphere**, v. 85, n. 4, p. 653–659, 2011.

REYES-TORRES, M. et al. A systematic review on the composting of green waste: Feedstock quality and optimization strategies. **Waste Management**, v. 77, p. 486–499, 2018.

RODRIGUES, R. P. et al. Comparative analysis of methods and models for predicting biochemical methane potential of various organic substrates. **Science of the Total Environment**, v. 649, p. 1599–1608, 2019.

SCHIEVANO, A. et al. Prediction of biogas potentials using quick laboratory analyses:

Upgrading previous models for application to heterogeneous organic matrices. **Bioresource Technology**, v. 100, n. 23, p. 5777–5782, 2009.

SCHÖPFEL, J. **Towards a Prague Definition of Grey Literature**. Prague, Czech Republic: Grey Tech Approaches to High Tech Issues, 2010. Disponível em: <https://archivesic.ccsd.cnrs.fr/sic_00581570>.

SCHUMACHER, B. A. **Methods for the Determination of Total Organic Carbon (TOC) in Soils and Sediments**. United States Environmental Protection Agency, Las Vegas, 2002.

SOUZA, G. B. DE et al. (EDS.). **Validação de métodos para análise de alimentos: enfoque em enálise centesinal**. 1. ed. São Paulo: REMESP, 2016.

STARK, P. No reproducibility without preproducibility. **Nature**, v. 557, p. 613, 2018.

TEYTELMAN, L. No more excuses for non-reproducible methods. **Nature**, v. 560, p. 411, 2018.

TRIOLO, J. M. et al. A new algorithm to characterize biodegradability of biomass during anaerobic digestion: Influence of lignin concentration on methane production potential. **Bioresource Technology**, v. 102, n. 20, p. 9395–9402, 2011.

VALDEZ-VAZQUEZ, I.; POGGI-VARALDO, H. M. Alkalinity and high total solids affecting H2 production from organic solid waste by anaerobic consortia. **International Journal of Hydrogen Energy**, v. 34, n. 9, p. 3639–3646, 2009.

VAN, D. P. et al. A review of anaerobic digestion systems for biodegradable waste: Configurations , operating parameters, and current trends. **Environmental Engineering Research**, v. 25, n. 1, p. 1–17, 2020.

VAZIRE, S. Implications of the Credibility Revolution for Productivity, Creativity, and Progress. **Perspectives on Psychological Science**, v. 13, n. 4, p. 411–417, 2018.

VEA, E. B.; ROMEO, D.; THOMSEN, M. Biowaste Valorisation in a Future Circular Bioeconomy. **Procedia CIRP**, v. 69, p. 591–596, 2018.

WICKHAM, R. et al. Biomethane potential evaluation of co-digestion of sewage sludge and organic wastes. **International Biodeterioration and Biodegradation**, v. 113, p. 3–8, 2016.

ZHANG, L.; JAHNG, D. Long-term anaerobic digestion of food waste stabilized by trace elements. **Waste Management**, v. 32, n. 8, p. 1509–1515, 2012.

ZUPANČIČ, G. D.; ROŠ, M. Determination of chemical oxygen demand in substrates from anaerobic treatment of solid organic waste. **Waste and Biomass Valorization**, v. 3, n. 1, p. 89–98, 2012.

APÊNDICE 1A – Método dos seis chapéus do pensamento aplicado na elaboração dos itens do protocolo de uma revisão sistemática

Nesse Apêndice será apresentado como o método dos seis chapéus do pensamento pode ser aplicado na elaboração dos itens do protocolo de uma revisão sistemática. Como exemplo, são descritas a seguir as etapas adotadas em uma reunião para o desenvolvimento de um dos itens do protocolo: a escolha dos bancos de dados utilizados na presente revisão sistemática.

1ª etapa: apresentar o objetivo da reunião, que no caso foi selecionar qual ou quais bancos de dados seriam utilizados na presente revisão sistemática. A coordenadora da pesquisa, além de participante, teve a função de facilitadora da reunião.

2ª etapa: assegurar que todos os participantes (equipe de quatro membros anteriormente apresentada) conhecessem a relação entre as cores dos chapéus e as funções do pensamento. A facilitadora da reunião fez uma apresentação prévia do método dos seis chapéus do pensamento, justificando seu emprego para a tomada de decisão a partir dos conhecimentos prévios dos participantes e das informações advindas de pesquisa prévia em fontes primárias.

3ª etapa: definir quais chapéus e em qual sequência seriam utilizados. Para a escolha dos bancos de dados, decidiu-se utilizar os chapéus azul, branco, amarelo e preto, nessa ordem, sendo que o chapéu azul foi utilizado no início e no fim da reunião. Essa estratégia de pensamento excluiu os chapéus verde e vermelho pelo fato da escolha dos bancos de dados não exigir pensamentos criativos nem intuitivos (diferente da escolha das palavras-chave e formação da *string* de busca, por exemplo).

As falas de cada participante foram documentadas pela facilitadora em um arquivo Word e simultaneamente projetadas em tela para que todos pudessem acompanhar. No Quadro a seguir é apresentado uma síntese das ideias levantadas em cada rodada, bem como a decisão final.

Resultados obtidos com o uso do método dos seis chapéus do pensamento para definir o banco de dados a serem utilizados na presente revisão sistemática

Chapéu azul (início da reunião)

Objetivo da reunião: definir os bancos de dados que serão utilizados na busca de documentos (do tipo literatura cinzenta e do tipo revisados por pares) que respondam às questões da presente revisão sistemática:
Questão A) As técnicas analíticas utilizadas para caracterizar matéria orgânica em RSOb variam em razão da destinação escolhida para esse tipo de resíduo?
Questão B) Os métodos que tem sido empregados para caracterizar matéria orgânica em RSOb são originalmente propostos para a análise desse tipo de amostra?
Questão C) As informações fornecidas em relação aos métodos/referências utilizados para caracterizar matéria orgânica em RSOb são suficientes para que outros pesquisadores possam reproduzir os experimentos?

Sequência de chapéus a ser utilizada:

- chapéu branco: levantar possíveis bancos de dados;
- chapéu amarelo: apontar as características positivas de cada banco de dados.
- chapéu preto: apontar as características negativas de cada banco de dados.
- chapéu azul: refletir sobre as informações levantadas e aceitar ou rejeitar cada um dos banco de dados levantados. Concluir a reunião.

Em cada rodada, cada participante terá um minuto de fala e a ordem será da direita para a esquerda (a facilitadora será a referência).

Chapéu branco (1ª rodada)	**Chapéu amarelo (2ª rodada)**	**Chapéu preto (3ª rodada)**	**Chapéu azul (4ª rodada)**
Banco de Teses e Dissertações da Capes	- Acesso à trabalhos acadêmicos que podem não estar publicados em Anais científicos ou periódicos revisados por pares - Abrangência geográfica: Brasil - Multidisciplinar	- Retorna apenas literatura cinzenta - Os trabalhos acadêmicos disponíveis online são apenas os defendidos a partir de 2013	Decisão: rejeitado
Biblioteca Digital Brasileira de Teses e Dissertações (BDTD)	- Acesso à trabalhos acadêmicos brasileiros que podem não estar publicados em Anais científicos ou periódicos revisados por pares - Disponibiliza trabalhos acadêmicos defendidos antes de 2013 (quando comparado com o Banco de Teses e Dissertações da Capes - Abrangência geográfica: Brasil - Multidisciplinar	- Retorna apenas literatura cinzenta	Decisão: aceito
Google acadêmico	- Acesso à documentos diversos (acadêmicos, de eventos, revisados por pares, etc.) - Abrangência geográfica: global - Multidisciplinar	- Retorna documentos indexados em outros bancos de dados (obtenção de duplicatas caso esses bancos de dados sejam selecionados para a revisão)	Decisão: aceito
Science Direct	- Acesso à publicações em texto completo, incluindo artigos de periódicos e capítulos de livros - Abrangência geográfica: global - Multidisciplinar	- Somente publicações da Elsevier	Decisão: rejeitado
Web of Science	- Acesso à periódicos, livros e anais de conferências - Abrangência geográfica: global - Multidisciplinar	- Indexa somente os periódicos mais citados em suas respectivas áreas	Decisão: rejeitado
Engineering Village	- Abrangência geográfica: global - Acesso à publicações na área de Engenharia	- O ponto positivo mencionado torna-se negativo para o objetivo da presente revisão, que necessita de multidisciplinaridade	Decisão: rejeitado
Scielo	- Acesso livre - Abrangência geográfica: América Latina e países ibéricos - Multidisciplinar	- Os documentos da Scielo são buscados também pelo Google acadêmico	Decisão: rejeitado
Scopus	- O maior banco de dados em quantidade de documentos - Abrangência geográfica: global - Multidisciplinar	- Retorna apenas documentos revisados por pares	Decisão: aceito

Chapéu azul (encerramento da reunião)
Resultados e conclusão: foram levantados oito possíveis bancos de dados com características particulares, sendo que três deles foram selecionados: a BDTD, por permitir acesso à trabalhos acadêmicos que talvez não tenham sido publicados em Anais científicos ou periódicos revisados por pares; o Scopus, por ser o maior banco de dados de resumos e citações da literatura científica revisada por pares; e o Google acadêmico, por complementar as buscas da BDTD e do Scopus, devido à diversidade de documentos que retorna (artigos revisados por especialistas, teses e dissertações, livros, arquivos de pré-publicações entre outros trabalhos completos). Ainda, tais bancos de dados foram escolhidos por serem multidisciplinares e, juntos, permitirem a recuperação de documentos do tipo literatura cinzenta e do tipo revisado por pares. A rejeição dos outros cinco bancos de dados é justificada pelas informações da 3ª rodada (chapéu preto).

APÊNDICE 1B – Documentos selecionados (n=356) para responder às perguntas da revisão sistemática

Nº	Autor(es)/Ano	Meio de publicação	Título
1	(ADHIKARI et al., 2012)	International Journal of Environmental Technology and Management	Home composting of organic waste – part 1: effect of home composter design
2	(AHAMED et al., 2015)	Bioresource Technology	Multi-phased anaerobic baffled reactor treating food waste
3	(AL-MALLAHI; FURUICHI; ISHII, 2016)	Waste Management	Appropriate conditions for applying NaOH-pretreated two-phase olive milling waste for codigestion with food waste to enhance biogás production
4	(ALGAPANI et al., 2016)	Bioresource Technology	Bio-hydrolysis and bio-hydrogen production from food waste by thermophilic and hyperthermophilic anaerobic process
5	(ÁLVAREZ; OTERO; LEMA, 2010)	Bioresource Technology	A methodology for optimising feed composition for anaerobic co-digestion of agro-industrial wastes
6	(ANGERIZ-CAMPOY; ÁLVAREZ-GALLEGO; ROMERO-GARCÍA, 2015)	Bioresource Technology	Thermophilic anaerobic co-digestion of organic fraction of municipal solid waste (OFMSW) with food waste (FW): Enhancement of bio-hydrogen production
7	(ANJUM et al., 2016)	Journal of Cleaner Production	Anaerobic co-digestion of catering waste with partially pretreated lignocellulosic crop residues
8	(ANJUM et al., 2012)	Journal of Material Cycles and Waste Management	Anaerobic co-digestion of municipal solid organic waste with melon residues to enhance biodegradability and biogas production
9	(ANTUNES et al., 2015)	Engenharia Sanitária e Ambiental	Transformações químicas dos ácidos húmicos durante o processo de vermicompostagem de resíduos orgânicos
10	(ANWAR et al., 2016)	Water Science & Technology	Effect of sodium salt on anaerobic digestion of kitchen waste
11	(ARBESTAIN et al., 2009)	Waste Management	Laboratory appraisal of organic carbon changes in mixtures made with different inorganic wastes
12	(ARIAS et al., 2017)	Science of the Total Environment	Composting of pig manure and forest green waste amended with industrial sludge
13	(ARIUNBAATAR et al., 2015)	Waste Management	Enhanced mesophilic anaerobic digestion of food waste by thermal pretreatment: Substrate versus digestate heating
14	(ARSLAN et al., 2015)	BioMed Research International	Impact of pH Management Interval on Biohydrogen Production from Organic Fraction of Municipal Solid Wastes by Mesophilic Thermophilic Anaerobic Codigestion
15	(ARSLAN et al., 2012)	Bioresource Technology	Effect of hydrogen and carbon dioxide on carboxylic acids patterns in mixed culture fermentation

Nº	Autor(es)/Ano	Meio de publicação	Título
16	(ARSLAN et al., 2013)	Bioresource Technology	Selective carboxylate production by controlling hydrogen, carbon dioxide and substrate concentrations in mixed culture fermentation
17	(ARUN; SIVASHANMUGAM, 2015)	RSC Advances	Solubilization of waste activated sludge using a garbage enzyme produced from different preconsumer organic waste
18	(ASATO et al., 2016)	Bioresource Technology	Batch anaerobic digestion of synthetic military base food waste and cardboard mixtures
19	(ASTALS et al., 2011)	Journal of Environmental Management	Co-digestion of pig manure and glycerine: Experimental and modelling study
20	(ATALLAH et al., 2014)	Bioresource Technology	Performance optimization and validation of ADM1 simulations under anaerobic thermophilic conditions
21	(AWASTHI et al., 2014)	Bioresource Technology	Evaluation of thermophilic fungal consortium for organic municipal solid waste composting
22	(AYUB, 2015)	Instituto Nacional de Pesquisas da Amazônia	Uso de resíduos urbanos provenientes de feiras e podas de árvores para a produção de compostos orgânicos na cidade de Manaus
23	(BARBOSA, 2016)	Universidade Estadual da Paraíba	Influência da concentração de sólidos totais e da temperatura no processo de co -digestão anaeróbia de resíduos sólidos orgânicos
24	(BARRINGTON et al., 2002)	Bioresource Technology	Effect of carbon source on compost nitrogen and carbon losses
25	(BATTISTONI et al., 2007)	Water Research	Application of food waste disposers and alternate cycles process in small-decentralized towns: A case study
26	(BAYARD et al., 2016)	Bioenergy Research	Can Biomethane Potential (BMP) Be Predicted from Other Variables Such As Biochemical Composition in Lignocellulosic Biomass and Related Organic Residues?
27	(BEEVI; MADHU; SAHOO, 2015)	Waste Management	Performance and kinetic study of semi-dry thermophilic anaerobic digestion of organic fraction of municipal solid waste
28	(BEGUM et al., 2016)	Chemical Engineering Research and Design	Cooked and uncooked food waste: A viable feedstock for generation of value added products through biorefinery approach
29	(BERNAL et al., 1998)	Agriculture, Ecosystems and Environment	Carbon mineralization from organic wastes at different composting stages during their incubation with soil
30	(BERNSTAD et al., 2013)	Waste Management	Tank-connected food waste disposer systems – Current status and potential improvements

Nº	Autor(es)/Ano	Meio de publicação	Título
31	(BISHOP et al., 2009)	An ASABE Meeting Presentation	Evaluation of Laboratory Biochemical Methane Potentials as a Predictor of Anaerobic Dairy Manure Digester Biogas and Methane Production
32	(BOUBAKER; RIDHA, 2007)	Bioresource Technology	Anaerobic co-digestion of olive mill wastewater with olive mill solid waste in a tubular digester at mesophilic temperature
33	(BROWN; LI, 2013)	Bioresource Technology	Solid state anaerobic co-digestion of yard waste and food waste for biogas production
34	(BROWNE; ALLEN; MURPHY, 2013)	Waste Management	Improving hydrolysis of food waste in a leach bed reactor
35	(BROWNE; MURPHY, 2013)	Applied Energy	Assessment of the resource associated with biomethane from food waste
36	(BROWNE; MURPHY, 2014)	Renewable Energy	The impact of increasing organic loading in two phase digestion of food waste
37	(BUENDÍA et al., 2009)	Bioresource Technology	Feasibility of anaerobic co-digestion as a treatment option of meat industry wastes
38	(BUFFIERE et al., 2008)	Water Science & Technology	A comprehensive method for organic matter characterization in solid wastes in view of assessing their anaerobic biodegradability
39	(BUSTAMANTE et al., 2007)	Water Science & Technology	Co-composting of distillery and winery wastes with sewage sludge
40	(CAMPITELLI; CEPPI, 2008)	Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems	Chemical, physical and biological compost and vermicompost characterization: A chemometric study
41	(CAMPOS, 1997)	Universidade Estadual Paulista - Faculdade de Ciências Agronômicas	Análise da viabilidade da reciclagem de dejetos de bovinos com tratamento biológico, em sistema intensivo de produção de leite
42	(CAMPUZANO; GONZÁLEZ-MARTÍNEZ, 2015)	Bioresource Technology	Extraction of soluble substances from organic solid municipal waste to increase methane production
43	(CARMO; SILVA, 2012)	Revista Brasileira de Ciência do Solo	Métodos de quantificação de carbono e matéria orgânica em resíduos orgânicos
44	(CARNEIRO, 2005)	Universidade de São Paulo - Escola de Engenharia de São Carlos	Efeito da adição de lodo ao inóculo de reator anaeróbio híbrido sólido-líquido tratando fração orgânica de resíduos sólidos urbanos
45	(CASTILLO-HERNÁNDEZ; MAR-ALVAREZ; MORENO-ANDRADE, 2015)	International Journal of Hydrogen Energy	Start-up and operation of continuous stirred-tank reactor for biohydrogen production from restaurant organic solid waste
46	(CASTRILLÓN et al., 2013)	Bioresource Technology	Thermophilic co-digestion of cattle manure and food waste supplemented with crude glycerin in induced bed reactor (IBR)
47	(CECCHI et al., 1991)	Waste Management & Research	Anaerobic digestion of municipal solid waste: thermophilic vs. mesophilic performance at high solids

Nº	Autor(es)/Ano	Meio de publicação	Título
48	(CESARO et al., 2012)	Ultrasonics Sonochemistry	Enhanced biogas production from anaerobic codigestion of solid waste by sonolysis
49	(CHANDRASEKHAR; AMULYA; VENKATA MOHAN, 2015)	Waste Management	Solid phase bio-electrofermentation of food waste to harvest value-added products associated with waste remediation
50	(CHANDRASEKHAR; VENKATA MOHAN, 2014a)	International Journal of Hydrogen Energy	Bio-electrohydrolysis as a pretreatment strategy to catabolize complex food waste in closed circuitry: Function of electron flux to enhance acidogenic biohydrogen production
51	(CHANDRASEKHAR; VENKATA MOHAN, 2014b)	Bioresource Technology	Induced catabolic bio-electrohydrolysis of complex food waste by regulating external resistance for enhancing acidogenic biohydrogen production
52	(CHARNIER et al., 2017)	Waste Management	Fast characterization of solid organic waste content with near infrared spectroscopy in anaerobic digestion
53	(CHAUHAN; SINGH, 2013)	International Journal Of Recycling of Organic Waste in Agriculture	Effect of tertiary combinations of animal dung with agrowastes on the growth and development of earthworm Eisenia fetida during organic waste management
54	(CHEN et al., 2016)	Renewable Energy	Experimental study of co-digestion of food waste and tall fescue for bio-gas production
55	(CHEN et al., 2013a)	Bioresource Technology	Polyhydroxyalkanoate production from fermented volatile fatty acids: Effect of pH and feeding regimes
56	(CHEN et al., 2007)	Bioresource Technology	Enhancement of hydrolysis and acidification of solid organic waste by a rotational drum fermentation system with methanogenic leachate recirculation
57	(CHEN et al., 2013b)	Water Research	Enhancement of propionic acid fraction in volatile fatty acids produced from sludge fermentation by the use of food waste and Propionibacterium acidipropionici
58	(CHO et al., 2013a)	Journal of Material Cycles and Waste Management	Effect of long chain fatty acids removal as a pretreatment on the anaerobic digestion of food waste
59	(CHO et al., 2015)	Bioresource Technology	Effects of pH control and concentration on microbial oil production from Chlorella vulgaris cultivated in the effluent of a low-cost organic waste fermentation system producing volatile fatty acids
60	(CHO; PARK; CHANG, 1995)	Bioresource Technology	Biochemical methane potential and solid state anaerobic digestion of korean food wastes
61	(CHO et al., 2013b)	Bioresource Technology	Dry anaerobic digestion of food waste under mesophilic conditions: Performance and methanogenic community analysis

Nº	Autor(es)/Ano	Meio de publicação	Título
62	(CHOI; AHN, 2014)	International Journal of Hydrogen Energy	Characteristics of biohydrogen fermentation from various substrates
63	(CHOUDHARY; SHEORAN, 2011)	Bioresource Technology	Comparative study of cellulose waste versus organic waste as substrate in a sulfate reducing bioreactor
64	(CHUCHAT; SKOLPAP, 2015)	Chiang Mai Journal of Science	Biogas Production from Poultry Slaughter House and Food Processing Wastes by Microwave Thermal Pretreatment
65	(COFIE et al., 2009)	Water Research	Co-composting of faecal sludge and organic solid waste for agriculture: Process dynamics
66	(COLOMBO et al., 2017)	International Journal of Hydrogen Energy	Signal trends of microbial fuel cells fed with different food-industry residues
67	(COSTA, 2014)	Universidade Tecnológica Federal do Paraná	Codigestão anaeróbia de resíduos bovinos e suínos: caracterização química e produção de biofertilizante para uso em cultura de milho
68	(COSTA; TAVARES; COSSICH, 2007)	Environmental Technology	Stabilization of swine wastes by anaerobic digestion
69	(DAI et al., 2013)	Waste Management	High-solids anaerobic co-digestion of sewage sludge and food waste in comparison with mono digestions: Stability and performance
70	(DEEPANRAJ; SIVASUBRAMANIAN; JAYARAJ, 2016)	Energy Conversion and Management	Multi-response optimization of process parameters in biogas production from food waste using Taguchi – Grey relational analysis
71	(DERBAL et al., 2009)	Bioresource Technology	Application of the IWA ADM1 model to simulate anaerobic co-digestion of organic waste with waste activated sludge in mesophilic condition
72	(DHAMODHARAN; KUMAR; KALAMDHAD, 2015)	Bioresource Technology	Effect of different livestock dungs as inoculum on food waste anaerobic digestion and its kinetics
73	(DI MARIA et al., 2013)	Waste Management & Research	Leachate purification of mechanically sorted organic waste in a simulated bioreactor landfill
74	(DI MARIA; MICALE, 2015)	Energy Procedia	Analysis of the energetic potential generable from an hybrid bioreactor landfill for waste organic fraction
75	(DI MARIA et al., 2017)	Waste Management	Solid anaerobic digestion batch with liquid digestate recirculation and wet anaerobic digestion of organic waste: Comparison of system performances and identification of microbial guilds
76	(DIACONO et al., 2012)	Acta Agriculturae Scandinavica Section B - Soil and Plant Science	Bioassays and application of olive pomace compost on emmer: effects on yield and soil properties in organic farming
77	(DORES-SILVA; LANDGRAF; REZENDE, 2013)	Química nova	Processo de estabilização de resíduos orgânicos: vermicompostagem versus compostagem
78	(DRENNAN; DISTEFANO, 2014)	Waste Management	High solids co-digestion of food and landscape waste and the potential for ammonia toxicity

Nº	Autor(es)/Ano	Meio de publicação	Título
79	(EL-MASHAD; ZHANG, 2010)	Bioresource Technology	Biogas production from co-digestion of dairy manure and food waste
80	(ELANGO et al., 2007)	Journal of Hazardous Materials	Production of biogas from municipal solid waste with domestic sewage
81	(ELBESHBISHY et al., 2011)	International Journal of Hydrogen Energy	Single and combined effect of various pretreatment methods for biohydrogen production from food waste
82	(ELMITWALLI et al., 2006)	Water Science & Technology	Anaerobic biodegradability and digestion in accumulation systems for concentrated blackwater and kitchen organic-wastes
83	(ELSAMADONY; TAWFIK, 2015)	Bioresource Technology	Dry anaerobic co-digestion of organic fraction of municipal waste with paperboard mill sludge and gelatin solid waste for enhancement of hydrogen production
84	(EVANS et al., 2010)	Water and Environment Journal	Surahammar: a case study of the impacts of installing food waste disposers in 50% of households
85	(FABBRI; SERRANTI; BONIFAZI, 2014)	Waste Management & Research	Biochemical methane potential (BMP) of artichoke waste: the inoculum effect
86	(FDEZ.-GÜELFO et al., 2011)	Chemical Engineering Journal	Biological pretreatment applied to industrial organic fraction of municipal solid wastes (OFMSW): Effect on anaerobic digestion
87	(FENG; et al., 2008)	Waste Management	A pilot plant two-phase anaerobic digestion system for bioenergy recovery from swine wastes and garbage
88	(FERNÁNDEZ-GÓMEZ; ROMERO; NOGALES, 2010)	Bioresource Technology	Feasibility of vermicomposting for vegetable greenhouse waste recycling
89	(FERREIRA, 2016)	Universidade Federal Rural do Semi-Árido	Compostagem de resíduos biodegradáveis e seus efeitos na produção da alface
90	(FERREIRA; DUARTE; FIGUEIREDO, 2012)	Bioresource Technology	Utilization of wasted sardine oil as co-substrate with pig slurry for biogas production – A pilot experience of decentralized industrial organic waste management in a Portuguese pig farm
91	(FERSIZ; VELI, 2015)	Journal of Material Cycles and Waste Management	Aerobic decomposition of food waste with different ratios of solids at ambient temperatures and evaluation of CO2 emissions
92	(FISGATIVA et al., 2017)	Journal of Environmental Management	Understanding the anaerobic biodegradability of food waste: Relationship between the typological, biochemical and microbial characteristics
93	(FOUNTOULAKIS; MANIOS, 2009)	Bioresource Technology	Enhanced methane and hydrogen production from municipal solid waste and agro-industrial by-products co-digested with crude glycerol
94	(FU et al., 2014)	Pakistan Journal of Zoology journal	The Biochemical Properties and Microbial Profiles of Vermicomposts Affected by the Age Groups of Earthworms

Nº	Autor(es)/Ano	Meio de publicação	Título
95	(GALVEZ-SOLA et al., 2010)	Science of the Total Environment	The potential of near infrared reflectance spectroscopy (NIRS) for the estimation of agroindustrial compost quality
96	(GAN et al., 2008)	Bioresource Technology	A rotational drum fermentation system with water flushing for enhancing hydrolysis and acidification of solid organic wastes
97	(GANESH et al., 2014)	Waste Management	Single-phase and two-phase anaerobic digestion of fruit and vegetable waste: Comparison of start-up, reactor stability and process performance
98	(GARG; GUPTA; SATYA, 2006)	Bioresource Technology	Vermicomposting of different types of waste using Eisenia foetida: A comparative study
99	(GARG; SUTHAR; YADAV, 2012)	Bioresource Technology	Management of food industry waste employing vermicomposting technology
100	(GAVILANES-TERÁN et al., 2015)	Communications in Soil Science and Plant Analysis	Opportunities and Challenges of Organic Waste Management from the Agroindustrial Sector in South America: Chimborazo Province Case Study
101	(GHANIMEH; EL FADEL; SAIKALY, 2012)	Bioresource Technology	Mixing effect on thermophilic anaerobic digestion of source-sorted organic fraction of municipal solid waste
102	(GIORDANO et al., 2014)	Bioresource Technology	Evaluation of aeration pretreatment to prepare an inoculum for the two-stage hydrogen and methane production process
103	(GOUD; BABU; MOHAN, 2011)	International Journal of Hydrogen Energy	Canteen based composite food waste as potential anodic fuel for bioelectricity generation in single chambered microbial fuel cell (MFC): Bio-electrochemical evaluation under increasing substrate loading condition
104	(GRANZOTTO, 2016)	Universidade Federal de Santa Maria	Uso de biodigestor anaeróbio no tratamento de resíduo orgânico de restaurante
105	(GRAUNKE; WILKIE, 2014)	International Biodeterioration & Biodegradation	Examining the mechanisms of short-term solubilization of ground food waste for high-rate anaerobic digestion
106	(GRIMBERG et al., 2015)	Bioresource Technology	Anaerobic digestion of food waste through the operation of a mesophilic two-phase pilot scale digester – Assessment of variable loadings on system performance
107	(GUARDIA et al., 2010)	Waste Management	Comparison of five organic wastes regarding their behaviour during composting: Part 1, biodegradability, stabilization kinetics and temperature rise
108	(GUARDIA et al., 2002)	Bioresource Technology	Fractionation and characterisation of dissolved organic matter from composting green wastes

Nº	Autor(es)/Ano	Meio de publicação	Título
109	(GUO et al., 2014)	Waste Management & Research	Characterization and energy potential of food waste from catering service in Hangzhou, China
110	(GUTIÉRREZ; MARTIN; CHICA, 2014)	Environmental Technology	Usual variables and odour concentration to evaluate composting process and odour impact
111	(HACHICHA et al., 2008)	Waste Management	Quality assessment of composts prepared with olive mill wastewater and agricultural wastes
112	(HAMID; UCHE; PERIATAMBY, 2013)	Applied Mechanics and Materials	Effect of interaction between earthworm and microbes on the degradation time of agro-waste
113	(HAN; SHIN, 2004)	International Journal of Hydrogen Energy	Biohydrogen production by anaerobic fermentation of food waste
114	(HANAJIMA et al., 2006)	Bioresource Technology	Effect of addition of organic waste on reduction of Escherichia coli during cattle feces composting under high-moisture condition
115	(HIDAKA; WANG; TSUMORI, 2015)	Waste Management	Comparative evaluation of anaerobic digestion for sewage sludge and various organic wastes with simple modeling
116	(HUANG; HAN; LIU, 2007)	Journal of Near Infrared Spectroscopy	Rapid estimation of the composition of animal manure compost by near infrared reflectance spectroscopy
117	(HUBLIN; ZELIĆ, 2013)	Waste Management & Research	Modelling of the whey and cow manure co-digestion process
118	(HUBLIN; ZOKIĆ; ZELIĆ, 2012)	Biotechnology and Bioprocess Engineering	Optimization of Biogas Production from Co-digestion of Whey and Cow Manure
119	(INOUE et al., 2013)	Journal of Bioscience and Bioengineering	Electricity generation from cattle manure slurry by cassette-electrode microbial fuel cells
120	(IZUMI et al., 2010)	International Biodeterioration & Biodegradation	Effects of particle size on anaerobic digestion of food waste
121	(JAIN; WOLF; WAH, 2014)	Journal of Materials and Environmental Science	Anaerobic digestion of food waste using artificially cultured and natural anaerobes under Mesophilic conditions
122	(JAITALEE; DARARAT; CHAVALPARIT, 2010)	EnvironmentAsia	Bio-hydrogen Production Potential from Market Waste
123	(JEONG et al., 2010)	Bioresource Technology	Enhancement of bioenergy production and effluent quality by integrating optimized acidification with submerged anaerobic membrane bioreactor
124	(JIA et al., 2013)	Bioresource Technology	Electricity generation from food wastes and microbial community structure in microbial fuel cells
125	(JIANG et al., 2013)	Bioresource Technology	Volatile fatty acids production from food waste: Effects of pH, temperature, and organic loading rate
126	(JIANG et al., 2014)	Bioresource Technology	Effects of ultrasound pre-treatment on the amount of dissolved organic matter extracted from food waste

º

Nº	Autor(es)/Ano	Meio de publicação	Título
127	(JIANG; KITAMURA; LI, 2005)	Bioresource Technology	Improving acidogenic performance in anaerobic degradation of solid organic waste using a rotational drum fermentation system
128	(JIMENEZ et al., 2015)	Bioresource Technology	A new organic matter fractionation methodology for organic wastes: Bioaccessibility and complexity characterization for treatment optimization
129	(JOMAA et al., 2003)	Advances in Environmental Research	Hydrothermal decomposition and oxidation of the organic component of municipal and industrial waste products
130	(JUNG et al., 2013)	Bioresource Technology	Conversion of organic solid waste to hydrogen and methane by two-stage fermentation system with reuse of methane fermenter effluent as diluting water in hydrogen fermentation
131	(JUNOH; YIP; KUMARAN, 2016)	International Conference on Advances in Renewable Energy and Technologies (ICARET)	Effect on $Ca(OH)_2$ pretreatment to enhance biogas production of organic food waste
132	(KALAMDHAD; KAZMI, 2009)	Waste Management & Research	Rotary drum composting of different organic waste mixtures
133	(KARNCHANAWONG; SURIYANON, 2011)	Resources, Conservation and Recycling	Household organic waste composting using bins with different types of passive aeration
134	(KARNCHANAWONG; NISSAIKLA, 2014)	International Journal of Recycling of Organic Waste in Agriculture	Effects of microbial inoculation on composting of household organic waste using passive aeration bin
135	(KE et al., 2010)	Bioresource Technology	Inoculation of food waste with the thermo-tolerant lipolytic actinomycete Thermoactinomyces vulgaris A31 and maturity evaluation of the compost
136	(KHANTO; BANJERDKIJ, 2016)	EnvironmentAsia	Biogas Production from Batch Anaerobic Co-Digestion of Night Soil with Food Waste
137	(KHARDENAVIS et al., 2013)	Environmental Technology	Management of various organic fractions of municipal solid waste via recourse to VFA and biogas generation
138	(KIM et al., 2011a)	Bioresource Technology	Sewage sludge addition to food waste synergistically enhances hydrogen fermentation performance
139	(KIM; SHIN; KIM, 2012)	International Journal of Hydrogen Energy	Enhanced H2 fermentation of organic waste by CO2 sparging
140	(KIM; OH, 2011)	Waste Management	Continuous high-solids anaerobic co-digestion of organic solid wastes under mesophilic conditions
141	(KIM et al., 2011b)	International Journal of Hydrogen Energy	Natural inducement of hydrogen from food waste by temperature control
142	(KIM et al., 2011c)	Bioresource Technology	Effect of initial pH independent of operational pH on hydrogen fermentation of food waste

Nº	Autor(es)/Ano	Meio de publicação	Título
143	(KIM et al., 2006a)	Journal of Chemical Technology and Biotechnology	Effect of enzymatic pretreatment on acid fermentation of food waste
144	(KIM et al., 2012)	International Journal of Hydrogen Energy	Effect of fermentation conditions on biohydrogen production from lipid-rich food material
145	(KIM et al., 2007)	Journal of the Air & Waste Management Association	Response Surface Optimization of Substrates for Thermophilic Anaerobic Codigestion of Sewage Sludge and Food Waste
146	(KIM; NAM; SHIN, 2011)	Bioresource Technology	A comparison study on the high-rate co-digestion of sewage sludge and food waste using a temperature-phased anaerobic sequencing batch reactor system
147	(KIM et al., 2006b)	Journal of Bioscience and Bioengineering	Effects of Temperature and Hydraulic Retention Time on Anaerobic Digestion of Food Waste
148	(KIM et al., 2008a)	Bioresource Technology	Volumetric scale-up of a three stage fermentation system for food waste treatment
149	(KIM et al., 2008b)	Biotechnology and Bioprocess Engineering	Hydrogen Production Conditions from Food Waste by Dark Fermentation with Clostridium beijerinckii KCTC 1785
150	(KIM et al., 2015)	Bioresource Technology	Characterization of typical household food wastes from disposers: Fractionation of constituents and implications for resource recovery at wastewater treatment
151	(KIM et al., 2017)	Waste Management	Synergism of co-digestion of food wastes with municipal wastewater treatment biosolids
152	(KIM et al., 2016)	Water Research	More value from food waste: Lactic acid and biogas recovery
153	(KIM; SHIN, 2008)	International Journal of Hydrogen Energy	Effects of base-pretreatment on continuous enriched culture for hydrogen production from food waste
154	(KIM; CHEON; LEE, 2012)	International Journal of Hydrogen Energy	Enhancement of hydrogen production by recycling of methanogenic effluent in two-phase fermentation of food waste
155	(KIM; HAN; SHIN, 2008)	Process Biochemistry	Optimization of continuous hydrogen fermentation of food waste as a function of solids retention time independent of hydraulic retention time
156	(KIM; HAN; SHIN, 2004)	International Journal of Hydrogen Energy	Feasibility of biohydrogen production by anaerobic co-digestion of food waste and sewage sludge
157	(KINYUA; CUNNINGHAM; ERGAS, 2014)	Bioresource Technology	Effect of solids retention time on the bioavailability of organic carbon in anaerobically digested swine waste
158	(KIRAN; TRZCINSKI; LIU, 2015)	Bioresource Technology	Enhancing the hydrolysis and methane production potential of mixed food waste by an effective enzymatic pretreatment

Nº	Autor(es)/Ano	Meio de publicação	Título
159	(KOMILIS et al., 2012)	Waste Management	Revisiting the elemental composition and the calorific value of the organic fraction of municipal solid wastes
160	(KOTAY; DAS, 2006)	16th World Hydrogen Energy Conference 2006 (WHEC 2006) – Lyon France	Feasibility of biohydrogen production from sewage sludge using defined microbial consortium
161	(KULUGOMBA; THONGSAN; VIVUIDTH, 2014)	International Conference and Utility Exhibition 2014 on Green Energy for Sustainable Development	Techno-Economic Evaluation of Biogas Production from Food Waste for Electricity Generation
162	(KUMAR et al., 2016)	Environmental Engineering Research	Anaerobic digestion of food waste to methane at various organic loading rates (OLRs) and hydraulic retention times (HRTs): Thermophilic vs. mesophilic regimes
163	(KUMAR; HUSSAIN; DUBEY, 2016)	Biomass Conversion and Biorefinery	Methane formation from food waste by anaerobic digestion
164	(KUMARI et al., 2011)	Waste Management & Research	Bioconversion of herbal industry waste into vermicompost using an epigeic earthworm Eudrilus eugeniae
165	(KURUTI et al., 2017)	Bioresource Technology	Exploitation of rapid acidification phenomena of food waste in reducing the hydraulic retention time (HRT) of high rate anaerobic digester without conceding on biogas yield
166	(KVESITADZE et al., 2012)	Energy	Two-stage anaerobic process for bio-hydrogen and bio-methane combined production from biodegradable solid wastes
167	(KWON; LEE, 2004)	Process Biochemistry	Evaluation of Korean food waste composting with fed-batch operations I: using water extractable total organic carbon contents (TOCw)
168	(LATIF et al., 2012)	Environmental Progress & Sustainable Energy	Effect of Temperature and Organic Loading Rate on Upflow Anaerobic Sludge Blanket Reactor and CH4 Production by Treating Liquidized Food Waste
169	(LEE et al., 2015)	Journal of Chemistry	Effect of Volatile Fatty Acid Concentration on Anaerobic Degradation Rate from Field Anaerobic Digestion Facilities Treating Food Waste Leachate in South Korea
170	(LEE et al., 2014)	International Journal of Hydrogen Energy	Effect of organic loading rate on continuous hydrogen production from food waste in submerged anaerobic membrane bioreactor
171	(LEE et al., 2010)	Bioresource Technology	Continuous H2 and CH4 production from high-solid food waste in the two-stage thermophilic fermentation process with the recirculation of digester sludge

Nº	Autor(es)/Ano	Meio de publicação	Título
172	(LEE et al., 2016)	Journal of Material Cycles and Waste Management	Potential methane yield of food waste/food waste leachate from the biogasification facilities in South Korea
173	(LEE et al., 2008)	Water Science & Technology	The performance and microbial diversity of temperature phased hyperthermophilic and thermophilic anaerobic digestion system fed with organic waste
174	(LI; CHAMPAGNE; ANDERSON, 2012)	12th International Environmental Specialty Conference	Using Anaerobic Co-digestion to Enhance Biogas Production from Municipal Organic Wastes at Wastewater Treatment Plants
175	(LI et al., 2009)	Bioresource Technology	Using porphyritic andesite as a new additive for improving hydrolysis and acidogenesis of solid organic wastes
176	(LI et al., 2016)	Chemical Engineering Journal	Mass balances and distributions of C, N, and P in the anaerobic digestion of different substrates and relationships between products and substrates
177	(LI et al., 2015a)	Frontiers in Microbiology	Substrate Type and Free Ammonia Determine Bacterial Community Structure in Full-Scale Mesophilic Anaerobic Digesters Treating Cattle or Swine Manure
178	(LI et al., 2014a)	Applied Biochemistry and Biotechnology	Anaerobic Digestion of Yard Waste with Hydrothermal Pretreatment
179	(LI et al., 2014b)	Biochemical Engineering Journal	Lactic acid accumulation from sludge and food waste to improve the yield of propionic acid-enriched VFA
180	(LI et al., 2015b)	Water Research	Efficient production of optically pure L-lactic acid from food waste at ambient temperature by regulating key enzyme activity
181	(LI et al., 2017)	Bioresource Technology	High-calorific biogas production from anaerobic digestion of food waste using a two-phase pressurized biofilm (TPPB) system
182	(LIM et al., 2013)	Bioresource Technology	Study of microbial community and biodegradation efficiency for singleand two-phase anaerobic co-digestion of brown water and food waste
183	(LIM; WANG, 2013)	Waste Management	Enhanced hydrolysis and methane yield by applying microaeration pretreatment to the anaerobic co-digestion of brown water and food waste
184	(LIM; CHIAM; WANG, 2014)	Bioresource Technology	Microbial community structure reveals how microaeration improves fermentation during anaerobic co-digestion of brown water and food waste
185	(LIM et al., 2000)	Bioprocess Engineering (Bioprocess and Biosystems Engineering)	Volatile fatty acids production from food wastes and its application to biological nutrient removal

Nº	Autor(es)/Ano	Meio de publicação	Título
186	(LIM et al., 2008)	Bioresource Technology	Anaerobic organic acid production of food waste in once-a-day feeding and drawing-off bioreactor
187	(LIN et al., 2011)	Journal of Environmental Sciences	Effects of mixture ratio on anaerobic co-digestion with fruit and vegetable waste and food waste of China
188	(LIN et al., 2012)	Environmental Technology	Mesophilic anaerobic co-digestion of pulp and paper sludge and food waste for methane production in a fed-batch basis
189	(LIOTTA et al., 2014)	Waste Management & Research	Effect of total solids content on methane and volatile fatty acid production in anaerobic digestion of food waste
190	(LISBOA; LANSING, 2013)	Waste Management	Characterizing food waste substrates for co-digestion through biochemical methane potential (BMP) experiments
191	(LIU et al., 2009)	Bioresource Technology	Effect of feed to inoculum ratios on biogas yields of food and green wastes
192	(LIU et al., 2012)	Applied Biochemistry and Biotechnology	Biogasification of Green and Food Wastes Using Anaerobic-Phased Solids Digester System
193	(LIU et al., 2013)	Bioresource Technology	Hydrogen and methane production by co-digestion of waste activated sludge and food waste in the two-stage fermentation process: Substrate conversion and energy yield
194	(LOU; NAIR; HO, 2012)	Journal of Renewable and Sustainable Energy	Effects of volumetric dilution on anaerobic digestion of food waste
195	(LOU et al., 2015)	Journal of the Air & Waste Management Association	The contribution of biowaste disposal to odor emission from landfills
196	(LU et al., 2001)	Enviromental Technology	Effect of Enforced Aeration on In-Vessel Food Waste Composting
197	(LU; ZHOU; ZHOU, 2010)	Journal of Food, Agriculture & Environment	Effect of composted sewage sludge with organic garbage on planting watercress in red soil
198	(LUO et al., 2011)	Bioresource Technology	Enhancement of bioenergy production from organic wastes by two-stage anaerobic hydrogen and methane production process
199	(MA et al., 2011)	Bioresource Technology	Enhanced biomethanation of kitchen waste by different pre-treatments
200	(MALAKAHMAD; BASRI; ZAIN, 2011)	2011 IEEE Symposium on Business, Engineering and Industrial Applications (ISBEIA), Langkawi, Malaysia	Production of Renewable Energy by Transformation of Kitchen Waste to Biogas, Case Study of Malaysia
201	(MALINOWSKY, 2016)	Universidade Federal de Santa Catarina	Tratamento dos resíduos sólidos orgânicos da UFSC através de biodigestor anaeróbio
202	(MANNA et al., 2005)	Journal of Sustainable Forestry	Capacity of various food materials to support growth and reproduction of epigeic earthworms on vermicompost

Nº	Autor(es)/Ano	Meio de publicação	Título
203	(MARTIN et al., 2014)	Environmental Technology	Modelling response patterns of physico-chemical indicators during high-rate composting of green waste for suppression of Pythium ultimum
204	(MARTÍN et al., 2013)	Waste Management	Semi-continuous anaerobic co-digestion of orange peel waste and residual glycerol derived from biodiesel manufacturing
205	(MAZARELI, 2015)	Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho - Jaboticabal	Co-digestão anaeróbia de resíduos vegetais e águas residuárias de suinocultura em reatores horizontais de leito fixo e alta taxa
206	(MCDONALD; ACHARI; ABIOLA, 2008)	Journal of Environmental Engineering and Science	Feasibility of increased biogas production from the co-digestion of agricultural, municipal and agro-industrial wastes in rural communities
207	(MEKJINDA; RITCHIE, 2015)	Waste Management	Breakdown of food waste by anaerobic fermentation and non-oxygen producing photosynthesis using a photosynthetic bacterium
208	(MELO, 2007)	Universidade Federal de Lavras	Caracterização físico-química e comparação de métodos de digestão de resíduos orgânicos
209	(MELO, 2014)	Universidade Federal da Bahia	Análise do uso de compostagem doméstica em conjuntos habitacionais de interesse social na cidade de São Domingos – Bahia
210	(MENARDO; BALSARI, 2012)	BioEnergy Research	An analysis of the energy potential of anaerobic digestion of agricultural by-products and organic waste
211	(MENEZES, 2012)	Universidade Estadual da Paraíba	Influência da concentração de sólidos totais e temperatura na bioestabilização anaeróbia de resíduos sólidos orgânicos
212	(MENG et al., 2014)	Bioprocess and Biosystems Engineering	Start-up and operation strategies on the liquefied food waste anaerobic digestion and a full-scale case application
213	(MENG et al., 2015)	Bioresource Technology	Evaluating biomethane production from anaerobic mono- and co-digestion of food waste and floatable oil (FO) skimmed from food waste
214	(MENON; WANG; GIANNIS, 2017)	Waste Management	Optimization of micronutrient supplement for enhancing biogas production from food waste in two-phase thermophilic anaerobic digestion
215	(MENON et al., 2016)	Journal of Material Cycles and Waste Management	Effect of pretreatment techniques on food waste solubilization and biogas production during thermophilic batch anaerobic digestion

Nº	Autor(es)/Ano	Meio de publicação	Título
216	(MOHAN; CHANDRASEKHAR, 2011)	Bioresource Technology	Solid phase microbial fuel cell (SMFC) for harnessing bioelectricity from composite food waste fermentation: Influence of electrode assembly and buffering capacity
217	(MOÑINO et al., 2017)	Waste Management	A new strategy to maximize organic matter valorization in municipalities: Combination of urban wastewater with kitchen food waste and its treatment with AnMBR technology
218	(MOÑINO et al., 2016)	Waste Management	Potential use of the organic fraction of municipal solid waste in anaerobic co-digestion with wastewater in submerged anaerobic membrane technology
219	(MOON; SONG, 2011)	International Journal of Green Energy	Enzymatic hydrolysis of foodwaste and methane production using UASB bioreactor
220	(MORENO-ANDRADE; BUITRON, 2015)	Fresenius Environmental Bulletin	Evaluation of particle size and initial concentration of total solids on biohydrogen production from food waste
221	(NAGAO et al., 2012)	Bioresource Technology	Maximum organic loading rate for the single-stage wet anaerobic digestion of food waste
222	(NAM et al., 2016)	Environmental Science and Pollution Research	Harnessing dark fermentative hydrogen from pretreated mixture of food waste and sewage sludge under sequencing batch mode
223	(NARAN; TOOR; KIM, 2016)	International Biodeterioration & Biodegradation	Effect of pretreatment and anaerobic co-digestion of food waste and waste activated sludge on stabilization and methane production
224	(NAVARRO et al., 1993)	Bioresource Technology	Relationships between organic matter and carbon contents of organic wastes
225	(NAYONO; GALLERT; WINTER, 2010)	Bioresource Technology	Co-digestion of press water and food waste in a biowaste digester for improvement of biogas production
226	(NEVES; OLIVEIRA; ALVES, 2009a)	Water Research	Fate of LCFA in the co-digestion of cow manure, food waste and discontinuous addition of oil
227	(NEVES; OLIVEIRA; ALVES, 2009b)	Bioresource Technology	Co-digestion of cow manure, food waste and intermittent input of fat
228	(NOGUEIRA, 2013)	Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho - Botucatu	Inclusão de cana-de-açúcar triturada em biodigestores abastecidos com dejetos de bovinos de corte confinados
229	(OLIVEIRA FILHO, 2016)	Universidade Federal do Ceará	Produção de biogás e recuperação de nutrientes a partir da biodegradação de dejetos suínos
230	(OLIVEIRA, 2014)	Universidade Federal do Paraná	Validação do processo de digestão e de peletização de cama de aviário para a produção de fertilizante organomineral
231	(OLIVEIRA, 2012)	Universidade Federal de Santa Maria	Estudo da inclusão de compartimentos em biodigestores modelo canadense

Nº	Autor(es)/Ano	Meio de publicação	Título
232	(ORIVE; CEBRIÁN; ZUFÍA, 2016)	Renewable Energy	Techno-economic anaerobic co-digestion feasibility study for two phase olive oil mill pomace and pig slurry
233	(OWAMAH et al., 2014)	Waste Management	Fertilizer and sanitary quality of digestate biofertilizer from the co-digestion of food waste and human excreta
234	(PADMAVATHI et al., 2016)	International Journal of Environment and Sustainable Development	Biogas production from food waste codigested with sewage treatment plant sludge using biochemical methane potential method
235	(PAIVA, 2011)	Universidade Federal de Viçosa	Variáveis de projeto, operação de sistemas de leiras estáticas aeradas e qualidade do composto produzido com carcaças de aves mortas
236	(PANYADEE; PETIRAKSAKUL; PHALAKORNKULE, 2013)	Energy for Sustainable Development	Biogas production from co-digestion of Phyllanthus emblica residues and food waste
237	(PARK; THRING; HELLE, 2012)	Water Science & Technology	Comparison of methane production by co-digesting fruit and vegetable waste with first stage and second stage anaerobic digester sludge from a two stage digester
238	(PASUPULETI; SARKAR; VENKATA MOHAN, 2014)	International Journal of Hydrogen Energy	Upscaling of biohydrogen production process in semi-pilot scale biofilm reactor: Evaluation with food waste at variable organic loads
239	(PAULA et al., 2013)	Revista Brasileira de Ciência do Solo	Mineralização do carbono e nitrogênio de resíduos aplicados ao solo em campo
240	(PAVI, 2016)	Universidade do Vale do Rio dos Sinos	Produção de biogás a partir da co-digestão da fração orgânica dos resíduos sólidos urbanos e resíduos de hortifrutigrangeiros
241	(PECORINI et al., 2016)	Waste Management	Biochemical methane potential tests of different autoclaved and microwaved lignocellulosic organic fractions of municipal solid waste
242	(PEREIRA; FIALHO, 2013)	International Journal of Knowledge Engineering and Management	Gestão da sustentabilidade: compostagem otimizada em resíduos sólidos orgânicos com a utilização de metodologia enzimática na implantação de uma usina de compostagem de lixo no município de Santa Juliana/MG
243	(PILARSKA et al., 2016)	Ecological Chemistry and Engineering	Treatment of dairy waste by anaerobic co-digestion with sewage sludge
244	(PINTO, 2006)	Universidade Federal de Santa Catarina	Avaliação da digestão anaeróbia na bioestabilização de resíduos sólidos orgânicos, lodos de tanques sépticos, dejetos suínos e lixiviado
245	(POWERS; RICHARDSON; SCOTT, 2007)	2007 American Society of Agricultural and Biological Engineers (ASABE) Annual International Meeting	Microbial fuel cell operation and use with anaerobic digestion for power production from dairy manure

Nº	Autor(es)/Ano	Meio de publicação	Título
246	(PRABHU; MUTNURI, 2016)	Waste Management & Research	Anaerobic co-digestion of sewage sludge and food waste
247	(PRABHUDESSAI et al., 2014)	BioMed Research International	Pretreatment of Cottage Cheese to Enhance Biogas Production
248	(PUYUELO et al., 2011)	Chemosphere	Determining C/N ratios for typical organic wastes using biodegradable fractions
249	(QIANG; LANG; LI, 2012)	Bioresource Technology	High-solid mesophilic methane fermentation of food waste with an emphasis on Iron, Cobalt, and Nickel requirements
250	(QIANG et al., 2013)	Chemical Engineering Journal	Trace metals requirements for continuous thermophilic methane fermentation of high-solid food waste
251	(QIAO et al., 2010)	Science China Technological Sciences	Biogas recovery from microwave heated sludge by anaerobic digestion
252	(QIN et al., 2016)	Energy Sources, Part A: Recovery, Utilization and Environmental Effects	Assessment of food waste biodegradability by biochemical methane potential tests
253	(QUIROGA et al., 2014)	Bioresource Technology	Effect of ultrasound pre-treatment in the anaerobic co-digestion of cattle manure with food waste and sludge
254	(RAJAGOPAL; AHAMED; WANG, 2014)	Bioresource Technology	Hydrolytic and acidogenic fermentation potential of food waste with source segregated feces-without-urine as co-substrate
255	(RAJAGOPAL; BÉLINE, 2011)	Bioresource Technology	Anaerobic hydrolysis and acidification of organic substrates: Determination of anaerobic hydrolytic potential
256	(RAJESH et al., 2003)	Asian Journal of Microbiology Biotechnology & Environmental Sciences	Production and evaluation of composts and vermicomposts from solid organic wastes
257	(RAJPAL et al., 2012)	Waste Management & Research	On site domestic organic waste treatment through vermitechnology using indigenous earthworm species
258	(RAJPAL et al., 2014)	Journal of Material Cycles and Waste Management	Vermistabilization and nutrient enhancement of anaerobic digestate through earthworm species Perionyx excavatus and Perionyx sansibaricus
259	(RAMOS et al., 2012)	International Journal of Hydrogen Energy	Effect of the initial total solids concentration and initial pH on the bio-hydrogen production from cafeteria food waste
260	(RATANATAMSKUL; ONNUM; YAMAMOTO, 2014)	International Biodeterioration & Biodegradation	A prototype single-stage anaerobic digester for co-digestion of food waste and sewage sludge from high-rise building for on-site biogas production
261	(RATANATAMSKUL; WATTANAYOMMANAPORN; YAMAMOTO, 2015)	International Biodeterioration & Biodegradation	An on-site prototype two-stage anaerobic digester for co-digestion of food waste and sewage sludge for biogas production from high-rise building

Nº	Autor(es)/Ano	Meio de publicação	Título
262	(RATANATAMSKUL; MANPETCH, 2016)	International Biodeterioration & Biodegradation	Comparative assessment of prototype digester configuration for biogas recovery from anaerobic co-digestion of food waste and rain tree leaf as feedstock
263	(RATANATAMSKUL; SALEART, 2016)	Environmental Science and Pollution Research	Effects of sludge recirculation rate and mixing time on performance of a prototype single-stage anaerobic digester for conversion of food wastes to biogas and energy recovery
264	(REDDY; CHANDRASEKHAR; MOHAN, 2011)	Journal of Biotechnology	Influence of carbohydrates and proteins concentration on fermentative hydrogen production using canteen based waste under acidophilic microenvironment
265	(REZENDE, 2010)	Universidade Federal de Uberlândia	Uso de resíduos orgânicos na composição de substratos alternativos para produção de mudas
266	(RINCÓN et al., 2008)	Waste Management	Effect of the organic loading rate on the performance of anaerobic acidogenic fermentation of two-phase olive mill solid residue
267	(ROCA-PÉREZ et al., 2009)	Chemosphere	Composting rice straw with sewage sludge and compost effects on the soil–plant system
268	(RODRIGUES, 2003)	Universidade Federal do Rio Grande do Sul	Redução de carga poluidora em lodo de suinocultura através de filtração
269	(ROUNSEFELL et al., 2013)	Water Science & Technology	Fate of pathogen indicators in a domestic blend of food waste and wastewater through a two-stage anaerobic digestion system
270	(SABIANI et al., 2015)	Energy Sources, Part A: Recovery, Utilization and Environmental Effects	The effect of ultrasonic energy on the enhancement of the biodegradability of food waste
271	(SAFAVI; UNNTHORSSON, 2017)	Waste Management	Methane yield enhancement via electroporation of organic waste
272	(SANG et al., 2008)	Journal of Bioscience and Bioengineering	Effect of aeration on stabilization of organic solid waste and microbial population dynamics in lab-scale landfill bioreactors
273	(SCHIEVANO et al., 2009)	Bioresource Technology	Prediction of biogas potentials using quick laboratory analyses: Upgrading previous models for application to heterogeneous organic matrices
274	(SCHIMEL; BOONE, 2010)	Applied Biochemistry and Biotechnology	Biogas plasticization coupled anaerobic digestion: continuous flow anaerobic pump test results
275	(SCHIRMER et al., 2014)	Brazilian Journal of Chemical Engineering	Methane production in anaerobic digestion of organic waste from recife (Brazil) landfill: evaluation in refuse of diferent ages
276	(SCHOBER; TRÖSCH, 2000)	Water Research	Degradation of digestion residues by lignolytic fungi
277	(SCOTON, 2012)	Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho - Bauru	Avaliação do método respirométrico pelo acompanhamento e controle de processo de compostagem de lodo de esgoto

Nº	Autor(es)/Ano	Meio de publicação	Título
278	(SELVAM et al., 2010)	Bioresource Technology	Food waste decomposition in leachbed reactor: Role of neutralizing solutions on the leachate quality
279	(SERRANO et al., 2014a)	Journal of Environmental Management	Improvement of mesophilic anaerobic co-digestion of agri-food waste by addition of glycerol
280	(SERRANO et al., 2014b)	Applied Biochemistry and Biotechnology	Optimization of Anaerobic Co-digestion of Strawberry and Fish Waste
281	(SERRANO et al., 2013)	Journal of Cleaner Production	Agri-food waste valorization through anaerobic co-digestion: fish and strawberry residues
282	(SHAHRIARI et al., 2012)	Waste Management	Anaerobic digestion of organic fraction of municipal solid waste combining two pretreatment modalities, high temperature microwave and hydrogen peroxide
283	(SHARMA; GARG, 2017)	Environmental Science and Pollution Research	Management of food and vegetable processing waste spiked with buffalo waste using earthworms (Eisenia fetida)
284	(SHARMA; ARORA, 2012)	Journal of Solid Waste Technology and Management	Role of Paecilomyces in waste management
285	(SHEN et al., 2014)	Bioresource Technology	Production of poly(hydroxybutyrate–hydroxyvalerate) from waste organics by the two-stage process: Focus on the intermediate volatile fatty acids
286	(SHIN; YOUN; KIM, 2004)	International Journal of Hydrogen Energy	Hydrogen production from food waste in anaerobic mesophilic and thermophilic acidogenesis
287	(SIDDIQUI; HORAN; ANAMAN, 2011)	International Journal of Chemical Reactor Engineering	Optimisation of C:N ratio for co-digested processed industrial food waste and sewage sludge using the BMP test
288	(SILVA, 2016)	Universidade Federal de Pernambuco	Avaliação do processo de compostagem com diferentes proporções de resíduos de limpeza urbana e restos de alimentos
289	(SILVA, 2007a)	Universidade Federal da Paraíba/Universidade Estadual da Paraíba	Codisposição de lodo de esgoto sanitário e resíduos sólidos vegetais
290	(SILVA et al., 2013)	Chemical and Biochemical Engineering	Acidogenic fermentation towards valorisation of organic waste streams into volatile fatty acids
291	(SILVA, 2008)	Universidade Federal de Campina Grande	Tratamento de lodos de tanques sépticos por cocompostagem para os municípios do semi-árido paraibano: alternativa para mitigação de impactos ambientais
292	(SILVA, 2007b)	Universidade Federal de Pernambuco	Compostagem e solarização para higienização de lodo de esgoto e uso no cultivo de cássia amarela (Senna siamea Lam)
293	(SILVA, 2009)	Universidade Federal da Paraíba	Estudo cinético do processo de digestão anaeróbia de resíduos sólidos vegetais

Nº	Autor(es)/Ano	Meio de publicação	Título
294	(SLIMANE et al., 2011)	10th International Conference on Environment and Electrical Engineering	Start-up test of an underground digester treating organic waste
295	(SMITH; ALMQUIST, 2014)	Environmental Technology	The anaerobic co-digestion of fruit and vegetable waste and horse manure mixtures in a benchscale, two-phase anaerobic digestion system
296	(SOUSA, 2010)	Universidade Federal dos Vales do Jequitinhonha e Mucuri	Tratamento e reaproveitamento de resíduos de suínos como biofertilizante na cafeicultura
297	(SOUSA, 2013)	Universidade Estadual da Paraíba	Influência do inóculo no tratamento anaeróbio de resíduos sólidos orgânicos em regime batelada
298	(SPAJIĆ et al., 2010)	American Society of Agricultural and Biological Engineers	Croatian food industry by-products: co-digestion with swine manure vs. use as liquid animal feed
299	(STABNIKOVA; LIU; WANG, 2008a)	Waste Management	Digestion of frozen/thawed food waste in the hybrid anaerobic solid–liquid system
300	(STABNIKOVA; LIU; WANG, 2008b)	Biochemical Engineering Journal	Anaerobic digestion of food waste in a hybrid anaerobic solid–liquid system with leachate recirculation in an acidogenic reactor
301	(SUWANNARAT; RITCHIE, 2015)	Waste Management	Anaerobic digestion of food waste using yeast
302	(TAMPIO et al., 2014)	Waste Management	Anaerobic digestion of autoclaved and untreated food waste
303	(TANDUKAR; PAVLOSTATHIS, 2015)	Water Research	Co-digestion of municipal sludge and external organic wastes for enhanced biogas production under realistic plant constraints
304	(TANG et al., 2017)	Bioresource Technology	Effect of pH on lactic acid production from acidogenic fermentation of food waste with different types of inocula
305	(TAWFIK; SALEM; EL-QELISH, 2011)	Bioresource Technology	Two stage anaerobic baffled reactors for bio-hydrogen production from municipal food waste
306	(TAWFIK; EL-QELISH, 2012)	Bioresource Technology	Continuous hydrogen production from co-digestion of municipal food waste and kitchen wastewater in mesophilic anaerobic baffled reactor
307	(TAWFIK; EL-QELISH; SALEM, 2015)	International Journal of Green Energy	Efficient anaerobic co-digestion of municipal food waste and kitchen wastewater for bio-hydrogen production
308	(TAYLOR et al., 2004)	Compost Science & Utilization	Characterizing the physical and chemical properties of a vermicompost filter bed
309	(TEGHAMMAR et al., 2013)	Energy Fuels	Improved anaerobic digestion by the addition of paper tube residuals: pretreatment, stabilizing, and synergetic effects
310	(THAMARAISELVI; VASANTHY, 2013)	Nature Environment and Pollution Technology An International Quarterly Scientific Journal	Study on management of sugar cane industry solidwaste using the technique of composting

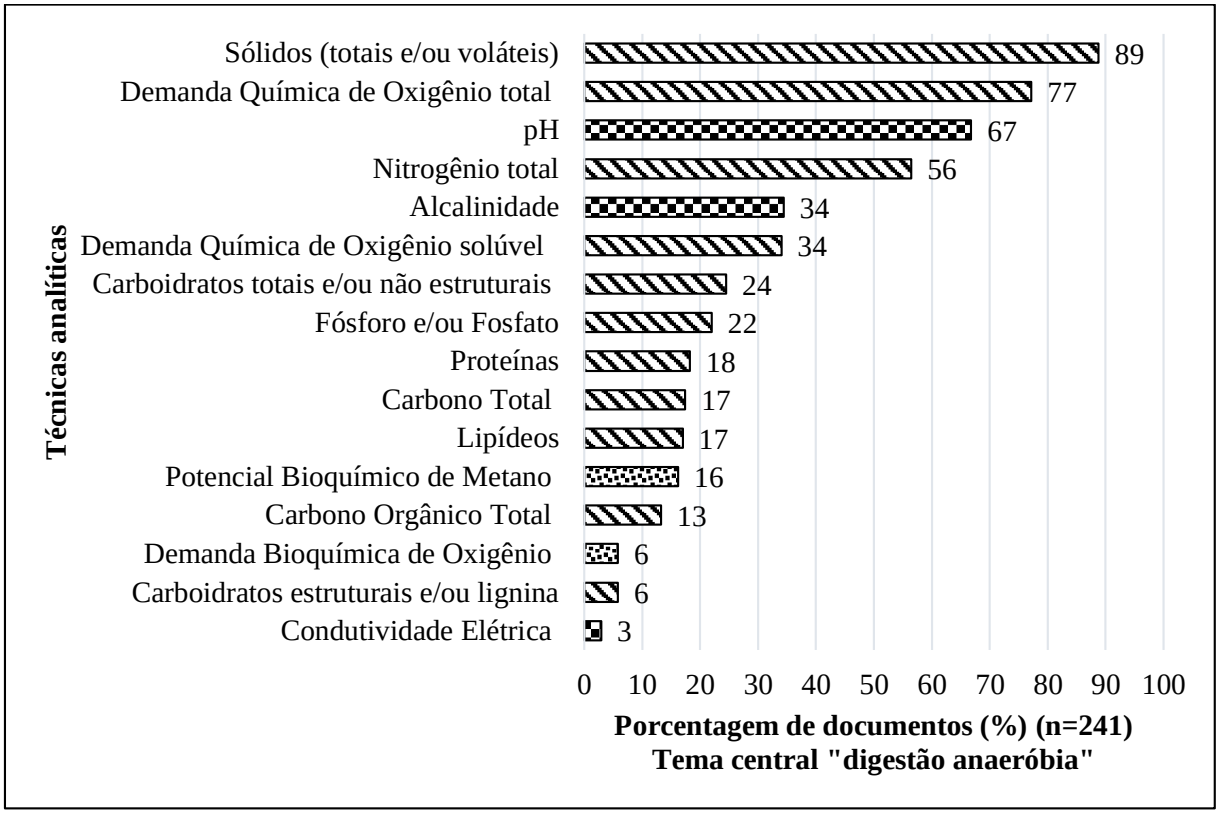
Nº	Autor(es)/Ano	Meio de publicação	Título
311	(TRIFONOV; KUDENKO; TIKHOMIROV, 2015)	Life Sciences in Space Research	Prospects for using a full-scale installation for wet combustion of organic wastes in closed life support systems
312	(TRULLI; TORRETTA, 2015)	Environmental Technology	Influence of feeding mixture composition in batch anaerobic co-digestion of stabilized municipal sludge and waste from dairy farms
313	(VALDEZ-VAZQUEZ; POGGI-VARALDO, 2009)	International Journal of hydrogen energy	Alkalinity and high total solids affecting H2 production from organic solid waste by anaerobic consortia
314	(VENTURA; LEE; JAHNG, 2014)	Journal of Environmental Sciences	A comparative study on the alternating mesophilic and thermophilic two-stage anaerobic digestion of food waste
315	(VIRIATO et al., 2015)	Revista de estudos ambientais (REA – Online)	Influência da granulometria e da concentração de sólidos totais na codigestão anaeróbia de resíduos orgânicos
316	(VOELKLEIN et al., 2016)	Bioresource Technology	Assessment of increasing loading rate on two-stage digestion of food waste
317	(WALL; WU-HAAN; SAFFERMAN, 2012)	Biomass and Bioenergy	Reconstitution of dewatered food processing residuals with manure to increase energy production from anaerobic digestion
318	(WAN et al., 2013)	Bioresource Technology	Anaerobic digestion of municipal solid waste composed of food waste, wastepaper, and plastic in a single-stage system: Performance and microbial community structure characterization
319	(WANG; LI; YI, 2015)	Water Science & Technology	Two-phase anaerobic co-digestion of food waste and sewage sludge
320	(WANG et al., 2003)	World Journal of Microbiology & Biotechnology	Intensive bioconversion of sewage sludge and food waste by Bacillus thermoamylovorans
321	(WANG et al., 2014)	Bioresource Technology	Anaerobic digestion of food waste for volatile fatty acids (VFAs) production with different types of inoculum: Effect of pH
322	(WANG et al., 2015a)	Environmental Technology	Effect of initial total solids concentration on volatile fatty acid production from food waste during anaerobic acidification
323	(WANG et al., 2015b)	Bioresource Technology	Biogas production improvement and C/N control by natural clinoptilolite addition into anaerobic co-digestion of Phragmites australis, feces and kitchen waste
324	(WANG; ZHAO, 2009)	International Journal of Hydrogen Energy	A bench scale study of fermentative hydrogen and methane production from food waste in integrated two-stage process
325	(WANI; MAMTA; RAO, 2013)	Saudi Journal of Biological Sciences	Bioconversion of garden waste, kitchen waste and cow dung into value-added products using earthworm Eisenia fetida

Nº	Autor(es)/Ano	Meio de publicação	Título
326	(WICKHAM et al., 2016)	International Biodeterioration & Biodegradation	Biomethane potential evaluation of co-digestion of sewage sludge and organic wastes
327	(WONGTHANATE; CHINNACOTPONG; KHUMPONG, 2014)	The International Journal of Energy and Environmental Engineering	Impacts of pH, temperature and pretreatment method on biohydrogen production from organic wastes by sewage microflora
328	(WU et al., 2015a)	Energy & Fuels	Enhanced productions and recoveries of ethanol and methane from food waste by a three-stage process
329	(WU et al., 2015b)	Energy Conversion and Management	Comparison of single-stage and temperature-phased two-stage anaerobic digestion of oily food waste
330	(WU et al., 2016)	Bioresource Technology	A new method of two-phase anaerobic digestion for fruit and vegetable waste treatment
331	(XING et al., 2012)	Journal of Hazardous Materials	Changes in the chemical characteristics of water-extracted organic matter from vermicomposting of sewage sludge and cow dung
332	(XU et al., 2012)	Bioresource Technology	Effect of inoculum to substrate ratio on the hydrolysis and acidification of food waste in leach bed reactor
333	(XU et al., 2014b)	Bioresource Technology	Microbial community distribution and extracellular enzyme activities in leach bed reactor treating food waste: effect of different leachate recirculation practices
334	(XU et al., 2011)	Bioresource Technology	Optimization of food waste hydrolysis in leach bed coupled with methanogenic reactor: Effect of pH and bulking agent
335	(XU et al., 2014a)	Bioresource Technology	Responses of microbial community and acidogenic intermediates to different water regimes in a hybrid solid anaerobic digestion system treating food waste
336	(YADAV et al., 2016)	Environmental Progress & Sustainable Energy	Tea waste and food waste as a potential feedstock for biogas production
337	(YAN; SELVAM; WONG, 2014)	Bioresource Technology	Application of rumen microbes to enhance food waste hydrolysis in acidogenic leach-bed reactors
338	(YAN; SELVAM; WONG, 2016)	Bioresource Technology	Innovative method for increased methane recovery from two-phase anaerobic digestion of food waste through reutilization of acidogenic off-gas in methanogenic reactor
339	(YANG; ZHANG; JAHNG, 2014)	Drying Technology	Importance of initial moisture content and bulking agent for biodrying sewage sludge
340	(YANG; JIN; CHEN, 2013)	International Conference on Materials for Renewable Energy and Environment	The effect of different mixing ratio on cocomposting of yard trimmings and food waste

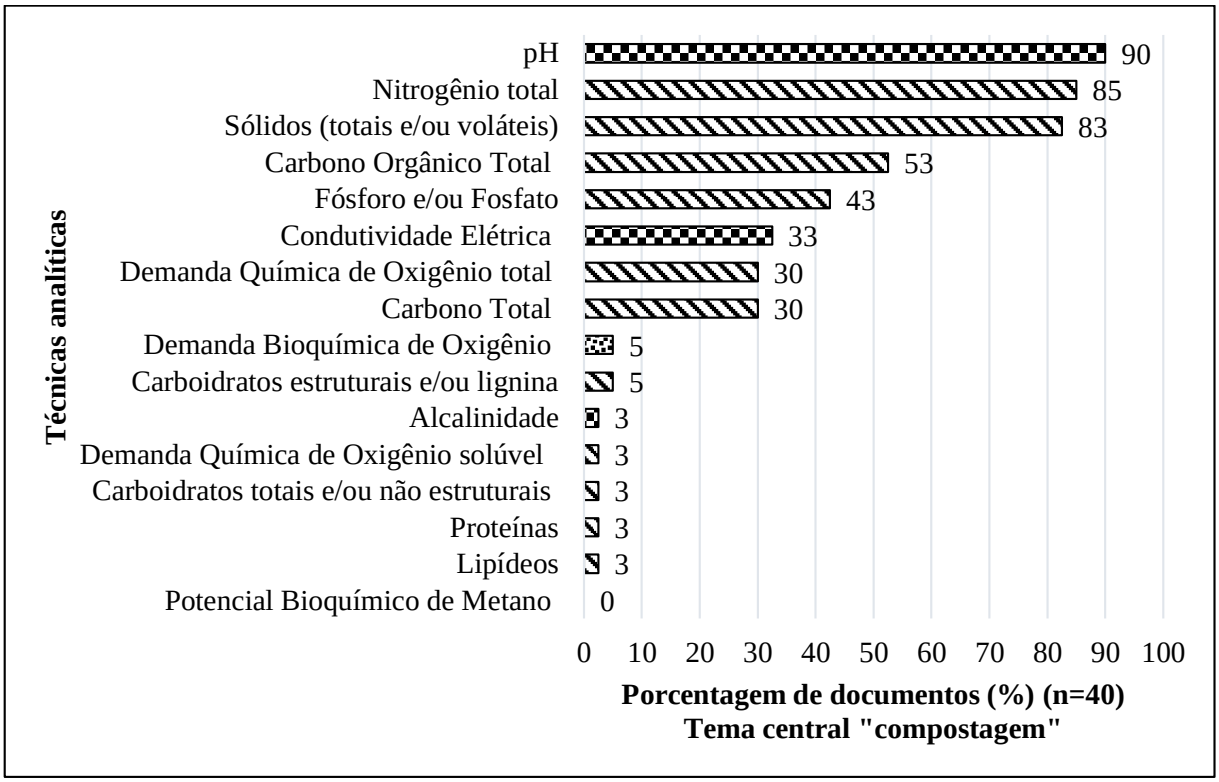
Nº	Autor(es)/Ano	Meio de publicação	Título
341	(YIN et al., 2014a)	Bioresource Technology	Improving production of volatile fatty acids from food waste fermentation by hydrothermal pretreatment
342	(YIN et al., 2014b)	Applied Mechanics and Materials	Plus a plant regulator of food waste and sludge mixed aerobic composting study
343	(YIN et al., 2016)	Applied Energy	Enzymatic pretreatment of activated sludge, food waste and their mixture for enhanced bioenergy recovery and waste volume reduction via anaerobic digestion
344	(YOGESH; MICHAEL, 2013)	International Journal of Pharma and Bio Sciences	Explicit role of methanogenic consortium developed for improving thermophilic biomethanation of urban waste
345	(YOKOYAMA et al., 2010)	Japan Agricultural Research Quarterly	Hydrogen fermentation of cow manure mixed with food waste
346	(YOUN; SHIN, 2005)	Waste Management & Research	Comparative performance between temperature phased and conventional mesophilic two-phased processes in terms of anaerobically produced bioenergy from food waste
347	(YU et al., 2015)	Environmental Technology	Conversion of food waste into biofertilizer for the biocontrol of root knot nematode by Paecilomyces lilacinus
348	(ZHANG et al., 2015a)	Applied Biochemistry and Biotechnology	Biogas by semi-continuous anaerobic digestion of food waste
349	(ZHANG et al., 2014)	Bioresource Technology	Anaerobic digestion of food waste stabilized by lime mud from papermaking process
350	(ZHANG; JAHNG, 2012)	Waste Management	Long-term anaerobic digestion of food waste stabilized by trace elements
351	(ZHANG; ZHANG; LI, 2015)	Water Science & Technology	The positive effects of waste leachate addition on methane fermentation from food waste in batch trials
352	(ZHANG et al., 2015b)	Bioresource Technology	Performance and kinetic evaluation of semi-continuously fed anaerobic digesters treating food waste: Role of trace elements
353	(ZHU et al., 2009)	Waste Management	Regulating the hydrolysis of organic wastes by micro-aeration and effluent recirculation
354	(ZOU et al., 2016)	Bioresource Technology	Pretreatment of food waste with high voltage pulse discharge towards methane production enhancement
355	(ZUO et al., 2014)	Bioresource Technology	Performance of two-stage vegetable waste anaerobic digestion depending on varying recirculation rates
356	(ZUPANČIČ; ROŠ, 2012)	Waste Biomass Valorization	Determination of chemical oxygen demand in substrates from anaerobic treatment of solid organic waste

APÊNDICE 1C - Frequência de uso das técnicas analíticas para diferentes formas de destinação de resíduos sólidos orgânicos biodegradáveis

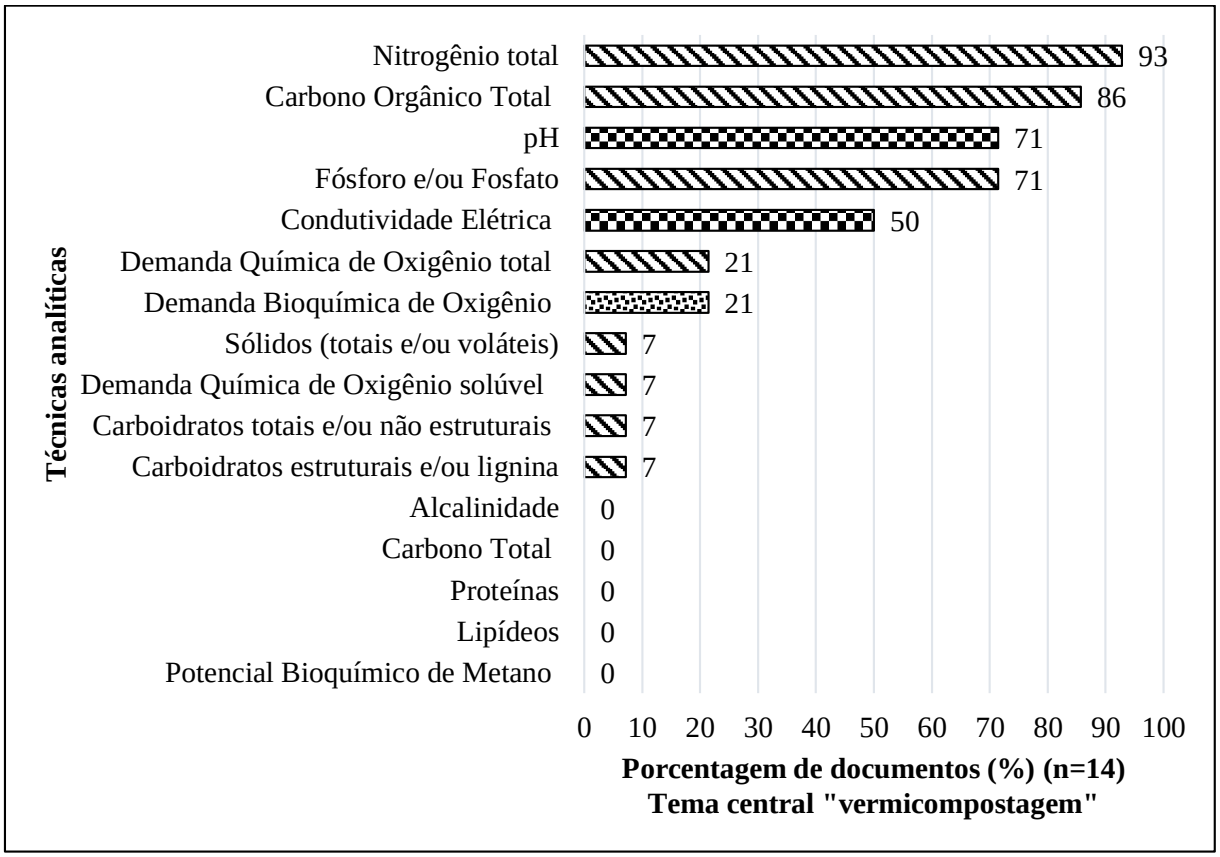
Frequência de uso (em %) de técnicas analíticas para a caracterização da matéria orgânica em amostras de RSOb destinados à digestão anaeróbia



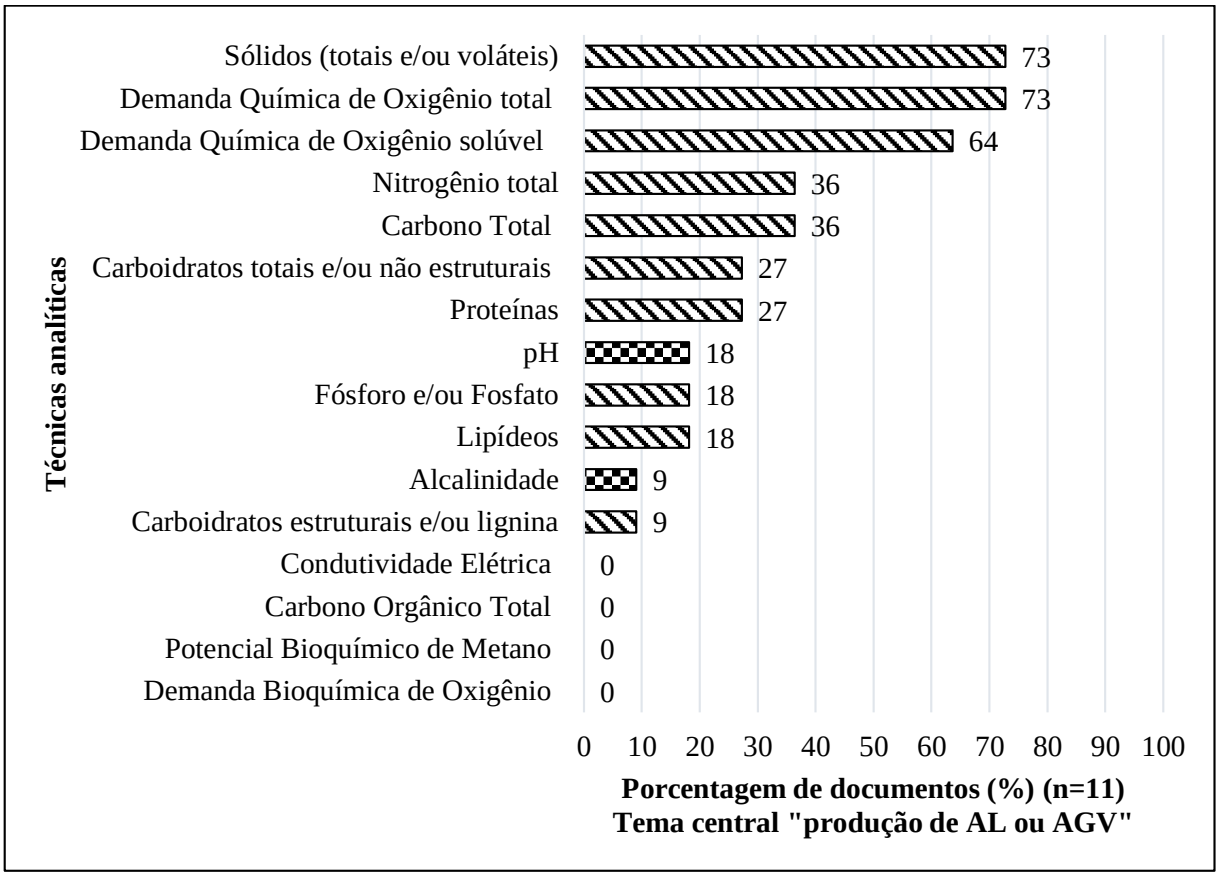
Frequência de uso (em %) de técnicas analíticas para a caracterização da matéria orgânica em amostras de RSOb destinados à compostagem



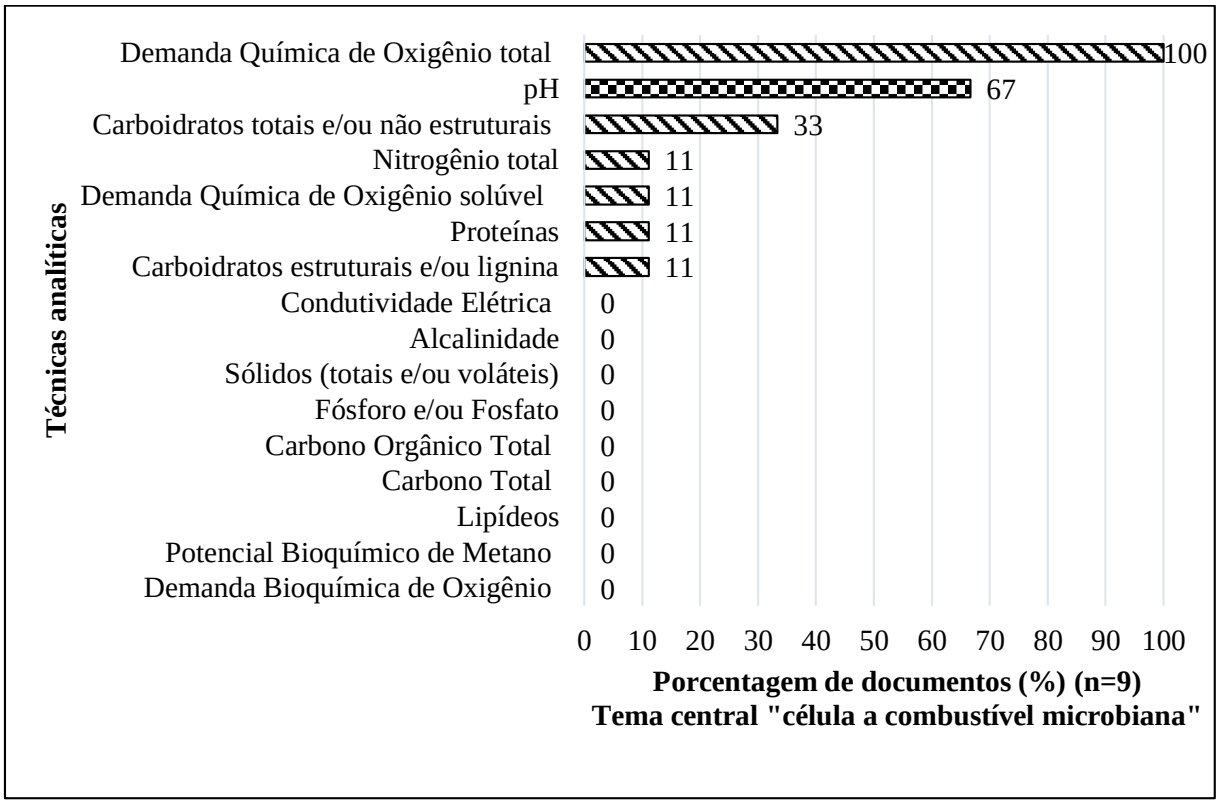
Frequência de uso (em %) de técnicas analíticas para a caracterização da matéria orgânica em amostras de RSOb destinados à vermicompostagem



Frequência de uso (em %) de técnicas analíticas para a caracterização da matéria orgânica em amostras de RSOb destinados à produção de ácido lático ou ácidos graxos voláteis



Frequência de uso (em %) de técnicas analíticas para a caracterização da matéria orgânica em amostras de RSOb destinados à célula a combustível microbiana



APÊNDICE 1D – Métodos/referências citados para cada uma das 16 técnicas analíticas identificadas, tipo de amostra a qual os métodos/referências se destinam e número de documentos que os utilizaram

Observação: *como alguns métodos/referências foram apenas citados pelos documentos, ou seja, não apresentaram a referência completa da citação, em alguns casos tais métodos/referências não puderam ser identificados/verificados, mas estão contidos nas Tabelas. As referências (citada e completa) são apresentadas tais como foram apresentadas nos documentos dos quais foram extraídas. As referências completas dos métodos/referências presentes nas Tabelas a seguir não constam nas referências do Capítulo 1, justamente por estarem completas nas Tabelas, facilitando a localização.*

GRUPO 1.1: SÓLIDOS TOTAIS E/OU VOLÁTEIS				
	Referência (citada e completa) do método utilizado para a determinação de Sólidos Totais e/ou Voláteis		**Destinado originalmente à análise de:**	**Número de documentos que utilizaram a referência**
1	APHA; AWWA; WPCF (sem data, 1913, 1980, 1985, 1989, 1990, 1992, 1995, 1997, 1998, 1999, 2001, 2002, 2005, 2012)	APHA -AWWA-WEF, ano. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, ano. X th ed. American Public Health Association/American Water Works Association/Water Environment Federation, Washington, DC, USA.	água água residuária	186
2	Referência não citada	Referência completa não apresentada	-	32
3	Japan Sewage Works Association (1997)	Japan Sewage Works Association, 1997. Examination of water quality. In: Kashiwaya, K. (Ed.), Sewage examination methods, Vol. 1. Japan Sewage Works Association, Tokyo, Japan. Japan Sewage Association, 1997. Total Solid and Volatile Solid measurement, 296–297; Sewage Test Procedure, Japan Sewage Association, Tokyo (in Japanese).	água água residuária	9
4	USDA; USCC (2001, 2002)	The US Department of Agriculture, The US Composting Council, ano. Test Methods for the Examination of Composting and Compost (TMECC). Edaphos International, Houston, TX, USA.	resíduo sólido orgânico em compostagem composto	7
5	US EPA (2001)	US Environmental Protection Agency, 2001. Method 1684: total, fixed, and volatile solids in water, solids, and biosolids. EPA-821-R-01-015. Office of Water, Office of Science and Technology, Engineering and Analysis Division, U.S. Environmental Protection Agency, Washington, DC.	água sólidos biossólidos	6

6	AFNOR (1985, 2005)	AFNOR, 1985. NF U 44-160 – Organic Soil Conditioners and Organic Material for Soil Improvment – Determination of Total Organic Matter – Calcination Method (Amendements organiques et supports de culture – Détermination de la matière organique totale – Méthode par calcination). AFNOR NF EN 15169 (2005) Caractérisation des déchets - Détermination de la perte au feu des déchets, des boues et des sédiments. Mesure de la teneur en résidu calciné par calcination à 550°C. AFNOR, La Plaine Saint-Denis (Fr).	condicionadores orgânicos de solo material orgânico para melhoramento do solo	3
7	Navarro et al. (1993)	Navarro, A. F., J. Cegarra, A. Roig, and D. García. 1993. Relationships between organic matter and carbon contents of organic wastes. Bioresource Technology 44: 203–07. doi:10.1016/0960-8524(93)90153-3	resíduo sólido orgânico	3
8	Embrapa (1979, 2009)	Embrapa; Manual de Métodos de Análise do Solo, Sociedade Brasileira de Ciência do Solo; Rio de Janeiro, 1979. EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA -EMBRAPA. Manual de análises químicas de solos, plantas e fertilizantes. 2.ed. Brasília, Informação Tecnológica, 2009. 628p.	solo plantas fertilizante	2
9	ABNT (1989) Embrapa (1997)	ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT. NBR-10664. Rio de Janeiro, 1989. 7p EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA - EMBRAPA. Manual de métodos de análise de solo. 2.ed. Rio de Janeiro, Ministério da Agricultura e do Abastecimento, 1997. 212p.	ABNT (1989) - não especificado Embrapa (1997) - solo	1
10	Angelidaki et al. (2006) APHA; AWWA; WPCF (2006)	Angelidaki, I., Alves, M., Campos, L., Bolzonella, D., Borzacconi, L., Guwy, A.J., Kalyuzhnyi, S., Jenicek, P., Van Lier, J.B., 2006. Anaerobic biodegradation, Activity and Inhibition (ABAI) Task Group Meeting 9th to 10th October 2006, Prague. APHA, 2006. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 18th ed. American Public Health Association, Washington,DC.	Angelidaki et al. (2006) - resíduo sólido orgânico APHA; AWWA; WPCF (2006) – água e água residuária	1
11	ANPA (2001)	ANPA (ed). (2001) Metodi di analisi del compost, Manuali e Linee Guida, 1st ed. Italy: ANPA. Available at: http://www.isprambiente. gov.it/it/pub- blicazioni/manuali-e-linee-guida/metodi-di-analisi-del compost.	composto	1
12	AOAC (2001)	AOAC, 2001. Official Methods of Analysis. Association of Official Analytical Chemists.	não especificado	1
13	APAT (2003)	I.R.S.A. (Istituto di Ricerca sulle Acque)-CNR (Consiglio Nazionale delle Ricerche). Metodi analitici per le acque [Analytical methods for water]. APAT-Manuali e Linee Guida 29/2003, Rome, Italy, 2003	água	1
14	Brasil (2007)	BRASIL. Instrução Normativa nº 28 de julho de 2007. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Manual de Métodos Analíticos Oficiais para Fertilizantes Minerais, Orgânicos, Organominerais e Corretivos. Diário Oficial da União, Brasília, DF, 31 de julho de 2007, Seção 1, p.11. 2007.	fertilizantes	1

15	China State Environmental Protection Administration (sem data)	Referência completa não apresentada	não especificado	1
16	Embrapa (1999) Kiehl (1985) Ministério da Agricultura do Brasil (1997)	EMBRAPA - Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária. Manual de análises químicas de solos, plantas e fertilizantes. Embrapa solos, Brasília, 1999. 370 p. KIEHL, E.J. Fertilizantes orgânicos.Piracicaba: Agronômica Ceres, 1985. 492 p. MINISTÉRIO DA AGRICULTURA DO BRASIL. Análise de corretivos, fertilizantes e inoculantes: métodos oficiais. Brasília: Laboratório Nacional de Referência Vegetal, 1997.104 p.	Embrapa (1999) – solos, plantas e fertilizantes Kiehl (1985) - fertilizantes Ministério da Agricultura do Brasil (1997)- corretivos, fertilizantes e inoculantes	1
17	Finnish Standard Association (1990)	Finnish Standard Association, 1990. SFS 3008, Determination of total residue and total fixed residue in water, sludge and sediment. Finnish Standard Association, Helsinki, Finland	água lodo sedimento	1
18	Gao et al. (2010)	Gao M, Li B, Yu A, Liang F, Yang L, Sun Y. The effect of aeration rate on forced-aeration composting of chicken manure and sawdust. Bioresource Technol. 2010;101:1899– 1903.	cita Lu, Y.K., 2000. Analytical Methods on Soil Agrochemistry (in Chinese). China Agriculture Technology Press. - solo	1
19	Goldin (1987) modificado Rodella; Alcarde (1994)	GOLDIN, A. Reassessing the use of loss-on-ignition for estimating organic matter content in noncalcareous soils. Commun. Soil Sci. Plant. Anal., 18:1111-1116, 1987. RODELLA, A.A. & ALCARDE, J.C. Avaliação de materiais orgânicos empregados como fertilizantes. Sci. Agric., 51:556-562, 1994	Goldin (1987) - solo Rodella; Alcarde (1994) - resíduo sólido orgânico e fertilizante	1
20	Hach Method 8271 (sem data)	Referência completa não apresentada	água água residuária	1
21	International Standards Organization (ISO) for wastewater (sem data)	Referência completa não apresentada	água residuária	1
22	Kiehl (1985) APHA; AWWA; WPCF (1995) Matos (2006)	KIEHL, E.J. Fertilizantes orgânicos. São Paulo, Editora Agronômica Ceres, 1985. 492p. AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION - APHA – Standard methods for the examination of water and wastewater. New York: APHA, WWA. WPCR, 19a. Ed., 1995. MATOS, A. T. Prática de tratamento e aproveitamento agrícola de resíduos sólidos. Associação de Engenheiros Agrícolas de Minas Gerais. Departamento de Engenharia Agrícola da UFV, (Série Caderno Didático nº 45).Viçosa, 2006b. 43p.	Kiehl (1985) - fertilizante APHA; AWWA; WPCF (1995) - água e água residuária Matos (2006) - resíduo sólido orgânico	1

23	Lanarv (1988)	LANARV - LABORATÓRIO NACIONAL DE REFERÊNCIA VEGETAL. Análise de Corretivos, fertilizantes e Inoculantes. Métodos Oficiais. p. 103, 1988.	corretivos fertilizantes inoculantes	1
24	Manual of soil and solid waste analysis published by Dominant Publishers (India) (sem data)	Referência completa não apresentada	solo resíduo sólido orgânico	1
25	Ministry of Environment of South Korea (2014)	Ministry of Environment (2014) Official waste testing method. ES06301.1a. Ministry of Environment, South Korea	resíduo sólido orgânico	1
26	Monou et al. (2009)	M.Monou, N.Kythreotou, D. Fatta, S. Smith, Rapid screening procedure to optimise the anaerobic codigestion of industrial biowastes and agricultural livestock wastes in Cyprus, Waste Management. (2009) :712–720.	cita Fernandes, X.A., Kimber, L., 1990. The WRc Standard (Biodegradability) Test for Amenbability of sewage sludge to anaerobic digestion. WRc Report No. UM 1053, WRc Swindon. - lodo E APHA; AWWA; WPCF – água e água residuária	1
27	Nielsen; Uellendahl; Ahring (2007) - Standard Methods 1684	H. B. Nielsen, H. Uellendahl, and B. K. Ahring, "Regulation and optimization of the biogas process: propionate as a key parameter," Biomass and Bioenergy,vol.31, no.11-12,pp. 820–830, 2007	cita APHA; AWWA; WPCF – água e água residuária	1
28	Owamah et al. (2013) APHA; AWWA; WPCF (2012)	Owamah, H.I, Asiagwu, A.K., Egboh, S.H.O, Phil-Usiayo, S., 2013. Drinking water quality at Isoko North communities of the Niger Delta Region, Nigeria. Toxicol. Environ. Chem. 95 (7), 1116–1128. APHA, 2012. standard methods for examination of water and waste-water, 22nd ed. American Public Health Association, Washington DC.	Owamah et al. (2013) não analisa sólidos totais e/ou voláteis APHA; AWWA; WPCF (2012) – água e água residuária	1
29	Pilarska et al. (2014)	Pilarska A, Pilarski K, Krysztofiak A, Dach J, Witaszek K. Agric Eng. 2014;3:139-148. Method PN-75 C-04616/01. DOI: http://dx.medra.org/10.14654/ir.2014.151.066.	lodo	1
30	Poggi-Varaldo; Oleszkiewicz (1992)	Poggi-Varaldo HM, Oleszkiewicz JA. Anaerobic co-composting of municipal solid waste and waste sludge at high total solids levels. Environ Technol 1992;13:409–21.	não cita referência para a análise de sólidos totais e/ou voláteis tampouco descreve procedimentos	1
31	POP PA 009 - Rev.04 / SMWW 2540B	Referência não apresentada	água água residuária	1

32	Schievano et al.(2008) APHA; AWWA; WPCF (1998)	Schievano, A., Pognani, M., D'Imporzano, G., Adani, F., 2008. Predicting anaerobic biogasification potential of ingestates and digestates of a full-scale biogas plant using chemical and biological parameters. Bioresour. Technol. 99, 8112–8117. APHA – American Public Health Association, 1998. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 20th ed. APHA, Washington, DC.	Schievano et al.(2008) cita APHA; AWWA; WPCF – água e água residuária APHA; AWWA; WPCF – água e água residuária	1
33	Sluiter et al. (2008) ASTM (2013)	Sluiter, A., Hames, C., Ruiz, R., Scarlata, C., Sluiter, J., & Templeton, D. (2008). Determination of Ash in Biomass Laboratory Analytical Procedure (LAP) Issue Date: 7/17/ 2005. National Renewable Energy Laboratory. NREL/TP- 510-42622. American Society for Testing and Materials (ASTM) Standard E872-82 was followed for volatile matter determination.	biomassa	1
34	Standard methods (CJ/ T221-2005)	Referência não apresentada	lodo	1
35	Suwannarat (2014)	Suwannarat, J., 2014. Anaerobic Fermentation of Food Waste in Phuket Province using Yeast. Master of Science Thesis in Technology and Environmental Management Prince of Songkla University, Phuket campus, Phuket, Thailand.	cita APHA; AWWA; WPCF – água e água residuária	1
36	Swedish Standards Institute (1981)	Swedish Standards Institute. Vattenundersökningar- Bestämning av torrsubstans och glödgningsrest i vatten, slam och sediment; Swedish Standards Institute: method SS 028113, Stockholm, Sweden, 1981.	água lodo sedimentos	1
37	Val del Rio et al. (2011)	Val del Rio, A., Morales, N., Isanta, E., Mosquera-Corral, A., Campos, J.L., Steyer, J.P., Carrere, H. Thermal pretreatment of aerobic granular sludge: Impact on anaerobic biodegradability. water research. 45 (2011) 6011-6020.	cita APHA; AWWA; WPCF – água e água residuária	1
38	Venkata; Babu; Sarma (1998)	Venkata Mohan S, Lalit Babu V, Sarma PN. Effect of various pretreatment methods on anaerobic mixed microflora to enhance biohydrogen production utilizing dairy wastewater as substrate. Bioresour Technol 2008;99:59e67.	não analisa sólidos totais e/ou voláteis	1
39	Yang et al. (2016)	Yang, S., McDonald, J., Hai, F.I., Price, W.E., Khan, S.J., Nghiem, L.D., 2016. Occurrence of trace organics contaminants in wastewater sludge and their removals by anaerobic digestion. Bioresour. Technol. http://dx.doi.org/10.1016/j.biortech.2015.12.080	cita APHA; AWWA; WPCF – água e água residuária	1
40	Zhang; Lee; Jahng (2011)	Zhang, L., Lee, Y.-W., Jahng, D., 2011. Anaerobic co-digestion of food waste and piggery wastewater: focusing on the role of trace elements. Bioresour. Technol. 102, 5048–5059	cita APHA; AWWA; WPCF – água e água residuária	1
		Total de documentos que analisaram Sólidos Totais e/ou Voláteis:		**280**

GRUPO 1.1: DEMANDA QUÍMICA DE OXIGÊNIO TOTAL				
	Referência (citada e completa) do método utilizado para a determinação de Demanda Química de Oxigênio total		**Destinado originalmente à análise de:**	**Número de documentos que utilizaram a referência**
1	APHA-AWWA-WEF (diferentes datas)	Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater ano.xth ed. American Public Health Association/American Water Works Association/Water Environment Federation, Washington, DC, USA	água água residuária	138
2	Hach (kits e/ou método)	Referência completa não apresentada	água água residuária	40
3	AFNOR (2001)	AFNOR (2001) Qualité de l'eau Détermination de la demande chimique en oxygène (DCO), NF T 90-101, Association Française de Normalisation, Paris, France.	água	4
4	Referência não citada	Referência completa não apresentada	-	3
5	USDA; USCC (2001; 2002)	The US Department of Agriculture, The US Composting Council, ano. Test Methods for the Examination of Composting and Compost (TMECC). Edaphos International, Houston, TX, USA.	resíduo em compostagem composto	3
6	Hach (kits e/ou método) APHA-AWWA-WEF (2005)	Referência completa não apresentada para Hach APHA, 2005. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 20th ed. American Public Health Association, Washington D.C.	Hach (kits e/ou método) – água e água residuária APHA-AWWA-WEF (2005) – água e água residuária	2
7	ISO 14235 (1998) APHA-AWWA-WEF (1998)	ISO 14235 (1998) Soil quality – Determination of organic carbon by sulfochromic oxidation. Geneva, Switzerland: International Organization for Standardization APHA (American Public Health Association) (ed.) (1998) Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 20th edn. Washington DC, USA: APHA.	ISO 14235 (1998) - solo APHA-AWWA-WEF (1998) – água e água residuária	2
8	Raposo et al. (2008)	F.Raposo, M. A. de laRubia, R. Borja, and M.Alaiz, "Assessment of a modified and optimised method for determining chemical oxygen demand of solid substrates and solutions with high suspended solid content," Talanta, vol. 76, no. 2, pp. 448–453, 2008.	amostras sólidas amostras líquidas com elevado conteúdo de sólidos	2
9	Lossin (1971)	Lossin, R.D., 1971. Compost studies. Part III: Disposal of animal wastes. Measurement of the chemical oxygen demand of compost Compost Sci-Land Utilization.	composto resíduo sólido orgânico	2
10	U.S. Environmental Protection Agency	Test Methods for Evaluating Solid Waste, Physical/ Chemical Methods; U.S. Environmental Protection Agency, Office of Solid Wastes, SW-846. Online. www.epa.gov/epaoswer/hazwaste/test/main.htm Um dos documentos não apresenta referência. Apenas cita USEPA Standard Method 5220	resíduo sólido orgânico	2
11	ANPA (2001)	ANPA (ed). (2001) Metodi di analisi del compost, Manuali e Linee Guida, 1st ed. Italy: ANPA. Available at: http://www.isprambiente. gov.it/it/pub- blicazioni/manuali-e-linee-guida/metodi-di-analisi-del-compost.	composto	1

12	APAT (2003)	I.R.S.A. (Istituto di Ricerca sulle Acque)-CNR (Consiglio Nazionale delle Ricerche). Metodi analitici per le acque [Analytical methods for water]. APAT-Manuali e Linee Guida 29/2003, Rome, Italy, 2003	água	1
13	Buffiere et al. (2008) ISO 15705 (2002) e COD Vario Tube Test MR	Buffiere, P., Frederic, S., Marty, B., Delgenes, J., 2008. A comprehensive method for organic matter characterization in solid wastes in view of assessing their anaerobic biodegradability. Water Sci. Technol. 1783–1788. http://dx.doi.org/ 10.2166/wst.2008.517. Não apresenta referência completa, apenas menciona: ISO15705:2002 international standard using a COD Vario Tube Test MR	Buffiere et al. (2008) - resíduo sólido orgânico ISO 15705 (2002) e COD Vario Tube Test MR – água e água residuária	1
14	COD Test Tubes (sem especificação)	Referência completa não apresentada	água água residuária	1
15	Desktop analyzer (AM-02, China) Método espectrofotométrico	Referência completa não apresentada	não especificado	1
16	Gao et al. (2010)	Gao M, Li B, Yu A, Liang F, Yang L, Sun Y. The effect of aeration rate on forced-aeration composting of chicken manure and sawdust. Bioresource Technol. 2010;101:1899– 1903.	não analisa DQO	1
17	Gomes (1989) APHA (1998)	Gomes, Luciana Paulo. Estudo da caracterização física e da biodegradabilidade dos resíduos sólidos urbanos em aterros sanitários. 1989. 167 f. Dissertação [Mestrado em Engenharia Civil (Hidráulica e Saneamento)] - Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 1989. Clesceri, Lenore S.; Greenberg, Arnold E.; Eaton, Andrew D. (Ed.). Standard methods for the examination of water and wastewater. 20th ed. Método 5220 D. Washington: American Public Health Association, 1998. 1 CD-ROM	Gomes (1989) - resíduos sólidos orgânicos APHA (1998) – água e água residuária	1
18	Huo et al. (2008)	Huo, S.L., Xi, B.D., Fan, S.L., Su, J., Liu, H.L., 2008. In situ simultaneous organic and nitrogen removal from recycled landfill leachate using an anaerobic-aerobic process. Bioresour. Technol. 99, 6456–6463	cita Standard Methods EPA of China, (1989) – não especificado	1
19	International Standards Organization (ISO) for wastewater (sem data)	Referência completa não apresentada	água residuária	1
20	ISO 14235 (1998)	ISO 14235 (1998) Soil quality - Determination of organic carbon by sulfochromic oxidation. International Organization for Standardization, Geneva	solo	1
21	ISO 15705 (2002) Jimenez et al. (2014) Buffiere et al. (2006)	Não apresenta referência completa para ISO 15705 (2002) Jimenez, J., Gonidec, E., Cacho Rivero, J.A., Latrille, E., Vedrenne, F., Steyer, J.-P., 2014. Prediction of anaerobic biodegradability and bioaccessibility of municipal sludge by coupling sequential extractions with fluorescence spectroscopy: towards ADM1 variables characterization. Water Res. 50, 359–372. Buffiere, P., Loisel, D., Bernet, N., Delgenes, J.P., 2006. Towards new indicators for the prediction of solid waste AD properties. Water Sci.Technol. 53 (8), 233–241.	ISO 15705 (2002) – água e água residuária Jimenez et al. (2014) – resíduo sólido orgânico Buffiere et al. (2006) - resíduo sólido orgânico	1

22	PN-EN ISO 9963-1 (2001)	Norm PN-EN ISO 9963-1:2001. Jakość wody - Oznaczanie zasadowości - Część 1: Oznaczanie zasadowości ogólnej i zasadowości wobec fenoloftaleiny (Water quality - Determination of alkalinity - Part 1: Determination of total alkalinity and alkalinity in the presence of phenolphthalein). Warszawa: Polish Comittee for Standarization; 2001. http://sklep.pkn.pl/pn-en-iso-9963-1-2001p.html	água	1
23	Japan Sewage Works Association (1997)	Japan Sewage Works Association, 1997. Japanese Standard Methods for Sewage and Wastewater (in Japanese).	lodo águas residuárias	1
24	Kiehl (1998)	KIEHL, E. J. Manual de compostagem; maturação e qualidade do composto. Piracicaba-SP: USP, 1998. 171p.	resíduo sólido orgânico em compostagem composto	1
25	Knechtel (1978)	Knechtel, R.J., 1978. A more economical method for the determination of chemical oxygen demand. Water Pollut. Control (May/June), 25–29	documento inacessível para verificação	1
26	Li et al. (2011) Yuan et al. (2006)	Li, X., Chen, H., Hu, L.F., Yu, L., Chen, Y., Gu, G., 2011. Pilot-scale waste activated sludge alkaline fermentation, fermentation liquid separation, and application of fermentation liquid to improve biological nutrient removal. Environ. Sci. Technol. 45 (5), 1834e1839. Yuan, H., Chen, Y.G., Zhang, H., Jiang, S., Zhou, Q., Gu, G., 2006. Improved bioproduction of short-chain fatty acids (SCFAs) from excess sludge under alkaline conditions. Environ. Sci. Technol. 40 (6), 2025e2029.	Li et al. (2011) – lodo Yuan et al. (2006) - lodo	1
27	Li et al. (2014) Shen et al. (2014)	Li, J. B., Rui, J. P., Pei, Z. J., Sun, X. R., Zhang, S. H., Yan, Z. Y., et al. (2014). Straw and slurry associated prokaryotic communities differ during co-fermentation of straw and swine manure. Appl. Microbiol. Biotechnol. 98, 4771–4780. doi: 10.1007/s00253-014-5629-3 Shen, L., Hu, H. Y., Ji, H. F., Cai, J. Y., He, N., Li, Q. B., et al. (2014). Production of poly(hydroxybutyrate–hydroxyvalerate) from waste organics by the two-stage process: focus on the intermediate volatile fatty acids. Bioresour. Technol. 166, 194–200. doi: 10.1016/j.biortech.2014.05.038	Li et al. (2014) – não realiza DQO Shen et al. (2014) – cita APHA-AWWA-WEF - água e água residuária	1
28	Manual of soil and solid waste analysis published by Dominant Publishers (India) APHA-AWWA-WEF (2005)	Referência completa não apresentada para Manual of soil and solid waste analysis published by Dominant Publishers (India) APHA, AWWA, WEF (2005) Standard methods for the examination of water and wastewater. Washington, DC 21:2131	Manual of soil and solid waste analysis published by Dominant Publishers (India) – solo e resíduo sólido orgânico APHA-AWWA-WEF (2005) – água e água residuária	1
29	Merck spectroquant test kit	Referência completa não apresentada	água água residuária	1
30	Micro-COD by sealed digestion (sem especificação)	Referência completa não apresentada	ausência de ref. completa não permite verificação	1

31	Microwave digestion method (sem especificação)	Referência completa não apresentada	ausência de ref. completa não permite verificação	1
32	Owamah et al. (2013) APHA-AWWA-WEF (2012)	Owamah, H.I, Asiagwu, A.K., Egboh, S.H.O, Phil-Usiayo, S., 2013. Drinking water quality at Isoko North communities of the Niger Delta Region, Nigeria. Toxicol. Environ. Chem. 95 (7), 1116–1128. APHA, 2012. standard methods for examination of water and waste-water, 22nd ed. American Public Health Association, Washington DC.	Owamah et al. (2013) – não analisa DQO APHA-AWWA-WEF (2012) – água e água residuária	1
33	Pitwell (1983)	Pitwell, L.R., 1983. Standard COD. Chem. Brit., 19, 907.	água	1
34	Ramos et al. (2012)	Ramos C, Buitron G, Moreno-Andrade I, Chamy R. Effect of the initial total solids concentration and initial pH on the bio- hydrogen production from cafeteria food waste. Int J Hydrog Energy 2012;37:13288e95	utiliza kit Hach - água e água residuária	1
35	SS EN 1899-1 (1998)	SS EN 1899-1. (1998) Water quality. Determination of biochemical oxygen demand after n days (BODn). Dilution and seeding method with allylthiourea addition, COD Chemical oxygen demand by oxidation with dichromate (ISO 5815:1989, modified). Swedish Standards Institute, Stockholm.	água	1
36	Standard methods (CJ/ T221-2005)	Referência completa não apresentada	ausência de ref. completa não permite verificação	1
37	Standard Methods (sem especificação)	Referência completa não apresentada	ausência de ref. completa não permite verificação	1
38	Tedesco et al. (1995)	TEDESCO, M. J.; GIANELLO, C.; BOHNEN, H. et al. Análise de solo, plantas e outros materiais. 2. ed. Porto Alegre: Departamento de Solos da UFRGS, 1995. 174p. (Boletim Técnico, 5).	solo plantas	1
39	Val del Rio et al. (2011)	Val del Rio, A., Morales, N., Isanta, E., Mosquera-Corral, A., Campos, J.L., Steyer, J.P., Carrere, H. Thermal pretreatment of aerobic granular sludge: Impact on anaerobic biodegradability. Water research. 45 (2011) 6011-6020.	cita APHA-AWWA-WEF - água e água residuária	1
40	Venkata; Babu; Sarma (2008)	Venkata Mohan S, Lalit Babu V, Sarma PN. Effect of various pretreatment methods on anaerobic mixed microflora to enhance biohydrogen production utilizing dairy wastewater as substrate. Bioresour Technol 2008;99:59e67	cita APHA-AWWA-WEF - água e água residuária	1
41	Wolf; Nordmann (1977)	Wolf, P., Nordmann, W., 1977. Eine Feldmethode für die Messung des CSB von Abwasser (A field method for COD analysis in wastewater). Korresp. Abw. 24, 277–279.	água residuária	1
42	Yadvika et al. (2006) APHA-AWWA-WEF (sem data)	Yadvika, Yadav, A.K., Sreekrishnan, T.R., Satya, S., & Kohli, S. (2006). A modified method for estimation of chemical oxygen demand for samples having high suspended solids, Bioresource Technology, 97, 721–726. Referência completa não apresentada para APHA-AWWA-WEF	Yadvika et al. (2006) - amostras líquidas com elevado conteúdo de sólidos APHA-AWWA-WEF (sem data) – água e águas residuárias	1

43	Zhang; Lee; Jahng (2011)	Zhang, L., Lee, Y.-W., Jahng, D., 2011. Anaerobic co-digestion of food waste and piggery wastewater: focusing on the role of trace elements. Bioresour. Technol. 102, 5048–5059	utiliza kit Hach Chemical – água e água residuária	1
44	Zupančič; Roš (2012)	Zupančič GD and Roš M (2012) Determination of chemical oxygen demand in substrates from anaerobic treatment of solid organic waste. Waste and Biomass Valorization 3: 89–98	resíduo sólido orgânico	1
45	Zupančič; Roš (2012) APHA-AWWA-WEF (1998)	Zupančič GD and Roš M (2012) Determination of chemical oxygen demand in substrates from anaerobic treatment of solid organic waste. Waste and Biomass Valorization 3: 89–98 APHA W (1998) Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. Washington DC: Amer. Pub. Health Association.	Zupančič; Roš (2012) - resíduo sólido orgânico APHA-AWWA-WEF (1998) – água e água residuária	1
		Total de documentos que analisaram Demanda Química de Oxigênio total:		**233**

GRUPO 1.1: DEMANDA QUÍMICA DE OXIGÊNIO SOLÚVEL				
	Referência (citada e completa) do método utilizado para a determinação de Demanda Química de Oxigênio solúvel		**Destinado originalmente à análise de:**	**Número de documentos que utilizaram a referência**
1	APHA (diferentes datas)	APHA, ano. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, xth ed. American Public Health Association, Washington D.C.	água água residuária	53
2	Hach (kits e/ou método)	Referência não apresentada	água água residuária	23
3	Referência não apresentada	Referência não apresentada	-	7
4	APHA (1995, 2005) Hach (kits e/ou método)	APHA, ano. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, xth ed. American Public Health Association, Washington D.C. Referência não apresentada para Hach	APHA (1995, 2005) - água e água residuária Hach (kits e/ou método) - água e água residuária	3
5	APHA (sem data, 1998) - modificado Hach (kits e/ou método)	APHA (American Public Health Association), AWWA (American Water Works and Protection Association) and WPCF (Water Pollution Control Federation), 1998. Referência não apresentada para Hach	APHA (1995, 2005) - água e água residuária Hach (kits e/ou método) - água e água residuária	2
6	AFNOR (2002) ISO 15705 (2002)	AFNOR NF EN 12457–2 (2002) Caractérisation des déchets - Lixiviation - Essai de conformité pour lixiviation des déchets fragmentés et des boues - Partie2: essai en bâchée unique avec un rapport liquide-solide de 10 l/kg et une granularité inférieure à 4 mm (sans ou avec réduction de la granularité). AFNOR, La Plaine Saint-Denis (Fr) ISO 15705 (2002) Water quality - Determination of the chemical oxygen demand index (ST-COD) - Small-scale sealed-tube method. International Organization for Standardization, Geneva	AFNOR (2002) - resíduo sólido orgânico ISO 15705 (2002) – água e água residuária	1
7	APAT (2003)	I.R.S.A. (Istituto di Ricerca sulle Acque)-CNR (Consiglio Nazionale delle Ricerche). Metodi analitici per le acque [Analytical methods for water]. APAT-Manuali e Linee Guida 29/2003, Rome, Italy, 2003	água	1
8	Finnish Standard Association (2002)	Finnish Standard Association, 2002. SFS 5504, Determination of chemical oxygen demand (CODCr) in water with closed tube method, oxidation with dichromate. Finnish Standard Association, Helsinki, Finland.	água	1
9	International Standards Organization (ISO) for wastewater.	Referência não apresentada	água água residuária	1
10	Japanese Sewage Association (1997)	Japanese Sewage Association, 1997. Sewage Water Testing Methods, second ed., Fukui keiichi, Japan (in Japanese).	água residuária	1

11	Jirka; Carter (1975)	A. M. Jirka and M. J. Carter, "Micro semiautomated analysis of surface and wastewaters for chemical oxygen demand," Anal. Chem. 47, 1397–1402 (1975).	água água residuária	1
12	Li et al. (2011) Yuan et al. (2006)	Li, X., Chen, H., Hu, L.F., Yu, L., Chen, Y., Gu, G., 2011. Pilot-scale waste activated sludge alkaline fermentation, fermentation liquid separation, and application of fermentation liquid to improve biological nutrient removal. Environ. Sci. Technol. 45 (5), 1834e1839. Yuan, H., Chen, Y.G., Zhang, H., Jiang, S., Zhou, Q., Gu, G., 2006. Improved bioproduction of short-chain fatty acids (SCFAs) from excess sludge under alkaline conditions. Environ. Sci. Technol. 40 (6), 2025e2029.	Li et al. (2011) – lodo - não cita referência para análise de DQO solúvel Yuan et al. (2006) lodo - cita APHA-AWWA-WEF - água e água residuária	1
13	Marin et al. (2010) Rani et al. (2013) APAT (2003)	Marin, J., Kennedy, K.J., Eskicioglu, C., 2010. Effect of microwave irradiation on anaerobic degradability ofmodel kitchen waste. Waste Manage. 30, 1722–1779. Rani, R.U., Kumar, S.A., Kaliappan, S., Yeom, I., Banu, J.R., 2013. Impacts of microwave pretreatments on the semi-continuous anaerobic digestion of dairy waste activated sludge. Waste Manage. 33, 1119–1127. APAT, 2003. Metodi analitici per le acque. Agenzia per la Protezione dell'Ambiente e per i servizi Tecnici, Rapporti 29/2003, Volume Primo, Roma, Italy. ISBN 88-448- 0083-7	Marin et al. (2010) cita APHA-AWWA-WEF - água e água residuária Rani et al. (2013) – lodo - não cita referência para análise de DQO solúvel APAT (2003) - água	1
14	Merck spectroquant test kit	Referência não apresentada	água água residuária	1
15	Microwave digestion method	Referência não apresentada	ausência de ref. completa não permite verificação	1
16	Said-Pullicino; Erriquens; Gigliotti (2007) Said-Pullicino et al. (2007)	D. Said-Pullicino, F.G. Erriquens, G. Gigliotti, Changes in the chemical characteristics of water-extractable organic matter during composting and their influence on compost stability and maturity, Bioresour. Technol. 98 (2007) 1822–1831. D. Said-Pullicino, K. Kaiser, G. Guggenberger, G. Gigliotti, Changes in the chemical composition of water-extractable organic matter during composting: distribution between stable and labile organic matter pools, Chemosphere 66 (2007) 2166–2176.	Said-Pullicino; Erriquens; Gigliotti (2007) não analisaram DQO solúvel Said-Pullicino et al. (2007) não analisaram DQO solúvel	1
17	Standard methods (CJ/ T221-2005)	Referência não apresentada	ausência de ref. completa não permite verificação	1
18	Standard Methods 5220C	Referência não apresentada	ausência de ref. completa não permite verificação	1

	Zhang; Chen; Zhou (2009)	Zhang, P., Chen, Y., Zhou, Q., 2009. Waste activated sludge hydrolysis and short-chain fatty acids accumulation under mesophilic and thermophilic conditions: effect of pH. Water Research 43 (15), 3735e3742.	Zhang; Chen; Zhou (2009) – lodo - não cita referência para análise de DQO solúvel	
19	Yuan et al. (2006)	Yuan, H., Chen, Y., Zhang, H., Jiang, S., Zhou, Q., Gu, G., 2006. Improved bioproduction of short-chain fatty acids from excess sludge under alcaline conditions. Environmental Science and Technology 40 (6), 2025e2029.	Yuan et al. (2006) – lodo – cita APHA-AWWA-WEF - água e água residuária	1
	Total de documentos que analisaram Demanda Química de Oxigênio solúvel:			**102**

GRUPO 1.2: CARBONO TOTAL				
	Referência (citada e completa) do método utilizado para a determinação de Carbono total		**Destinado originalmente à análise de:**	**Número de documentos que utilizaram a referência**
1	Referência não citada. Indica equipamento e alguns pré-preparo	Referência completa não apresentada	equipamentos com módulo para análise de amostra sólida	46
2	Fator de conversão	Adams, R.C., MacLean, F.S., Dixon, J.K., Bennett, F.M., Martin, G.I., Lough, R.C., 1951. The utilization of organic wastes in N.Z.: second interim report of the inter-departmental committee. New Zealand Engineering, 396–424. Castellanos, J.Z., Pratt, P.F., 1981. Mineralization of manure nitrogen – correlation with laboratory indexes. Soil Sci. Soc. Am. J. 45, 354–357. EGREJA FILHO, F. B. Relatório de Atividades de Consultoria Junto à Superintendência de Limpeza Urbana de Belo Horizonte. Belo Horizonte: CODEPRO, 1996. (BRA/93-105). LANARV - LABORATÓRIO NACIONAL DE REFERÊNCIA VEGETAL. Análise de Corretivos, fertilizantes e Inoculantes. Métodos Oficiais. p. 103, 1988.	Adams et al. (1951) – resíduo sólido orgânico Castellanos; Pratt (1981) – esterco animal Egreja Filho (1996) - documento inacessível para verificação LANARV (1988) – corretivos, fertilizantes e inoculantes	4
3	APHA (sem data, 1998, 2001)	APHA-AWWA-WEF, ano. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, xnd ed. Washington, DC.	água água residuária	3
4	AFNOR (2001)	AFNOR, 2001. NF EN 13137 – Characterization of Waste – Determination of Total Organic Carbon (TOC) in Waste, Sludge and Sediments (Caractérisation des déchets - Dosage du carbone organique total (COT) dans les déchets, boues et sédiments), 20p	resíduo sólido orgânico lodo sedimentos	2
5	AOAC (2003)	AOAC. 2003. Test Method 990.03. Protein (Crude) in Animal Feed, Combustion Method in Official Methods of Analysis of AOAC International. Association of Official Analytical Chemists. 17th Edition.	alimentos para animais	1
6	Bray; Kurtz (1945) McGeehan; Naylor (1988)	Bray, R.H., Kurtz, L.T., 1945. Determination of total, organic, and available forms of phosphorus in soils. Soil Sci. 59, 39–46. McGeehan, S.L., Naylor, D.V., 1988. Automated instrumental analysis of carbon and nitrogen in plant and soil samples. Commun. Soil Sci. Plan 19, 493–505	Bray; Kurtz (1945) - solo McGeehan; Naylor (1988) – plantas e solo	1
7	Embrapa (1999)	EMBRAPA - Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária. Manual de análises químicas de solos, plantas e fertilizantes. Embrapa solos, Brasília, 1999. 370 p.	solo plantas fertilizantes	1
8	Gao et al. (2010)	Gao M, Li B, Yu A, Liang F, Yang L, Sun Y. The effect of aeration rate on forced-aeration composting of chicken manure and sawdust. Bioresource Technol. 2010;101:1899– 1903.	não analisa carbono total	1

9	Li et al. (2015)	Li, X., Chen, Y.G., Zhao, S., Chen, H., Zheng, X., Luo, J.Y., Liu, Y.N., 2015. Efficient production of optically pure L-lactic acid from food waste at ambient temperature by regulating key enzyme activity. Water Res. 70, 148–157.	utiliza analisador elementar Vatio EL III (Elementar, German)	1
10	Referência não citada	Referência completa não apresentada	-	1
11	Ultimate analysis method	Referência completa não apresentada	ausência de ref. completa não permite verificação	1
12	Walkley; Black (1934)	Walkley A, Black IA (1934) An examination of the Degtjareff method for determining organic carbon in soils: effect of variations in digestion conditions and of inorganic soil constituents. Soil Sci 63:251–263	solo	1
13	Yeomans; Bremmer (1988)	YEOMANS, J. C.; BREMNER, J. M. A rapid and precise method for routine determination of organic carbonic in soil. Comunicata Soil Science Plant Analisys, v. 19, p. 1476 – 1476, 1988.	solo	1
		Total de documentos que analisaram Carbono total:		**64**

GRUPO 1.2: CARBONO ORGÂNICO TOTAL				
	Referência (citada e completa) do método utilizado para a determinação de Carbono orgânico total		**Destinado originalmente à análise de:**	**Número de documentos que utilizaram a referência**
1	Referência não citada. Indica equipamento	Referência completa não apresentada	equipamentos com módulo para análise de amostra sólida	18
2	Nelson; Sommers (1982, 1996)	Nelson, D.W., L.E. Sommers, 1982. Total carbon and organic carbon. In: Page, A.L., Miller, R.H., Keeney, D. R. (Eds.), Methods of Soil Analysis, Part 2. Agronomy 9. American Society of Agronomy. Inc., Madison, W.I, pp. 539–579. Nelson DW and Sommers LE (1996) Total carbon, organic carbon and organic matter. In: Sparks DL, Page AL, Helmke PA, et al. Methods in Soil Analysis, Part 3: Chemical Methods. Madison, WI, USA: Soil Science Society of America/American Society of Agronomy, pp 961–1010.	solo	12
3	APHA; AWWA; WEF (1995, 1998, 2005)	APHA, AWWA, WEF (ano) Standard Methods for the Exam- ination of Water and Wastewater, xth edn. American Public Health Association, American Water Works Association, Water Environment Federation, Washington, DC	água água residuária	8
4	Golueke (1977)	GOLUEKE, C. G. Biological processing: Composting and hydrolysis solid waste management. V.N. Reinholds Company, 1977, 225 p.	resíduo sólido orgânico composto	4
5	Referência não citada	Referência completa não apresentada	-	4
6	USDA; USCC (2001, 2002)	US Department of Agriculture and the US Composting Council (ano). The US Department of Agriculture and The US Composting Council, Test methods for the examination of composting and compost (TMECC). Houston, TX: Edaphos International; ano	resíduo sólido orgânico em compostagem composto	4
7	Yeomans; Bremner (1988)	YEOMANS, J. C.; BREMNER, J. M. A rapid and precise method for routine determination of organic carbon in soil. Communications in Soil Science and Plant Analysis, New York, v. 19, n. 13, p. 1467-1476, 1988.	solo	3
8	APHA; AWWA; WEF (2005, 2012) MAPA (2015) - IN nº 28 de 2007/2015	APHA, AWWA, WEF (1995) Standard Methods for the Exam- ination of Water and Wastewater, 19th edn. American Public Health Association, American Water Works Association, Water Environment Federation, Washington, DC MAPA. MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO. Instrução Normativa DAS nº 28, 27 de julho de 2007	APHA; AWWA; WEF (2005, 2012) – água e água residuária MAPA (2015) - IN nº 28 de 2007/2015 – fertilizante e corretivo	2
9	Navarro et al. (1991)	Navarro, A.F., Cegarra, J., Roig, A., Bernal, M.P., 1991. An automatic microanalysis method for the determination of organic carbon in wastes. Commun. Soil Sci. Plant Anal. 22, 2137-2144.	resíduo sólido orgânico	2
10	Abad et al. (2002)	M. Abad, P. Noguera, R. Puchades, A. Maqueira, V. Noguera, Physico-chemical and chemical properties of some coconut coir dusts for use as a peat substitute for containerised ornamental plants Bioresour. Technol. 82 (2002) 241–245.	utiliza micro analisador Carlo Erba mod. ANA 1500 (Italy)	1

11	Bray and Kurtz (1945) McGeehan and Naylor (1988)	Bray, R.H., Kurtz, L.T., 1945. Determination of total, organic, and available forms of phosphorus in soils. Soil Sci. 59, 39–46. McGeehan, S.L., Naylor, D.V., 1988. Automated instrumental analysis of carbon and nitrogen in plant and soil samples. Commun. Soil Sci. Plan 19, 493–505	Bray and Kurtz (1945) - solo McGeehan and Naylor (1988) – solo e plantas	1
12	Calculado	Referência completa não apresentada	calculado para lodo e resíduos inorgânicos	1
13	China standard methods (GB 8834-1988)	Referência completa não apresentada	ausência de ref. completa não permite verificação	1
14	Gao et al. (2010)	Gao M, Li B, Yu A, Liang F, Yang L, Sun Y. The effect of aeration rate on forced-aeration composting of chicken manure and sawdust. Bioresource Technol. 2010;101:1899– 1903.	cita Lu, Y.K., 2000. Analytical Methods on Soil Agrochemistry (in Chinese). China Agriculture Technology Press. - solo	1
15	Hach	Referência completa não apresentada	ausência de ref. completa não permite verificação	1
16	Hachicha et al. (2006)	Hachicha, S., Chtourou, M., Medhioub, Kh., Ammar, E., 2006. Compost of poultry manure and olive mill wastes as an alternative fertilizer. Agro Sustain. Dev. 26, 135–142.	resíduo sólido orgânico	1
17	ISO 10694 (1995)	ISO 10694 (1995) Soil quality - Determination of organic and total carbon after dry combustion (elementary analysis). International Organization for Standardization, Geneva	solo	1
18	Kiehl (1998)	KIEHL, E. J. Manual de compostagem; maturação e qualidade do composto. Piracicaba-SP: USP, 1998. 171p.	resíduo sólido orgânico em compostagem composto	1
19	M.A.P.A. (1986)	M.A.P.A., 1986. Official methods of analysis, Plants, Organic Products, Fertilizers, Soils, Waters and Organic Fertilizers.Vol. III. Secretaría General Técnica del Ministerio de Agricultura, Pesca y Alimentación, Madrid.	plantas materiais orgânicos fertilizante solo água	1
20	Manual of soil and solid waste analysis published by Dominant Publishers (India)	Referência completa não apresentada	solo resíduo sólido	1
21	Matos (2006)	MATOS, A. T. Prática de tratamento e aproveitamento agrícola de resíduos sólidos. Associação de Engenheiros Agrícolas de Minas Gerais. Departamento de Engenharia Agrícola da UFV, (Série Caderno Didático nº 45). Viçosa, 2006b. 43p.	resíduo sólido orgânico	1

22	Navarro et al. (1991) Paredes et al. (1996)	Navarro AF, Cegarra J, Roig A, Bernal MP. An automatic microanalysis method for the determination of organic carbon in wastes. Commun Soil Sci Plant Anal 1991;22: 2137–44. Paredes C, Bernal MP, Roig A, Cegarra J, Sánchez-Monedero MA. Influence of the bulking agent on the degradation of olive-mill wastewater sludge during composting. Int. Biodeterior Biodegrad 1996;38:205–10.	Navarro et al. (1991) - resíduo sólido orgânico Paredes et al. (1996) - resíduo sólido orgânico - cita Navarro et al. (1991), método de micro-análise	1
23	PN-EN ISO 5667-13:2011	Norm PN-EN ISO 5667-13:2011. Jakość wody - Pobieranie próbek - Część 13: Wytyczne dotyczące pobierania próbek osadów (Water quality - Sampling - Part 13: Guidance on sampling of sludges). Warszawa: Polish Comittee for Standarization; 2011. http://sklep.pkn.pl/pn-en-iso-5667-13-2011e.html	água lodo	1
24	Piper (1950)	Piper, C. S. Soil and plant analysis. 1950. Interscience Publishers, New York, USA	solo plantas	1
25	Schumacher (2002)	B.A. Schumacher, Methods for the Determination of Total Organic Carbon (TOC) in Soils and Sediments, U.S. Environmental Protection Agency, Las Vegas, NV, 2002	solo sedimentos	1
26	Singh; Pradhan (1981)	Singh, R., Pradhan, K., 1981. Determination of nitrogen and protein by Khjeldahl method. In: Forage Evaluation Science. Pvt. Publishers Ltd., New Delhi, p. 23	documento não acessível para verificação	1
27	Snyder; Trofymow (1984)	Referência completa não apresentada	não especificado	1
28	Sparks; Page; Helmke (1996)	Sparks D, Page A and Helmke P (1996) Methods of Soil Analysis, Part 3: Chemical Methods. Madison, USA, Soil Science Society of America.	solo	1
29	Springler; Klee (sem data)	Referência completa não apresentada	não especificado	1
30	SS-ISO 10694	Swedish Standards Institute. Markundersökningar-Bestämning av organiskt kol efter torrförbränning(elementaranalys); Swedish Standards Institute: Stockholm, Sweden, 1996	solo	1
31	Swedish Standard SS 02 91 50	Referência completa não apresentada	ausência de ref. completa não permite verificação	1
32	Tedesco et al. (1995)	TEDESCO, J.M.; GIANELLO, C.; BISSANI, C.A.; BOHNEN, H.; VOLKWEISS, S.J. (1995). Análise de solo, planta e outros materiais. 2ª ed. Porto Alegre: UFRGS.	solo plantas	1
33	Walkley–Black modificado	Referência completa não apresentada	ausência de ref. completa não permite verificação	1

34	Yadav; Garg (2009)	Yadav, A., Garg, V.K., 2009. Feasibility of nutrient recovery from industrial sludge by vermicomposting technology. J. Hazard. Mater. 168, 262–268	resíduo sólido orgânico - cita D.W. Nelson, L.E. Sommers Total carbon and organic carbon and organic matter A.L. Page, R.H. Miller, D.R. Keeney (Eds.), Method of Soil Analysis, American Society of Agronomy, Madison (1982), pp. 539-579 - solo	1
		Total de documentos que analisaram Carbono orgânico total:		**82**

GRUPO 1.2: NITROGÊNIO TOTAL				
	Referência (citada e completa) do método utilizado para a determinação de Nitrogênio total		**Destinado originalmente à análise de:**	**Número de documentos que utilizaram a referência**
1	APHA; AWWA; WEF (diferentes datas)	APHA, WPCF, AWWA, ano. Standard analysis for water and waste water. American Public Health Association, American Waster Works Association and Water Pollution Control Federation, Washington, DC	água água residuária	75
2	Referência não citada. Alguns citam equipamento	Referência completa não apresentada	ausência de ref. completa não permite verificação	69
3	AOAC (1980, 1990, 2003)	AOAC, ano. Official Methods of Analysis, xth ed. Association of Official Analytical Chemists, Washington DC	não especificado	5
4	Tedesco et al. (1995)	TEDESCO, M. J. et al. Análise de solo, plantas e outros materiais. Porto Alegre: UFRGS, p. 173, 1995	solo plantas	5
5	Bremner; Mulvaney (1982)	Bremner, J.M., Mulvaney, C.S., 1982. Total nitrogen. In: Page, A.L., Miller, R.H., Keeney, D.R. (Eds.), Methods of Soil Analysis. American Society of Agronomy and Soil Science Society of America, Madison, WI, pp. 1119–1123.	solo	4
6	USDA; USCC (2002)	US Department of Agriculture and the US Composting Council (2002). The US Department of Agriculture and The US Composting Council, Test methods for the examination of composting and compost (TMECC). Houston, TX: Edaphos International; 2002	resíduo sólido orgânico em compostagem composto	3
7	Navarro et al. (1991)	Navarro, A.F., Cegarra, J., Roig, A. and Bernal, M.P. (1991). An automatic microanalysis method for the determination of organic carbon in wastes. Commun. Soil Sci. Plant Anal., 22, 2137–2144.	não analisa nitrogênio total	3
8	AFNOR (1995)	AFNOR (1995) Qualité du sol – Dosage de l'azote total - Méthode de Kjeldahl Modifiée, NF ISO 11261, Association Française de Normalisation, Paris, France.	solo	2
9	Tiquia; Tam (2000)	Tiquia SM and Tam NFY (2000) Fate of nitrogen during composting of chicken litter. Environmental Pollution 110: 535–541.	resíduo sólido orgânico - cita J.M Bremner Nitrogen-Total D.L Sparks (Ed.), Methods of Soil Analysis. Part 3 — Chemical Methods, SSSA, Inc, Madison, WI, USA (1996), pp. 1085-1121 - solo	2
10	ASTM D5291, D5373 e D4239	Referência completa não apresentada	carvão	1
11	ASTM (2004) (E778–87)	ASTM (2004) Nitrogen in the analysis sample of refuse-derived fuel (E778–87). ASTM International, West Conshohocken	amostra sólida	1
12	Embrapa (2009)	EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA - EMBRAPA. Manual de análises químicas de solos, plantas e fertilizantes. 2.ed. Brasília, Informação Tecnológica, 2009. 628p.	solo plantas fertilizantes	1

13	Embrapa (1999) Kiehl (1985) Ministério da Agricultura do Brasil (1997)	EMBRAPA - Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária. Manual de análises químicas de solos, plantas e fertilizantes. Embrapa solos, Brasília, 1999. 370 p. KIEHL, E.J. Fertilizantes orgânicos.Piracicaba: Agronômica Ceres, 1985. 492 p. MINISTÉRIO DA AGRICULTURA DO BRASIL. Análise de corretivos, fertilizantes e inoculantes: métodos oficiais. Brasília: Laboratório Nacional de Referência Vegetal, 1997.104 p.	Embrapa (1999) – solo, plantas e fertilizantes Kiehl (1985) – fertilizantes Ministério da Agricultura do Brasil (1997) - corretivos, fertilizantes e inoculantes	1
14	M.A.P.A. (1986)	M.A.P.A., 1986. Official methods of analysis, Plants, Organic Products, Fertilizers, Soils, Waters and Organic Fertilizers.Vol. III. Secretaría General Técnica del Ministerio de Agricultura, Pesca y Alimentación, Madrid.	plantas materiais orgânicos fertilizantes solo água	1
15	MAPA (2007)	BRASIL. Instrução Normativa nº 28 de julho de 2007. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Manual de Métodos Analíticos Oficiais para Fertilizantes Minerais, Orgânicos, Organominerais e Corretivos. Diário Oficial da União, Brasília, DF, 31 de julho de 2007, Seção 1, p.11. 2007.	fertilizantes corretivos	1
16	Nelson; Sommers (1982)	Nelson, D.W., Sommers, L.E., 1982. Total carbon, organic carbon, and organic matter. In: Page, A.L., Miller, R.H., Keeney, D.R. (Eds.), Methods of Soil Analysis, Part 2. American Society of Agronomy, Madison, WI, pp. 539–580	não analisam nitrogênio total	1
17	Nelson; Sommers (1982) APHA; AWWA; WEF (2005)	Nelson, D.W., Sommers, L.E., 1982. Total carbon, organic carbon, and organic matter. In: Page, A.L., Miller, R.H., Keeney, D.R. (Eds.), Methods of Soil Analysis, Part 2. American Society of Agronomy, Madison, WI, pp. 539–580. Referência completa não apresentada para APHA; AWWA; WEF (2005)	Nelson; Sommers (1982) não analisam nitrogênio total AWWA; WEF (2005) – água e água residuária	1
18	USDA; USCC (2001) Guardia et al. (2010)	The US Department of Agriculture, The US Composting Council, 2001. Test Methods for the Examination of Composting and Compost. Edaphos International, Houston, TX, USA de Guardia, A., Mallard, P., Teglia, C., Marin, A., Le Pape, C., Launay, M., Benoist, J.C., Petiot, C., 2010. Comparison of five organic wastes regarding their behavior during composting. Part 2. Nitrogen dynamic. Waste Manage. 30, 415–425	USDA; USCC (2001) - resíduo sólido orgânico em compostagem e composto Guardia et al. (2010) - resíduo sólido orgânico em compostagem e composto	1

19	APHA; AWWA; WEF (2005) Manual of soil and solid waste analysis published by Dominant Publishers (India)	APHA, AWWA, WEF (2005) Standard methods for the examination of water and wastewater. Washington, DC 21:2131 Referência não apresentada para Manual of soil and solid waste analysis published by Dominant Publishers (India)	APHA; AWWA; WEF (2005) – água e água residuária Manual of soil and solid waste analysis published by Dominant Publishers (India) – solo e resíduo sólido orgânico	1
20	APHA; AWWA; WEF (2012) Owamah et al. (2013)	APHA, 2012. standard methods for examination of water and waste-water, 22nd ed. American Public Health Association, Washington DC. Owamah, H.I, Asiagwu, A.K., Egboh, S.H.O, Phil-Usiayo, S., 2013. Drinking water quality at Isoko North communities of the Niger Delta Region, Nigeria. Toxicol. Environ. Chem. 95 (7), 1116–1128.	APHA; AWWA; WEF (2012) – água e água residuária Owamah et al. (2013) não analisa nitrogênio total	1
21	Appels et al. (2008)	Appels, L., Baeyens, J., Degrève, J., Dewil, R., 2008. Principles and potential of the anaerobic digestion of waste-activated sludge. Prog. Energy Combust. 34, 755– 781.	não analisa nitrogênio total	1
22	Bataglia et al. (1983) Silva (1981)	BATAGLIA, O. G. et.al. Métodos de análises químicas de plantas. Boletim Técnico, Campinas: Instituto Agronômico, 1983. 48p SILVA, D. J. Análise de alimentos: métodos químicos e biológicos. Viçosa: Editora Universitária, 1981. 166p.	Bataglia et al. (1983) - plantas Silva (1981) - alimentos	1
23	Behera (2006)	Behera, P.K., 2006. Soil and Solid Waste Analysis – A Laboratory Manual. Dominant publishers and distributors, New Delhi, India.	solo resíduo sólido orgânico	1
24	McGeehan; Naylor (1988)	McGeehan, S.L., Naylor, D.V., 1988. Automated instrumental analysis of carbon and nitrogen in plant and soil samples. Commun. Soil Sci. Plan 19, 493–505	planta solo	1
25	Bremner (1996)	Bremner, J.M., 1996. Nitrogen-Total. In: Page, A.L. et al. (Eds.), Methods of Soil Analysis, Part 3. Chemical Methods. Soil Science Society of America, Madison, WI, pp. 1085–1121.	solo	1
26	Bremner et al. (1996)	Bremner J, Sparks D, Page A, Helmke P, Loeppert R, Soltanpour P, Tabatabai M, Johnston C, Sumner M. Nitrogen-total. In: Sparks D, Page A, Helmke P, Loep-pert R, Soltanpour P, Tabatabai M, Johnson C, Sumner M, editors. Methods of soil analysis. Part 3. Chemical methods. Madison: Soil Science Society of America; 1996. p. 1085–1121	solo	1
27	Bremner; Malving (1982)	Bremner JM and Mulvaney RG (1982) Nitrogen total. In: Page AL, Miller RH and Keeney DR (eds.) Methods of Soil Analysis. Madison, WI, USA: American Society of Agronomy, 575–624.	solo	1
28	China standard methods (GB 8834-1988)	Referência completa não apresentada	ausência de ref. completa não permite verificação	1

29	Dutch Standard Normalized Methods (1969)	Dutch Standard Normalized Methods (1969). The Netherlands Normalisation Institute, Delft, The Netherlands.	não especificado	1
30	Gallaher et al. (1975) modificado Hambleton (1977)	Gallaher, R.N., Weldon, C.O., Futral, J.G., 1975. An aluminum block digester for plant and soil analysis. Soil Sci. Soc. Am. J. 39, 803e806. Hambleton, L.G., 1977. Semiautomated method for simultaneous determination of phosphorus, calcium and crude protein in animal feeds. J. Assoc. Off. Anal. Chem. 60, 845e852.	Gallaher et al. (1975) – plantas e solo Hambleton (1977) - alimento para animais	1
31	Gao et al. (2010)	Gao M, Li B, Yu A, Liang F, Yang L, Sun Y. The effect of aeration rate on forced-aeration composting of chicken manure and sawdust. Bioresource Technol. 2010;101:1899– 1903.	resíduo sólido orgânico - cita Lu, Y.K., 2000. Analytical Methods on Soil Agrochemistry (in Chinese). China Agriculture Technology Press. - solo	1
32	Hach; Brayton; Kopelove (1985) modificado	Hach, C.C., Brayton, S.V., Kopelove, A.B., 1985. A powerful Kjeldahl nitrogen method using peroxymonosulfuric acid. J. Agr. Food Chem. 33, 1117–1123	alimentos para animais	1
33	Hachicha et al. (2006)	Hachicha, S., Chtourou, M., Medhioub, Kh., Ammar, E., 2006. Compost of poultry manure and olive mill wastes as an alternative fertilizer. Agro Sustain. Dev. 26, 135–142.	resíduo sólido orgânico - cita uso do método Kjeldahl, sem outras informações	1
34	Instituto Adolfo Lutz (2005) Foss (2001) APHA; AWWA; WEF (2005) Normativa Nº 28 de 2007 do MAPA	INSTITUTO ADOLFO LUTZ (São Paulo). Procedimentos e determinações gerais. Métodos físico-químicos para análise de alimentos. 1. ed. digital. São Paulo: Instituto Adolfo Lutz, 2005. p. 83- 160. FOSS, A.B. Determination of crude protein (kjeldahl nitrogen) in animal feed, forage (plant tissue), grain & oilseed using block digestion with copper catalyst and steam distillation into boric acid. Application note. p. 1-6. 2001. APHA; AWWA; WPCF (2005) Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 21th Edition. Washington. American Public Health Association, American Water Woks Association, Water Environment Federation. Washington-DC, USA. Referência não apresentada para Normativa Nº 28 de 2007 do MAPA	Instituto Adolfo Lutz (2005) - alimentos Foss (2001) – alimentos para animais APHA; AWWA; WEF (2005) – água e água residuária Normativa Nº 28 de 2007 do MAPA – fertilizantes e corretivos	1
35	IRSA CNR (1994)	IRSA CNR, 1994. Metodi analitici per le acque, Quaderni, N. 100. Istituto Poligrafico e Zecca dello Stato Roma, Italy.	água	1
36	International Standards Organization (ISO) for wastewater	Referência completa não apresentada	água residuária	1
37	ISO 11905-1 – Kit Merck	Referência completa não apresentada	água	1
38	Jackson (1973)	Jackson, M.L. 1973. Soil Chemical Analysis, Prentice Hall of India Private Limited, New Delhi.	solo	1

39	Japanese Standards Association (1995)	Japanese Standards Association: Japanese Industrial Standard K0102, JIS handbook 10, Environmental monitoring. Japanese Standard Association, Tokyo (1995).	não especificado	1
40	Li et al. (2015)	Li, X., Chen, Y.G., Zhao, S., Chen, H., Zheng, X., Luo, J.Y., Liu, Y.N., 2015. Efficient production of optically pure L-lactic acid from food waste at ambient temperature by regulating key enzyme activity. Water Res. 70, 148–157.	resíduo sólido orgânico - utiliza analisador elementar Vatio EL III (Elementar, German)	1
41	Matos (2012)	MATOS, A.T. Qualidade do meio físico ambiental: Práticas de laboratório. Viçosa, MG, Universidade Federal de Viçosa, 2012. 150p.	solo água	1
42	Paredes et al. (1996)	Paredes C, Bernal MP, Roig A, Cegarra J, Sánchez-Monedero MA. Influence ofthe bulking agent on the degradation of olive-mill wastewater sludge during composting. Int. Biodeterior Biodegrad 1996;38:205–10.	resíduo sólido orgânico - cita Navarro AF, Cegarra J, Roig A, Bernal MP. An automatic microanalysis method for the determination of organic carbon in wastes. Commun Soil Sci Plant Anal 1991;22: 2137–44. – resíduos orgânicos	1
43	NF EN 25663 (1994)	Referência completa não apresentada	água água residuária	1
44	Norm PN-EN ISO 5667-13:2011	Norm PN-EN ISO 5667-13:2011. Jakość wody - Pobieranie próbek - Część 13: Wytyczne dotyczące pobierania próbek osadów (Water quality - Sampling - Part 13: Guidance on sampling of sludges). Warszawa: Polish Comittee for Standarization; 2011. http://sklep.pkn.pl/pn-en-iso-5667-13-2011e.html	água lodo	1
45	Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz (1985)	Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz. Métodos Químicos e Físicos para Análises de Alimentos, Editoração Débora D Estrella Rebocho, São Paulo, Brazil (1985).	alimentos	1
46	Said-Pullicino; Erriquens; Gigliotti (2007) Said-Pullicino et al. (2007)	D. Said-Pullicino, F.G. Erriquens, G. Gigliotti, Changes in the chemical characteristics of water-extractable organic matter during composting and their influence on compost stability and maturity, Bioresour. Technol. 98 (2007) 1822–1831. D. Said-Pullicino, K. Kaiser, G. Guggenberger, G. Gigliotti, Changes in the chemical composition of water-extractable organic matter during composting: distribution between stable and labile organic matter pools, Chemosphere 66 (2007) 2166–2176.	Said-Pullicino; Erriquens; Gigliotti (2007) - resíduo sólido orgânico Said-Pullicino et al. (2007) não analisa nitrogênio total	1
47	SEPA-China (2005)	Referência completa não apresentada	ausência de ref. completa não permite verificação	1
48	Silva (1990)	SILVA, D. J. Análise de alimentos (métodos químicos e biológicos). 2. ed. Viçosa: UFV, 1990. 156 p.	alimentos	1

49	Singh; Pradhan (1981)	Singh, R., Pradhan, K., 1981. Determination of nitrogen and protein by Khjeldahl method. In: Forage Evaluation Science. Pvt. Publishers Ltd., New Delhi, p. 23	documento não encontrado para verificação	1
50	Sparks; Page; Helmke (1996)	Sparks D, Page A and Helmke P (1996) Methods of Soil Analysis, Part 3: Chemical Methods. Madison, USA, Soil Science Society of America.	solo	1
51	SS-EN ISO 13395 (1997) modificado SS 028131 (1976) modificado	SS-EN ISO 13395. (1997) Water quality – determination of nitrite nitrogen and nitrate nitrogen and the sum ofboth by flow analysis (CFA and FIA) and spectrometric detection (ISO 13395:1996). Swedish Standards Institute, Stockholm. SS 028131. (1976) Determination of nitrogen compounds in water. Oxidation with peroxodisulphate. Swedish Standards Institute, Stockholm	SS-EN ISO 13395 (1997) – água SS 028131 (1976) – água	1
52	Swedish Standard SS 02 91 50	Referência completa não apresentada	ausência de ref. completa não permite verificação	1
53	Swedish Standards Institute (1996) - SS-ISO 13878	Swedish Standards Institute. Vattenundersökningar-Bestämning av ammoniumkvävekoncentrationen hos vatten; Swedish Standards Institute: Stockholm, Sweden, 1976.	água	1
54	Tandon (1993)	Tandon, H.L.S. (ed). 1993. Methods of analysis of soils, plants, waters, fertilisers & organic manures. Fertiliser Development and Consultation Organisation, New Delhi, India.	solo plantas água fertilizantes esterco animal	1
55	U.S. Environmental Protection Agency - SW-846	Test Methods for Evaluating Solid Waste, Physical/ Chemical Methods; U.S. Environmental Protection Agency, Office of Solid Wastes, SW-846 Online. www.epa.gov/epaoswer/hazwaste/test/main.htm	resíduo sólido orgânico	1
56	Venkata; Lalit; Sarma (2008)	Venkata Mohan S, Lalit Babu V, Sarma PN. Effect of various pretreatment methods on anaerobic mixed microflora to enhance biohydrogen production utilizing dairy wastewater as substrate. Bioresour Technol 2008;99:59e67.	não realiza análise de nitrogênio total	1
57	Yadav; Garg (2009)	Yadav, A., Garg, V.K., 2009. Feasibility of nutrient recovery from industrial sludge by vermicomposting technology. J. Hazard. Mater. 168, 262–268	resíduo sólido orgânico -Cita J.M. Bremner, R.G. Mulvaney, Nitrogen total, in: A.L. Page, R.H. Miller, D.R. Keeney (Eds.), Methods of Soil Analysis, American Society of Agronomy, Madison, WI, 1982, pp. 575–624. - solo	1

58	Zhang; Chen; Zhou (2009) Yuan et al. (2006)	Zhang, P., Chen, Y., Zhou, Q., 2009. Waste activated sludge hydrolysis and short-chain fatty acids accumulation under mesophilic and thermophilic conditions: effect of pH. Water Research 43 (15), 3735e3742. Yuan, H., Chen, Y., Zhang, H., Jiang, S., Zhou, Q., Gu, G., 2006. Improved bioproduction of short-chain fatty acids from excess sludge under alkaline conditions. Environmental Science and Technology 40 (6), 2025e2029.	Zhang; Chen; Zhou (2009) não analisa nitrogênio total Yuan et al. (2006) - lodo	1
		Total de documentos que analisaram Nitrogênio total:		**217**

GRUPO 1.2: FÓSFORO E/OU FOSFATO				
	Referência (citada e completa) do método utilizado para a determinação de Fósforo e/ou fosfato		**Destinado originalmente à análise de:**	**Número de documentos que utilizaram a referência**
1	APHA; AWWA; WEF (diferentes datas)	APHA, AWWA, WEF (ano) Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, xth edn. American Public Health Association, American Water Works Association, Water Environment Federation, Washington, DC	água água residuária	38
2	Referência não citada	Referência completa não apresentada	-	20
3	Embrapa (1999, 2009)	EMBRAPA - Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária. Manual de análises químicas de solos, plantas e fertilizantes. Embrapa solos, Brasília, 1999. 370 p. EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA - EMBRAPA. Manual de análises químicas de solos, plantas e fertilizantes. 2.ed. Brasília, Informação Tecnológica, 2009. 628p.	solo plantas fertilizantes	4
4	Hach	Referência completa não apresentada	ausência de ref. completa não permite verificação	3
5	USDA; USCC (2001, 2002)	US Composting Council, 2001. Test Methods for the Examination of Composting and Compost. TMECC, 2002. Test Methods for the Examination of Composts and Composting. In: Thompson, W., Leege, P., Millner, P., Watson, M.E. (Eds.), The US Composting Council, US Government Printing Office	resíduo sólido orgânico em compostagem composto	3
6	Bansal; Kapoor (2000)	Bansal S and Kapoor KK (2000). Vermicomposting of crop residues and cattle dung with Eisenia foetida. Bioresource Technology 73: 95–98.	resíduo sólido orgânico - cita John, M.K., 1970. Colorimetric determination of phosphorous in soil and plant material with ascorbic acid. Soil Sci. 109, 214±220. – solo e planta	2
7	Bray; Krutz (1945)	Bray, R.H., Krutz, L.K., 1945. Determination of total organic and available forms of phosphorous in soil. Soil Sci. 59, 39–45.	solo	2
8	Kitson; Mellon (1944)	Kitson, R. E., and M. G. Mellon. 1944. Colorimetric determination of phosphorus as molybdi-vanado phosphoric acid. Industrial and Engineering Chemistry Analytical Edition 16: 379–83. doi:10.1021/i560130a017	carbono aço de baixa liga	2
9	Tedesco et al. (1995)	TEDESCO, M. J.; GIANELLO, C.; BOHNEN, H. et al. Análise de solo, plantas e outros materiais. 2. ed. Porto Alegre: Departamento de Solos da UFRGS, 1995. 174p. (Boletim Técnico, 5).	solo plantas	1

10	Tedesco et al. (1995) Takahashi et al. (2013)	TEDESCO, J. M.; GIANELLO, C.; BISSANI, C. A.; BOHNEN, H.; VOLKWEISS, S. J. Análises de solo, plantas e outros materiais. Boletim Técnico n° 5, 2ª Ed., Porto Alegre, 174p, 1995. TAKAHASHI, S. Phosphorus characterization of manure composts and combined organic fertilizers by a sequential-fractionation method. Journal of Soil Science and Plant Nutrition, v.176, p.494-496, 2013	Tedesco et al. (1995) – solo, plantas e outros materiais Takahashi et al. (2013) - composto fertilizante	1
11	Anderson; Ingram (1993)	Anderson JM, Ingram JSI (1993) Colorimetric determination of nitrogen and phosphorous tropical soil bio and fertility. A handbook of methods. CAB International, Wallingford, pp 73–74	solo	1
12	AOAC (2000)	AOAC. Official methods of analysis: association of official analytical chemist. EUA.; 2000	não especificado	1
13	Bataglia et al. (1983) Malavolta (1991)	BATAGLIA, O. G. et.al. Métodos de análises químicas de plantas. Boletim Técnico, Campinas: Instituto Agronômico, 1983. 48p MALAVOLTA, E. et al. Micronutrientes, uma visão geral. In: FERREIRA, M. E.; CRUZ, M. C. Micronutrientes na Agricultura. Piracicaba: POTAFOS / CNPq, 1991. p. 1-33.	Bataglia et al. (1983) – plantas Malavolta (1991) – plantas	1
14	China standard methods (GB 8834-1988)	Referência completa não apresentada	ausência de ref. completa não permite verificação	1
15	DSNM (1969)	Dutch Standard Normalized Methods (1969). The Netherlands Normalisation Institute, Delft, The Netherlands.	não especificado	1
16	Gallaher et al. (1975) Hambleton (1977)	Gallaher, R.N., Weldon, C.O., Futral, J.G., 1975. An aluminum block digester for plant and soil analysis. Soil Sci. Soc. Am. J. 39, 803e806. Hambleton, L.G., 1977. Semiautomated method for simultaneous determination of phosphorus, calcium and crude protein in animal feeds. J. Assoc. Off. Anal. Chem. 60, 845e852.	Gallaher et al. (1975) – planta e solo Hambleton (1977) - alimentos para animais	1
17	Garg et al. (2005)	Garg VK, Chand S, Chhillar A, Yadav YK (2005) Growth and reproduction of Eisenia foetida in various animal wastes during vermicomposting. Applied Ecol and Environ Res 3:51–59	resíduo sólido orgânico vermicomposto	1
18	Jackson (1973)	Jackson, M. L. 1973. Soil Chemical Analysis, Prentice Hall of India Private Limited, New Delhi.	solo	1
19	JIS (1995)	Japanese Standards Association, 1995. JIS handbook. In: Environmental Technology. Japanese Standards Association, Tokyo, pp. 553–638.	não especificado	1
20	John (1970)	John, M.K., 1970. Colorimetric determination of phosphorus in soil and plant material with ascorbic acid. Soil Sci. 109, 214–220.	solo planta	1

21	Li et al. (2014) Shen et al. (2014)	Li, J. B., Rui, J. P., Pei, Z. J., Sun, X. R., Zhang, S. H., Yan, Z. Y., et al. (2014). Straw- and slurry-associated prokaryotic communities differ during co-fermentation of straw and swine manure. Appl. Microbiol. Biotechnol. 98, 4771–4780. doi: 10.1007/s00253-014-5629-3 Shen, L., Hu, H. Y., Ji, H. F., Cai, J. Y., He, N., Li, Q. B., et al. (2014). Production of poly(hydroxybutyrate–hydroxyvalerate) from waste organics by the two-stage process: focus on the intermediate volatile fatty acids. Bioresour. Technol. 166, 194–200. doi: 10.1016/j.biortech.2014.05.038	Nenhuma das referências analisa fósforo e/ou fosfato	1
22	Malavolta (1997)	Malavolta, E. Avaliação Nutricional das Plantas – Princípios e Aplicação, second ed. Associação Brasileira para Pesquisa da Potassa e do Fosfato, Piracicaba, Brazil, (1997).	plantas	1
23	PN-EN ISO/IEC 17025:2005	Norm PN-EN ISO/IEC 17025:2005. Ogólne wymagania dotyczące kompetencji laboratoriów badawczych i wzorcujących (General requirements for the competence of testing and calibration laboratories). Warszawa: Polish Comittee for Standarization; 2005. http://sklep.pkn.pl/pn-en-iso-iec-17025-2005p.html.	não especificado	1
24	Olsen et al. (1954)	Olsen, S. A., Cole, C. V., Watanabe, F. S. and L. A. Dean. 1954. Estimation of available phosphorus in soils by extraction with sodium bicarbonate. U.S. Department of Agriculture, Circular No, 939, Washington.	solo	1
25	Page; Millar; Keney (1982)	A.L. Page, R.H. Millar, D.R. Keney, Methods of Soil Analyses, Parte: 2 Agron. Monogr, vol. 9, A.S.A. y SSSA Madison, Wisconsin, 1982.	solo	1
26	Ribeiro et al. (1999)	RIBEIRO, A.C.; GUIMARÃEZ, P.T. & ALVAREZ V., V.H., eds. Recomendação para o uso de corretivos e fertilizantes para o Estado de Minas Gerais. 5ª aproximação. Viçosa, MG, CFSEMG, 1999. 359p.	corretivos fertilizantes	1
27	Sah; Miller (1992) Meyer; Keliher (1992)	Sah, R.N., Miller, R.O., 1992. Spontaneous reaction for acid dissolution of biological tissues in closed vessels. Analytical Chemistry 64, 230–233. Meyer, G.A., Keliher, P.N., 1992. An overview of analysis by inductively coupled plasma-atomic emission spectrometry. In: Montaser, A., Golightly, D.W. (Eds.), Inductively Coupled Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry. VCH Publishers Inc., NY, USA, pp. 473–505.	Sah; Miller (1992) - material biológico Meyer; Keliher (1992) - documento não encontrado para verificação	1
28	Silva (1999) Brasil (2007)	SILVA, F. C. Manual de análises químicas de solos, plantas e fertilizantes. Brasília: Embrapa, 1999. BRASIL. Instrução Normativa nº 28 de julho de 2007. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Manual de Métodos Analíticos Oficiais para Fertilizantes Minerais, Orgânicos, Organominerais e Corretivos. Diário Oficial da União, Brasília, DF, 31 de julho de 2007, Seção 1, p.11. 2007.	Silva (1999) – solo, plantas e fertilizantes Brasil (2007) – fertilizandtes e corretivos	1
29	Sparks; Page; Helmke (1996)	Sparks D, Page A and Helmke P (1996) Methods of Soil Analysis, Part 3: Chemical Methods. Madison, USA, Soil Science Society of America.	solo	1

30	SS-EN ISO 6878 (2005)	SS-EN ISO 6878. (2005) Water quality – spectrometric determination of phosphorus using ammonium molybdate. Swedish Standards Institute, Stockholm	água	1
31	Suwannarat (2014)	Suwannarat, J., 2014. Anaerobic Fermentation of Food Waste in Phuket Province using Yeast. Master of Science Thesis in Technology and Environmental Management Prince of Songkla University, Phuket campus, Phuket, Thailand.	não analisou fósforo e/ou fosfato	1
32	Tandon (1993)	Tandon, H.L.S. (ed). 1993. Methods of analysis of soils, plants, waters, fertilisers & organic manures. Fertiliser Development and Consultation Organisation, New Delhi, India.	solo plantas água fertilizante esterco animal	1
33	Williams (1984)	Williams, S., 1984. Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists, 14th ed. Association of Official Analytical Chemists, Arlington, VA, USA	não especificado	1
34	Yadav; Garg (2009)	Yadav, A., Garg, V.K., 2009. Feasibility of nutrient recovery from industrial sludge by vermicomposting technology. J. Hazard. Mater. 168, 262–268	lodo	1
35	Zhang; Chen; Zhou (2009) Yuan et al. (2006)	Zhang, P., Chen, Y., Zhou, Q., 2009. Waste activated sludge hydrolysis and short-chain fatty acids accumulation under mesophilic and thermophilic conditions: effect of pH. Water Research 43 (15), 3735e3742. Yuan, H., Chen, Y., Zhang, H., Jiang, S., Zhou, Q., Gu, G., 2006. Improved bioproduction of short-chain fatty acids from excess sludge under alkaline conditions. Environmental Science and Technology 40 (6), 2025e2029.	Nenhuma das referências analisa fósforo e/ou fosfato	1
Total de documentos que analisaram Fósforo e/ou fosfato:				**101**

GRUPO 1.3: CARBOIDRATOS TOTAIS E/OU NÃO ESTRUTURAIS				
	Referência (citada e completa) do método utilizado para a determinação de Carboidratos totais e/ou não estruturais		**Destinado originalmente à análise de:**	**Número de documentos que utilizaram a referência**
1	Dubois et al. (1956)	Dubois, M., Gilles, K.A., Hamilton, J.K., Rebers, P.A., Smith, F., 1956. Colorimetric method for determination of sugars and related substances. Anal. Chem. 28 (3), 350–356.	amostras líquidas	25
2	Referência não citada	Referência completa não apresentada	-	13
3	Calculado	Apenas dois documentos apresentam referência para o cálculo: 1) Zhong, W., Chi, L., Luo, Y., Zhang, Z., and Wu, W. M. 2013. Enhanced methane production from Taihu Lake blue algae by anaerobic co-digestion with corn straw in continuous feed digesters. Bioresour. Technol. 134:264–270. 2) SLV FS 1993:21 (Não apresenta referência completa) Os demais apresentam apenas o cálculo.	Zhong et al. (2013) – amostra sólida (algas) SLV FS 1993:21 - alimentos	5
4	APHA, AWWA, WEF (1998, 2005)	APHA, AWWA, WEF (ano) Standard methods for the examination of water and wastewater, xst edn. American Public Health Association, American Water Works Association and Water Environment Federation, Washington	água água residuária	4
5	Gaudy (1962)	Gaudy, A.F., 1962. Colorimetric determination of protein and carbohydrate. Ind. Water Wastes 7, 17–22.	documento não acessível para verificação	2
6	Herbert et al. (1971)	Herbert, D., Philipps, P.J., Strange, R.E., 1971. Chemical Analysis of Microbial Cells Methods in Microbiology, vol. 5b. Academic Press Ltd., London, pp. 249–252. Herbert, D., Philipps, P.J., Strange, R.E., 1971. Carbohydrate analysis. Methods Enzymol. 5B, 265–277.	documento não acessível para verificação	2
7	Miller (1959) Koike et al. (2009)	Miller, G. L. Use of DNS reagent for determination of reducing sugars. Anal. Chem. 1959, 31, 426−428 Koike, Y.; An, M. Z.; Tang, Y. Q.; Syo, T.; Osaka, N.; Morimura,S.; Kida, K. Production of fuel ethanol and methane from garbage by high efficiency two−stage fermentation process. J. Biosci. Bioeng. 2009, 108, 508−512	Miller (1959) – amostras líquidas Koike et al. (2009) – amostra sólida - cita Somogyi, M.: Notes on sugar determination, J. Biol. Chem., 195, 19–23 (1952).	2
8	AOAC (1995)	AOAC (1995) Official Methods of Analysis of AOAC International, 16th edn. Virginia, USA: AOAC International.	não especificado	1
9	Benefield (1976)	Benefield, L.D., 1976. The phenol-sulfuric aid test. Water and Sewage Works, 55.	amostras líquidas	1
10	Brink; Dyban; Lynch (1960)	Brink, R. H., Dyban, P. and D. L. N. Lynch. 1960. Measurement of carbohydrates in soil hydrolysates with anthrone. Soil Science 89: 157-166.	solo	1

11	Codex Guidelines (1993)	Codex Guidelines on Nutrition Labelling CAC/GL 2-1985 (Rev. 1 – 1993)	alimentos	1
12	Fang; Liu (2002)	Fang HHP, Liu H. Effect of pH on hydrogen production from glucose by a mixed culture. Bioresource Technol 2002;82:87–93	lodo - Cita Herbert, D., Phipps, P.J. and Strange, R.E. 1971. Carbohydrate analysis. Methods Enzymol. 5B, 265-277.	1
13	Fang; Liu (2002) Okamoto et al. (2000)	Fang HHP, Liu H. Effect of pH on hydrogen production from glucose by a mixed culture. Bioresource Technology 2002;82: 87–93 Okamoto M, Miyahara T, Mizuno O, Noike T. Biological hydrogen potential of materials characteristic of the organic fraction of municipal solid wastes. Water Science and Technology 2000;41(3):25–32	Fang; Liu (2002) – lodo - citam Herbert, D., Phipps, P.J. and Strange, R.E. 1971. Carbohydrate analysis. Methods Enzymol. 5B, 265-277. Okamoto et al. (2000) – resíduo sólido orgânico	1
14	Josefsson (1983)	Josefsson, B., 1983. Rapid spectrophotometric determination of total carbohydrates. In: Grasshoff, K., Ehrhardt, M., Kremling, K. (Eds.), Methods of Seawater Analysis, Verlag Chemie GmbH. Weinheim, Germany, pp. 340–342.	água	1
15	Kim; Shin (2008)	Kim S-H, Shin H-S. Effects of base-pretreatment on continuous enriched culture for hydrogen production from food waste. International Journal of Hydrogen Energy 2008; 33:5266e74	resíduo orgânico –cita Fang HHP, Liu H. Effect of pH on hydrogen production from glucose by a mixed culture. Bioresource Technology 2002;82: 87–93. E Okamoto M, Miyahara T, Mizuno O, Noike T. Biological hydrogen potential of materials characteristic of the organic fraction of municipal solid wastes. Water Science and Technology 2000;41(3):25–32.	1

16	Lay et al. (2003)	J.-J. Lay, K.-S. Fan, J. Chang, and C.-H. Ku. Influence of chemical nature of organic wastes on their conversion to hydrogen by heat-shock digested sludge. International Journal of Hydrogen Energy,vol. 28, no.12, pp.1361–1367,2003.	lodo	1
17	Li et al. (2011) Yuan et al. (2006)	Li, X., Chen, H., Hu, L.F., Yu, L., Chen, Y., Gu, G., 2011. Pilot-scale waste activated sludge alkaline fermentation, fermentation liquid separation, and application of fermentation liquid to improve biological nutrient removal. Environ. Sci. Technol. 45 (5), 1834e1839. Yuan, H., Chen, Y.G., Zhang, H., Jiang, S., Zhou, Q., Gu, G., 2006. Improved bioproduction of short-chain fatty acids (SCFAs) from excesso sludge under alkaline conditions. Environ. Sci. Technol. 40 (6), 2025e2029.	Li et al. (2011) - lodo e água resíduária Yuan et al. (2006) – lodo – cita Herbert, D.; Philipps, P. J.; Strange, R. E. Methods Enzymol. 1971, 5B, 265-277.	1
18	Loewus (1952)	Loewus, F. A., 1952. Improvement in the anthrone method for determination of carbohydrates. Anal Chem. 24, 219	amostra líquida	1
19	Masuko et al. (2005)	Masuko, T., Minami, A., Iwasaki, N., Majima, T., Nishimura, S.I., Lee, Y.C., 2005. Carbohydrate analysis by a phenol–sulfuric acid method in microplate format. Anal. Chem. 339 (1), 69–72.	amostra líquida	1
20	Megazyme's TN kit (Bray, Ireland) Bahcegul et al. (2011) Miller (1959)	Megazyme's TN kit (Bray, Ireland) Bahcegul, E., Tatli, E., Haykir, N.I., Apaydin, S., Bakir, U., 2011. Selecting the right blood glucose monitor for the determination of glucose during the enzymatic hydrolysis of corncob pretreated with different methods. Bioresour. Technol. 102, 9646–9652. Miller, G.L., 1959. Use of dinitrosalicylic acid reagent for determination of reducing sugars. Anal. Chem., 426–428	Megazyme's TN kit (Bray, Ireland) - alimentos Bahcegul et al. (2011) – amostra sólida Miller (1959) – amostras líquidas	1
21	Miller (1959; 1962)	Miller, G.L., 1959. Use of dinitrosalicylic acid reagent for determination of reducing sugar. Anal. Chem. 31 (3), 426–428. Miller GL. Use of dinitrosalicylic acid reagent for determination of reducing sugars. Anal Chem 1962;31:426e8	amostras líquidas	1
22	Ministry of Food and Drug Safety (2015)	Ministry of Food and Drug Safety (2015) Official food testing method. General testing method 1.1.3.1. B. Methods using the protein analyzer. Ministry of Food and Drug Safety, South Korea Ministry of Food and Drug Safety (2015) Official food testing method.General testing method 1.1.5.1.1. Ether extraction method. Ministry of Food and Drug Safety, South Korea	alimentos	1
23	Rao; Pattabiraman (1989)	Rao, P., Pattabiraman, T.N., 1989. Reevaluation of the phenol–sulfuric acid reaction for the estimation of hexoses and pentoses. Anal. Biochem. 181, 18–22.	amostras líquidas	1

24	Venkateswar Reddy; Chandrasekhar; Venkata Mohan (2011)	Venkateswar Reddy M, Chandrasekhar K, Venkata Mohan S. Influence of carbohydrates and proteins concentration on fermentative hydrogen production using canteen based waste under acidophilic microenvironment. J Biotechnol 2011;155:387e95.	resíduo sólido orgânico –cita Rao, P., Pattabiraman, T.N., 1989. Reevaluation of the phenol–sulfuric acid reaction for the estimation of hexoses and pentoses. Anal. Biochem. 181, 18–22.	1
25	Wang et al. (2014)	Wang, K., Yin, J., Shen, D.S., Li, N., 2014. Anaerobic digestion of food waste for volatile fatty acids (VFAs) production with different types of inoculum: effect of pH. Bioresour. Technol. 161, 395–401.	amostra líquida – cita Herbert, D., Philipps, P.J., Strange, R.E., 1971. Carbohydrate analysis. Methods 421 Enzymology 5B, 265–277.	1
26	Wu et al. (2015)	Wu LJ, Qin Y, Hojo T, Li YY. Upgrading of anaerobic digestion of waste activated sludge by temperature-phased process with recycle. Energy 2015;87:381–9.	lodo - cita DuBois M, Gilles KA, Hamilton JK, Rebers PA, Smith F. Colorimetric method for determination of sugars and related substances. Anal Chem 1956;28(3): 350e6	1
27	Zhang et al. (2007)	Zhang, B., He, P.J., Lu, F., Shao, L.M., Wang, P., 2007b. Extracellular enzyme activities during regulated hydrolysis of high-solid organic wastes. Water Research 41, 4468–4478.	resíduo sólido orgânico – cita Miller, G.L., 1959. Use of dinitrosalicylic acid reagent for determination of reducing sugar. Anal. Chem. 31, 426–427 E Nielsen, S.S., 2002. Food Analysis. China Light Industry Press, Beijing	1

28	Zhang; Chen; Zhou (2009) Yuan et al. (2006)	Zhang, P., Chen, Y., Zhou, Q., 2009. Waste activated sludge hydrolysis and short-chain fatty acids accumulation under mesophilic and thermophilic conditions: effect of pH. Water Research 43 (15), 3735e3742. Yuan, H., Chen, Y., Zhang, H., Jiang, S., Zhou, Q., Gu, G., 2006. Improved bioproduction of short-chain fatty acids from excess sludge under alkaline conditions. Environmental Science and Technology 40 (6), 2025e2029.	Zhang; Chen; Zhou (2009) – lodo – cita Chen, Y., Yuan, H., Zhou, Q., Gu, G., 2007. Hydrolysis and acidification of waste activated sludge at different pHs. Water Res. 41, 683–689. E Yuan, H., Chen, Y., Zhang, H., Jiang, S., Zhou, Q., Gu, G., 2006. Improved bioproduction of short-chain fatty acids (SCFAs) from excess sludge under alkaline conditions. Environ. Sci. Technol. 40, 2025–2029. Yuan et al. (2006) – lodo - cita Herbert, D.; Philipps, P. J.; Strange, R. E. Methods Enzymol. 1971, 5B, 265-277.	1
Total de documentos que analisaram Carboidratos totais e/ou não estruturais:				**74**

GRUPO 1.3: PROTEÍNAS				
	Referência (citada e completa) do método utilizado para a determinação de Proteínas		**Destinado originalmente à análise de:**	**Número de documentos que utilizaram a referência**
1	Calculado	Utilizam o fator 6,25 ou 6,26 e citam as seguintes referências (alguns não citam referências completas, apenas comentam o uso do fator) 1) Miron Y, Zeeman G, van Lier JB, Lettinga G (2000) The role of sludge retention time in the hydrolysis and acidification of lipids, carbohy- drates and proteins during digestion of primary sludge in CSTR systems. Water Res. 34(5):1705–1713 2) Calculada de acordo com o método Kjeldahl 3) Pierce, W.C., Haenisch, E.L., 1948. Quantitative Analysis, third ed. J. Wiley, New York. 4) Codex Guidelines on Nutrition Labelling CAC/GL 2-1985 (Rev. 1 – 1993) 5) Zhang, L., Lee, Y.-W., Jahng, D., 2011. Anaerobic co-digestion of food waste and piggery wastewater: focusing on the role of trace elements. Bioresour. Technol. 102, 5048–5059. 6) Gill, S.C., von Hippel, P.H., 1989. Calculation of protein extinction coefficients from amino acid sequence data. Anal. Biochem. 182, 319–326. 7) Zhang, B., He, P.J., Lu, F., Shao, L.M., Wang, P., 2007. Extracellular enzyme activities during regulated hydrolysis of high-solid organic wastes. Water Research 41, 4468–4478. 8) Salo-väänänen, P.P., Koivistoinen, P.E., 1996. Determination of protein in foods: comparison of net protein and crude protein (N*6.25) values. Food Chem. 57 (1), 27–31. 9) Cabbai, V., Ballico, M., Aneggi, E., Goi, D., 2013. BMP tests of source selected OFMSW to evaluate anaerobic codigestion with sewage sludge. Waste Manage. 33 (7), 1626–1632. 10) Hattingh, W.H.J., Thiel, P.G., Siebert, M.L., 1967. Determination of protein content of anaerobic digesting sludge. Water Res. 1, 185–189. 11) Girault, R., Bridoux, G., Nauleau, F., Poullain, C., Buffet, J., Steyer, J.-P., Sadowski, a.G., Béline, F., 2012. A waste characterisation procedure for ADM1 implementation based on degradation kinetics. Water Res. 46, 4099–4110. http://dx.doi.org/10.1016/j.watres.2012.04.028. 12) Dintzis, F.R., Cavins, J.F., Graf, E., Stahly, T., 1988. Nitrogen-to-protein conversion factors in animal feed and fecal samples. J. Anim. Sci. 66, 5e11.	Miron et al. (2000) – lodo Pierce; Haenisch (1948) documento não acessível para verificação Codex Guidelines on Nutrition Labelling – alimentos Zhang; Lee; Janhng (2011) – resíduo sólido orgânico Gill; Hippel (1989) – material biológico Zhang et al. (2007) – resíduo sólido orgânico Salo-väänänen; Koivistoinen (1996) – alimentos Cabbai et al. (2013) - resíduo sólido orgânico Girault et al. (2012) -resíduo sólido orgânico Dintzis et al. (1988) – alimentos para animais e amostras fecais	22

2	Lowry (1951; 1995)	Lowry OH, Rosebrough NJ, Farr AL, Randall RJ. Protein measurement with the Folin phenol reagent. J Biol Chem 1951;193:265e75 Alguns não apresentam referência, apenas comentam que foi medido pelo método de Lowry	amostras em solução	15
3	APHA, AWWA, WEF (2005)	APHA, AWWA, WEF (2005) Standard methods for the examination of water and wastewater, 21st edn. American Public Health Association, American Water Works Association and Water Environment Federation, Washington	água água residuária	2
4	Referência não citada	Referência completa não apresentada	-	2
5	AOAC (1995)	AOAC (1995) Official Methods of Analysis of AOAC International,16th edn. Virginia, USA: AOAC International	não especificado	1
6	Automatic Kjeldahl apparatus	Referência completa não apresentada	ausência de ref. completa não permite verificação	1
7	Bicinchoninic acid assay (BCA Protein Assay Kit, Pierce)	Referência completa não apresentada	ausência de ref. completa não permite verificação	1
8	Bradford (1976)	Bradford M. (1976) A rapid and sensitive method for the quantitation of microgram quantities of protein utilizing the principle of protein-dye binding. Anal. Biochem. 72, 248±254.	amostra em solução	1
9	Calorimeter method e Folin/Ciocalteu method	Referência completa não apresentada	ausência de ref. completa não permite verificação	1
10	Frolund et al. (1995)	Frolund, B., Griebe, T., Nielsen, P.H., 1995. Enzymatic-activity in the activated- sludge floc matrix. Applied Microbiology and Biotechnology 43 (4), 755–761.	lodo	1
11	Kaparaju et al. (2009)	Kaparaju, P., Serrano, M., Thomsen, A.B., Kongjan, P., Angelidaki, I., 2009. Bioethanol, biohydrogen and biogas production from wheat straw in a biorefinery concept. Bioresour. Technol. 100, 2562–2568.	resíduo sólido orgânico	1
12	Li et al. (2011) Yuan et al. (2006)	Li, X., Chen, H., Hu, L.F., Yu, L., Chen, Y., Gu, G., 2011. Pilot-scale waste activated sludge alkaline fermentation, fermentation liquid separation, and application of fermentation liquid to improve biological nutrient removal. Environ. Sci. Technol. 45 (5), 1834e1839. Yuan, H., Chen, Y.G., Zhang, H., Jiang, S., Zhou, Q., Gu, G., 2006. Improved bioproduction of short-chain fatty acids (SCFAs) from excess sludge under alkaline conditions. Environ. Sci. Technol. 40 (6), 2025e2029.	Li et al. (2011) – lodo Yuan et al. (2006) – lodo – cita Lowry, O. H.; Rosebrough, N. J.; Farr, A. L.; Randall, R. J. Protein measurement with the Folin phenol reagent. J. Biol. Chem. 1951, 193, 265-275.	1

13	Marin et al. (2010) Rani et al. (2013) European Commission Regulation (2009)	Marin, J., Kennedy, K.J., Eskicioglu, C., 2010. Effect of microwave irradiation on anaerobic degradability of model kitchen waste. Waste Manage. 30, 1722–1779. Rani, R.U., Kumar, S.A., Kaliappan, S., Yeom, I., Banu, J.R., 2013. Impacts of microwave pretreatments on the semi-continuous anaerobic digestion of dairy waste activated sludge. Waste Manage. 33, 1119–1127. European Commission, 2009. European Commission Regulation 2009/152/EC of 27 January 2009 laying down the methods of sampling and analysis for the official control of feed. Off. J. Eur. Union, 1	Marin et al. (2010) – resíduo sólido orgânico – cita Frolund, B., Griebe, T., Nielsen, P.H., 1995. Enzymatic activity in the activated-sludge floc matrix. Microbiology and Biotechnology 43 (4), 755–761. Rani et al., (2013) – lodo – cita Takahashi, E., Ledauphin, J., Goux, D., Orvain, F., 2009. Optimizing extraction of extra cellular polymeric substances (EPS) from benthic diatoms: comparison of efficiency of six EPS extraction methods. Mar. Freshwater Res. 60 (12), 1201–1210. European Commission Regulation (2009) - alimentos	1
14	Ministry of Food and Drug Safety (2015) (Korean Food Standard Codex)	Ministry of Food and Drug Safety (2015) Official food testing method. General testing method 1.1.3.1. B. Methods using the protein analyzer. Ministry of Food and Drug Safety, South Korea	alimentos	1
15	U.S. Environmental Protection Agency (SW-846)	Test Methods for Evaluating Solid Waste, Physical/ Chemical Methods; U.S. Environmental Protection Agency, Office of Solid Wastes, SW-846 Online. www.epa.gov/epaoswer/hazwaste/test/main.htm	resíduo sólido orgânico	1
16	Venkata et al. (2008)	Venkata Mohan S, Lalit Babu V, Sarma PN. Effect of various pretreatment methods on anaerobic mixed microflora to enhance biohydrogen production utilizing dairy wastewater as substrate. Bioresour Technol 2008;99:59e67.	lodo	1
17	Wang et al. (2014)	Wang, K., Yin, J., Shen, D.S., Li, N., 2014. Anaerobic digestion of food waste for volatile fatty acids (VFAs) production with different types of inoculum: effect of pH. Bioresour. Technol. 161, 395–401.	resíduo sólido orgânico – cita Lowry, O.H., Rosebrough, N.J., Farr, A.L., Randall, R.J., 1951. Protein measurement 448 with the Folin phenol reagent. Journal of Biological Chemistry 193, 265–275.	1

18	Wu et al. (2015)	Wu LJ, Qin Y, Hojo T, Li YY. Upgrading of anaerobic digestion of waste activated sludge by temperature phased process with recycle. Energy 2015;87:381–9.	lodo – cita Lowry OH, Rosebrough NJ, Farr AL, Randall RJ. Protein measurement with the Folin phenol reagent. J Biol Chem 1951;193(1):265e75.	1
19	Zhang; Chen; Zhou (2009) Yuan et al. (2006)	Zhang, P., Chen, Y., Zhou, Q., 2009. Waste activated sludge hydrolysis and short-chain fatty acids accumulation under mesophilic and thermophilic conditions: effect of pH. Water Research 43 (15), 3735e3742. Yuan, H., Chen, Y., Zhang, H., Jiang, S., Zhou, Q., Gu, G., 2006. Improved bioproduction of short-chain fatty acids from excess sludge under alkaline conditions. Environmental Science and Technology 40 (6), 2025e2029.	Zhang; Chen; Zhou (2009) - lodo – cita Yuan, H., Chen, Y., Zhang, H., Jiang, S., Zhou, Q., Gu, G., 2006. Improved bioproduction of short-chain fatty acids (SCFAs) from excess sludge under alkaline conditions. Environ. Sci. Technol. 40, 2025–2029. E Chen, Y., Yuan, H., Zhou, Q., Gu, G., 2007. Hydrolysis and acidification of waste activated sludge at different pHs. Water Res. 41, 683–689. Yuan et al. (2006) – lodo - Lowry, O. H.; Rosebrough, N. J.; Farr, A. L.; Randall, R. J. Protein measurement with the Folin phenol reagent. J. Biol. Chem. 1951, 193, 265-275.	1
		Total de documentos que analisaram Proteínas:		**56**

GRUPO 1.3: LIPÍDEOS				
		Referência (citada e completa) do método utilizado para a determinação de Lipídeos	**Destinado originalmente à análise de:**	**Número de documentos que utilizaram a referência**
1	APHA, AWWA, WEF (1989, 1995, 1998, 2005)	APHA -AWWA-WEF (ano) Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater ano. xth ed. American Public Health Association/American Water Works Association/Water Environment Federation, Washington, DC, USA	água água residuária	16
2	Referência não citada	Referência completa não apresentada	-	13
3	AOAC (1995, 2007)	AOAC (1995) Official Methods of Analysis of AOAC International, 16th edn. Virginia, USA: AOAC International.AOAC (1995) Official Methods of Analysis of AOAC International, 16th edn. Virginia, USA: AOAC International. Official Methods of Analysis, 2007. Official Method 2003.05, 18th ed. AOAC International, Gaithersburg, MD.	não especificado	3
4	Liu (1994)	Liu, K.S., 1994. Preparation of fatty-acid methyl esters for gas-chromatographic analysis of lipids in biological materials. J. Am. Oil Chem. Soc. 71 (11), 1179– 1187.	material biológico	2
5	U.S. Environmental Protection Agency (sem data, 1989)	Test Methods for Evaluating Solid Waste, Physical/ Chemical Methods; U.S. Environmental Protection Agency, Office of Solid Wastes, SW-846 Online. www.epa.gov/epaoswer/hazwaste/test/main.htm U.S. EPA, 1989. Method 1664, Revision A: N-Hexane Extractable Material (HEM; Oil and Grease) and Silica Gel Treated N-Hexane Extractable Material (SGT-HEM; Non-polar Material) by Extraction and Gravimetry. Office of Water	US EPA SW-846 - resíduo sólido orgânico US EPA Método 1664 – amostra líquida	2
6	Bligh and Dyer method (1959)	E.G. Bligh, W.J. Dyer, A rapid method for total lipid extraction and purification, Can. J. Biochem. Physiol. 37 (1959) 911e917	materiais biológicos	1
7	European Commission Regulation (2009)	European Commission, 2009. European Commission Regulation 2009/152/EC of 27 January 2009 laying down the methods of sampling and analysis for the official control of feed. Off. J. Eur. Union, 1–54.	alimentos	1
8	Garcia-Ayuso et al. (1999)	L.E. Garcia-Ayuso, J. Velasco, M.C. Dobarganes, D.C.M. Luque, Accelerated extraction of the fat content in cheese using a focused microwave-assisted soxhlet device, J. Agric. Food Chem. 47 (1999) 2308e2315	alimento (queijo)	1
9	Hara and Radin (1978)	Hara, A., Radin, N.S., 1978. Lipid extraction of tissues with a low toxicity solvent. Anal. Biochem. 90, 420–426.	materiais biológicos	1
10	ISO 6492 (1999)	Referência completa não apresentada	alimentos para animais	1
11	Loehr and Rohlich (1962)	Loehr, R.C., Rohlich, G.A., 1962. A wet method for grease analysis. In: Proc. 17th Ind. Waste Conf. Purdue Univ., pp. 215e232. Engineering Extension Series No. 12, Lafayette, Indiana.	documento não acessado para verificação	1
12	Ministry of Food and Drug Safety (2015) (Korean Food Standard Codex)	Ministry of Food and Drug Safety (2015) Official food testing method. General testing method 1.1.5.1.1. Ether extraction method. Ministry of Food and Drug Safety, South Korea	alimentos	1
13	National Standard GB-T 5009.6-2003	Referência completa não apresentada	alimentos	1

14	Phillips et al. (1997)	Phillips, K.M., Tarrago-Trani, M.T., Grove, T.M., Grun, I., Lugogo, R., Harris, R.F., Stewart, K.K., 1997. Simplified gravimetric determination of total fat in food composites after chloroform-methanol extraction. J. Am. Oil Chem. Soc. 74 (2), 137–142.	alimentos	1
15	Picard et al. (2014)	Picard, S., Beline, F., Girault, R., Bridoux, G., Cambert, C., Davenel, A., 2014. Determination of lipid fraction from organic wastes using Nuclear Magnetic Resonance (NMR): comparison to the soxhlet method. In: IWA (Ed.), 13th World Congress on Anaerobic Digestion, Santiago de Compostela, Spain.	resíduos sólidos orgânicos	1
16	Pomeranz; Meloan (1994)	Pomeranz, Y., Meloan, C.E., 1994. Food analysis: Theory and Practice, third ed. Chapman and Hall, New York.	alimentos	1
17	Ruibal-Mendieta; Delacroix; Meurens (2002)	Ruibal-Mendieta NL, Delacroix DL, Meurens M. A comparative analysis of free, bound and total lipid content on spelt and winter wheat wholemeal. Journal of Cereal Science 2002;35:337–42.	alimentos (cereais)	1
18	SLV VF 1980 Lidfett0A.07	Referência completa não apresentada	ausência de ref. completa não permite verificação	1
19	Wu et al. (2015)	Wu LJ, Qin Y, Hojo T, Li YY. Upgrading of anaerobic digestion of waste activated sludge by temperature-phased process with recycle. Energy 2015;87:381–9.	lodo – cita Bligh EG, Dyer WJ. A rapid method of total lipid extraction and purification. Can J Biochem Physiol 1959;37(8):911e7.	1
20	Xu et al. (2014) Bourque; Titorenko (2009)	Xu, X., Kim, J.Y., Oh, Y.R., Park, J.M., 2014. Production of biodiesel from carbon sources of macroalgae, Laminaria japonica. Bioresour. Technol. 169, 455–461. Bourque, S.D., Titorenko, V.I., 2009. A quantitative assessment of the yeast lipidome using electrospray ionization mass spectrometry. J. Vis. Exp. 30, 1513.	Xu et al. (2014) - algas - Bligh, E., Dyer, W.J., 1959. A rapid method of total lipid extraction and purification. Can. J. Biochem. Physiol. 37, 911–917. E Bourque, S.D., Titorenko, V.I., 2009. A quantitative assessment of the yeast lipidome using electrospray ionization mass spectrometry. J. Vis. Exp. JoVE. Bourque; Titorenko (2009) – células de levedura	1

21	Zhang; Chen; Zhou (2009) Yuan et al. (2006)	Zhang, P., Chen, Y., Zhou, Q., 2009. Waste activated sludge hydrolysis and short-chain fatty acids accumulation under mesophilic and thermophilic conditions: effect of pH. Water Research 43 (15), 3735e3742. Yuan, H., Chen, Y., Zhang, H., Jiang, S., Zhou, Q., Gu, G., 2006. Improved bioproduction of short-chain fatty acids from excess sludge under alkaline conditions. Environmental Science and Technology 40 (6), 2025e2029.	Zhang; Chen; Zhou (2009) - lodo – cita Yuan, H., Chen, Y., Zhang, H., Jiang, S., Zhou, Q., Gu, G., 2006. Improved bioproduction of short-chain fatty acids (SCFAs) from excess sludge under alkaline conditions. Environ. Sci. Technol. 40, 2025–2029. E Chen, Y., Yuan, H., Zhou, Q., Gu, G., 2007. Hydrolysis and acidification of waste activated sludge at different pHs. Water Res. 41, 683–689. Yuan et al. (2006) – lodo – método Bligh-Dyer - cita Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 20th ed.; American Public Health Association (APHA), American Water Works Association, and Water Environment Federation: Washington, DC, 1998.	1
		Total de documentos que analisaram Lipídeos:		**52**

GRUPO 1.3: CARBOIDRATOS ESTRUTURAIS E/OU LIGNINA				
	Referência (citada e completa) do método utilizado para a determinação de Carboidratos estruturais e/ou lignina		**Destinado originalmente à análise de:**	**Número de documentos que utilizaram a referência**
1	Van Soest (1963)	Van Soest PJ (1963) Use of detergents in the analysis of fibrous feeds. II. A rapid method for the determination of fiber and lignin. J Assoc Off Anal Chem 46:829–835	alimento para animal	3
2	Sluiter et al. (2004, 2012)	Sluiter, A., Hames, B., Ruiz, R., Scarlata, C., Sluiter, J., and Templeton, D.: Determination of structural carbohydrates and lignin in biomass. Laboratory analytical procedures. National Renewable Energy Laboratory, Golden, CO (2004). Sluiter, A., Hames, B., Ruiz, R., Scarlata, C., Sluiter, J., Templeton, D., Crocker, D., 2012. Determination of Structural Carbohydrates and Lignin in Biomass NREL Laboratory Analytical Procedures. National Renewable Energy Laboratory, Golden CO.	biomassa	2
3	Van Soest et al. (1991)	Van Soest PJ, Robertson JB, Lewis BA. Methods for dietary fiber, neutral detergent fiber and non-starch polysaccharides in relation to animal nutrition. J. Dairy Sci 1991;74:3583–97.	alimento para animal	2
4	ANSI; ASTM (1977)	American National Standards Institute and American Society for Testing and Materials, 1977. Standard test method for lignin in wood D 1106-56. American National Standard.	madeira	1
5	AOAC (2012)	AOAC, 2012. AOAC Official methods of analysis, 19th ed. In: George Latimer, Jr. (Ed.), Association of Official Analytical Chemists, USA	não especificado	1
6	APHA; AWWA; WEF (2005)	APHA-AWWA-WEF, Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 21st ed. American Public Health Association, Washington, DC. (2005)	água água residuária	1
7	European Commission Regulation (2009)	European Commission, 2009. European Commission Regulation 2009/152/EC of 27 January 2009 laying down the methods of sampling and analysis for the official control of feed. Off. J. Eur. Union, 1–54.	alimento para animal	1
8	Faithfull (2002)	Faithfull, N.T., 2002. Methods in Agricultural Chemical Analysis: A Practical Handbook. CABI Publishing, Wallingford.	solo composto alimento para animal plantas fertilizantes	1

9	Luo et al. (2011)	Luo, G.E., Shi, W.Y., Chen, X.P., Ni, W.Z., Strong, J., Jia, Y.F., Wang, H.L., 2011. Hydrothermal conversion of water lettuce biomass at 473 or 523 K. Biomass Bioenergy 35 (12), 4855–4861	biomassa – cita Van soest PJ. Use of detergents in analysis of fibrous feeds.II. A rapid method for determination of fiber and lignin. J Ass Offic Agr Chem 1963;46:829e35. Van Soest PJ. Collaborative study of acid-detergent fiber and lignin. J Ass Offic Analyt Chem 1973;56:781e4. Van Soest PJ, Robertson JB, Lewis BA. Methods for dietary fiber, neutral detergent fiber, and nonstarch polysaccharides in relation to animal nutrition. J Dairy Sci 1991;74(10): 3583e97.	1
10	Rowland; Roberts (1994)	Rowland, A. P. and J. D. Robert. 1994. Lignin and cellulose fraction in decomposition studies using acid-detergent fibre methods. Communication of Soil Science and Plant Analysis 25 (3 & 4): 269-277.	plantas	1
11	TAPPI T 222 OM-88 Standard	Referência completa não apresentada	madeira	1
12	Tremier et al. (2014)	Tremier, A., Denes, J., Gratteau, L., Menasseri, S., 2014. Characterization of the biochemical composition of solid organic resources to predict their aerobi biodegradation kinetics. In: 5th International Conference on Engineering for Waste and Biomass Valorisation, Rio de Janeiro, Brazil.	resíduo sólido orgânico	1
13	U.S. Environmental Protection Agency - SW-846	Test Methods for Evaluating Solid Waste, Physical/ Chemical Methods; U.S. Environmental Protection Agency, Office of Solid Wastes, SW-846 Online. www.epa.gov/epaoswer/hazwaste/test/main.htm	resíduo sólido orgânico	1
14	Undersander; Mertens; Thiex (1993)	Undersander, D., Mertens, D.R., and Thiex, N. 1993. Neutral Detergent Fiber- Amylase Procedure Method 5.1. Forage Analysis Procedures, National Forage Testing Association, pp. 95–99.	alimento para animal	1
15	Updegraff (1969)	Updegraff DM. Semi micro determination of cellulose in biological materials. Anal Biochem 1969 Dec;32(3):420e4.	Updegraff (1969) – material biológico	1

16	Van Soest (1963) Van Soest & Wine (1967)	Van Soest, P. J. 1963 Use of detergent in the analysis of fibrous feeds. A rapid method for the determination of fibre and lignin. J. Assoc. Anal. Chem. 46(5), 829–835. Van Soest, P. J. & Wine, R. H. 1967 Use of detergent in the analysis of fibrous feeds IV. Determination of plant cell wall constituents. J. Assoc. Anal. Chem. 50(1), 50–55.	Van Soest (1963) - alimento para animal Van Soest; Wine (1967) - alimento para animal	1
17	Van Soest; Wine (1967) Mertens (2002)	Van Soest PJ, Wine RH (1967) Use of detergents in the analysis of fibrous feeds IV determination of plant cell wall constituents. J Assoc OffAnal Chem 50:50–55 Mertens DR (2002) Gravimetric determination of amylase-treated neutral detergent fiber in feeds with refluxing beakers or crucibles: collaborative study. J Assoc OffAssoc Chem Int 85:1217–1240	Van Soest; Wine (1967) - alimento para animal Mertens (2002) - alimento para animal	1
18	Van Soest; Robertson; Lewis (1991)	P.J. Van Soest, J.B. Robertson, B.A. Lewis, Methods for dietary fiber, neutral detergent fiber, and nonstarch polysaccharides in relation to animal nutrition, J. Dairy Sci. 74 (1991) 3583e3597.	alimento para animal	1
19	Van Soest; Wine (1968)	Van Soest, P.J., & Wine, R.H. (1968). Determination of lignin and cellulose in acid-detergent fiber with permanga- nate, Journal of AOAC International, 51, 780–785.	alimento para animal	1
		Total de documentos que analisaram Carboidratos estruturais e/ou lignina:		**23**

GRUPO 2.1: DEMANDA BIOQUÍMICA DE OXIGÊNIO				
	Referência (citada e completa) do método utilizado para a determinação de Demanda Bioquímica de Oxigênio		**Destinado originalmente à análise de:**	**Número de documentos que utilizaram a referência**
1	APHA; AWWA; WEF (sem data, 1985, 1989, 1995, 1998, 2005)	APHA, AWWA, WEF (ano) Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, xth edn. American Public Health Association, American Water Works Association, Water Environment Federation, Washington, DC	água água residuária	18
2	Referência não citada	Referência completa não apresentada	-	4
3	ISO 10707 (1994)	ISO 10707 (1994) Water quality - Evaluation in an aqueous medium of the Bultimate aerobic biodegradability of organic compounds - Method by analysis of biochemical oxygen demand (closed bottle test). International Organization for Standardization, Geneva	água	1
4	Owamah et al. (2013) APHA (2012)	Owamah, H.I, Asiagwu, A.K., Egboh, S.H.O, Phil-Usiayo, S., 2013. Drinking water quality at Isoko North communities of the Niger Delta Region, Nigeria. Toxicol. Environ. Chem. 95 (7), 1116–1128. APHA, 2012. Standard methods for examination of water and waste-water, 22nd ed. American Public Health Association, Washington DC.	Owamah et al. (2013) - água APHA (2012) – água e água residuária	1
5	SS EN 1899-1 (1998)	SS EN 1899-1. (1998) Water quality. Determination ofbiochemical oxygen demand after n days (BODn). Dilution and seeding method with allylthiourea addition, COD Chemical oxygen demand by oxidation with dichromate (ISO 5815:1989, modified). Swedish Standards Institute, Stockholm.	água	1
		Total de documentos que analisaram Demanda Bioquímica de Oxigênio:		**25**

GRUPO 2.2: POTENCIAL BIOQUÍMICO DE METANO				
	Referência (citada e completa) do método utilizado para a determinação de Potencial Bioquímico de Metano		**Destinado originalmente à análise de:**	**Número de documentos que utilizaram a referência**
1	Referência não citada	Referência completa não apresentada	-	20
2	Owen et al. (1979)	Owen, W., Stuckey, D., Healy Jr., J., Young, L., McCarty, P., 1979. Bioassay for monitoring biochemical methane potential and anaerobic toxicity. Water Res. 13 (6), 485–492.	amostras orgânicas biodegradáveis	3
3	VDI 4360 (2006)	VDI 4630, 2006. Fermentation of organic materials. In: The Association of German Engineers (Ed.), Characterisation of the Substrates, Sampling, Collection of Material Data, Fermentation Tests. VDI-Handbuch Energietechnik, Germany.	amostras orgânicas biodegradáveis	2
4	Angelidaki; Sanders (2004)	Angelidaki, I. & Sanders, W. 2004 Assessment of the anaerobic biodegradability of macropollutants. Rev. Environ. Sci. Biotechnol. 3, 117–129	amostras orgânicas biodegradáveis	1
5	Angelidaki et al. (2009)	Angelidaki I, Alves M, Bolzonella D, Borzacconi L, Campos J, Guwy A et al (2009) Defining the biomethane potential (BMP) of solid organic wastes and energy crops: a proposed protocol for batch assays. Water Sci Technol 59:927–34	resíduo sólido orgânico	1
6	Angelidaki et al. (2009) ISO 11734 (1995)	Angelidaki I, Alves M, Bolzonella D, Borzacconi L, Campos J, Guwy A et al (2009) Defining the biomethane potential (BMP) of solid organic wastes and energy crops: a proposed protocol for batch assays. Water Sci Technol 59:927–34 ISO 11734 (1995) Water quality - Evaluation of the ultimate anaerobic biodegradability of organic compounds in digested sludge - Method by measurement of the biogas production. International Organization for Standardization, Geneva	Angelidaki et al. (2009) - resíduo sólido orgânico ISO 11734 (1995) - amostras orgânicas biodegradáveis	1
7	Angelidaki et al. (2006) Ponsá et al. (2008) modificado	Angelidaki, I., Alves, M., Campos, L., Bolzonella, D., Borzacconi, L., Guwy, A.J., Kalyuzhnyi, S., Jenicek, P., Van Lier, J.B., 2006. Anaerobic biodegradation, Activity and Inhibition (ABAI) Task Group Meeting 9th to 10th October 2006, Prague. Ponsá, S., Gea, T., Alerm, L., Cerezo, J., Sanchez, A., 2008. Comparison of aerobic and anaerobic stability indices through a MSW biological treatment process. Waste Manage. 28, 2735–2742.	Angelidaki et al. (2006) - amostras orgânicas biodegradáveis Ponsá et al. (2008) - resíduo sólido orgânico	1
8	Chynoweth (1993) Amorim (2012) Mata- Alvarez (2003)	CHYNOWETH, D.P.; TURRCK, C.E.; OWENS, T.J.M.; JERGER, D.E.,; PECKY, M.W. Biochemical methane potential of biomass and waste feedstocks. Biomassa and Bioenergy. vol. 5, no. 1, pp. 95-111.1993. AMORIM, V.P.P. Comissionamento e produção de biogás a partir de vários resíduo. (Mestrado em Engenharia Química) Universidade Federal de Pernambuco. Recife -PB. 2012. MATA-ALVAREZ, J. Anaerobic digestion of the organic fraction of municipal solid waste: a prespective. In: Biomethanization of the organic fraction of municipal solidwastes. IWA Publishing, p. 91-105. 2003.	Chynoweth (1993) – biomassa; resíduo sólido orgânico Amorim (2012) - resíduo sólido orgânico Mata- Alvarez (2003) - resíduo sólido orgânico	1
9	Esposito et al. (2012)	Esposito, G., Frunzo, L., Panico, A., Pirozzi, F., 2012. Enhanced bio-methane production by co-digestion of different organic wastes. Environ. Technol. 33, 2733–2740.	resíduo sólido orgânico	1

10	Giordano et al. (2011)	Giordano, A., Cantù, C., Spagni, A., 2011. Monitorign the biochemical hydrogen and methane potential of the two-stage dark fermentative process. Bioresour. Technol. 102, 4474–4479	resíduo sólido orgânico - cita Owen, W.F., Stuckey, D.C., Healy Jr., J.B., Young, L.Y., McCarty, P.L., 1979. Bioassay formonitoring biochemical methane potential and anaerobic toxicity. Water Res.13, 485–492.	1
11	Gunaseelan (2004)	Gunaseelan V N, 2004. Biochemical methane potential of fruits and vegetable solid waste feedstocks. Biomass and Bioenergy, 26(4): 389–399.	resíduo sólido orgânico cita W.F. Owen, D.C. Stuckey, J.B. Healy, L.Y. Young, P.L. Mc Carty Bioassay for monitoring biochemical methane potential and anaerobic toxicity Water Research, 13 (1979), pp. 485-492	1
12	Møller; Sommer; Ahring (2004)	H.B. Møller, S.G. Sommer, B.K. Ahring, Methane productivity of manure, straw and solid fractions of manure, Biomass Bioenergy 26 (2004) 485–495.	resíduo sólido orgânico cita ISO. Water quality: evaluation of the 'ultimate' anaerobic biodegradability of organic compounds in digested sludge—method by measurements of the biogas production. International Standard, ISO/DIS 11734, 1995.	1
13	Owen et al. (1979) modificado por Moody et al. (2009)	Moody, L., R. Burns, W. Wu-Haan, R. Spajić. 2009. Use of biochemical methane potential (BMP) assays for predicting and enhancing anaerobic digester performance. In proceedings of The 4th International and 44th Croatian Symposium of Agriculture. Optija, Croatia. Owen, W., D. Stuckey, J. Healy Jr., Young, P. McCarty. 1979. Bioassay for monitoring biochemical methane potential and anaerobic toxicity. Water Research. 13:485-492.	Moody et al. (2009) – água residuária Owen et al. (1979) - amostras orgânicas biodegradáveis	1

14	Owen et al. (1979) modificado por Owen; Chynoweth (1993)	Owens, J.M.; Chynoweth, D.P. Biochemical Methane Potential of Municipal Solid Waste (MSW) Components. Water Sci. Technol. 1993, 27, 1-14 Owen, W.F.; Stuckey, D.C.; Healy, J.B.; Young, L.Y.; McCarty, P.L;. Bioassay for Monitoring Biochemical Methane Potential and Anaerobic Toxicity; Water Res. 1979, 13, 485-492.	Owen; Chynoweth (1993) – resíduo sólido orgânico Owen et al. (1979) - amostras orgânicas biodegradáveis	1
15	Owen et al. (1979); Owens and Chynoweth (1993) modificados por Kim et al. (2007)	Kim, H.W., Shin, H.S., Han, S.K., Oh, S.E., 2007. Response surface optimization of substrates for thermophilic anaerobic codigestion of sewage sludge and food waste. Journal of the Air and Waste Management Association 57 (3), 309– 318	resíduo sólido orgânico	1
16	Owen et. al. (1979) modificado	Owen, W.F.; Stuckey, D.C.; Healy, J.B.; Young, L.Y.; McCarty, P.L;. Bioassay for Monitoring Biochemical Methane Potential and Anaerobic Toxicity; Water Res. 1979, 13, 485-492.	Owen et al. (1979) - amostras orgânicas biodegradáveis	1
17	Owens; Chynoweth (1993) Hansen et al. (2004) Angelidaki; Alves; Bolzonella (2009)	J. M. Owens and D. P. Chynoweth, “Biochemical methane potential of municipal solid waste (MSW) components,” Water Science and Technology, vol.27, no.2,pp. 1–14,1993. T. L. Hansen, J. E. Schmidt, I. Angelidaki et al., “Method for determination of methane potentials of solid organic waste,” Waste Management,vol.24, no.4,pp. 393–400, 2004. I. Angelidaki, M. Alves, D. Bolzonella et al., “Defining the biomethane potential (BMP) of solid organic wastes and energy crops: a proposed protocol for batch assays,” Water Science and Technology,vol.59, no.5,pp. 927–934, 2009.	Owen; Chynoweth (1993) – resíduo sólido orgânico Hansen et al. (2004) - resíduo sólido orgânico Angelidaki; Alves; Bolzonella (2009) - resíduo sólido orgânico	1

18	Schievano et al. (2008)	Schievano, A., Pognani, M., D'Imporzano, G., Adani, F., 2008. Predicting anaerobic biogasification potential of ingestates and digestates of a full-scale biogas plant using chemical and biological parameters. Bioresour. Technol. 99, 8112–8117.	digestato – cita Adani, F., Calcaterra, E., Malagutti, L., 2001. Preparation of a test for estimating biogas production from pretreated urban waste. In: Christensen, T.H., Cossu, R., Stegman, R. (Eds.), The Sustainable Landfill, Eighth International Waste Management and Landfill Symposium, S. Margherita di Pula, Cagliari, Italy. CISA, Cagliari, Italy, pp. 571–577. E Hansen, T.L., Schmidt, J.E., Angelidaki, I., Marca, E., Jansen, J.I.C., Mosbk, H., Christensen, T.H., 2004. Method for determination of methane potentials of solid organic waste. Waste Manage. 24, 393–400.	1
19	VDI 4630 (2006) Angelidaki et al. (2009)	VDI 4630, 2006. Fermentation of organic materials. In: The Association of German Engineers (Ed.), Characterisation of the Substrates, Sampling, Collection of Material Data, Fermentation Tests. VDI-Handbuch Energietechnik, Germany. Angelidaki I, Alves M, Bolzonella D, Borzacconi L, Campos J, Guwy A et al (2009) Defining the biomethane potential (BMP) of solid organic wastes and energy crops: a proposed protocol for batch assays. Water Sci Technol 59:927–34	VDI 4630 (2006) - amostras orgânicas biodegradáveis Angelidaki et al. (2009) - resíduo sólido orgânico	1
20	Vedrenne et al. (2008)	Vedrenne, F., Beline, F., Dabert, P., Bernet, N., 2008. The effect of incubation conditions on the laboratory measurement of the methane producing capacity of livestock wastes. Bioresour. Technol. 99, 146e155.	esterco bovino	1
	Total de documentos que analisaram Potencial Bioquímico de Metano:			**42**

TÉCNICAS ANALÍTICAS COMPLEMENTARES: pH				
	Referência (citada e completa) do método utilizado para a determinação de pH		**Destinado originalmente à análise de:**	**Número de documentos que utilizaram a referência**
1	Referência não citada	Referência completa não apresentada	-	115
2	APHA; AWWA; WEF (sem data, 1913, 1989, 1990, 1992, 1995, 1997, 1998, 1999, 2005, 2006, 2012)	Association APH, Association AWW, Federation WPC, Federation WE. Standard methods for the examination of water and wastewater: American Public Health Association; 1913	água água residuária	78
3	Japan Sewage Association (1997)	Japan Sewage Association 1997. pH measurement, 110–111. Sewage Test Procedure, Japan Sewage Association, Tokyo (in Japanese).	lodo	6
4	Mclean (1982)	McLean, E.O., 1982. Soil pH and lime requirement. In: Page, A.L. et al. (Eds.), Methods of Soil Analysis, Part 2. Chemical and Microbiological Properties, second ed., Agronomy Monograph, vol. 9 siam, Madison, WI, pp. 199–224.	solo	3
5	USDA; USCC (2002)	US Department of Agriculture and the US Composting Council (2002). The US Department of Agriculture and The US Composting Council, Test methods for the examination of com- posting and compost (TMECC). Houston, TX: Edaphos International; 2002	resíduo sólido orgânico em compostagem composto	3
6	Tedesco et al. (1995)	TEDESCO, M. J.; GIANELLO, C.; BISSANI, C. A.; BOHNEN, H.; VOLKWEISS, S. J. Análise de solo, plantas e outros materiais. 2. ed. Porto Alegre: Departamento de Solos, UFRGS, 1995. 174 p. (Boletim técnico, n. 5).	solo plantas	2
7	Adhikari et al. (2009)	Adhikari, B.K., Barrington, S., Martinez, J. and King, S. (2009). Effectiveness of three bulking agents for food waste composting, Waste Management, Vol. 29, pp.197–203.	resíduo sólido orgânico	1
8	AOAC (2006)	AOAC (2006) Official Methods of Analysis. 18th Ed. Association of Official Analytical Chemists Gaithersburg, MD	não especificado	1
9	APHA; AWWA; WEF (1989) - fração líquida USDA; USCC (2001) - fração sólida	APHA, 1989. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. APHA, AWWA & WPCF US Composting Council, 2001. Test Methods for the Examination of Composting and Compost.	APHA; AWWA; WEF (1989) – água e água residuária USDA; USCC (2001) - resíduo sólido orgânico em compostagem e composto	1
10	APHA; AWWA; WEF (2005) Manual of soil and solid waste analysis published by Dominant Publishers (India)	APHA, AWWA, WEF (2005) Standard methods for the examination of water and wastewater. Washington, DC 21:2131 Referência completa não apresentada para Manual of soil and solid waste analysis published by Dominant Publishers (India)	APHA; AWWA; WEF (2005) - água e água residuária Manual of soil and solid waste analysis published by Dominant Publishers (India) – solo e resíduo sólido orgânico	1

11	APHA; AWWA; WEF (2005) Carneiro (2005)	APHA; AWWA; WPCF (2005) Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 21th Edition. Washington. American Public Health Association, American Water Woks Association, Water Environment Federation. Washington-DC, USA. CARNEIRO, P.H. Efeito da adição de lodo ao inóculo de reator anaeróbio híbrido sólido-líquido tratando fração orgânica de resíduos sólidos urbanos. Dissertação apresentada à Escola de Engenharia de São Carlos da Universidade de São Paulo como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Engenharia Civil, 2005.	APHA; AWWA; WEF (2005) - água e água residuária Carneiro (2005) - resíduo sólido orgânico, mas pH faz apenas para lixiviado por APHA; AWWA; WEF	1
12	APHA; AWWA; WEF (2012) Carneiro (2005)	APHA. AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION. Standard methods for the examination of water and wastewater. 22ª ed., Washington: American Public Health Association Pub., 2012. 1935 p. CARNEIRO, T.F. Digestión anaerobia termofílica seca de residuos sólidos urbanos: estudio de las variables del proceso en el arranque y estabilización del bioreactor. 2005. 400f. Tese (Doutorado em Engenharia Química). Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química e Sanitária. Universidade de Cádiz, UCA, Espanha, 2005.	APHA; AWWA; WEF (2012) - água e água residuária Carneiro (2005) – resíduo sólido orgânico	1
13	APHA; AWWA; WEF (2012) Gomes et al. (2002) Kiehl (2012)	AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION (APHA); AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION (AWWA); WATER ENVIRONMENTAL FEDERATION (WEF). Standard methods for the examination of water and wastewater. 22ª. ed., Washington, APHA/AWWA/WEF, 2012. GOMES, L. P.; ERBA, D. A.;Vazoller, R.F.; QUADROS, A. V.;CAETANO, M. O.; DUTRA, C. C.; COMASSERTTO, F.; STODUTOS, L.; OLIVEIRA, F.. Monitoramento da recirculação de líquidos lixiviados emsistemas de disposição final de resíduos sólidos urbanos. Alternativas de disposições de resíduos sólidos para pequenas comunidades – PROSAB, Florianópolis – SC, 2002. KIEHL, Edmar José, Manual de compostagem,: maturação e qualidade do composto/Edmar José Kiehl, Piracicaba, E.J.Kiehl, 6ª edição do autor, 2012 – 171p.	APHA; AWWA; WEF (2012) - água e água residuária Gomes et al. (2002) – amostra líquida – cita APHA/AWWA/WPCF (1996). Kiehl (2012) – composto	1
14	APHA; AWWA; WEF (2012) Owamah et al. (2013)	APHA, 2012. standard methods for examination of water and waste-water, 22nd ed. American Public Health Association, Washington DC. Owamah, H.I, Asiagwu, A.K., Egboh, S.H.O, Phil-Usiayo, S., 2013. Drinking water quality at Isoko North communities of the Niger Delta Region, Nigeria. Toxicol. Environ. Chem. 95 (7), 1116–1128.	APHA; AWWA; WEF (2012) - água e água residuária Owamah et al. (2013) - água	1
15	Cecchi et al. (1990)	Cecchi, F., Mata-Alvarez, J., Traverso, P. G., Medici, F. & Fazzini, G. (1990), A new approach to the kinetic study of anaerobic degradation of the organic fraction of municipal solid waste, Biomass, 23, 79-102.	resíduo sólido orgânico – cita APHA; AWWA; WEF	1

16	Embrapa (1999)	EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA - EMBRAPA. Manual de análises química de solos, plantas e fertilizantes. 2.ed. Brasília, Informação Tecnológica, 2009. 628p.	solos plantas fertilizantes	1
17	Embrapa (1999) Kiehl (1985) Ministério da Agricultura do Brasil (1997)	EMBRAPA - Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária. Manual de análises químicas de solos, plantas e fertilizantes. Embrapa solos, Brasília, 1999. 370 p. KIEHL, E.J. Fertilizantes orgânicos.Piracicaba: Agronômica Ceres, 1985. 492 p. MINISTÉRIO DA AGRICULTURA DO BRASIL. Análise de corretivos, fertilizantes e inoculantes: métodos oficiais. Brasília: Laboratório Nacional de Referência Vegetal, 1997.104 p.	Embrapa (1999) - solos, plantas e fertilizantes Kiehl (1985) - fertilizantes Ministério da Agricultura do Brasil (1997) - corretivos, fertilizantes e inoculantes	1
18	Ganesh et al. (2013)	Ganesh, R., Torrijos, M., Sousbie, P., Steyer, J.P., Lugardon, A., Delgenes, J.P., 2013. Anaerobic co-digestion of solid waste: effect of increasing organic loading rates and characterization of the solubilised organic matter. Bioresour. Technol. 130, 559–569	resíduo sólido orgânico – cita APHA; AWWA; WEF	1
19	Gao et al. (2010)	Gao M, Li B, Yu A, Liang F, Yang L, Sun Y. The effect of aeration rate on forced-aeration composting of chicken manure and sawdust. Bioresource Technol. 2010;101:1899– 1903.	resíduo sólido orgânico – cita Lu, Y.K., 2000. Analytical Methods on Soil Agrochemistry (in Chinese). China Agriculture Technology Press.	1
20	ISO (sem data, nem método)	Referência completa não apresentada	ausência de ref. completa não permite verificação	1
21	Jackson (1973)	Jackson, M. L. 1973. Soil Chemical Analysis, Prentice Hall of India Private Limited, New Delhi.	solo	1
22	Li et al. (2014) Shen et al. (2014)	Li, J. B., Rui, J. P., Pei, Z. J., Sun, X. R., Zhang, S. H., Yan, Z. Y., et al. (2014). Straw- and slurry associated prokaryotic communities differ during co-fermentation of straw and swine manure. Appl. Microbiol. Biotechnol. 98, 4771–4780. Shen, L., Hu, H. Y., Ji, H. F., Cai, J. Y., He, N., Li, Q. B., et al. (2014). Production of poly(hydroxybutyrate–hydroxyvalerate) from waste organics by the two-stage process: focus on the intermediate volatile fatty acids. Bioresour. Technol. 166, 194–200.	Li et al. (2014) – resíduo sólido orgânico Shen et al. (2014) - resíduo sólido orgânico – não menciona como pH foi medido	1
23	Lopes (1998)	LOPES, A. S. Manual internacional de Fertilidade do Solo. 2ª ed. Piracicaba: ANDA/POTAFOTOS, 1998.	solo	1
24	Matos (2006)	MATOS, A. T. Prática de tratamento e aproveitamento agrícola de resíduos sólidos. Associação de Engenheiros Agrícolas de Minas Gerais. Departamento de Engenharia Agrícola da UFV, (Série Caderno Didático nº 45). Viçosa, 2006b. 43p.	resíduo sólido orgânico	1
25	Papel indicador de pH Yogesh et al. (2013)	Yogesh. B. J. Michael. A, Bharathi. S and K.V. Sekar. Study on the influential interplay of diverse factors in the course of sustainable biomethanation of urban waste. International Journal of Current Microbiology and Applied Sciences, 2(5): 357-365, (2013)	resíduo sólido orgânico	1
26	Pilarska et al. (2014) PN-90/A-75101.06	Pilarska A, Pilarski K, Krysztofiak A, Dach J, Witaszek K. Agric Eng. 2014;3:139-148. DOI: http://dx.medra.org/10.14654/ir.2014.151.066.	resíduo sólido orgânico	1

27	Poggi-Varaldo; Oleszkiewicz (1992)	Poggi-Varaldo HM, Oleszkiewicz JA. Anaerobic co- composting of municipal solid waste and waste sludge at high total solids levels. Environ Technol 1992;13:409–21.	resíduo sólido orgânico	1
28	Sierra et al. (2001)	Sierra, J., Marti, E., Montserrat, G., Cruanas, R., Garau, M.A., 2001. Characterization and evolution of a soil affected by olive oil mill wastewater disposal. Sci. Total Environ. 279, 207–214.	solo água residuária	1
29	Silva (1999) modificado	SILVA, F. C. Manual de análises químicas de solos, plantas e fertilizantes. Brasília: Embrapa, 1999.	solo plantas fertilizantes	1
30	Suwannarat (2014)	Suwannarat, J., 2014. Anaerobic Fermentation of Food Waste in Phuket Province using Yeast. Master of Science Thesis in Technology and Environmental Management Prince of Songkla University, Phuket campus, Phuket, Thailand.	resíduo sólido orgânico	1
31	Swedish Standards Institute (1979) SS 028122	Swedish Standards Institute. Vattenundersökningar-Bestämning av pH-värde hos vatten; Swedish Standards Institute: Stockholm, Sweden, 1979	água	1
32	Venkata Mohan; Lalit Babu; Sarma (2008)	Venkata Mohan S, Lalit Babu V, Sarma PN. Effect of various pretreatment methods on anaerobic mixed microflora to enhance biohydrogen production utilizing dairy wastewater as substrate. Bioresour Technol 2008;99:59e67.	água residuária	1
33	Yadav; Garg (2009)	Yadav, A., Garg, V.K., 2009. Feasibility of nutrient recovery from industrial sludge by vermicomposting technology. J. Hazard. Mater. 168, 262–268	resíduo sólido orgânico vermicomposto	1
34	Yang et al. (2016)	Yang, S., McDonald, J., Hai, F.I., Price, W.E., Khan, S.J., Nghiem, L.D., 2016. Occurrence of trace organics contaminants in wastewater sludge and their removals by anaerobic digestion. Bioresour. Technol. http://dx.doi.org/10.1016/j.bio-rtech.2015.12.080 (Accepted 28 Dec 2015).	água resíduária lodo	1
35	Zhang; Lee; Jahng (2011)	Zhang, L., Lee, Y.-W., Jahng, D., 2011. Anaerobic co-digestion of food waste and piggery wastewater: focusing on the role of trace elements. Bioresour. Technol. 102, 5048–5059	resíduo sólido orgânico água resíduária	1
			Total de documentos que analisaram pH:	**236**

TÉCNICAS ANALÍTICAS COMPLEMENTARES: ALCALINIDADE				
	Referência (citada e completa) do método utilizado para a determinação de Alcalinidade		**Destinado originalmente à análise de:**	**Número de documentos que utilizaram a referência**
1	APHA; AWWA; WEF (sem data, 1985, 1989, 1995, 1998, 1999, 2005, 2012)	APHA -AWWA-WEF (ano). Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater ano. xth ed. American Public Health Association/American Water Works Association/Water Environment Federation, Washington, DC, USA	água água residuária	53
2	Dilallo; Alberton (1961)	DILALLO,R.; ALBERSTON O.E. Volatile acids by direct titration. Journal of water pollution control federation, v. 33, n.4, p. 356-356, 1961	lodo	6
3	Referência não citada	Referência completa não apresentada	-	3
4	APHA; AWWA; WEF (2000, 2005) Jenkins et al. (1983, 1991)	APHA. AWWA. WEF. American Public Health Association. American Water Works Association. Water Environment Federation. Standard methods for the examination of water and wastewater. xth. ed. Washington, ano. JENKINS, S. R.; MORGAN, J. M.; ZHANG, X. Measuring the usable carbonate alkalinity of operating anaerobic digesters. Journal WPCF, Alexandria, v. 63, n.1, p. 28-34, 1991. Referência completa não apresentada para Jenkins et al. (1983)	APHA; AWWA; WEF (2000, 2005) – água e água residuária Jenkins et al. (1983, 1991) - lodo	2
5	Japanese standard testing method for wastewater (JSWA) (sem data, 1997)	Referência completa não apresentada	água residuária	2
6	Kafle; Kim (2011)	Kafle GK, Kim SH. Sludge exchange process on two serial CSTRs anaerobic digestions: process failure and recovery. Bioresour Technol 2011; 102: 6815e22.	lodo meio anaeróbio	2
7	APHA; AWWA; WEF (1989) - fração líquida USDA; USCC (2001) – fração sólida	APHA (1989) “Standard methods for the examination ofwater and wastewater”, APHA, AWWA &WPCF. US Composting Council (2001) Test methods for the examination of composting and compost.	APHA; AWWA; WEF (1989) – água e água residuária USDA; USCC (2001) - resíduo sólido orgânico em compostagem e composto	2
8	WRC (1992)	Referência completa não apresentada	ausência de ref. completa não permite verificação	2
9	Cecchi et al. (1990)	Cecchi, F., Mata-Alvarez, J., Traverso, P. G., Medici, F. & Fazzini, G. (1990), A new approach to the kinetic study of anaerobic degradation of the organic fraction of municipal solid waste, Biomass, 23, 79-102.	Cecchi et al. (1990) – lodo; meio anaeróbio – cita APHA; AWWA; WEF	1
10	Degremont (1979)	Degremont, 1979. Manual Técnico del Agua, fourth ed. Ed. Urmo, Madrid	água	1
11	Gunnar; Mattiasson (2004)	Gunnar Jantsch, T., & Mattiasson, B. (2004). An automated spectrophotometric system for monitoring buffer capacity in anaerobic digestion processes. Water Research, 38, 3645–3650.	meio anaeróbio	1

12	Hach Method 8203	Referência completa não apresentada	água água residuária água do mar	1
13	Jenkins; Morgan; Sawyer (1983) Jardie (2002)	S.Jenkins, J.Morgan, C.Sawyer, Measuring anaerobic sludge digestion and growth by a simple alkalimetric titration. Water Pollut. Control Fed , (1983): 448–453. Jardie, E. Composition organique de boues résiduaires de stations d'épuration lorraines: caractérisation moléculaire et effets de la biodégradation. thèse de doctorat. Nancy: Université Henri Poincaré, Nancy I. Nancy, 2002.	Jenkins; Morgan; Sawyer (1983) – lodo Jardie (2002) - lodo	1
14	Manual of soil and solid waste analysis published by Dominant Publishers (India)	Referência completa não apresentada	solo resíduo sólido orgânico	1
15	McGhee (1968)	McGhee, T.J., 1968. A method for approximation of the volatile acid concentrations in anaerobic digesters. Water Sewage Works. 115, 162–166.	meio anaeróbio	1
16	Norm PN-EN ISO 9963-1:2001	Norm PN-EN ISO 9963-1:2001. Jakość wody - Oznaczanie zasadowości - Część 1: Oznaczanie zasadowości ogólnej i zasadowości wobec fenoloftaleiny (Water quality - Determination of alkalinity - Part 1: Determination of total alkalinity and alkalinity in the presence of phenolphthalein). Warszawa: Polish Comittee for Standarization; 2001. http://sklep.pkn.pl/pn-en-iso-9963-1-2001p.html	água	1
17	Ripley et al. (1986)	Ripley, L.E., Boyle, W.C., Converse, J.C., 1986. Improved alkalimetric monitoring for anaerobic digestion of high-strength wastes. J. Water Pollut. Control Fed. 58, 406–411	meio anaeróbio	1
18	Silva (1977)	Silva, M. Análises Físico-químicas para Controle das Estações de Tratamento de Esgotos, CETESB, São Paulo, Brazil, (1977)	água residuária lodo	1
19	Standard methods CJ/ T221-2005	Referência completa não apresentada	lodo	1
20	U.S. Environmental Protection Agency - SW-846	Test Methods for Evaluating Solid Waste, Physical/ Chemical Methods; U.S. Environmental Protection Agency, Office of Solid Wastes, SW-846 Online. www.epa.gov/epaoswer/hazwaste/test/main.htm	resíduo sólido orgânico	1
21	Yang et al. (2016)	Yang, S., McDonald, J., Hai, F.I., Price, W.E., Khan, S.J., Nghiem, L.D., 2016. Occurrence of trace organics contaminants in wastewater sludge and their removals by anaerobic digestion. Bioresour. Technol.	lodo – cita APHA; AWWA; WEF	1
			Total de documentos que analisaram Alcalinidade:	**85**

TÉCNICAS ANALÍTICAS COMPLEMENTARES: CONDUTIVIDADE ELÉTRICA				
	Referência (citada e completa) do método utilizado para a determinação da Condutividade elétrica		**Destinado originalmente à análise de:**	**Número de documentos que utilizaram a referência**
1	Referência não citada	Referência completa não apresentada	-	20
2	APHA; AWWA; WEF (1995, 1997, 1998, 2005)	APHA; AWWA; WEF, ano. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. xst ed. American Public Health Association/American Water Works Association/Water Environment Federation, Washington.	água água residuária	5
3	USDA; USCC (2002)	Test Methods for the Examination of Composting and Compost. US Composting Council, Bethesda, MA,USA Bethesda, MA, USA (2002). Thompson W, Leege P, Millner P, Watson M. TMECC: test methods for the examination of composting and compost. Washington, DC: US Composting Council Research and Education Foundation and the United States Department of Agriculture; 2002	resíduos sólidos orgânicos em compostagem composto	2
4	Gao et al. (2010)	Gao M, Li B, Yu A, Liang F, Yang L, Sun Y. The effect of aeration rate on forced-aeration composting of chicken manure and sawdust. Bioresource Technol. 2010;101:1899– 1903.	resíduos sólidos orgânicos em compostagem – cita Harada, Y., Inoko, A., 1980. The measurement of the cation-exchange capacity of composts for the estimation of the degree of maturity. Soil Sci. Plant Nutr. 26 (1), 127–134.	1
5	McLean (1982)	McLean, E.O., 1982. Soil pH and lime requirement. In: Page, A.L. et al. (Eds.), Methods of Soil Analysis, Part 2. Chemical and Microbiological Properties, second ed., Agronomy Monograph, vol. 9 siam, Madison, WI, pp. 199–224.	solo	1
6	Pilarska et al. (2014) PN-EN 27888:1999	Pilarska A, Pilarski K, Krysztofiak A, Dach J, Witaszek K. Agric Eng 2014;3:139-148. DOI: http://dx.medra.org/10.14654/ir.2014.151.066. PN-EN 27888:1999 – referência completa não apresentada	Pilarska et al. (2014) – lodo - não analisa condutividade elétrica, mas apresenta preparo do lodo para análise de pH PN-EN 27888:1999 - água	1
7	Sierra et al. (2001)	Sierra, J., Marti, E., Montserrat, G., Cruanas, R., Garau, M.A., 2001. Characterization and evolution of a soil affected by olive oil mill wastewater disposal. Sci. Total Environ. 279, 207–214.	solo	1

8	Standard Methods (1995) - não diz qual	Referência completa não apresentada	ausência de ref. completa não permite verificação	1
9	TEDESCO et al. (1995)	TEDESCO, J.M.; GIANELLO, C.; BISSANI, C.A.; BOHNEN, H.; VOLKWEISS, S.J. (1995) Análise de solo, planta e outros materiais. 2ª ed. Porto Alegre: UFRGS.	solo planta	1
10	Yadav; Garg (2009)	Yadav, A., Garg, V.K., 2009. Feasibility of nutrient recovery from industrial sludge by vermicomposting technology. J. Hazard. Mater. 168, 262–268	vermicomposto	1
11	Yang et al. (2016)	Yang, S., McDonald, J., Hai, F.I., Price, W.E., Khan, S.J., Nghiem, L.D., 2016. Occurrence of trace organics contaminants in wastewater sludge and their removals by anaerobic digestion. Bioresour. Technol.http://dx.doi.org/10.1016/j.bio-rtech.2015.12.080 (Accepted 28 Dec 2015).	não analisa condutividade elétrica	1
		Total de documentos que analisaram Condutividade elétrica:		**35**

APÊNDICE 1E – Informações mínimas consideradas na análise dos documentos quanto à reprodutibilidade dos métodos relatados para cada técnica analítica e porcentagem de documentos considerados reprodutíveis

SÓLIDOS TOTAIS E/OU VOLÁTEIS	
Quantidade de documentos que forneceram informações mínimas para a reprodução do método/referência empregado	19% (n=280)
Informações mínimas consideradas	Caso 1) Se foi utilizado método/referência destinado à análise de amostra líquida: - o método foi citado/referenciado; - se foi analisada a fração líquida: descreveu-se como foi obtida; - se foi analisada a fração sólida: forneceu-se a quantidade de amostra e o tempo de estufa/mufla. Caso 2) Se foi utilizado método/referência destinado à análise de amostra sólida: - o método foi citado/referenciado; - supõe-se que as demais informações requeridas no Caso 1 estejam contidas no método citado, já que este é destinado à amostra sólida. Para os Casos 1 e 2: se houveram modificações nos métodos/referências utilizados, supõe-se que os autores as relataram. Caso 3) Se não foi referenciado nenhum método: - forneceu-se a quantidade de amostra; - forneceu-se a temperatura e o tempo de estufa/mufla.

DEMANDA QUÍMICA DE OXIGÊNIO TOTAL	
Quantidade de documentos que forneceram informações mínimas para a reprodução do método/referência empregado	15% (n=233)
Informações mínimas consideradas	Caso 1) Se foi utilizado método/referência destinado à análise de amostra líquida: - o método foi citado/referenciado; - se foi analisada a fração líquida: descreveu-se como foi obtida; - se foi analisada a fração sólida: forneceu-se informações sobre o pré-tratamento da amostra (relacionadas à homogeneização e diluição) e quantidade de amostra pré-tratada utilizada na determinação. Caso 2) Se foi utilizado método/referência destinado à análise de amostra sólida: - o método foi citado/referenciado; - supõe-se que informações sobre o preparo e quantidade de amostra estejam contidas no método citado, já que este é destinado à amostra sólida. Para os Casos 1 e 2: se houveram modificações nos métodos/referências utilizados, supõe-se que os autores as relataram. Caso 3) Se não foi referenciado nenhum método: - forneceu-se informações sobre o pré-preparo da amostra, se necessário; - forneceu-se a quantidade de amostra; - forneceu-se as quantidades e concentrações dos reagentes utilizados; - forneceu-se as condições experimentais (temperatura e tempo de digestão; tipo de método – titulométrico ou colorimético - utilizado na determinação).

DEMANDA QUÍMICA DE OXIGÊNIO SOLÚVEL	
Quantidade de documentos que forneceram informações mínimas para a reprodução do método/referência empregado	22% (n=102)
Informações mínimas consideradas	Caso 1) Se foi utilizado método/referência destinado à análise de amostra líquida: - o método foi citado/referenciado; - se foi analisada a fração líquida: descreveu-se como foi obtida; - se foi analisada a fração sólida: forneceu-se informações sobre o pré-tratamento da amostra (relacionadas à homogeneização e diluição) e quantidade de amostra pré-tratada utilizada na determinação. Caso 2) Se foi utilizado método/referência destinado à análise de amostra sólida: - o método foi citado/referenciado; - supõe-se que informações sobre o preparo e quantidade de amostra estejam contidas no método citado, já que este é destinado à amostra sólida. Para os Casos 1 e 2: se houveram modificações nos métodos/referências utilizados, supõe-se que os autores as relataram. Caso 3) Se não foi referenciado nenhum método: - forneceu-se informações sobre o pré-preparo da amostra, se necessário; - forneceu-se a quantidade de amostra; - forneceu-se as quantidades e concentrações dos reagentes utilizados; - forneceu-se as condições experimentais (temperatura e tempo de digestão; tipo de método – titulométrico ou colorimético - utilizado na determinação).

NITROGÊNIO TOTAL	
Quantidade de documentos que forneceram informações mínimas para a reprodução do método/referência empregado	43% (n=217)
Informações mínimas consideradas	Caso 1) Se foi utilizado método/referência destinado à análise de amostra líquida: - o método foi citado/referenciado; - forneceu-se a quantidade de amostra. Caso 2) Se foi utilizado método/referência destinado à análise de amostra sólida: - o método foi citado/referenciado; - supõe-se que as demais informações requeridas no Caso 1 estejam contidas no método citado, já que este é destinado à amostra sólida. Para os Casos 1 e 2: se houveram modificações nos métodos/referências utilizados, supõe-se que os autores as relataram. Caso 3) Se não foi referenciado nenhum método: - quando realizado pelo método Dumas, forneceu-se o nome do equipamento; - quando realizado pelo método Kjeldahl, forneceu-se informações sobre o preparo da amostra, quantidade de amostra, quantidade e concentração dos reagentes e equipamento utilizado.

CARBONO TOTAL	
Quantidade de documentos que forneceram informações mínimas para a reprodução do método/referência empregado	86% (n=64)
Informações mínimas consideradas	Caso 1) Se foi utilizado método/referência destinado à análise de amostra líquida: - o método foi citado/referenciado; - forneceu-se informações sobre o pré-preparo da amostra (relacionada à homogeneização); - forneceu-se a quantidade de amostra. Caso 2) Se foi utilizado método/referência destinado à análise de amostra sólida: - o método foi citado/referenciado; - supõe-se que as demais informações requeridas no Caso 1 estejam contidas no método citado, já que este é destinado à amostra sólida. Para os Casos 1 e 2: se houveram modificações nos métodos/referências utilizados, supõe-se que os autores as relataram. Caso 3) Se o carbono total foi calculado a partir de um fator de conversão: - forneceu-se a equação utilizada e/ou a referência do fator de conversão. Caso 4) Se não foi referenciado nenhum método: - quando determinado por analisador elementar, forneceu-se o nome do equipamento; - quando determinado por método analítico, forneceu-se informações sobre o preparo da amostra, quantidade de amostra, quantidade e concentração dos reagentes e equipamento utilizado.

CARBONO ORGÂNICO TOTAL	
Quantidade de documentos que forneceram informações mínimas para a reprodução do método/referência empregado	80% (n=82)
Informações mínimas consideradas	Caso 1) Se foi utilizado método/referência destinado à análise de amostra líquida: - o método foi citado/referenciado; - forneceu-se informações sobre o pré-preparo da amostra (relacionada à homogeneização); - forneceu-se a quantidade de amostra. Caso 2) Se foi utilizado método/referência destinado à análise de amostra sólida: - o método foi citado/referenciado; - supõe-se que as demais informações requeridas no Caso 1 estejam contidas no método citado, já que este é destinado à amostra sólida. Para os Casos 1 e 2: se houveram modificações nos métodos/referências utilizados, supõe-se que os autores as relataram. Caso 3) Se o carbono total foi calculado a partir de um fator de conversão: - forneceu-se a equação utilizada e/ou a referência do fator de conversão. Caso 4) Se não foi referenciado nenhum método: - quando determinado por analisador elementar, forneceu-se o nome do equipamento; - quando determinado por método analítico, forneceu-se informações sobre o preparo da amostra, quantidade de amostra, quantidade e concentração dos reagentes e equipamento utilizado.

FÓSFORO E/OU FOSFATO	
Quantidade de documentos que forneceram informações mínimas para a reprodução do método/referência empregado	40% (n=101)
Informações mínimas consideradas	Caso 1) Se foi utilizado método/referência destinado à análise de amostra líquida: - o método foi citado/referenciado; - forneceu-se informações sobre o pré-preparo da amostra. Caso 2) Se foi utilizado método/referência destinado à análise de amostra sólida: - o método foi citado/referenciado; - supõe-se que as demais informações requeridas no Caso 1 estejam contidas no método citado, já que este é destinado à amostra sólida. Para os Casos 1 e 2: se houveram modificações nos métodos/referências utilizados, supõe-se que os autores as relataram. Caso 3) Se não foi referenciado nenhum método: - quando determinado por tipo específico de equipamento (por exemplo, analisador equipado com colorímetro, cromatógrafo iônico, espectrômetro de emissão atômica com plasma indutivamente acoplado (ICP), espectrômetro de massa ICP, etc.) forneceu-se o nome do equipamento e informações sobre o pré-preparo da amostra.

CARBOIDRATOS TOTAIS E/OU NÃO ESTRUTURAIS	
Quantidade de documentos que forneceram informações mínimas para a reprodução do método/referência empregado	19% (n=74)
Informações mínimas consideradas	Caso 1) Se foi utilizado método/referência destinado à análise de amostra líquida: - o método foi citado/referenciado; - forneceu-se informações sobre o pré-preparo da amostra. Caso 2) Se foi utilizado método/referência destinado à análise de amostra sólida: - o método foi citado/referenciado; - supõe-se que as demais informações requeridas no Caso 1 estejam contidas no método citado, já que este é destinado à amostra sólida. Para os Casos 1 e 2: se houveram modificações nos métodos/referências utilizados, supõe-se que os autores as relataram. Caso 3) Se os carboidratos totais e/ou não estruturais foram calculados a partir de uma equação: - forneceu-se a equação utilizada e/ou a referência da mesma. Caso 4) Se não foi referenciado nenhum método: - quando determinado por tipo específico de equipamento, forneceu-se o nome do equipamento e informações sobre o pré-preparo da amostra. - quando determinado por método analítico, forneceu-se informações sobre o preparo da amostra, quantidade de amostra, quantidade e concentração dos reagentes e equipamento utilizado.

PROTEÍNAS	
Quantidade de documentos que forneceram informações mínimas para a reprodução do método/referência empregado	25% (n=56)
Informações mínimas consideradas	Caso 1) Se as proteínas foram determinadas pela multiplicação do conteúdo de nitrogênio por um fator de conversão: - forneceu-se informações sobre a determinação do nitrogênio: *Se foi utilizado método/referência destinado à análise de amostra líquida: - o método foi citado/referenciado; - forneceu-se a quantidade de amostra. *Se foi utilizado método/referência destinado à análise de amostra sólida: - o método foi citado/referenciado. *Se nenhuma referência é citada: - quando realizado pelo método Dumas, forneceu-se o nome do equipamento; - quando realizado pelo método Kjeldahl, forneceu-se informações sobre o preparo da amostra, quantidade de amostra, quantidade e concentração dos reagentes e equipamento utilizado. - forneceu-se o fator de conversão utilizado. Caso 2) Se as proteínas foram determinadas a partir da análise dos resíduos dos aminoácidos: - forneceu-se informações sobre o preparo da amostra, quantidade de amostra, quantidade e concentração dos reagentes e equipamento utilizado. Caso 3) Outras formas de determinação: *Se foi utilizado método/referência destinado à análise de amostra líquida: - o método foi citado/referenciado; - forneceu-se a quantidade de amostra. *Se foi utilizado método/referência destinado à análise de amostra sólida: - o método foi citado/referenciado.

LIPÍDEOS	
Quantidade de documentos que forneceram informações mínimas para a reprodução do método/referência empregado	33% (n=52)
Informações mínimas consideradas	Caso 1) Se foi utilizado método/referência destinado à análise de amostra líquida: - o método foi citado/referenciado; - forneceu-se informações sobre o pré-preparo da amostra. Caso 2) Se foi utilizado método/referência destinado à análise de amostra sólida: - o método foi citado/referenciado; - supõe-se que as demais informações requeridas no Caso 1 estejam contidas no método citado, já que este é destinado à amostra sólida. Para os Casos 1 e 2: se houveram modificações nos métodos/referências utilizados, supõe-se que os autores as relataram. Caso 3) Se não foi referenciado nenhum método: - quando determinado por tipo específico de equipamento forneceu-se o nome do equipamento e informações sobre o pré-preparo da amostra. - quando determinado por método analítico, forneceu-se informações sobre o preparo da amostra, quantidade de amostra, quantidade e concentração dos reagentes e equipamento utilizado.

CARBOIDRATOS ESTRUTURAIS E/OU LIGNINA	
Quantidade de documentos que forneceram informações mínimas para a reprodução do método/referência empregado	91% (n=23)
Informações mínimas consideradas	Caso 1) Se foi utilizado método/referência destinado à análise de amostra líquida: - o método foi citado/referenciado; - forneceu-se informações sobre o pré-preparo da amostra. Caso 2) Se foi utilizado método/referência destinado à análise de amostra sólida: - o método foi citado/referenciado; - supõe-se que as demais informações requeridas no Caso 1 estejam contidas no método citado, já que este é destinado à amostra sólida. Para os Casos 1 e 2: se houveram modificações nos métodos/referências utilizados, supõe-se que os autores as relataram. Caso 3) Se não foi referenciado nenhum método: - quando determinado por tipo específico de equipamento forneceu-se o nome do equipamento e informações sobre o pré-preparo da amostra. - quando determinado por método analítico, forneceu-se informações sobre o preparo da amostra, quantidade de amostra, quantidade e concentração dos reagentes e equipamento utilizado.

DEMANDA BIOQUÍMICA DE OXIGÊNIO	
Quantidade de documentos que forneceram informações mínimas para a reprodução do método/referência empregado	8% (n=25)
Informações mínimas consideradas	Caso 1) Se foi utilizado método/referência destinado à análise de amostra líquida: - o método foi citado/referenciado; - forneceu-se a quantidade de amostra. Caso 2) Se foi utilizado método/referência destinado à análise de amostra sólida: - o método foi citado/referenciado; - supõe-se que as demais informações requeridas no Caso 1 estejam contidas no método citado, já que este é destinado à amostra sólida. Para os Casos 1 e 2: se houveram modificações nos métodos/referências utilizados, supõe-se que os autores as relataram. Caso 3) Se não foi referenciado nenhum método: - quando determinado por tipo específico de equipamento forneceu-se o nome do equipamento e informações sobre as condições experimentais (quantidade de amostra e de inóculo; solução de nutrientes; temperatura de operação; etc.). - quando utilizado frascos comuns, forneceu-se informações sobre informações sobre as condições experimentais (volume de trabalho do frasco; quantidade de amostra e de inóculo; solução de nutrientes; temperatura de operação; etc.).

POTENCIAL BIOQUÍMICO DE METANO	
Quantidade de documentos que forneceram informações mínimas para a reprodução do método/referência empregado	31% (n=42)
Informações mínimas consideradas	Caso 1) Se foi utilizado método/referência destinado à análise de amostra líquida: - o método foi citado/referenciado; - forneceu-se a quantidade de amostra. Caso 2) Se foi utilizado método/referência destinado à análise de amostra sólida: - o método foi citado/referenciado; - supõe-se que as demais informações requeridas no Caso 1 estejam contidas no método citado, já que este é destinado à amostra sólida. Para os Casos 1 e 2: se houveram modificações nos métodos/referências utilizados, supõe-se que os autores as relataram. Caso 3) Se não foi referenciado nenhum método: - quando determinado por tipo específico de equipamento forneceu-se o nome do equipamento e informações sobre as condições experimentais (quantidade de amostra e de inóculo; solução de nutrientes; temperatura de operação; etc.). - quando utilizado frascos comuns, forneceu-se informações sobre informações sobre as condições experimentais (volume de trabalho do frasco; quantidade de amostra e de inóculo; solução de nutrientes; temperatura de operação; etc.).

pH	
Quantidade de documentos que forneceram informações mínimas para a reprodução do método/referência empregado	18% (n=236)
Informações mínimas consideradas	Caso 1) Se foi utilizado método/referência destinado à análise de amostra líquida: - o método foi citado/referenciado; - forneceu-se o tamanho da partícula da amostra; - forneceu-se a relação amostra/solvente (solução de extração). Caso 2) Se foi utilizado método/referência destinado à análise de amostra sólida: - o método foi citado/referenciado; - supõe-se que as demais informações requeridas no Caso 1 estejam contidas no método citado, já que este é destinado à amostra sólida. Para os Casos 1 e 2: se houveram modificações nos métodos/referências utilizados, supõe-se que os autores as relataram. Caso 3) Se não foi referenciado nenhum método: - forneceu-se o tamanho da partícula da amostra; - forneceu-se a relação amostra/solvente (solução de extração).

ALCALINIDADE	
Quantidade de documentos que forneceram informações mínimas para a reprodução do método/referência empregado	31% (n=85)
Informações mínimas consideradas	Caso 1) Se foi utilizado método/referência destinado à análise de amostra líquida: - o método foi citado/referenciado; - forneceu-se informações sobre o preparo da solução para a determinação da alcalinidade (relação amostra/solvente, se foi agitada ou permaneceu em repouso e por quanto tempo, se foi filtrada/centrifugada, agente titulante e concentração, etc.). Caso 2) Se foi utilizado método/referência destinado à análise de amostra sólida: - o método foi citado/referenciado; - supõe-se que as demais informações requeridas no Caso 1 estejam contidas no método citado, já que este é destinado à amostra sólida. Para os Casos 1 e 2: se houveram modificações nos métodos/referências utilizados, supõe-se que os autores as relataram. Caso 3) Se não foi referenciado nenhum método: - forneceu-se informações sobre o preparo da solução para a determinação da alcalinidade (relação amostra/solvente, se foi agitada ou permaneceu em repouso e por quanto tempo, se foi filtrada/centrifugada, agente titulante e concentração, etc.).

CONDUTIVIDADE ELÉTRICA	
Quantidade de documentos que forneceram informações mínimas para a reprodução do método/referência empregado	20% (n=35)
Informações mínimas consideradas	Caso 1) Se foi utilizado método/referência destinado à análise de amostra líquida: - o método foi citado/referenciado; - forneceu-se o tamanho da partícula da amostra; - forneceu-se a relação amostra/solvente (solução de extração). Caso 2) Se foi utilizado método/referência destinado à análise de amostra sólida: - o método foi citado/referenciado; - supõe-se que as demais informações requeridas no Caso 1 estejam contidas no método citado, já que este é destinado à amostra sólida. Para os Casos 1 e 2: se houveram modificações nos métodos/referências utilizados, supõe-se que os autores as relataram. Caso 3) Se não foi referenciado nenhum método: - forneceu-se o tamanho da partícula da amostra; - forneceu-se a relação amostra/solvente (solução de extração).

Capítulo 2 Determinação da demanda química de oxigênio em amostras sólidas ou líquidas com elevado conteúdo de sólidos

1 INTRODUÇÃO

A demanda química de oxigênio (DQO) tornou-se um parâmetro indispensável na caracterização e monitoramento da matéria orgânica em águas (ZIEMINSKA-STOLARSKA et al., 2019) e águas residuárias (GURD; JEFFERSON; VILLA, 2019), pois fornece o resultado em pouco tempo (comparado com a demanda bioquímica de oxigênio - DBO) e com baixo custo (comparado com a análise de carbono orgânico total - COT).

As vantagens mencionadas em relação ao tempo e ao custo foram atraentes o suficiente para que a DQO passasse a ser utilizada na análise de amostras sólidas. Além disso, por ser um parâmetro conservativo durante um processo biológico controlado, a DQO permite a comparação entre as frações sólida, líquida e gasosa do sistema. Assim, é possível obter o balanço de massa e a eficiência do processo empregado, sendo inclusive utilizada em modelos preditivos que dependem da variação da carga orgânica (ZAHER et al., 2009; FISGATIVA et al., 2017; GIRARDI NETO; SILVA; PINHEIRO, 2017).

Conforme verificado nos resultados do Capítulo 1, a DQO é um dos parâmetros mais utilizados para quantificar a matéria orgânica em amostras sólidas, contudo, tem sido determinada majoritariamente por métodos destinados à análise de amostras líquidas. Essa prática pode acarretar erros aos valores obtidos. Yadvika et al. (2006) descrevem algumas possíveis fontes desses erros:

- Representatividade da amostra sólida: amostras líquidas tendem a ser mais homogêneas do que amostras sólidas. Portanto, a etapa de pré-preparo é essencial para se obter uma amostra sólida representativa;
- Oxidação incompleta da amostra sólida e resultados inconsistentes das replicatas: a quantidade de agente oxidante é insuficiente e a amostra sólida fica retida nas paredes do tubo de digestão;
- Necessidade de diluição: o limite de detecção do método para amostras líquidas é baixo quando comparado ao limite exigido pelas amostras sólidas. Amostras muito diluídas não representam a amostra original, ainda mais quando se utiliza um pequeno volume.

Embora não haja um método de DQO padrão para a análise de amostras sólidas, alguns pesquisadores tem se dedicado a modificar e a otimizar métodos oficiais e/ou amplamente empregados, disponibilizando opções mais confiáveis para a análise desse tipo de amostra. Sete iniciativas foram localizadas na literatura (até outubro de 2019) e são apresentadas na revisão bibliográfica. Uma delas, a adaptação proposta por Raposo et al. (2008), foi alvo do presente

capítulo, em decorrência do intercâmbio de seis meses (novembro de 2018 a abril de 2019) realizado no *Instituto de la Grasa/Consejo Superior de Investigaciones Científicas* - Sevilha/Espanha, sob supervisão do Dr. Francisco Raposo Bejines (Apêndice 2A). A bolsa foi concedida pela CAPES - Programa de Doutorado Sanduíche no Exterior (PDSE), processo 88881.189479/2018-01.

O Capítulo 2, como complemento ao Capítulo 1, tem a intenção de disponibilizar um material que auxilie na tomada de decisão daqueles que buscam por um método confiável para determinar a DQO de amostras sólidas ou de amostras líquidas com elevado conteúdo de sólidos.

Para além das informações disponíveis no artigo científico de Raposo et al. (2008), no Capítulo 2 apresenta-se: o passo a passo ilustrado desse método de DQO, juntamente com algumas dicas de execução; a aplicação do método na determinação da DQO de dois substratos sólidos, a fim de demonstrar o potencial de recuperação do método; uma estimativa do tempo de execução, custos envolvidos, bem como uma quantificação dos resíduos perigosos gerados; e por fim, a verificação da confiabilidade do uso do valor experimental de DQO no cálculo preditivo da produção de gás metano de um experimento de potencial bioquímico de metano (PBM).

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo geral

Apresentar uma análise do método modificado e otimizado por Raposo et al. (2008) quanto à confiabilidade, tempo de execução, custos e geração de resíduos perigosos.

2.2 Objetivos específicos

- Testar a recuperação do método;
- Estimar o tempo necessário para a execução do método;
- Estimar os custos para a aquisição dos equipamentos e materiais necessários à execução do método, bem como calcular o custo por amostra;
- Quantificar o volume de resíduos perigosos gerados por amostra analisada;
- Verificar a confiabilidade do uso do valor experimental de DQO no cálculo preditivo da produção de gás metano de um experimento de potencial bioquímico de metano.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Princípio da técnica analítica de demanda química de oxigênio

O teste de demanda química de oxigênio consiste na oxidação do carbono presente na amostra e consequente produção de dióxido de carbono e água. Para isso, a amostra é colocada em contato com um agente oxidante forte (normalmente dicromato de potássio - $K_2Cr_2O_7$) em meio ácido (solução de ácido sulfúrico concentrado - H_2SO_4) sob elevada temperatura (150 ºC) (BOYLES, 1997).

A fim de otimizar a digestão, dois reagentes são adicionados: o sulfato de prata (catalisa a oxidação de moléculas orgânicas e de ácidos graxos de baixa massa molecular) e o sulfato de mercúrio (II) (impede que o cloro livre interfira na atividade catalítica da prata ou restrinja a ação oxidante do dicromato) (SARAN et al., 2015).

Durante a reação, o carbono da amostra é oxidado pelo íon dicromato hexavalente (solução alaranjada), o qual se reduz à íon dicromato trivalente (solução esverdeada). A quantidade de agente oxidante consumida pode ser medida por métodos titulométrico ou colorimétrico. A transação do oxigênio é o que caracteriza o teste, já que a quantidade de matéria carbonácea é determinada a partir da quantidade de oxigênio com a qual a amostra reage. Vale ressaltar que a etapa de oxidação não distingue carbono orgânico de carbono inorgânico. Dessa forma, a DQO não substitui as técnicas analíticas de DBO e COT, mas correlaciona-se a elas (STONE, 1990).

3.2 Propostas de modificação e otimização de métodos de demanda química de oxigênio para a análise de amostras sólidas

Devido a indisponibilidade de um método de DQO padrão para a análise de amostras sólidas, surgem algumas propostas que modificam métodos oficiais e/ou amplamente utilizados, para que estes possam ser empregados com maior confiabilidade em amostras sólidas. Sete iniciativas foram localizadas na literatura (até outubro de 2019): Yadvika et al. (2006), Raposo et al. (2008), Noguerol-Arias et al. (2012); Zupančič; Roš (2012); Harnadek; Guilford; Edwards (2015); Andre; Pauss; Ribeiro (2017); Cazaudehore et al. (2019). Detalhes de cada uma dessas iniciativas são apresentados no Quadro 2-1.

Quadro 2-1 Referências relacionadas à adaptação e otimização de métodos existentes de Demanda Química de Oxigênio para uso em amostras sólidas e/ou líquidas com elevado conteúdo de sólidos

	REFERÊNCIA	CARACTERÍSTICAS					
		Instituição dos autores	**Localização da instituição**	**Referência e método modificados/otimizados**	**Amostra testada**	**Amostra referência**	**Número de citações***
(1)	YADVIKA et al. (2006)	Indian Institute of Technology	Índia	APHA–AWWA–WPCF Método titulométrico Refluxo aberto	- Esterco de gado líquido - Lodo anaeróbio - Amido em pó	Não reportada	18
(2)	RAPOSO et al. (2008)	Instituto de la Grasa (CSIC)	Espanha	DIN 38414-S9 (1986) Método titulométrico Refluxo aberto	- Torta de semente girassol (após extração do óleo) - Lodo anaeróbio	- Hidrogeno ftalato de potássio - Celulose - Lodo certificado	94
(3)	ZUPANČIČ; ROŠ (2012)	National Institute of Chemistry	Eslovênia	DIN 38414-S9 (1986) ISO 6060 (1989) Método titulométrico Refluxo aberto	- Água resíduária de cervejaria com elevado conteúdo de sólidos - Resíduo de lodo ativado - Resíduo sólido orgânico - Lodo digerido anaerobiamente	Hidrogeno ftalato de potássio	20
(4)	NOGUEROL-ARIAS et al. (2012)	GIRO Joint Research Unit IRTA-UPC e Universitat Politècnica de Catalunya	Espanha	APHA–AWWA–WPCF, método 5220 D Método colorimétrico Refluxo fechado	- Resíduo de matadouro de suíno - Fração sólida de lodo de esgoto - Efluente de reator anaeróbio - Resíduos de hidrólise enzimática de subproduto animal - Mistura de subprodutos animais, carne e ossos - Mistura de esterco de porco, lodo de esgoto, carne e ossos	- Hidrogeno ftalato de potássio - Dois lodos certificados	44
(5)	HARNADEK; GUILFORD; EDWARDS (2015)	University of Toronto	Canadá	Referência não reportada Método colorimétrico Refluxo fechado	- Papel fino - Papel de jornal - Papelão - Restos de alimentos - Digestato - Aparas de madeira	Não reportada	7
(6)	ANDRE; PAUSS; RIBEIRO (2017)	Sorbonne Universités e UniLasalle	França	COD kit (500 a 10000 mg DQO/L) Método colorimétrico Refluxo fechado	- Esterco bovino - Palha - Substrato misto: batata, milho, carne bovina e palha	- Hidrogeno ftalato de potássio - Glicose - Celulose	2
(7)	CAZAUDEHORE et al. (2019)	APESA Pôle Valorisation	França	COD kit (500 a 10000 mg DQO/L) Método colorimétrico Refluxo fechado	- Silagem de capim - Palha de milho - Mistura de silagens - Sorgo - Esterco de vaca - Esterco de frango - Esterco de peru - Capim - Sorgo doce	- Celulose - Celobiose	0

Fonte: Autoria própria, com base nas referências de 1 a 7 contidas no próprio quadro. *número de citações até outubro de 2019.

A iniciativa mais antiga foi publicada há 13 anos, demonstrando que o interesse e a preocupação com a questão da caracterização de amostras sólidas são recentes. França e Espanha representam juntas 57% das iniciativas.

Quanto às referências que nortearam as propostas, APHA–AWWA–WPCF (2012) (destinada à análise de água e águas residuárias) foi utilizada por dois trabalhos; DIN 38414-S9 (1986) (destinada à análise de lodo e sedimentos) também foi a base de duas propostas, sendo que uma delas utilizou em conjunto ISO 6060 (1989) (destinada à análise de amostras sólidas homogêneas); os três trabalhos restantes tiveram como foco *kits* comerciais para determinação da DQO (destinados à análise de água e águas residuárias).

Em relação ao método escolhido, 57% das propostas estão relacionadas ao método colorimétrico/refluxo fechado, enquanto que 43% estão relacionadas ao método titulométrico/refluxo aberto, demonstrando uma tendência à busca por um método que seja mais prático, demande menor custo e tempo de execução, além de gerar menor quantidade de resíduos perigosos.

Os métodos modificados foram testados para diversas amostras sólidas e/ou líquidas com elevado conteúdo de sólidos como lodos, restos de alimentos, resíduos agrícolas, esterco animal e misturas de diferentes resíduos. Como amostras de referência para a validação dos métodos foram utilizadas hidrogeno ftalato de potássio, celulose, celobiose, glicose e lodos certificados. Duas propostas não mencionaram o uso de amostras de referência.

As três primeiras publicações em ordem cronológica têm como base o método titulométrico/refluxo aberto. A proposta de Yadvika et al. (2006) (Quadro 2-2) pode ser considerada o estopim para as demais: levanta o questionamento sobre a inadequação do uso direto dos métodos de DQO de APHA–AWWA–WPCF para a análise de amostras com elevado conteúdo de sólidos. Por isso, propõe: i) o pré-preparo da amostra (secagem, trituração a pó e formação de um “chip”) para garantir que seja representativa e evitar que grude nas paredes do tubo de digestão; ii) e o aumento da quantidade de reagentes e tempo de refluxo do método. Já Raposo et al. (2008) (Quadro 2-3) e Zupančič e Roš (2012) (Quadro 2-4) utilizam a referência DIN 38414-S9 (1986), que destina-se à análise de amostras com características mais próximas às características das amostras alvo. Ambos propõe a análise da amostra crua, sem secagem, a fim de evitar perda de compostos voláteis que subestimaria o resultado. A proposta de Zupančič e Roš (2012) também envolve a referência ISO 6060 (1989), sendo que os autores optaram pela titulação eletroquímica automatizada ao invés da manual com o indicador ferroína.

Quadro 2-2 Detalhes das adaptações propostas por Yadvika et al. (2006) para a determinação de DQO em amostras líquidas com elevado conteúdo de sólidos

(1) YADVIKA et al. (2006)	
Pré-tratamento da amostra	Homogeneizar em liquidificador e secar volume conhecido para obter um chip
Método proposto	- 25 mg de amostra seca (*chip* menor que 1 mm) - 50 mL de água destilada - Pitada de $HgSO_4$ - 20 mL de $K_2Cr_2O_7$ - 60 mL de H_2SO_4 - 4 h em digestão à 150ºC (não menciona temperatura, mas supõe-se que seja 150ºC pelos autores se basearem em APHA–AWWA–WPCF) - titulação com ferroína como indicador

Fonte: Autoria própria, com base em Yadvika et al. (2006).

Quadro 2-3 Detalhes das adaptações propostas por Raposo et al. (2008) para a determinação de DQO em amostras sólidas e amostras líquidas com elevado conteúdo de sólidos

(2) RAPOSO et al. (2008)	
Pré-tratamento da amostra	Utilizar amostra fresca
Método proposto	- 100 a 150 mg de amostra fresca - 10 mL de água destilada - 20 mL de reagente de digestão ($K_2Cr_2O_7$ + $HgSO_4$) - 30 mL de reagente de ácido sulfúrico (H_2SO_4 +$AgSO_4$) - 2h em digestão à 150ºC - titulação com ferroína como indicador

Fonte: Autoria própria, com base em Raposo et al. (2008).

Quadro 2-4 Detalhes das adaptações propostas por Zupančič e Roš (2012) para a determinação de DQO em amostras sólidas e amostras líquidas com elevado conteúdo de sólidos

(3) ZUPANČIČ; ROŠ (2012)	
Pré-tratamento da amostra	Utilizar amostra fresca
Método proposto	- quantidade de amostra deve garantir de 80-120 mg de DQO (utilizou 300 mg de resíduo sólido orgânico, por exemplo) - 20 mL de solução de $K_2Cr_2O_7$ + $HgSO_4$ - 30 mL de solução de H_2SO_4 +$AgSO_4$ - 2h em digestão à 148 ± 3ºC - resfriar para 60ºC - acrescentar 150 mL de água destilada - titulação eletroquímica automatizada (não usa ferroína como indicador)

Fonte: Autoria própria, com base em Zupančič e Roš (2012).

As quatro demais publicações são direcionadas ao método colorimétrico/refluxo fechado, cada uma com particularidades de pré-preparo da amostra: Noguerol-Arias et al. (2012) (Quadro 2-5) propõe uma diluição sólida com sulfato de magnésio; Harnadek, Guilford e Edwards (2015) (Quadro 2-6) propõe a homogeneização da amostra em volume conhecido de água deionizada até se obter uma polpa, para posteriormente diluí-la em água deionizada a 0,3 g/L; Andre, Pauss e Ribeiro (2017) (Quadro 2-7), a fim de superar a perda da amostra sólida quando essa é transferida para o tubo de digestão, sugeriram o uso de um suporte de pesagem que é inserido juntamente com a amostra no tubo de digestão, sendo sua DQO subtraída posteriormente do valor experimental; por fim, Cazaudehore et al. (2019) (Quadro 2-8) propõe que a amostra seja hidrolisada antes da digestão da DQO.

Quadro 2-5 Detalhes das adaptações propostas por Noguerol-Arias et al. (2012) para a determinação de DQO em amostras sólidas e amostras líquidas com elevado conteúdo de sólidos

(4) NOGUEROL-ARIAS et al. (2012)	
Pré-tratamento da amostra	1) Resíduo de matadouro de suíno foi liofilizado (remove água por sublimação; amostra triturada para homogeneizar) 2) 200 mg de amostra crua ou liofilizada é misturada e macerada com 1 a 2 g de sulfato de magnésio como agente diluente
Método proposto	- 50-200 mg de amostra preparada é pesada diretamente no tubo de DQO - adiciona-se água destilada até atingir 200 mg - 1:1 $K_2Cr_2O_7$ 0,5 N + H_2SO_4 - 2h em digestão à 150ºC - colorimetria em espectrofotômetro DR 2800 Hach Lange

Fonte: Autoria própria, com base em Noguerol-Arias et al. (2012).

Quadro 2-6 Detalhes das adaptações propostas por Harnadek, Guilford e Edwards (2015) para a determinação de DQO em amostras sólidas e amostras líquidas com elevado conteúdo de sólidos

(5) HARNADEK; GUILFORD; EDWARDS (2015)	
Pré-tratamento da amostra	1) Papel fino; papel de jornal; papelão; restos de alimentos; digestato - adicionar quantidade conhecida de água deionizada em quantidade conhecida de amostra - misturar em liquidificador até formar uma polpa e que um pequeno vortex seja criado no topo da mistura - pipetar 10 mL da amostar em um frasco plástico de 10 mL - diluir a suspensão com água deionizada para 0,3 g/L 2) Aparas de madeira - obter partículas de -212 microns utilizando tela - secar as partículas para remover umidade - adicionar uma quantidade conhecida das partículas secas em quantidade conhecida de água - deixar a solução repousar overnight - misturar a suspensão até que um pequeno vortex surja na superfície - Pipetar 10 mL da solução em frasco de plástico de 10 mL - diluir a suspensão em água deionizada para 0,3 g/L
Método proposto	- em tubo de vidro de 10 mL, pipetar 2,5 mL da diluição - adicionar 1,5 mL de solução de $K_2Cr_2O_7$ + $HgSO_4$ - adicionar 3,5 mL de solução de H_2SO_4 +$AgSO_4$ - misturar em vortex - digestão por 2h a 150ºC - análise colorimétrica

Fonte: Autoria própria, com base em Harnadek, Guilford e Edwards (2015).

Quadro 2-7 Detalhes das adaptações propostas por Andre, Pauss e Ribeiro (2017) para a determinação de DQO em amostras sólidas e amostras líquidas com elevado conteúdo de sólidos

(6) ANDRE; PAUSS; RIBEIRO (2017)	
Pré-tratamento da amostra	- secagem a 50ºC por 24 h - trituração a 10.000 rpm por 1 min
Método proposto	- cortar pipeta Pasteur de polietileno longitudinalmente em meias tubulações e depois em comprimentos de 5 mm. O peso de cada suporte foi de 22,0 ± 1,2 mg - pesar de 1-8 mg de amostra no suporte e transferir o conjunto para o tubo de digestão - adicionar 1 mL de água destilada e seguir as instruções do kit

Fonte: Autoria própria, com base em Andre, Pauss e Ribeiro (2017).

Quadro 2-8 Detalhes das adaptações propostas por Cazaudehore et al. (2019) para a determinação de DQO em amostras sólidas e amostras líquidas com elevado conteúdo de sólidos

(7) CAZAUDEHORE et al. (2019)	
Pré-tratamento da amostra	Hidrólise conforme protocolo adaptado de Sluiter et al. (2008) - 80 mg de amostra é colocado em tubo de vidro Pyrex de 35 mL - adicionar 0,85 mL de H_2SO_4 (72%) e aquecer a 30ºC por 1 h sob agitação magnética (300 rpm) - adicionar 23,8 mL de água destilada e aquecer a 121ºC por 1 h - deixar esfriar
Método proposto	- 1 mL do sobrenadante líquido anterior é transferido para o tubo de DQO comercial - os tubos são aquecidos a 148ºC por 2 h - DQO é medida com espectrômetro automático

Fonte: Autoria própria, com base em Cazaudehore et al. (2019).

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 Demanda Química de Oxigênio (DQO): método modificado e otimizado por Raposo et al. (2008)

4.1.1 Substratos

Como amostras, foram utilizados dois substratos sólidos: 1) farinha de grão de bico industrializada e 2) celulose comercial Avicel PH-101-Fluka (tamanho da partícula de aproximadamente 50 μm). A farinha de grão de bico é um substrato complexo, pois contém carboidratos (44%), proteínas (21%), lipídeos (5,5%) e fibras (15%) (porcentagens especificadas pelo fabricante), enquanto que a celulose é um substrato puro, contendo apenas carboidratos, sendo, portanto, utilizada como controle.

Os substratos foram caracterizados quanto ao conteúdo de sólidos (totais, voláteis e fixos) (Tabela 2-1), conforme o método 2540 G de APHA–AWWA–WPCF (2012) com as seguintes adaptações: pesou-se 2 g de amostra em cápsula de porcelada previamente preparada. Para a determinação dos sólidos totais, a cápsula foi levada à estufa a 105 ºC até atingir peso constante (24 h). Posteriormente, a cápsula foi levada à mufla, a 550ºC por 2h30 min para a determinação dos sólidos voláteis e fixos. Triplicata foi realizada para ambos os substratos.

Tabela 2-1 Caracterização dos substratos quanto ao conteúdo de sólidos: valores médios acompanhados dos respectivos desvios padrões

	Farinha de grão de bico	**Celulose**
Umidade (%)	9 ± 0,12	5 ± 0,10
Sólidos totais$_{base\ úmida}$ (%)	91 ± 0,12	95 ± 0,10
Sólidos voláteis$_{base\ úmida}$ (%)	88 ± 0,10	95 ± 0,10
Sólidos fixos$_{base\ úmida}$ (%)	3 ± 0,05	0 ± 0,00

Fonte: Autoria própria.

4.1.2 Materiais

No Quadro 2-9 são apresentados os materiais necessários à execução do método de DQO modificado por Raposo et al. (2008). Os materiais são divididos em permanentes (são adquiridos uma única vez) e de consumo (são comprados à medida que são consumidos).

Se presume a disponibilidade de materiais básicos de laboratório como balanças analítica e de precisão, capela para exaustão de gases (com filtro), estufa, mufla, destilador de água, balão volumétrico, proveta, béquer, equipamentos de proteção individual, entre outros.

Quadro 2-9 Materiais permanentes e de consumo necessários à execução do método de Demanda Química de Oxigênio modificado e otimizado por Raposo et al. (2008)

1 Materiais permanentes
✓ Bloco de digestão 150 °C (para tubos 40 mm x 300 mm) ✓ Programador de processos (para acender o bloco digestor) ✓ Tubos de vidro macro para digestão com "ground-glass joint" 40 mm x 300 mm ✓ Suporte para os tubos de vidro de digestão 40 mm x 300 mm ✓ Condensadores com "ground-glass joint" 300 mm ✓ Frasco reagente âmbar 2 L com rosca para dispensador de líquidos ✓ Dispensador de líquidos para frasco reagente ✓ Erlenmeyer boca larga de 500 mL ✓ Agitador magnético ✓ Barra magnética lisa sem anel 7 x 30 mm ✓ Bureta de 50 mL
2 Materiais de consumo
✓ Ácido sulfúrico concentrado (H_2SO_4) 96% - 98% ✓ Sulfato de prata (Ag_2SO_4) ✓ Dicromato de potássio ($K_2Cr_2O_7$) P.A. ✓ Sulfato de mercúrio (II) ($HgSO_4$) ✓ Sulfato amônico ferroso ($(NH_4)_2Fe(SO_4)_2.6H_2O$) ✓ 1,10-fenantrolina monohidratada ($C1_2H_8N_2.H_2O$) ✓ Sulfato ferroso ($FeSO_4.7H_2O$) ***Observação:*** *alguns materiais de consumo podem ser encontrados prontos comercialmente, dispensando a compra dos reagentes individuais correspondentes e o preparo em laboratório. São os seguintes:* ✓ Solução indicadora de ferroína ($[Fe(C1_2H_8N_2)_3]SO_4$) ✓ Ácido sulfúrico concentrado com sulfato de prata 10g/L ✓ Solução de dicromato de potássio 1 N

Fonte: Autoria própria, com base em Raposo et al. (2008).

4.1.3 Preparo dos reagentes

Nos Quadros 2-10, 2-11, 2-12, 2-13 e 2-14 são apresentados o modo de preparo dos reagentes utilizados no teste de DQO modificado por Raposo et al. (2008) e o tempo estimado de cada preparação. Ressalta-se que os tempos estimados das preparações podem variar em relação àqueles apresentados, pois dependerão de fatores como a habilidade de quem os realiza, do pré-preparo simultâneo de alguns reagentes e do tempo de resfriamento de alguns reagentes/soluções, que é influenciado pela temperatura ambiente local.

Quadro 2-10 Modo e tempo de preparo da solução de dicromato de potássio 1,2 M

Reagente de digestão **Solução de dicromato de potássio 1,2 M**	
	Pré-preparo: secar o dicromato de potássio ($K_2Cr_2O_7$) a 105 °C por 2h (ver etapa 4 para estimar quantidade; caso se prepare também a solução de $K_2Cr_2O_7$ 1 N, pode-se secar de uma única vez a quantidade de reagente necessária para ambas as preparações)
	1) Pesar 33,3 g de sulfato de mercúrio ($HgSO_4$)
	2) Adicionar 600 mL de água destilada e agitar em agitador magnético
	3) Sob agitação, adicionar 50 mL de ácido sulfúrico concentrado (H_2SO_4 96% - 98%)
	Observação: se adiciona uma parte de H_2SO_4 concentrado na etapa 3 a fim de auxiliar na dissolução do $HgSO_4$
	4) Pesar 58,844 g de dicromato de potássio ($K_2Cr_2O_7$) previamente seco a 105 °C por 2h e, sob agitação, adicioná-lo pouco a pouco na solução anterior
	5) Sob agitação, adicionar 117 mL de H_2SO_4 concentrado pouco a pouco
	Observação: a outra parte de H_2SO_4 concentrado é adicionada na etapa 5, pois o $K_2Cr_2O_7$ necessita de temperatura para dissolver-se
	6) Esperar até que a solução esfrie à temperatura ambiente
	7) Transpassar a solução para um balão volumétrico de 1 L e completar até o menisco com água destilada
	8) Transpassar a solução para um frasco âmbar de 1 L para armazená-la

Fonte: Autoria própria, com base em Raposo et al. (2008).

Quadro 2-11 Modo e tempo de preparo da solução de ácido sulfúrico com sulfato de prata

Reagente de ácido sulfúrico **Solução de ácido sulfúrico com sulfato de prata** ***(pode ser comprada pronta)***		
		1) Pesar 10 g de sulfato de prata ($AgSO_4$) **2)** Sob agitação, dissolver o $AgSO_4$ em 1 L de ácido sulfúrico concentrado (H_2SO_4 96% - 98%) **3)** Armazenar em frasco de vidro âmbar

Fonte: Autoria própria, com base em Raposo et al. (2008).

Quadro 2-12 Modo e tempo de preparo da solução de dicromato de potássio 1 N

Solução de dicromato de potássio 1 N ***(pode ser comprada pronta)***		
		1) Secar o dicromato de potássio ($K_2Cr_2O_7$) a 105 °C por 2h (ver etapa 2 para estimar quantidade) **2)** Pesar 49,13 g de $K_2Cr_2O_7$ (previamente seco a 105 °C por 2h) **3)** Sob agitação em agitador magnético, adicionar 500 mL de água destilada **4)** Manter agitando e adicionar 167 mL de H_2SO_4 concentrado (H_2SO_4 96% - 98%), pouco a pouco *Observação: o $K_2Cr_2O_7$ necessita do aumento de temperatura gerada pelo H_2SO_4 para dissolver-se* **5)** Esperar até que a solução esfrie à temperatura ambiente **6)** Transpassar a solução para um balão volumétrico de 1 L e completar até o menisco com água destilada **7)** Transpassar a solução para um frasco âmbar de 1 L para armazená-la

Fonte: Autoria própria, com base em Raposo et al. (2008).

Quadro 2-13 Modo e tempo de preparo da solução indicadora de ferroína

Solução indicadora de ferroína ***(pode ser comprada pronta)***	
	1) Pesar 1,485 g de 1,10-fenantrolina monohidratada ($C_{12}H_8N_2.H_2O$)
	2) Pesar 695 mg de sulfato ferroso ($FeSO_4.7H_2O$)
	3) Em um mesmo recipiente, dissolver 1,10-fenantrolina monohidratada e o sulfato ferroso pesados em 60 mL de água destilada, sob agitação em agitador magnético
	4) Transpassar a solução para um balão volumétrico de 100 mL e completar com água destilada até o menisco
	5) Armazenar em frasco de vidro âmbar

Fonte: Autoria própria, com base em Raposo et al. (2008).

Quadro 2-14 Modo e tempo de preparo da solução de sulfato amônico ferroso (SAF) 0,5 N

Solução de sulfato amônico ferroso (SAF) 0,5 N	
	1) Pesar 196 g de sulfato amônico ferroso ($(NH_4)2Fe(SO_4)_2.6H_2O$)
	2) Adicionar 600 mL de água destilada e agitar em agitador magnético
	3) Sob agitação, adicionar 40 mL de ácido sulfúrico concentrado (H_2SO_4 96% - 98%)
	4) Esperar até que a solução esfrie à temperatura ambiente
	5) Transpassar a solução para um balão volumétrico de 1 L e completar até o menisco com água destilada
	6) Transpassar a solução para um frasco âmbar de 1 L para armazená-la

Fonte: Autoria própria, com base em Raposo et al. (2008).

4.1.4 Padronização da solução de sulfato amônico ferroso (SAF)

No Quadro 2-15 são apresentados os procedimentos para a padronização da solução titulante de SAF.

Quadro 2-15 Padronização da solução de sulfato amônico ferroso (SAF) e tempo de execução

Padronização do agente titulante SAF contra o dicromato	
Tempo para realizar duplicata	1) Em um erlenmeyer de 500 mL de boca larga, adicionar, com micropipeta, 10 mL de dicromato de potássio 1 N
	2) Adicionar 60 mL de água destilada com proveta
	3) Em capela, adicionar 30 mL de ácido sulfúrico concentrado com o dispensador
	4) Agitar suavemente e deixar esfriar dentro da capela até atingir a temperatura ambiente
	5) Adicionar 3 gotas de indicador ferroína e titular com SAF 0,5 N (as cores até chegar ao ponto final da titulação são as mesmas do branco). Anotar o volume de SAF gasto.

Fonte: Autoria própria, com base em Raposo et al. (2008).

O cálculo da concentração da solução titulante de SAF é realizado conforme a Equação 1:

$$N_{SAF} = \frac{10\ mL\ x\ 1\ N}{V_{SAF}\ (mL)} \qquad (1)$$

Onde:

- V_{SAF} é o volume (mL) gasto na titulação da solução padrão de dicromato;
- N_{SAF} é a concentração (N) do agente titulante.

4.1.5 Preparo e titulação da amostra e do branco

No Quadro 2-16 são apresentadas as etapas de preparo e titulação da amostra e do branco, bem como o tempo necessário pra executar as triplicatas. Apesar de serem utilizadas apenas amostras sólidas, apresenta-se também informações referentes à análise de amostras

líquidas com elevado conteúdo de sólidos, a fim de auxiliar àqueles que porventura tiverem tais amostras em mãos.

Quadro 2-16 Preparo e titulação das triplicatas da amostra e do branco, além do tempo demandado para execução dos procedimentos

Preparo e titulação da amostra e do branco	
Tempo estimado para a preparação, digestão e titulação de: ✓ triplicata de uma amostra; ✓ duplicata do branco.	

Passo 1	
	Para amostras sólidas: obter a tara do barquinho de pesagem; zerar a balança, homogeneizar a amostra fresca e pesar entre 100 e 150 mg, a depender da amostra; transferir a amostra para o tubo de digestão; pesar o barquinho de pesagem vazio para descontar o resíduo que não foi transferido para o tubo de digestão. **DICA:** testar diferentes quantidades de amostra dentro do intervalo proposto, principalmente para amostras desconhecidas. Assim, é possível definir uma quantidade de amostra representativa e que não esteja nos limites inferior nem superior de detecção do método.
	Para amostras líquidas: homogeneizar a amostra em agitador magnético por 30 minutos; com micropipeta, pegar o volume de amostra necessário para a análise (considerar que o volume total deve ser de 10 mL, incluindo a água destilada da próxima etapa).
	Para o branco: com micropipeta, colocar 10 mL de água destilada no tubo de digestão.

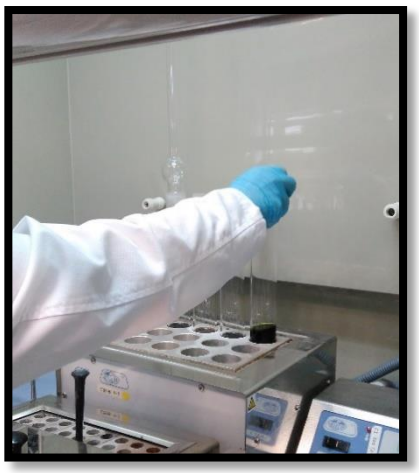
Quadro 2-16 Preparo e titulação das triplicatas da amostra e do branco, além do tempo demandado para execução dos procedimentos

Passo 2		
		<u>Para amostras sólidas:</u> adicionar 10 mL de água destilada com micropipeta, lavando as paredes do tubo para arrastar a amostra que porventura esteja retida <u>Para amostras líquidas:</u> adicionar o volume de água destilada restante para completar 10 mL, a depender do volume de amostra já colocado

Passo 3		
		Na capela e com auxílio de dispensador, adicionar 20 mL da solução de dicromato de potássio 1,2 M

Quadro 2-16 Preparo e titulação das triplicatas da amostra e do branco, além do tempo demandado para execução dos procedimentos

Passo 4		
		Ainda na capela e com auxílio de dispensador, adicionar 30 mL da solução de ácido sulfúrico com sulfato de prata. **IMPORTANTE**: adicionar lentamente e agitar vigorosamente para que toda a amostra entre em contato com os reagentes.

Passo 5		
		Colocar os tubos no digestor, encaixar os condensadores e programar a digestão a 150 °C por 2 horas (a fim de otimizar o tempo, o digestor pode ser ligado para esquentar enquanto se prepara as amostras).

Quadro 2-16 Preparo e titulação das triplicatas da amostra e do branco, além do tempo demandado para execução dos procedimentos

Passo 6

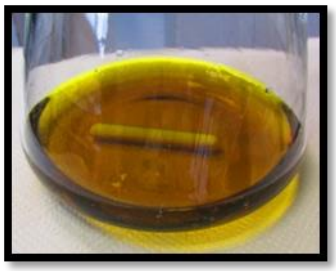
6.1 Após 2 h, tirar os tubos do digestor e colocá-los no suporte de tubos (dentro da capela) até que atinjam a temperatura ambiente

6.2 Transferir o conteúdo do tubo para um erlenmeyer de 500 mL, lavando o tubo com água destilada, a qual também deve ser dispensada no erlenmeyer

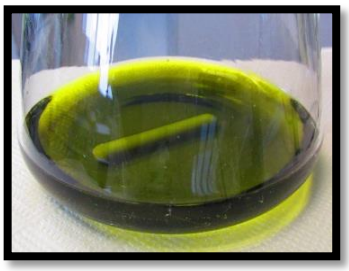
6.3 Adicionar 3 gotas de indicador ferroína e, sob agitação, titular com SAF 0,5 N. O ponto final da titulação é identificado pela coloração marrom-acinzentado. Anotar o volume de SAF gasto para o cálculo da DQO.

DICA: para facilitar a identificação da mudança de cores, recomenda-se colocar um pedaço de papel branco entre o agitador magnético e o erlenmeyer. A seguir, são apresentadas as principais cores da titulação. Após a digestão, a solução do branco deve ser alaranjada, representando a ausência de matéria orgânica, enquanto que a amostra apresentará coloração de amarelo ouro em diante devido a reação da matéria orgânica com o dicromato.

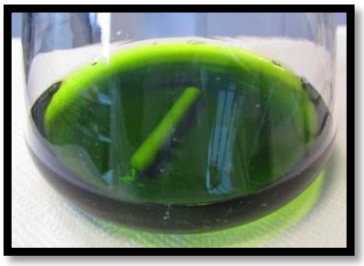
1º) Alaranjado



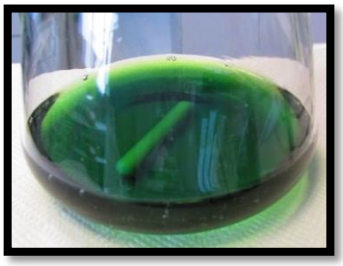
2º) Amarelo ouro



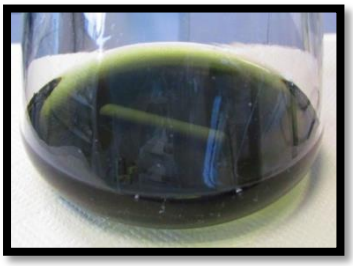
3º) Verde musgo



4º) Verde claro



5º) Verde esmeralda



6º) Ponto final: marrom-acinzentado

Fonte: Autoria própria, com base em Raposo et al. (2008).

4.1.6 Cálculo da DQO experimental

A DQO da amostra sólida é calculada de acordo com a Equação 2. Caso a amostra seja líquida com elevado conteúdo de sólidos, deve-se utilizar a Equação 3.

$$DQO\ (mg\ O_2\ g^{-1}\ SV) = \frac{(SAF_{Br} - SAF_{amostra\ sólida})\ x\ N_{SAF}\ x\ 8}{M_{amostra\ sólida}} \quad (2)$$

$$DQO\ (mg\ O_2\ L^{-1}) = \frac{(SAF_{Br} - SAF_{amostra\ líquida})\ x\ N_{SAF}\ x\ 8000}{V_{amostra\ líquida}} \quad (3)$$

Onde:

- SAF_{Br} é o volume (mL) de SAF utilizado na titulação do branco (usar a média da triplicata);
- $SAF_{amostra\ sólida}$ é o volume (mL) de SAF utilizado na titulação da amostra sólida;
- $SAF_{amostra\ líquida}$ é o volume (mL) de SAF utilizado na titulação da amostra líquida;
- N_{SAF} é a concentração (N) do agente titulante (calculada na equação 1);
- $M_{amostra\ sólida}$ é a massa (g SV) da amostra sólida presente no tudo de digestão;
- $V_{amostra\ líquida}$ é o volume (mL) da amostra líquida presente no tudo de digestão.

4.1.7 Estimativa da DQO teórica

A DQO teórica pode ser calculada a partir da composição elementar da amostra. A norma ISO 10707 (1994) propõe a Equação 4 para o cálculo da DQO teórica, considerando que a fórmula molecular genérica da amostra é $C_cH_hCl_{Cl}N_nNa_{na}O_oP_pS_s$.

$$DQO\ teórica\ (g\ O_2\ g^{-1}\ amostra) = \frac{16\ [2c + 0{,}5(h - cl - 3n) + 3s + 2{,}5p + 0{,}5na - o]}{massa\ molecular\ relativa\ da\ amostra\ (g)} \quad (4)$$

Onde:

- c é o número de átomos de carbono presente na amostra;
- h é o número de átomos de hidrogênio presente na amostra;
- cl é o número de átomos de cloro presente na amostra;
- n é o número de átomos de nitrogênio presente na amostra;
- s é o número de átomos de enxofre presente na amostra;

- p é o número de átomos de fósforo presente na amostra;
- na é o número de átomos de sódio presente na amostra;
- o é o número de átomos de oxigênio presente na amostra.

A DQO teórica da farinha de grão de bico foi calculada a partir da sua composição elementar, obtida em analisador elementar LECO CHNS-932, seguindo-se os procedimentos do fabricante: combustão à 1000ºC de 0,5 a 1,5 mg de amostra (previamente seca em estufa à 105ºC por 4 h). Já a DQO teórica da celulose foi calculada a partir da fórmula molecular teórica desse substrato: $C_6H_{10}O_5$.

4.2 Potencial Bioquímico de Metano (PBM): uso da DQO experimental (método de Raposo et al. (2008)) para a predição da produção de metano

4.2.1 Substratos

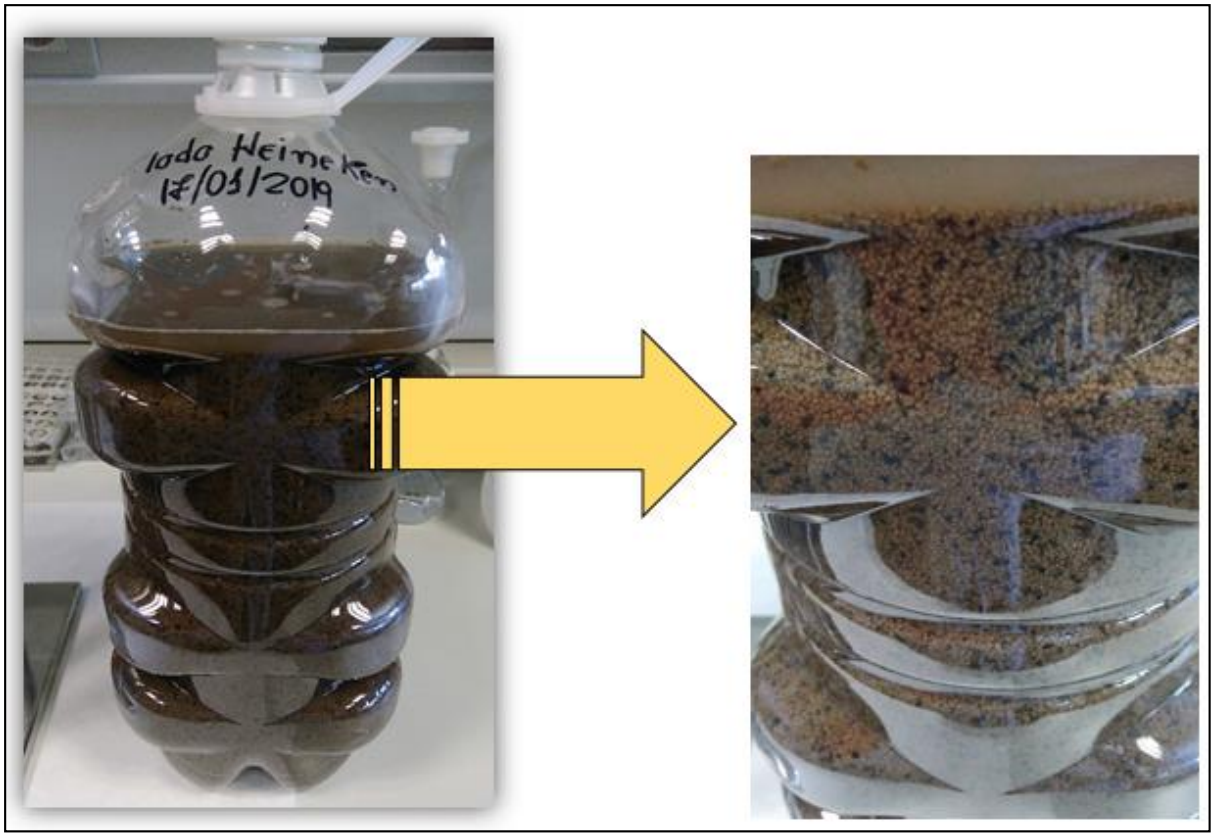
Os substratos utilizados no teste de PBM foram os mesmos descritos no item 4.1: farinha de grão de bico industrializada e celulose comercial Avicel PH-101-Fluka (tamanho da partícula de aproximadamente 50 μm). A caracterização dos substratos quanto aos sólidos (totais, voláteis e fixos) e à DQO foi a mesma relatada no item 4.1.

4.2.2 Inóculo

Como fonte de inóculo, utilizou-se um lodo coletado no mês anterior aos experimentos, proveniente do tratamento anaeróbio de águas residuárias da indústria cevejeira Heineken Espanha, S.A, localizada no município de Sevilha. Foram coletados 25 L de lodo, o qual permaneceu em repouso por 24 h a fim de se obter um inóculo mais concentrado. Após 24 h, o líquido sobrenadante foi removido com o auxílio de uma mangueira acoplada a uma seringa de 100 mL. Gás nitrogênio (100%) foi fluxionado no headspace do recipiente de armazenamento do lodo por 30 segundos.

No dia anterior ao experimento, o lodo do recipiente de armazenamento foi homogeneizado e 5 L foram transferidos para um recipiente menor para facilitar o manuseio (Figura 2-1).

Figura 2-1 Aspecto granular do lodo anaeróbio utilizado no teste de potencial bioquímico de metano



Fonte: Autoria própria.

O inóculo do recipiente de 5 L foi caracterizado quanto ao pH, à alcalinidade e aos sólidos (totais, voláteis e fixos) (Tabela 2-2). Os procedimentos analíticos são descritos nos tópicos de 1 a 4.

Tabela 2-2 Caracterização do inóculo: valores médios acompanhados dos respectivos desvios padrões

pH	7,98
Alcalinidade (mg $CaCO_3$/L)	3862 ± 23,00
Sólidos totais (g/L)	61 ± 1,00
Sólidos voláteis (g/L)	47 ± 1,00
Sólidos fixos (g/L)	14 ± 0,13

Fonte: Autoria própria.

1) O conteúdo do recipiente de 5 L foi agitado e 300 mL de lodo foram transferidos para um béquer de 400 mL, o qual foi colocado sob um agitador magnético a fim de manter a amostra homogeneizada para as análises.

2) pH - Mantendo o conteúdo do béquer sob agitação, inseriu-se o pHgametro *Sension+ MM150 Portable Multi-Parameter Meter* para a medição direta do pH.

3) Alcalinidade - Com o auxílio de uma micropipeta de 10 mL com a ponta da ponteira cortada, 1 mL do lodo (sob agitação) foi transferido para um béquer de 50 mL (o corte da ponta da ponteira foi necessário devido ao entupimento causado pelos grânulos do lodo). Em seguida, adicionou-se 40 mL de água destilada. Sob agitação constante, a alcalinidade foi determinada por titulação automática com o equipamento *pH Burette 24 Crison*, utilizando ácido sulfúrico 0,02 N. Foi realizada duplicata e a Equação 5 foi utilizada no cálculo da alcalinidade.

$$Alcalinidade\ \left(\frac{mgCaCO3}{L}\right) = \frac{V*N*50000}{Vamostra} \quad (5)$$

Onde:

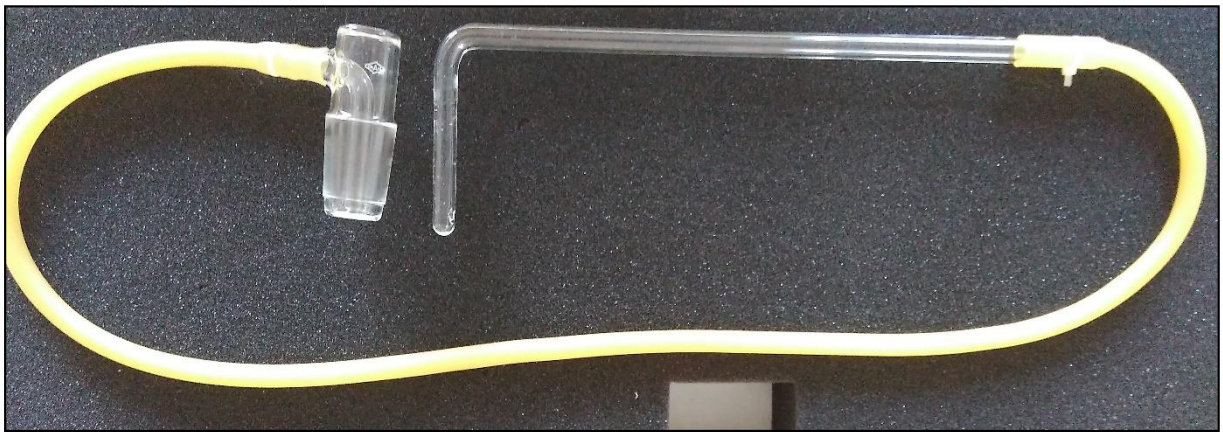
- V é o volume (mL) da solução titulante gasta na titulação da amostra;
- N é a concentração (N) da solução titulante;
- $V_{amostra}$ é o volume (mL) de amostra utilizado.

4) Sólidos totais, voláteis e fixos - Seguiu-se o método 2540 G de APHA–AWWA–WPCF (2012), com as seguintes modificações: com o auxílio de uma micropipeta de 10 mL com a ponta da ponteira cortada, 10 mL do lodo (sob agitação) foram transferidos para uma proveta de 10 mL (o corte da ponta da ponteira foi necessário devido ao entupimento causado pelos grânulos do lodo. Por esse motivo, nem sempre o volume pipetado corresponde ao volume desejado, justificando o uso da proveta de 10 mL para confirmação). O conteúdo da proveta foi transferido para um cadinho previamente preparado conforme descrito no método 2540 de APHA–AWWA–WPCF (2012). Triplicata foi realizada. Para a determinação dos sólidos totais, os cadinhos foram colocados em estufa à 105 ºC até atingir peso constante (24 h). Posteriormente, foram levados à mufla, à 550ºC por 2h30min para a determinação dos sólidos voláteis e fixos.

4.2.3 Aparato experimental

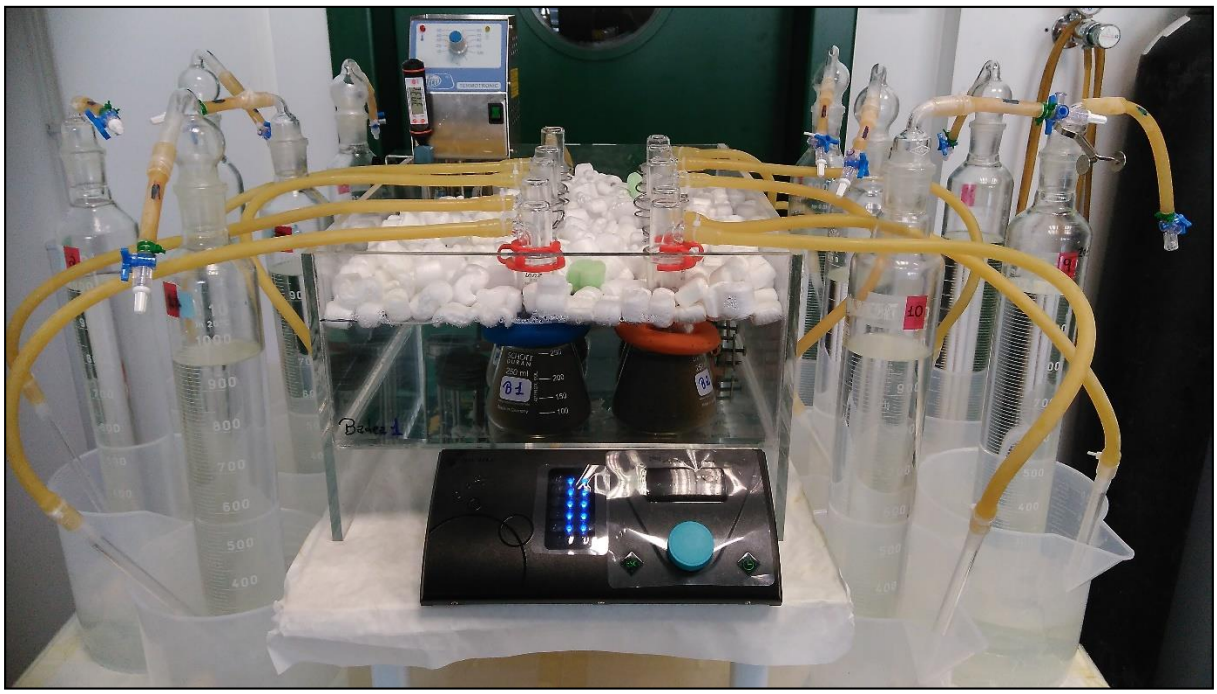
Como reator, utilizou-se erlemeyer com boca esmerilhada de 300 mL. A vedação foi realizada com uma tampa de vidro esmerilhada e vaselina sólida. Para transportar o biogás produzido até o eudiômetro graduado de 1 L, a tampa de vidro esmerilhada foi conectada por uma mangueira de látex a um tubo de vidro em “L” com orifício (Figura 2-2). Na Figura 2-3 é apresentado o aparato experimental completo.

Figura 2-2 Detalhe do sistema de vedação do reator e de condução do biogás gerado.



Fonte: Autoria própria.

Figura 2-3 Aparato experimental completo do experimento de potencial bioquímico de metano



Fonte: Autoria própria.

4.2.4 Quantidades dos componentes do meio de digestão

1) Inóculo: com base no volume total do reator (300 mL), definiu-se que o volume de trabalho seria de 250 mL e o volume de lodo de 80 mL.

2) Solução tampão ($NaHCO_3$ 50 g/L): de acordo com a literatura, a alcalinidade de um meio anaeróbio deve estar entre 3000 e 5000 mg $CaCO_3$/L, a fim de garantir o tamponamento do sistema (SOUZA, 1984; HOLLIGER et al., 2016). Decidiu-se, portanto, que o meio reacional teria 5000 mg $CaCO_3$/L. A alcalinidade do inóculo já é conhecida (3862 mg $CaCO_3$/L). Assim,

a partir do volume de inóculo a ser utilizado (80 mL), pode-se calcular qual volume de solução tampão ($NaHCO_3$ 50 g/L) é necessária para garantir o tamponamento do sistema à 5000 mg $CaCO_3$/L. Para isso, foi utilizada a Equação 6.

$$V1 * C1 + \boldsymbol{V2} * C2 = V3 * C3 \quad (6)$$

Onde:

- V1 é o volume (L) de inóculo;
- C1 é a alcalinidade (mg CaCO3/L) do inóculo;
- **V2 é o volume (L) da solução tampão a ser adicionado;**
- C2 é a alcalinidade (mg CaCO3/L) da solução tampão;
- V3 é o volume (L) de trabalho do reator;
- C3 é a alcalinidade (mg CaCO3/L) desejada no meio reacional.

Para as condições mencionadas, o volume de solução tampão ($NaHCO_3$ 50 g/L) a ser adicionado ao meio foi de 0,02 L ou 20 mL.

3) Solução de nutrientes e micronutrientes: baseando-se nas recomendações de Angelidaki et al. (2009) com modificações, os nutrientes e micronutrientes bem como as respectivas concentrações presentes no meio reacional são apresentados na Tabela 2-3.

Tabela 2-3 Componentes da solução de nutrientes e micronutrientes e as respectivas concentrações para o teste de potencial bioquímico de metano

Componente da solução de nutrientes e micronutrientes	Concentração
NH_4Cl	0,28 g/L
K_2HPO_4	0,26 g/L
$MgSO_4.7H_2O$	0,20 g/L
$CaCl_2.2H_2O$	0,10 g/L
Extrato de levedura	0,1 g/L
Solução de micronutrientes*	1 mL/L

Fonte: Autoria própria. *ver Tabela 2-4 para a identificação dos componentes e respectivas concentrações na solução de micronutrientes.

Tabela 2-4 Componentes da solução de micronutrientes e as respectivas concentrações para o teste de potencial bioquímico de metano

Componentes da solução de micronutrientes	Concentração
$FeCl_2.4H_2O$	2000 mg/L
$CoCl_2.6H_2O$	2000 mg/L
$MnCl_2$	318 mg/L
$CuCl_2$	24 mg/L
$ZnCl_2$	50 mg/L
H_3BO_3	50 mg/L
$(NH_4)_6Mo_7O_{24}.4H_2O$	90 mg/L
Na_2SeO_3	68 mg/L
$NiCl_2.6H_2O$	50 mg/L
EDTA	1000 mg/L
HCl 36%	1 mL/L
resarsurina	500 mg/L

Fonte: Autoria própria.

Foi preparado 1 L de solução de nutrientes e micronutrientes com as concentrações apresentadas na Tabela 2-5, a fim de, em um reator com volume de trabalho de 250 mL, se obter as concentrações dos componentes apresentadas na Tabela 2-3. Para isso, o reator recebeu 50 mL da solução apresentada na Tabela 2-5.

Tabela 2-5 Solução de nutrientes e micronutrientes preparada para o teste de potencial bioquímico de metano

Componente da solução de nutrientes e micronutrientes	Concentração
NH_4Cl	1,4 g/L
K_2HPO_4	1,3 g/L
$MgSO_4.7H_2O$	1,0 g/L
$CaCl_2.2H_2O$	0,5 g/L
Extrato de levedura	0,5 g/L
Solução de micronutrientes*	5 mL/L

Fonte: Autoria própria.*ver Tabela 2-4 para a identificação dos componentes e respectivas concentrações na solução de micronutrientes.

<u>4) Relação inóculo/substrato (RIS):</u> foi adotada uma RIS igual a 2, ou seja, duas partes de inóculo para uma parte de substrato. A base de cálculo foram os sólidos voláteis em base úmida.

<u>5) Substratos:</u> para calcular a quantidade de substrato a ser adicionada ao meio de reação, deve-se considerar a relação inóculo/substrato adotada (RIS = 2). Em 80 mL de inóculo tem-se 3,76 g de sólidos voláteis, ou seja, a massa de substrato a ser adicionada deve conter 1,88 g de sólidos

voláteis. Portanto, a massa de cada um dos substratos em base úmida foi de 2,14 g para a farinha de grão de bico e 1,98 g para a celulose.

6) Água destilada: foram adicionados 100 mL de água destilada ao meio de reação a fim de completar o volume de trabalho do reator (80 mL de inóculo + 20 mL de solução tampão de $NaHCO_3$ + 50 mL de solução de nutrientes e micronutrientes + 100 mL de água destilada = 250 mL de volume de trabalho).

4.2.5 Condições experimentais

1) Desgaseificação do inóculo: 10 erlenmeyers de 300 mL foram preenchidos com 80 mL de inóculo, 20 mL de solução tampão de $NaHCO_3$, 50 mL de solução de nutrientes e micronutrientes e 100 mL de água destilada. O headspace foi fluxionado com gás nitrogênio (100%) durante 15 segundos e o reator vedado imediatamente. A fim de esgotar o material orgânico biodegradável que porventura o inóculo pudesse conter, o sistema foi colocado em operação (agitação de 200 rpm e temperatura de 37 ºC constantes) durante 5 dias antes da adição dos substratos.

2) Desenho experimental em função dos substratos: foram operados 5 reatores com farinha de grão de bico, 2 reatores com celulose (controle) e 3 reatores sem substrato (branco). Transcorridos os 5 dias de desgaseificação do inóculo, os substratos foram adicionados aos reatores e, antes da vedação, o headspace foi novamente fluxionado com gás nitrogênio (100%) durante 15 segundos, inclusive dos brancos.

3) Temperatura: os reatores foram submergidos em uma cuba com água à temperatura de 37 ºC, a qual foi mantida constante por um termostato.

4) Agitação: foi mantida constante à 200 rpm por um agitador magnético.

5) Tempo de operação: os reatores foram operados por 20 dias, tempo no qual o volume de metano gerado por dia correspondia à 1% do volume total acumulado.

6) Sistema de medição de metano: a produção de metano foi medida utilizando-se eudiômetro de 1 L submergido em solução de NaOH 2N. O biogás produzido no reator se desloca até o eudiômetro por meio da mangueira de látex conectada ao tubo de vidro em “L”. O gás carbônico presente no biogás reage com o NaOH em solução, permitindo que o metano do biogás seja medido a partir do volume deslocado no eudiômetro.

4.2.6 Correção do volume de metano experimental

O volume de metano acumulado dos substratos foi corrigido de acordo com as condições normais de temperatura e pressão (CNTP), utilizando-se um fator de correção. Esse fator de correção também considera a pressão devida ao vapor de água (Equação 7), o qual gera valores sobrestimados de 2 a 8% no volume de biogás nas CNTP (STRÖMBERG; NISTOR; LIU, 2014).

$$VCH4\ \left(\frac{NmLCH4}{g\ SV}\right) = (VCH4sub - VCH4bra) * F \quad (7)$$

Onde:

- V_{CH4} é o volume de metano (NmL CH_4/g SV) corrigido nas CNTP;
- V_{CH4sub} é o volume acumulado de metano (mL) do substrato;
- V_{CH4bra} é o volume médio acumulado de metano (mL) dos brancos;
- F é o fator de correção, calculado de acordo com a Equação 8.

$$F = \left[\frac{273{,}15\ K}{273{,}15\ K + TCH4}\right] * \left[\frac{Pcid - Pva}{760\ mmHg}\right] \quad (8)$$

Onde:

- F é o fator de correção;
- T_{CH4} é a temperatura (ºC) do local (laboratório, estufa, etc.) onde se encontra o eudiômetro;
- P_{cid} é a pressão (mmHg) da cidade/local no qual o experimento foi realizado;
- P_{va} é a pressão (mmHg) de vapor de água correspondente à temperatura de incubação dos reatores.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Recuperação do método

A fim de demonstrar a eficiência da determinação da DQO de amostras sólidas utilizando o método de DQO modificado e adaptado por Raposo et al. (2008), duas amostras sólidas foram escolhidas para comparar os valores obtidos experimentalmente com valores teóricos: farinha de grão de bico, representando uma amostra complexa, e celulose, representando uma amostra pura, a qual pode ser considerada um controle.

Para a determinação da DQO experimental, testou-se duas quantidades diferentes dos substratos. Para isso, dois blocos de análises foram realizados: no primeiro bloco foi testada uma massa de amostra menor do que no segundo bloco (Tabelas 2-6 e 2-7).

Nota-se que o desvio padrão entre a triplicata de ambos os substratos foi menor quando utilizou-se uma maior quantidade de amostra (em torno de 129 mg de farinha de grão de bico e 149 mg de celulose). A farinha de grão de bico, por ser um substrato complexo, apresenta DQO maior do que a da celulose e, portanto, requer menor quantidade de amostra.

Tabela 2-6 Valores experimentais de DQO dos substratos utilizados (1ª análise)

Média (duplicata) do volume gasto na titulação do branco: 48,4 mL					
Normalidade calculada para o SAF: 0,5051 N					
Substrato	**Amostra no tubo (g)**	**Sólidos voláteis (%)**	**Sólidos voláteis no tubo (g)**	**Volume gasto na titulação (mL)**	**DQO (mg O_2/g SV)**
Farinha de grão de bico	0,0947	88	0,0832	22,5	1257
	0,0946		0,0825	20,9	1346
	0,0960		0,0792	21,0	1398
				***Média* (mg O_2/g SV)**	1334
				***Desvio padrão* (mg O_2/g SV)**	71,20
Substrato	**Amostra no tubo (g)**	**Sólidos voláteis (%)**	**Sólidos voláteis no tubo (g)**	**Volume gasto na titulação (mL)**	**DQO (mg O_2/g SV)**
Celulose	0,1189	95	0,1130	13,7	1241
	0,1261		0,1198	13,0	1194
	0,1214		0,1153	13,8	1212
				***Média* (mg O_2/g SV)**	1216
				***Desvio padrão* (mg O_2/g SV)**	23,84

Fonte: Autoria própria.

Tabela 2-7 Valores experimentais de DQO dos substratos utilizados (2ª análise)

Média (duplicata) do volume gasto na titulação do branco: 48,7 mL					
Normalidade calculada para o SAF: 0,4963 N					
Substrato	**Amostra no tubo (g)**	**Sólidos voláteis (%)**	**Sólidos voláteis no tubo (g)**	**Volume gasto na titulação (mL)**	**DQO (mg O_2/g SV)**
Farinha de grão de bico	0,1289	88	0,1134	10,4	1341
	0,1293		0,1138	10,4	1336
	0,1288		0,1133	10	1356
				***Média* (mg O_2/g SV)**	1344
				***Desvio padrão* (mg O_2/g SV)**	10,10
Substrato	**Amostra no tubo (g)**	**Sólidos voláteis (%)**	**Sólidos voláteis no tubo (g)**	**Volume gasto na titulação (mL)**	**DQO (mg O_2/g SV)**
Celulose	0,1477	95	0,1403	7,2	1174
	0,1490		0,1415	6,8	1175
	0,1501		0,1426	6,1	1186
				***Média* (mg O_2/g SV)**	1179
				***Desvio padrão* (mg O_2/g SV)**	6,58

Fonte: Autoria própria.

Na Tabela 2-8 são apresentados os valores da DQO teórica dos substratos e a recuperação obtida na 1ª e 2ª análises, utilizando o método de DQO de Raposo et al. (2008). A DQO teórica da farinha de grão de bico foi obtida a partir da composição elementar experimental, enquanto que a DQO teótica da celulose foi obtida a partir da composição elementar teórica.

Tabela 2-8 Valores teóricos de DQO dos substratos utilizados e recuperação obtida com o método modificado e otimizado por Raposo et al. (2008)

Substrato	**Fórmula molecular**	**DQO teórica (mg O_2/g SV)** ISO 10707 (1994)	**DQO experimental (mg O_2/g SV)** Raposo et al. (2008)	**Recuperação (%)**
Farinha (1ª análise)	$C_{378}H_{673}N_{30}S_1O_{252}$	1314	1334	101
Farinha (2ª análise)			1344	102
Celulose (1ª análise)	$C_6H_{10}O_5$	1184	1216	103
Celulose (2ª análise)			1179	100

Fonte: Autoria própria.

A recuperação do método pode ser obtida comparando-se a DQO experimental com a DQO teórica (Equação 9). Assim, a recuperação expressa o quanto de matéria orgânica o método de Raposo et al. (2008) foi capaz de recuperar em relação à quantidade teórica (ou real) de matéria orgânica presente na amostra.

$$\text{Recuperação (\%)} = \left(\frac{DQO_{experimental}}{DQO_{teórica}}\right) * 100 \tag{9}$$

Para os dois substratos testados, o método de Raposo et al. (2008) mostrou-se adequado para recuperar a matéria orgânica presente nas amostras, já que as recuperações, tanto da 1ª quanto da 2ª análises variaram de 100 a 103%.

5.2 Estimativa do tempo necessário à execução do método

Na seção 4 (Materiais e métodos) foi apresentada uma estimativa do tempo necessário para executar as três etapas principais do método de DQO modificado e otimizado por Raposo et al. (2008):

1) aproximadamente 7h30min para a etapa de preparo dos reagentes;

2) aproximadamente 1h para a etapa de padronização do agente titulante SAF;

3) aproximadamente 3h30min para a etapa de preparo, digestão e titulação de uma amostra (triplicata) e do branco (duplicata).

Considerando que algumas etapas podem ser realizadas concomitantemente (como o preparo de uma solução enquanto outra solução se resfria até a temperatura ambiente), o tempo total estimado para a análise de uma amostra pelo método de DQO de Raposo et al. (2008) é em torno de 10h, das quais 7h são destinadas ao preparo de soluções reagentes e 3h são empregadas na análise da amostra propriamente dita.

Pode-se dizer que a execução do método em si não é demorada. As etapas que demandam tempo estão relacionadas a um “tempo de espera”: secagem do dicromato de potássio a 105 ºC e posterior resfriamento (2h30min), digestão da amostra e do branco a 150ºC (2 h) e resfriamento das soluções no geral (4h30min). Portanto, 90% das 10 h totais estimadas para a realização do método são de “espera” e não de “real execução”.

5.3 Estimativa dos custos

Foi realizada uma cotação dos materiais permanentes e de consumo necessários à execução do método de DQO modificado e otimizado por Raposo et al. (2008). No Apêndice 2B, são detalhados os fornecedores, as especificações e os custos (em real e em euro – ano de 2019) para cada material.

A aquisição dos materiais permanentes (para doze provas) custa em torno de 16.470 reais (ou 10.108 euros) (Apêndice 2B). O material mais caro na moeda real é o bloco de digestão a 150ºC, enquanto que na moeda euro, é o "dispenser" de líquidos. Portanto, a depender da localidade, o custo dos materiais será variável.

Em relação aos materiais de consumo, o custo estimado por amostra é de aproximadamente 7 reais (ou 5 euros). Para esse cálculo, considerou-se a utilização completa do bloco digestor - 12 provas (10 provas de amostra e 2 provas de branco) - e uma duplicata da padronização do SAF (Tabelas 2-9, 2-10 e 2-11).

A solução de ácido sulfúrico com sulfato de prata é o item mais caro dentre as soluções reagentes, representando 44% do custo total por amostra, tanto em real quanto em euro.

Tabela 2-9 Estimativa de custo (em real e em euro) para a determinação da DQO de 10 provas de amostra pelo método modificado e otimizado por Raposo et al. (2008)

Solução reagente	Quantidade para 1 prova	Quantidade para 10 provas	Custo R$ (10 provas)	Custo € (10 provas)
Solução de dicromato de potássio 1,2 M	20 mL	200 mL	21,75	12,60
Solução de ácido sulfúrico com sulfato de prata	30 mL	300 mL	31,67	23,85
Solução indicadora de ferroína	0,15 mL (3 gotas)	1,5 mL	0,14	0,23
Solução de sulfato amônico ferroso (SAF) 0,5 N	25 mL*	250 mL	2,62	5,48
		TOTAL	**56,19**	**42,16**

Fonte: Autoria própria. *volume hipotético para realizar a estimativa. Esse volume é variável a depender a amostra.

Tabela 2-10 Estimativa de custo (em real e em euro) para a determinação da DQO do branco (duplicata) pelo método modificado e otimizado por Raposo et al. (2008)

Solução reagente	Quantidade para 1 prova	Quantidade para 2 provas	Custo R$ (2 provas)	Custo € (2 provas)
Solução de dicromato de potássio 1,2 M	20 mL	40 mL	4,35	2,52
Solução de ácido sulfúrico com sulfato de prata	30 mL	60 mL	6,33	4,77
Solução indicadora de ferroína	0,15 mL (3 gotas)	0,30 mL	0,03	0,05
Solução de sulfato amônico ferroso (SAF) 0,5 N	50 mL*	100 mL	1,05	2,19
		TOTAL	**11,76**	**9,53**

Fonte: Autoria própria.*volume aproximado.

Tabela 2-11 Estimativa de custo (em real e em euro) para a padronização do agente titulante (duplicata) utilizado no método de DQO modificado e otimizado por Raposo et al. (2008)

Solução reagente	Quantidade para 1 prova	Quantidade para 2 provas	Custo R$ (2 provas)	Custo € (2 provas)
Solução de dicromato de potássio 1 N	10 mL	20 mL	0,30	0,36
Ácido sulfúrico concentrado	30 mL	60 mL	3,04	1,60
Solução indicadora de ferroína	0,15 mL (3 gotas)	0,30 mL	0,03	0,05
Solução de sulfato amônico ferroso (SAF) 0,5 N	20 mL*	40 mL	0,42	0,88
		TOTAL	**3,79**	**2,88**

Fonte: Autoria própria.*volume aproximado.

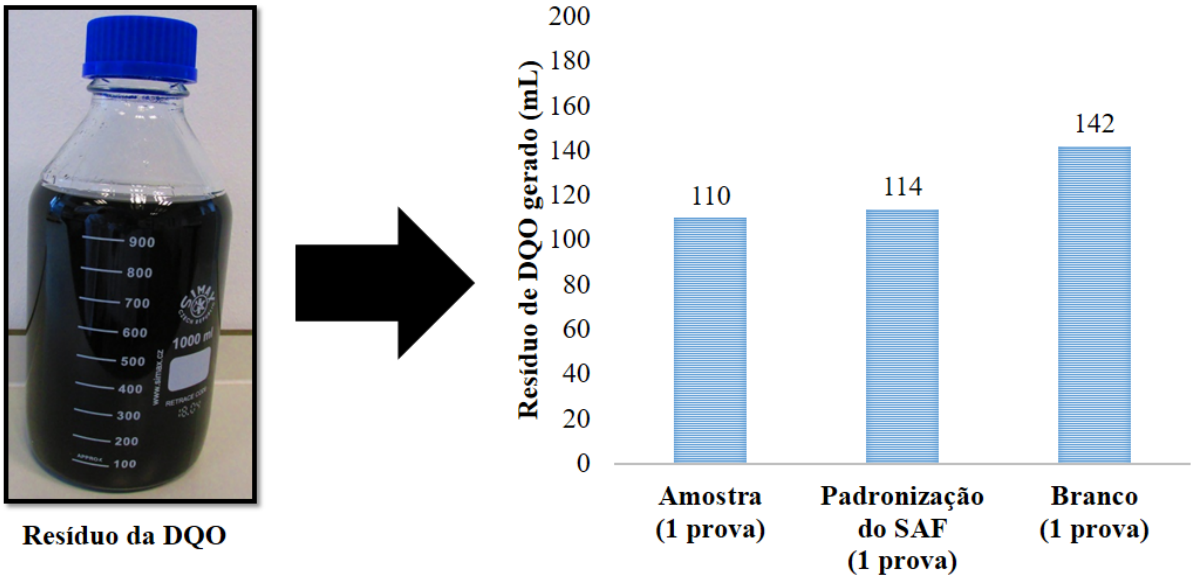
5.4 Quantificação dos resíduos perigosos gerados

Visualmente, é possível perceber pela Figura 2-4 que o resíduo gerado pela análise da DQO é líquido e apresenta coloração escura. É um resíduo perigoso, pois contém metais pesados (prata, cromo e mercúrico) em meio ácido-corrosivo (ácido sulfúrico).

Quanto à quantidade de resíduo gerada, foram estimados 110 mL, 114 mL e 142 mL para uma prova de amostra, de padronização do SAF e de branco, respectivamente (Figura 2-4).

Quando há mais de uma amostra, é viável analisá-las de uma única vez a fim de que as duplicatas do branco e da padronização do SAF sejam as mesmas, evitando-se a geração de mais resíduo. Ressalta-se que, a depender principalmente da amostra, ocorrerão variações nos volumes estimados. Tal estimativa teve o objetivo de proporcionar uma noção sobre a quantidade de resíduo gerado pelo método de Raposo et al. (2008).

Figura 2-4 Resíduo gerado na determinação da DQO pelo método de Raposo et al. (2008)



Fonte: Autoria própria.

Devido à periculosidade, é indispensável que o descarte do resíduo gerado na análise de DQO seja adequado. Além disso, nota-se uma preocupação por parte dos pesquisadores também quanto ao volume de resíduos perigosos gerados, já que nos últimos anos as propostas de modificação/otimização de métodos de DQO para amostras sólidas tem sido focadas em métodos micro (que demandam menor quantidade de reagentes do que os métodos macro) (NOGUEROL-ARIAS et al., 2012; HARNADEK; GUILFORD; EDWARDS, 2015; ANDRE; PAUSS; RIBEIRO, 2017; CAZAUDEHORE et al., 2019).

No campo da análise de água e águas residuárias, os resíduos gerados pela determinação da DQO têm motivado pesquisas em busca da recuperação e reciclagem dos metais pesados em solução (DALLAGO et al., 2008; SARAN et al., 2015); da modificação do método padrão (com dicromato de potássio) pelo uso de agentes oxidantes não poluentes (peróxido de hidrogênio na presença de luz UV) (CARBAJAL-PALACIOS et al., 2017); e até na proposta de novos métodos e tecnologias, como a degradação fotoeletroquímica e monitoramento on-line (ZHANG; JIANG; ZHAO, 2006) ou do uso de eletrodo de cobre como sensor eletrocatalítico (SILVA et al., 2009).

Geerdink; Hurk; Epema (2017) realizaram uma revisão histórica do método da DQO, abordando os desafios futuros da técnica, já que há uma demanda por métodos que sejam confiáveis e ambientalmente amigáveis. Li et al. (2018) apresentam e comparam o desempenho

das novas abordagens analíticas de DQO que surgiram a fim de superar a questão dos resíduos perigosos gerados.

5.5 Predição da produção de metano na digestão anaeróbia de resíduos sólidos orgânicos

A digestão anaeróbia é utilizada e estudada como forma de destinação e aproveitamento energético de resíduos sólidos orgânicos biodegradáveis (RSOb). A concepção do reator anaeróbio em grande escala, bem como o plano de gerenciamento do processo devem estar embasados em estudos prévios sobre o potencial de geração de metano desses resíduos (ANGELIDAKI et al., 2009).

A medição da produção de metano e da biodegradabilidade de um resíduo pode ser realizada utilizando-se o teste de potencial bioquímico de metano (PBM) (OWEN et al., 1979). Os ensaios de PBM são em batelada e em escala de bancada, permitindo a medição da quantidade máxima de biogás ou de metano produzidos por grama de sólidos voláteis (SV) presentes no resíduo (ESPOSITO et al., 2012).

Uma inconveniência do teste de PBM é a longa duração dos ensaios, variando de 20 a mais de 100 dias, a depender da cinética de biodegradação do resíduo (LESTEUR et al., 2010; RAPOSO et al., 2012). Por esse motivo, prever o rendimento de metano (volume de metano produzido a partir da fração biodegradável do substrato) antes de realizar os ensaios de PBM é de grande utilidade (RAPOSO et al., 2011).

O rendimento de metano de um resíduo pode ser previsto a partir do rendimento teórico, o qual é calculado por uma das seguintes maneiras (RAPOSO et al., 2011):

I. Obtenção da composição atômica do resíduo por meio de uma análise experimental elementar;
II. Obtenção da composição das frações lipídeos, proteínas e carboidratos do resíduo por meio de medições analíticas da matéria orgânica;
III. Cálculo da DQO teórica do resíduo a partir da composição atômica do resíduo;
IV. Determinação da DQO experimental do resíduo por medição direta.

Dentre as quatro maneiras apresentadas, a determinação da DQO experimental por medição direta (IV) pode ser uma alternativa mais econômica quando comparada com as alternativas I e III, e mais rápida quando comparada com a alternativa II.

Teoricamente, cada 1 g de DQO gera 350 mL de metano nas condições normais de temperatura e pressão (CNTP) (RAPOSO et al., 2011). A partir dessa relação, pode-se calcular o rendimento teórico de metano (RT_{CH4}) de um resíduo.

No presente estudo, os valores da DQO experimental dos substratos utilizados no teste

de PBM foram apresentados nas Tabelas 2-6 e 2-7, determinados pelo método de DQO modificado e otimizado por Raposo et al. (2008). Para o cálculo do rendimento teórico de metano foram utilizados os valores obtidos na 2ª análise (Tabela 2-7), os quais apresentaram menor desvio padrão em comparação aos da 1ª análise.

Na Tabela 2-12 são apresentados os valores de DQO experimental arredondados, de DQO presente no reator (calculada) e do rendimento teórico de metano calculado nas CNTP (0 ºC e 1 atm).

Tabela 2-12 Rendimento teórico de metano calculado a partir da demanda química de oxigênio experimental dos substratos

Substrato	**DQO experimental ($g\ O_2/g\ SV$)**	**DQO calculada presente no reator ($g\ O_2/1{,}88\ g\ SV$)**	**Rendimento teórico de metano (RT_{CH4}) ($NmL\ CH_4/g\ SV$)**
Farinha de grão de bico	1,3	2,4	460
Celulose	1,2	2,3	414

Fonte: Autoria própria.

Fisgativa et al. (2017) encontraram alta correlação (com nível de confiança superior a 99%) entre a DQO total e o potencial de biodegradação anaeróbia de restos de alimentos, indicando que a DQO total é uma medida analítica confiável para prever a biodegradação desse tipo de resíduo. Contudo, a realização de ensaios de PBM são necessários a fim de verificar com precisão o rendimento real de metano (Raposo et al., 2011).

Na Tabela 2-13 são apresentados os volumes acumulados de metano dos brancos e dos substratos obtidos no ensaio de PBM, bem como o rendimento experimental de metano (RE_{CH4}) e a relação entre RE_{CH4} e RT_{CH4}.

As médias da relação RE_{CH4}/RT_{CH4} foram de 85% ± 1,7 para a farinha de grão de bico e de 89% ± 5,6 para a celulose. Deve-se considerar que essa relação nunca será de 100%, pois a determinação do rendimento teórico de metano não é capaz de valorar o quanto de matéria orgânica biodegradável do substrato foi destinada para o crescimento e manutenção dos micro-organismos (estima-se que seja em torno de 10%), tampouco considera o efeito de substâncias/condições inibidoras (WEINRICH et al., 2018).

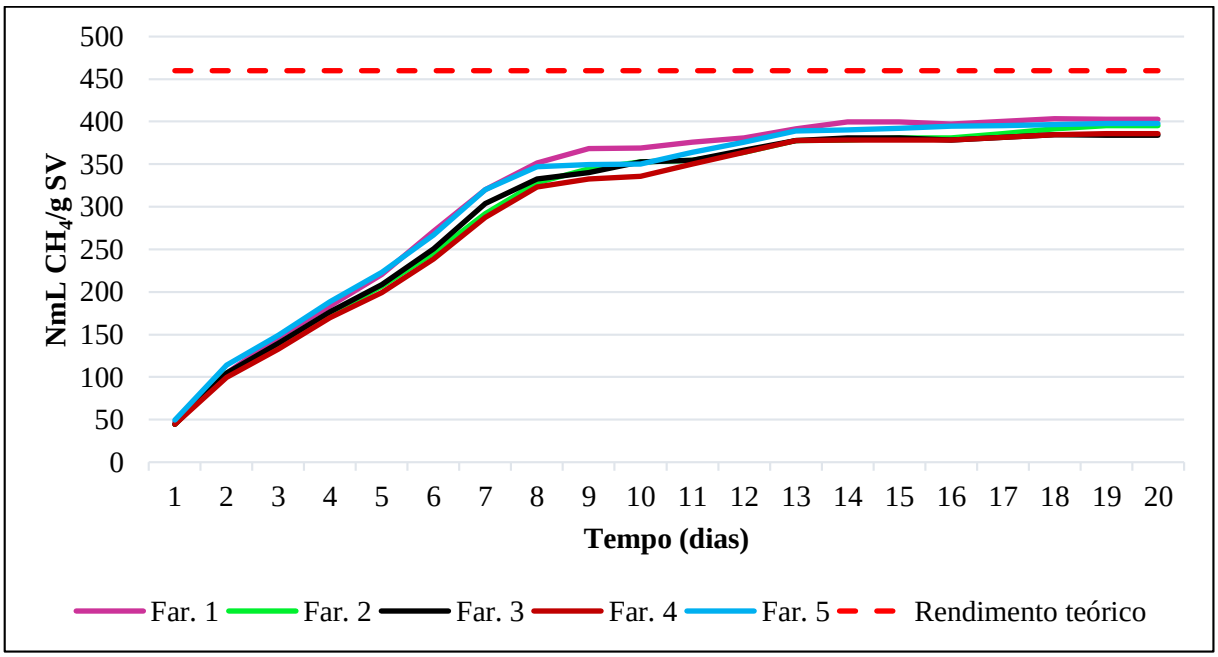
Tabela 2-13 Rendimento experimental de metano dos substratos e relação entre os rendimentos experimental e teórico

Volume de CH_4 acumulado (mL)			**Rendimento experimental de metano (RE_{CH4}) (NmL CH_4/g SV)**	**RE_{CH4}/RT_{CH4} (%)**
Branco (média triplicata ± desvio padrão)	***Substrato***		*Fator de correção:0,8853 (a 26 ºC)*	
185 ± 5	*Farinha de grão de bico*	1040	403	88
		1025	396	86
		1000	384	83
		1005	386	84
		1030	398	87
	Celulose	1000	384	93
		930	351	85

Fonte: Autoria própria.

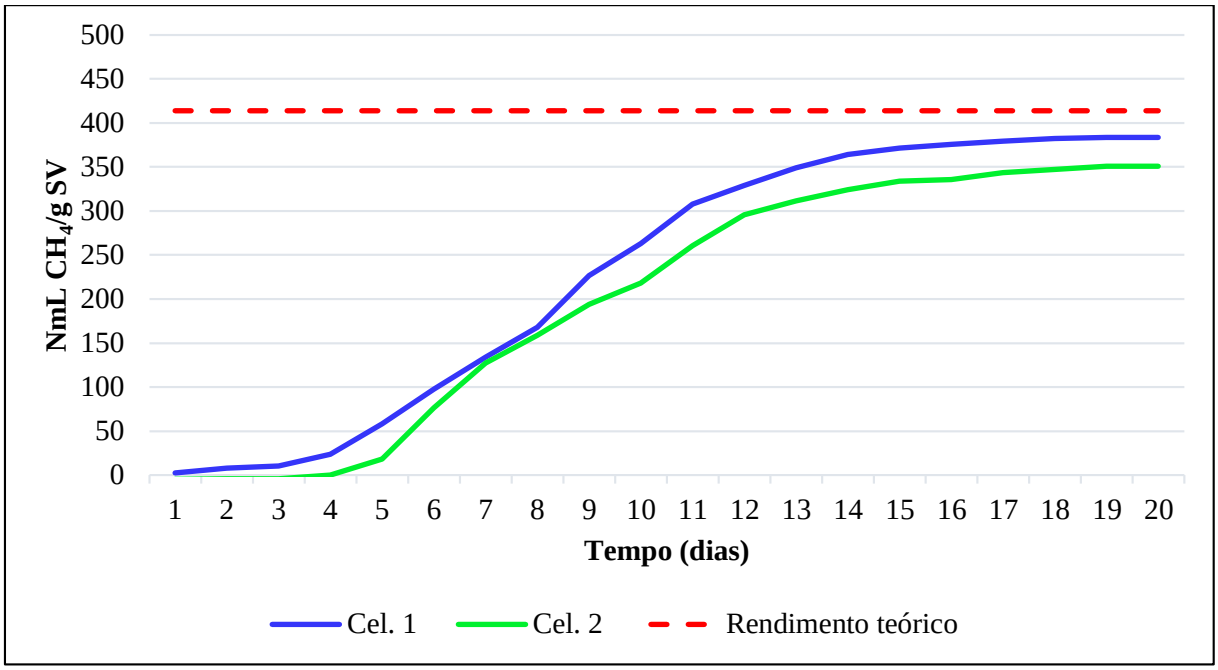
Nas Figuras 2-5 e 2-6 são apresentadas as curvas de rendimento de metano obtidas experimentalmente para os dois substratos, bem como as respectivas retas de rendimento teórico. O rendimento experimental médio de metano para a farinha de grão de bico foi de 393 ± 8 NmL CH_4/g SV e para a celulose foi de 367 ± 23,3 NmL CH_4/g SV.

Figura 2-5 Farinha de grão de bico: rendimentos experimentais (5 réplicas) e teórico de metano



Fonte: Autoria própria.

Figura 2-6 Celulose: rendimentos experimentais (2 réplicas) e teórico de metano



Fonte: Autoria própria.

No teste de PBM, a celulose é utilizada como controle por apresentar uma curva de rendimento de metano padronizada e reconhecida, permitindo, dessa forma, verificar o desempenho do inóculo selecionado. Raposo et al. (2012) compilaram e resumiram estudos de PBM, concluindo que, apesar da celulose ser um substrato controle, são poucos os estudos que a utilizam, considerando a grande quantidade de artigos científicos sobre PBM.

Holliger et al. (2016) propõe alguns requisitos para validar o teste de PBM, dentre eles, está o rendimento experimental de metano do substrato controle, o qual deve representar de 85% a 100% do rendimento teórico. No caso, para a celulose, o rendimento experimental deve estar entre 352 NmL CH_4/gSV e 414 NmL CH_4/gSV. Portanto, os ensaios de PBM realizados no presente estudo são considerados válidos, já que a duplicata com celulose apresentou um rendimento experimental médio de 367 NmL CH_4/g SV ou 89% em relação ao teórico.

Além de auxiliar na tomada de decisão quanto ao projeto do reator em grande escala e quanto ao gerenciamento da digestão anaeróbia, prever o rendimento teórico de metano de um substrato também é importante para validar um ensaio de PBM.

Caso a DQO experimental seja utilizada para determinar o rendimento teórico, é necessário verificar a adequação do método à amostra. Raposo et al. (2009) realizaram um teste interlaboratório, enviando quatro amostras (duas sólidas e duas líquidas com elevado conteúdo de sólidos) à 26 laboratórios de diferentes países, a fim de que determinassem a DQO de tais amostras empregando o método de rotina do laboratório. Em relação aos resultados, apenas

36% foram satisfatórios, 9% foram duvidosos e 55% inaceitáveis, ou seja, mais da metade das determinações (64%) estavam fora dos limite aceitáveis.

6 CONCLUSÕES

Não está disponível um método padrão para a determinação da DQO em amostras sólidas ou líquidas com elevado conteúdo de sólidos. Conforme verificado no Capítulo 1, são utilizados diferentes métodos, inclusive destinados à análise de amostras líquidas, os quais necessitam de adaptações e diluição da amostra sólida. Como consequência, torna-se arriscado comparar e confiar nos valores de DQO disponíveis na literatura, principalmente quando não são fornecidas informações suficientes para a reprodução do método utilizado. No Capítulo 2, como complemento ao Capítulo 1, foi analisado o método de DQO modificado e otimizado por Raposo et al. (2008) para amostras sólidas ou líquidas com elevado conteúdo de sólidos quanto à confiabilidade (recuperação e predição do rendimento teórico de metano de um teste de PBM), tempo de execução, custos e geração de resíduos perigosos.

O método de Raposo et al. (2008) mostrou-se confiável para a determinação da DQO das duas amostras sólidas testadas (farinha de grão de bico e celulose), pois a recuperação da matéria orgânica pelo método, quando comparada à DQO teórica, foi de 100% para ambas as amostras. A partir dos valores de DQO experimental, foi possível prever o rendimento teórico de metano de um ensaio PBM realizado para os mesmos substratos. Calcular o rendimento teórico de metano a partir da medição direta da DQO quando se tem um método adequado disponível pode ser uma alternativa vantajosa economicamente, quando comparada à opções que dependem da análise composicional elementar, e vantajosa quanto ao tempo dispendido, quando comparada com a opção que necessita da determinação de todas as frações da matéria orgânica (lipídeos, proteínas e carboidratos).

O tempo total (desde o preparo dos reagentes até a titulação da amostra) estimado para a análise de uma amostra pelo método de DQO de Raposo et al. (2008) é longo (10 horas) se considerada a necessidade de resultados cada vez mais imediatos, principalmente visando uso industrial. Contudo, 90% desse tempo é devido à um “tempo de espera” como secagem, digestão e resfriamento de reagentes/soluções e não à determinação da DQO propriamente dita.

Os custos referentes ao método são variáveis a depender da localidade, sendo que o custo estimado por amostra é de aproximadamente 7 reais (ou 5 euros). Quanto ao resíduo gerado, a prova do branco é a que gera a maior quantidade de resíduo (142 mL) quando comparada à prova da amostra e da padronização do SAF (aproximadamente 112 mL cada uma). Portanto, quando há mais de uma amostra, é viável analisá-las de uma única vez a fim de que as duplicatas do branco e da padronização do SAF sejam as mesmas, evitando-se a geração de mais resíduo, o qual é perigoso.

REFERÊNCIAS

ANDRE, L.; PAUSS, A.; RIBEIRO, T. A modified method for COD determination of solid waste , using a commercial COD kit and an adapted disposable weighing support. **Bioprocess Biosyst Eng**, v. 40, p. 473–478, 2017.

ANGELIDAKI, I. et al. Defining the biomethane potential (BMP) of solid organic wastes and energy crops: A proposed protocol for batch assays. **Water Science and Technology**, v. 59, n. 5, p. 927–934, 2009.

APHA, AWWA and WPCF. **Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater**. 22st Edition, American Public Health Association, American Water Works Association and Water Pollution Control Federation, Washington DC. 2012.

BOYLES, W. The Science of Chemical Oxygen Demand. In: **Technical Information Series, Booklet**. Hach Company, 1997. p. 23.

CARBAJAL-PALACIOS, P. et al. A Greener UV and Peroxide-Based Chemical Oxygen Demand Test. **Water, Air, and Soil Pollution**, v. 228, 2017.

CAZAUDEHORE, G. et al. Determination of chemical oxygen demand of agricultural wastes by combining acid hydrolysis and commercial COD kit analysis. **Journal of Environmental Management**, v. 250, n. August, p. 109464, 2019.

DALLAGO, R. M. et al. Extraction and recovery of silver and mercury from cod-test residues using physico-chemical methods. **Engenharia Sanitaria e Ambiental**, v. 13, p. 121–125, 2008.

DIN 38414-S9, **German standard methods for the examination of water, wastewater and sludge, Determination of chemical oxygen demand of sludge and sediment**, 1986**.**

ESPOSITO, G. et al. Bio-methane potential tests to measure the biogas production from the digestion and co-digestion of complex organic substrates. **The Open Environmental Engineering Journal**, v. 5, p. 1–8, 2012.

FISGATIVA, H. et al. Understanding the anaerobic biodegradability of food waste: Relationship between the typological, biochemical and microbial characteristics. **Journal of Environmental Management**, v. 188, p. 95–107, 2017.

GEERDINK, R. B.; HURK, R. S. van den; EPEMA, O. J. Chemical oxygen demand: Historical perspectives and future challenges. **Analytica Chimica Acta**, v. 961, p. 1–11, 2017.

GIRARDI NETO, J.; SILVA, J. D. da; PINHEIRO, I. G. Mass balance in the treatment of organic wastes from restaurants in bioreactor. **Engenharia Sanitaria e Ambiental**, v. 22, p. 491–499, 2017.

GURD, C.; JEFFERSON, B.; VILLA, R. Characterisation of food service establishment wastewater and its implication for treatment. **Journal of Environmental Management**, v. 252, n. September, 2019.

HARNADEK, C. M. W.; GUILFORD, N. G. H.; EDWARDS, E. A. Chemical Oxygen Demand Analysis of Anaerobic Digester Contents. **STEM Fellowship Journal**, v. 1, n. 2, p. 2–5, 2015.

HOLLIGER, C. et al. Towards a standardization of biomethane potential tests. **Water Science and Technology**, v. 74, n. 11, p. 2515–2522, 2016.

ISO. **Water Quality—Determination of the Chemical Oxygen Demand**. ISO 6060. I. S. Organization, Geneve, 1989.

ISO 10707. **Water quality - Evaluation in an aqueous medium of the "ultimate" aerobic biodegradability of organic compounds - Method by analysis of biochemical oxygen demand (closed bottle test)**. 1994.

LESTEUR, M. et al. Alternative methods for determining anaerobic biodegradability: A review. **Process Biochemistry**, v. 45, n. 4, p. 431–440, 2010.

LI, J. et al. Analytical approaches for determining chemical oxygen demand in water bodies: A review. **Critical Reviews in Analytical Chemistry**, v. 48, n. 1, p. 47–65, 2018.

NOGUEROL-ARIAS, J. et al. Determination of chemical oxygen demand in heterogeneous solid or semisolid samples using a novel method combining solid dilutions as a preparation step followed by optimized closed reflux and colorimetric measurement. **Analytical Chemistry**, v. 84, n. 13, p. 5548–5555, 2012.

OWEN, W. F. et al. Bioassay for monitoring biochemical methane potential and anaerobic toxicity. **Water Research**, v. 13, n. 6, p. 485–492, 1979.

RAPOSO, F. et al. Assessment of a modified and optimised method for determining chemical oxygen demand of solid substrates and solutions with high suspended solid content. **Talanta**, v. 76, n. 2, p. 448–453, 2008.

RAPOSO, F. et al. An interlaboratory study as useful tool for proficiency testing of chemical

oxygen demand measurements using solid substrates and liquid samples with high suspended solid content. **Talanta**, v. 80, n. 1, p. 329–337, 2009.

RAPOSO, F. et al. Biochemical methane potential (BMP) of solid organic substrates: Evaluation of anaerobic biodegradability using data from an international interlaboratory study. **Journal of Chemical Technology and Biotechnology**, v. 86, n. 8, p. 1088–1098, 2011.

RAPOSO, F. et al. Anaerobic digestion of solid organic substrates in batch mode: An overview relating to methane yields and experimental procedures. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, v. 16, n. 1, p. 861–877, 2012.

SARAN, L. M. et al. Recuperação e reciclagem da prata de solução residual proveniente da determinação da Demanda Química de Oxigênio. **Revista Virtual de Química**, v. 7, n. 4, p. 1072–1086, 2015.

SILVA, C. R. et al. Determination of the chemical oxygen demand (COD) using a copper electrode: A clean alternative method. **Journal of Solid State Electrochemistry**, v. 13, n. 5, p. 665–669, 2009.

SOUZA, M. E. de. Fatores que influenciam a digestão anaeróbia. **Revista DAE**, v. 44, n. 137, p. 7, 1984.

STONE, J. **The Chemistry of Chemical Oxygen Demand**. Disponível em: <https://www.envexp.com/download/techsupport/articles/COD Article.pdf>. Acesso em: 29 out. 2019.

STRÖMBERG, S.; NISTOR, M.; LIU, J. Towards eliminating systematic errors caused by the experimental conditions in Biochemical Methane Potential (BMP) tests. **Waste Management**, v. 34, n. 11, p. 1939–1948, 2014.

WEINRICH, S. et al. **Value of batch tests for biogas potential analysis: Method comparison and challenges of substrate and efficiency evaluation of biogas plants**. [s.l.] Murphy, J.D. (Ed.) IEA Bioenergy Task 37, 2018: 10 ISBN: 978-1-910154-49-6 (eBook electronic edition), 978-1-910154-48-9 (printed paper edition), 2018.

YADVIKA et al. A modified method for estimation of chemical oxygen demand for samples having high suspended solids. **Bioresource Technology**, v. 97, n. 5, p. 721–726, 2006.

ZAHER, U. et al. A procedure to estimate proximate analysis of mixed organic wastes. **Water Environment Research**, v. 81, p. 407–415, 2009.

ZHANG, S.; JIANG, D.; ZHAO, H. Development of chemical oxygen demand on-line monitoring system based on a photoelectrochemical degradation principle. **Environmental Science and Technology**, v. 40, n. 7, p. 2363–2368, 2006.

ZIEMINSKA-STOLARSKA, A. et al. Continuous and periodic monitoring system of surface water quality of an impounding reservoir: Sulejow Reservoir, Poland. **International Journal of Environmental Research and Public Health**, v. 16, p. 1–17, 2019.

ZUPANČIČ, G. D.; ROŠ, M. Determination of chemical oxygen demand in substrates from anaerobic treatment of solid organic waste. **Waste and Biomass Valorization**, v. 3, n. 1, p. 89–98, 2012.

APÊNDICE 2A – Atividades desenvolvidas durante o intercâmbio

MINISTERIO DE CIENCIA, INNOVACIÓN Y UNIVERSIDADES

CSIC

CONSEJO SUPERIOR DE INVESTIGACIONES CIENTIFICAS
INSTITUTO DE LA GRASA

Sevilla, España, 10 de julio de 2019

A la Coordinación de Perfeccionamiento de Personas de Nivel Superior (CAPES)
Programa de Doctorado Sandwich en el Exterior 2017/2018 (EDITAL Nº 47/2017, CAPES)

La alumna de doctorado de la Escuela de Ingeniería de São Carlos/USP, Carolina Ibelli Bianco ha realizado una estancia de seis meses en el centro de investigación Instituto de la Grasa, perteneciente a la Agencia Estatal Consejo Superior de Investigaciones Científicas (CSIC), localizado en Sevilla/España.

Durante la estancia, la doctoranda participó activamente en las tareas de investigación del grupo de trabajo receptor, cuya temática principal es el aprovechamiento de subproductos de la industria agroalimentaria mediante procesos biológicos, principalmente mediante digestión anaerobia. De esta manera, la doctoranda adquirió nuevos conocimientos relacionados con las determinaciones analíticas de muestras líquidas y sólidas. Cabe destacar, su especial interés en la determinación de la Demanda Química de Oxígeno (DQO) para muestras sólidas y semisólidas, así como de los ensayos de biodegradabilidad de Potencial Bioquímico de Metano (PBM) para sustratos sólidos.

De forma complementaria a las tareas prácticas o de laboratorio, la doctoranda adquirió nuevos conocimientos teóricos tras su participación en varias actividades:

- 6ª Jornadas Red Española de Compostaje 2018 (Valencia, 14 a 16 de noviembre de 2018).
- Curso de Validación de Métodos Analíticos: Aplicaciones prácticas y nuevas exigencias de la norma UNE-EN ISO / IEC 17025: 2017 (Sevilla, 13 a 14 de marzo de 2019; RPS - Cualitas Consultoría de Calidad y Laboratorios).
- Curso de Cromatografía de Gases para Técnicos de Laboratorio, (Universidad Pablo de Olavide-Sevilla, febrero/mayo 2019).

Atentamente,

FRaposo

Dr. Francisco Raposo Bejines
Departamento de Biotecnología
Instituto de la Grasa, CSIC (Edificio 46, Campus Universidad Pablo de Olavide, Carretera de Utrera Km. 1, 41013, Sevilla)
Correo electrónico: fraposo@cica.es
Telf. 954611550 (ext. 216)
Fax. 954616790
Web: www.ig.csic.es

APÊNDICE 2B - Materiais permanentes e de consumo necessários à execução do método de demanda química de oxigênio proposto por Raposo et al. (2008): especificações e preços (em Real e Euro – cotação no ano de 2019)

Lista de materiais permanentes necessários à execução do método de demanda química de oxigênio proposto por Raposo et al. (2008): especificações e preços (em Real e Euro – cotação no ano de 2019) para a realização de 12 provas

Materiais permanentes	Especificação (Brasil)	Preço em Real (R$)	Especificação (Espanha)	Preço em Euro (€)
Bloco de digestão 150 °C	1 unidade p/12 tubos 50 x 250 mm (Solab)	6160,00	1 unidade p/ 12 tubos 40 x 300 mm (Selecta)	1341,21
Programador de processos (para acender o bloco digestor)	vem com o bloco de digestão	-	1 unidade (Selecta)	976,08
Tubo de vidro macro para digestão com "ground-glass joint"	vem com o bloco de digestão	-	12 unidades (Selecta)	564,97
Suporte para os tubos de vidro de digestão (12 posições)	vem com o bloco de digestão	-	1 unidade p/ 12 tubos 40 x 300 mm (Selecta)	253,31
Condensador com "ground-glass joint" 300 mm	12 unidades (Labor quimi/Vidrolabor)	1152,00	12 unidades (Selecta)	893,13
Frasco reagente âmbar 2 L com rosca para dispensador de líquidos	2 unidades (Uniglas)	282,00	2 unidades (Labbox)	318,57
Dispensador de líquidos para frasco reagente	2 unidades 1-10 mL (Brand/Dispensette)	4886,40	2 unidades 1-10 mL (Brand/Dispensette)	5003,30
Erlenmeyer boca larga de 500 mL	12 unidades (Uniglas)	168,00	12 unidades (Labbox)	39,49
Agitador magnético	1 unidade 10 L/60-1150 rpm/550 °C (Cornin)	3418,88	1 unidade 10 L/1500 rpm/500 °C (IKA)	665,50
Barra magnética lisa sem anel 7 x 30 mm	12 unidades (Fisatom)	223,80	12 unidades (Labbox)	31,51
Bureta de 50 mL	1 unidade (Uniglas)	179,00	1 unidade (Labbox)	20,57
	Total (R$):	**16470,08**	**Total (€):**	**10107,65**

Lista de materiais de consumo necessários à execução do método de demanda química de oxigênio proposto por Raposo et al. (2008): especificações e preços (em Real e Euro – cotação no ano de 2019)

Materiais de consumo	Especificação (Brasil)	Preço em Real (R$)	Especificação (Espanha)	Preço em Euro (€)
Ácido sulfúrico concentrado (H_2SO_4) 96% - 98%	1 unidade 1 L (Quemis)	50,67	1 unidade 1 L (PanReac ApplChen)	26,62
Sulfato de prata (Ag_2SO_4)	1 unidade 100 g (Neon)	549,02	1 unidade 100 g (PanReac ApplChen)	528,65
Dicromato de potássio ($K_2Cr_2O_7$) P.A.	1 unidade 500 g (Neon)	65,74	1 unidade 500 g (PanReac ApplChen)	140,24
Sulfato de mercúrio (II) ($HgSO_4$)	1 unidade 100 g (Neon)	277,96	1 unidade 100 g (PanReac ApplChen)	126,32
Sulfato amônico ferroso ($(NH_4)_2Fe(SO_4)_2.6H_2O$)	1 unidade 500 g (Labsynt)	21,58	1 unidade 500 g (PanReac ApplChen)	53,24
1,10-fenantrolina monohidratada ($C1_2H_8N_2.H_2O$)	1 unidade 25 g (Neon)	159,47	1 unidade 25 g (PanReac ApplChen)	251,92
Sulfato ferroso ($FeSO_4.7H_2O$)	1 unidade 500 g (Labsynt)	19,75	1 unidade 500 g (PanReac ApplChen)	40,54
	Total (R$):	**1144,19**	**Total (€):**	**1167,53**
Materiais de consumo prontos (opcionais)				
Solução indicadora de ferroína ($[Fe(C1_2H_8N_2)_3]SO_4$)	0,025M 50 mL (Neon)	222,00	0,025M 100 mL (PanReac ApplChen)	56,51
Ácido sulfúrico concentrado com sulfato de prata 10g/L	1 L (Neon)	263,36	1 L (PanReac ApplChen)	120,64
Solução de dicromato de potássio 1 N	1 L (Dinâmica/Cienlab)	64,00	1 L (PanReac ApplChen)	75,14