

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO  
ESCOLA DE ENGENHARIA DE SÃO CARLOS  
DEPARTAMENTO DE HIDRÁULICA E SANEAMENTO

GABRIELA GUERRIZE CONTE

**Comparação entre os processos mesofílico e termofílico para digestão anaeróbia da fração orgânica dos resíduos sólidos urbanos (FORSU)**

VERSÃO CORRIGIDA

SÃO CARLOS – SP

2019

Página intencionalmente deixada em branco.

GABRIELA GUERRIZE CONTE

**Comparação entre os processos mesofílico e termofílico para digestão anaeróbia da fração orgânica dos resíduos sólidos urbanos (FORSU)**

Dissertação apresentada à Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Ciências: Engenharia Hidráulica e Saneamento.

Orientador: Profº Sênior Valdir Schalch

VERSÃO CORRIGIDA

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).

Gc GUERRIZE CONTE, GABRIELA  
COMPARAÇÃO ENTRE OS PROCESSOS MESOFÍLICO E  
TERMOFÍLICO PARA DIGESTÃO ANAERÓBIA DA FRAÇÃO ORGÂNICA  
DOS RESÍDUOS SÓLIDOS URBANOS (FORSU) / GABRIELA  
GUERRIZE CONTE; orientador VALDIR SCHALCH. São Carlos,  
2019.

Dissertação (Mestrado) - 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. DIGESTÃO ANAERÓBIA. 2. FORSU. 3. BIOGÁS. 4.  
DIGESTATO. 5. RESÍDUO ORGÂNICO. 6. BIOMETANIZAÇÃO. I.  
Título.

## FOLHA DE JULGAMENTO

Candidata: Engenheira **GABRIELA GUERRIZE CONTE**.

Título da dissertação: "Comparação entre os processos mesofílico e termofílico para digestão anaeróbia da fração orgânica dos resíduos sólidos urbanos (FORSU)".

Data da defesa: 19/09/2019.

### Comissão Julgadora:

Prof. Associado **Valdir Schalch**  
**(Orientador)**  
(Escola de Engenharia de São Carlos/EESC)

Prof. Dr. **Mario Augusto Tavares Russo**  
(Instituto Politécnico de Viana de Castelo/Portugal)

Profa. Dra. **Luciana Paulo Gomes**  
(Universidade do Vale do rio dos Sinos/UNISINOS)

### Resultado:

APROVADA

APROVADA

APROVADA

Coordenador do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Hidráulica e Saneamento:

Prof. Dr. **Eduardo Mario Mendiando**

Presidente da Comissão de Pós-Graduação:

Prof. Titular **Murilo Araujo Romero**

Página intencionalmente deixada em branco.

*Dedico este trabalho à minha família,  
por ser o meu porto seguro.*

Página intencionalmente deixada em branco.

## AGRADECIMENTOS

Aos meus pais, Eloecil e Ademir, pelo amor incondicional e exemplo que me deram por toda a vida, por me apoiarem e me incentivarem desde o início desta jornada. Às minhas irmãs, Rafaela e Daniela, pelo companheirismo, conselhos e pelo amor e respeito que temos umas pelas outras.

Ao João, por todo apoio emocional, conselhos e paciência nos momentos de estresse. Por me ouvir falar por horas sobre a pesquisa e me ajudar a solucionar os problemas com ideias e abordagens em que eu não havia pensado antes.

Ao meu orientador, professor Valdir Schalch, pela oportunidade de desenvolver esse mestrado e pelas tantas outras nesses dois anos, pela confiança em meu trabalho e em minhas decisões, pelo bom humor e por sempre ser positivo, mesmo quando tudo parecia dar errado.

Aos amigos Carol Bianco e André Simões, por compartilharem comigo todo o conhecimento e experiência em digestão anaeróbia e por estarem sempre dispostos a tirarem as minhas dúvidas sobre o assunto.

Às amigas Viviane Suki, Juliana, Carol Bianco, Isadora, Laura e Carol Palamin, pela companhia do dia a dia e pelos momentos de descontração.

Aos membros do NEPER, Juliana, Carol, Suki, Isa, Laura, Túlio Queijo, Flávio e Paula, pela amizade, pelos debates e aprendizados sobre resíduos sólidos, e pelas contribuições diretas e indiretas ao meu trabalho.

Aos companheiros do dia-a-dia da Rep Caixa D'água, Natália, Júlia, Txê, Sílvia e Ricardo, pelos momentos de convivência, descontração e aprendizados.

Ao Alcino, pela prontidão, experiência e toda ajuda em montar os reatores e estufa, e auxiliar na resolução dos problemas que eventualmente aconteceram.

Ao Jeremias da marcenaria da USP pela construção da estufa em tempo recorde e sem custos.

Ao pessoal do Laboratório de Saneamento, Júlio, Cidinha, Sabrina e Bruna, por toda a ajuda e ensinamentos nas análises físico-químicas, e por toda a paciência que tiveram comigo, principalmente no começo quando eu ainda estava pegando o jeito das práticas em laboratório.

Ao pessoal do LPB, principalmente à Janja, que sempre se dispôs a ajudar e que possibilitou que as análises cromatográficas e de AGV fossem realizadas, e à Eloisa, que possibilitou a realização das análises de microscopia óptica.

À Inaê, pelo ajuda, dedicação e tempo dispensado com os ensaios de AME.

Ao pessoal do Laboratório de Química Ambiental, principalmente à Diva, que não mediu esforços em consertar o equipamento que se encontrava sem funcionamento para que fosse possível a análise de COT.

Aos funcionários do Departamento de Hidráulica e Saneamento, principalmente à Sá, Priscila e a Fernanda, pela competência e disponibilidade em ajudar.

À Embrapa Instrumentação, na pessoa da Alice, por possibilitar as análises de CHN e à Teresa da Embrapa Faz. Canchim pelo esterco bovino fornecido.

À Valéria Nery, pela disponibilidade no fornecimento do lodo avícola.

À SAAE São Carlos, pelo fornecimento do lodo de esgoto doméstico.

À São Carlos Ambiental pela permissão e acompanhamento na coleta do lodo de aterro.

À CAPES, pela bolsa concedida.

E a todos aqueles que, de alguma forma, foram importantes na minha jornada e colaboraram direta ou indiretamente para que essa pesquisa fosse possível.

*Na natureza nada se cria, nada se perde, tudo se transforma.*

***Antoine Lavoisier***

Página intencionalmente deixada em branco.

## RESUMO

CONTE, G. G. **Comparação entre os processos mesofílico e termofílico para digestão anaeróbia da fração orgânica dos resíduos sólidos urbanos (FORSU)**. 2019. 144 f Dissertação (Mestrado) - Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, 2019.

O aumento da geração de resíduos sólidos associado ao processo de urbanização intensificou a preocupação mundial em relação à escassez de áreas para disposição final e a busca por novas tecnologias de tratamento. A digestão anaeróbia, também conhecida como biometanização, é uma alternativa ambientalmente adequada de tratamento para a fração orgânica dos resíduos sólidos urbanos (FORSU), produzindo biogás e digestato, que pode ser utilizado como fertilizante. Esse processo é influenciado por diversos fatores ambientais, sendo a temperatura uma das variáveis mais importantes, pois determina o balanço econômico e a performance do sistema. Nesse contexto, o objetivo desse trabalho foi avaliar e comparar a produção de biogás utilizando diferentes temperaturas, sendo elas: mesofílica a temperatura ambiente sem aquecimento, com temperatura média diária de  $25 \pm 2$  °C ( $T_{amb}$ ), mesofílica aquecida a  $35 \pm 2$  °C ( $T_{35}$ ) e termofílica aquecida a  $55 \pm 2$  °C ( $T_{55}$ ). Os experimentos foram realizados em sistema de batelada em digestores de 5 L utilizando como substrato FORSU padrão (FORSUp) e lodo granular de avícola na proporção de 1:2  $gSTV_{substrato}/gSTV_{inóculo}$ . O inóculo avícola foi testado juntamente com outros três candidatos a inóculo em teste de Atividade Metanogênica Específica (AME), no qual obteve o melhor resultado de  $0,5838 \pm 0,0026$   $gDQO_{CH_4}.g STV^{-1}.d^{-1}$ . O inóculo passou por uma estratégia de aclimação e adaptação para se adequar às temperaturas de operação e ao substrato utilizado, que foram fundamentais para a estabilidade do processo. O substrato, inóculo e meios reacionais foram caracterizados a partir de análises físico-químicas, e o inóculo e digestatos quanto a morfologia dos microrganismos através de análises de microscopia óptica de contraste de fase e fluorescência. O biogás foi medido e caracterizado quanto aos teores de  $CH_4$ ,  $CO_2$ ,  $N_2$ ,  $H_2$  e  $H_2S$ . Foram encontrados valores de produção específica de metano de 65,49; 80,34 e 150,70  $NmLCH_4/gSTV$  para os reatores  $T_{amb}$ ,  $T_{35}$  e  $T_{55}$ , respectivamente. O digestato de todos os reatores possui potencial para aplicação na agricultura, se combinado com um pós-tratamento para a estabilização completa do material.

Palavras chave: Digestão anaeróbia. FORSU. Biogás.

## ABSTRACT

CONTE, G. G. **Comparison between mesophilic and thermophilic processes for anaerobic digestion of the organic fraction of municipal solid waste (OFMSW)**. 2019. 144 f Thesis (Master degree) - School of Engineering of São Carlos, University of São Paulo, 2019.

The increase of solid waste generation associated with the urbanization process intensified the world concern regarding the shortage of areas for final disposal and the search for new treatment technologies. The anaerobic digestion, also known as biomethanation, is an alternative treatment suitable environmentally for the organic fraction of municipal solid waste (OFMSW), producing biogas and digestate, which can be used as fertilizer. This process is influenced by several environmental factors, being temperature one of the most important variables, because it determines the economic balance and system performance. In this context, the objective of this work was to evaluate and compare the biogas production using different temperature ranges: mesophilic at room temperature without heating, with an average daily temperature of  $25 \pm 2$  °C ( $T_{amb}$ ), mesophilic heated at  $35 \pm 2$  °C ( $T_{35}$ ) and thermophilic heated at  $55 \pm 2$  °C ( $T_{55}$ ). The experiments were carried out in a batch system of 5 L digesters using as substrate a synthetic OFMSW and poultry granular sludge in the ratio of 1:2  $gVS_{substrate}/gVS_{inoculum}$ . Poultry inoculum was tested together with another three inoculum candidates using Specific Methanogenic Activity (SMA) test, in which it had the best result, with  $0,5838 \pm 0,0026$   $gCOD_{CH_4}.g VS^{-1}.d^{-1}$ . The inoculum passed by an acclimatization and adaptation strategy, to suit to temperature of operation and to substrate utilised, which were fundamental for the process stability. The substrate, inoculum and reaction media were characterized by physicochemical analyses, and the inoculum and digestate for the morphology of the microorganisms through the phase contrast and fluorescence light microscopy analysis. Biogas was measured and characterized for the content of  $CH_4$ ,  $CO_2$ ,  $N_2$ ,  $H_2$  and  $H_2S$ . Methane specific production values were 65,49; 80,34 and 150,70  $NmLCH_4/gVS$  for reactors  $T_{amb}$ ,  $T_{35}$  and  $T_{55}$ , respectively. The digestate of all reactors has potential for agricultural application if combined with a post-treatment for complete material stabilization.

Keywords: Anaerobic digestion. OFMSW. Biogas.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Classificação dos resíduos quanto à origem segundo a PNRS.....	30
Figura 2 – Processo e principais grupos microbianos que participam do processo de digestão anaeróbia, com redução do sulfato. ....	33
Figura 3 – Taxa de crescimento dos microrganismos metanogênicos psicrófilos, mesófilos e termófilos, de acordo com a temperatura.....	36
Figura 4 – Visão global do processo de DA e usos do biogás e digestato.....	43
Figura 5 – Fluxograma das ações realizadas na 1ª etapa da pesquisa .....	51
Figura 6 – Fluxograma das ações realizadas na 2ª etapa da pesquisa .....	52
Figura 7 – a) Aspecto do lodo do reator UASB. b) Coleta do lodo em galões de 20L. ....	54
Figura 8 – Foto aérea do Aterro Sanitário Fazenda Guaporé, com indicações das lagoas de lixiviado existentes e desativadas (foto de julho de 2009).....	55
Figura 9 – a) Caminhão auto vácuo com mangueira no meio da lagoa de lixiviado b) Transferência do material de fundo coletado para os galões de 50 L.....	56
Figura 10 – a) Vacas leiteiras b) Coleta de estrume bovino .....	57
Figura 11 – a) Centrífuga de bancada utilizada para adensamento do lodo Aterro b) Lodo Aterro centrifugado.....	58
Figura 12 – a) Lodo Aterro centrifugado, com alto teor de sólidos b) Sobrenadante descartado após centrifugação .....	59
Figura 13 – Sistema Oxitop® para medição da AME.....	60
Figura 14 – a) Pesagem do inóculo adicionado no ensaio b) Meio reacional completo após adição das soluções de macro e micronutrientes e água deionizada.....	62
Figura 15 – a) Fluxo de N <sub>2</sub> no meio reacional b) Fluxo de N <sub>2</sub> no <i>headspace</i> .....	63
Figura 16 – a) Retirada da pressão inicial com o selo hídrico b) Medição da pressão com o controle Oxitop® b) Adição da solução estoque de substratos orgânicos após 24h de incubação. ....	64
Figura 17 – Materiais componentes da FORSup após separação e pesagem a) Resíduos domiciliares b) Papel úmido c) Folhas secas d) Folhas verdes .....	67
Figura 18 – a) Trituração dos componentes úmidos em processador de alimentos doméstico b) Trituração das folhas em liquidificador industrial c) Folhas trituradas .....	68

Figura 19 – a) FORSUp <i>in natura</i> b) FORSUp batida com água deionizada em liquidificador industrial.....	69
Figura 20 – a) Reator montado b) Registros na parte superior c) Registro na parte inferior	70
Figura 21 – a) Sensor do termopar posicionado no meio do reator. b) Reator envolvido em manta térmica .....	71
Figura 22 – Análise de sólidos realizada com as amostras dos inóculos testados a) Após secagem em estufa b) Após calcinação em mufla .....	79
Figura 23 - Análise de sólidos realizada com as amostras da FORSUp e lodo avícola a) Amostras <i>in natura</i> b) Após secagem em estufa c) Após calcinação em mufla .....	80
Figura 24 – Amostras do meio reacional dos reatores dentro da mufla para calcinação, após secagem em estufa .....	80
Figura 25 – Frascos amostradores preenchidos com as amostras e reagentes prontos para a análise no cromatógrafo .....	84
Figura 26 – Aparato experimental para medição do volume de biogás: frasco de Mariotte	85
Figura 27 – a) Retirada do gás com a seringa <i>gas-tight</i> , através de um registro e um adaptador para encaixe da seringa b) Injeção da amostra no cromatógrafo .....	87
Figura 28 – Acompanhamento da concentração de STV nos reatores durante o período de operação.....	96
Figura 29 – Concentração inicial e final de STV nos reatores, com indicação da porcentagem de redução.....	97
Figura 30 – Acompanhamento da concentração de DQO (g/L) nos reatores durante o período de operação.....	100
Figura 31 – Concentração inicial e final de DQO nos reatores, com indicação da porcentagem de redução.....	100
Figura 32 – Acompanhamento do pH ao longo do processo .....	102
Figura 33 – Acompanhamento da alcalinidade total ao longo do processo.....	102
Figura 34 – Valores de NTK das análises iniciais e finais do meio reacional dos reatores	104
Figura 35 – Valores de N-amoniaco das análises iniciais e finais do meio reacional dos reatores .....	105
Figura 36 – Concentração de fósforo total no início e final das bateladas .....	106
Figura 37 – Relação C/N no meio reacional inicial e final dos reatores Tamb, T35 e T55	107

Figura 38 – Concentração de AGV no reator Tamb durante o período de operação .....	112
Figura 39 – Concentração de AGV no reator T35 durante o período de operação .....	113
Figura 40 – Concentração de AGV no reator T55 durante o período de operação .....	114
Figura 41 –Volume acumulado de biogás na etapa de adaptação dos reatores.....	116
Figura 42 – Porcentagem de metano no biogás na etapa de adaptação dos reatores.....	116
Figura 43 – Volume acumulado de biogás produzido ao longo do tempo para os reatores .....	118
Figura 44 – Porcentagem de cada gás no reator Tamb .....	119
Figura 45 – Porcentagem de cada gás no reator T35 .....	120
Figura 46 – Porcentagem de cada gás no reator T55 .....	121
Figura 47 – Volume acumulado de metano produzido ao longo do tempo .....	122
Figura 48 – Microscopia óptica de contraste de fase e fluorescência lodo avícola.....	124
Figura 49 – Microscopia óptica de contraste de fase e fluorescência do digestato do reator Tamb .....	125
Figura 50 – Microscopia óptica de contraste de fase e fluorescência do digestato do reator T35 .....	126
Figura 51 – Microscopia óptica de contraste de fase e fluorescência do digestato do reator T55 .....	127

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Componentes típicos e impurezas do biogás .....	43
Tabela 2 – Parâmetros admitidos para fertilizantes orgânicos mistos e compostos, de acordo com o Anexo III da IN 25/09.....	48
Tabela 3 – Parâmetros admitidos pelo Anexo V da IN 27/06, alterada pela IN nº 7, de 12/04/2016.....	49
Tabela 4 – Concentração máxima de substâncias .....	49
Tabela 5 – Concentração máxima de patógenos .....	50
Tabela 6 - Composição dos substratos e soluções de macro e micronutrientes utilizadas nos ensaios de AME.....	64
Tabela 7 - Solução estoque de ácidos orgânicos utilizada como substrato.....	65
Tabela 8 – Quantidades de substrato, inóculo e água adicionados em cada fase .....	73
Tabela 9 – Caracterização inicial dos inóculos .....	89
Tabela 10 – Caracterização inicial dos inóculos após pré-tratamento dos lodos ETE e Aterro .....	89
Tabela 11 – Resultados dos ensaios de AME para cada inóculo testado.....	90
Tabela 12 – Caracterização do inóculo selecionado (lodo avícola) e FORSup .....	92
Tabela 13 – Tabela resumo dos resultados das análises físico-químicas dos meios reacionais iniciais e finais dos reatores Tamb, T35 e T55 .....	95
Tabela 14 – Relação de STV/ST para determinação da estabilidade do lodo .....	99
Tabela 15 – Teores de C (%) e N (%) elementar e relação C/N no início e fim da operação dos reatores.....	107
Tabela 16 – Concentração de metais pesados antes e depois da biodigestão. O resultado é dado em mg/kg de amostra seca a 65°C.....	109
Tabela 17 – Concentração de metais macronutrientes e micronutrientes antes e depois da biodigestão. O resultado é dado em mg/kg de amostra seca a 65°C .....	110
Tabela 18 – Tabela resumo dos resultados referentes ao biogás nas diferentes temperaturas de operação.....	123

## **LISTA DE QUADROS**

Quadro 1 – Valores percentuais da composição da FORSUp utilizada no experimento ....	66
Quadro 2 – Parâmetros, frequência, métodos e referência das análises realizadas .....	75
Quadro 3 – Pré-tratamento das amostras para cada análise .....	78

## LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E SÍMBOLOS

<b>A/M</b>	Alimento/Microrganismo
<b>ABNT</b>	Associação Brasileira de Normas Técnicas
<b>ABRELPE</b>	Associação Brasileira de Empresas de Limpeza Pública e Resíduos Especiais
<b>AGV</b>	Ácidos Graxos Voláteis
<b>AME</b>	Atividade Metonogênica Específica
<b>APHA</b>	<i>American Public Health Association</i>
<b>AWWA</b>	<i>American Water Works Association</i>
<b>BRS</b>	Bactérias Redutoras de Sulfato
<b>C/N</b>	Relação Carbono/Nitrogênio
<b>Ca</b>	Cálcio
<b>CaO</b>	Óxido de cálcio
<b>Cd</b>	Cádmio
<b>CH<sub>4</sub></b>	Gás metano
<b>CHN</b>	Carbono, hidrogênio e nitrogênio elementar
<b>CHP</b>	<i>Combined Heat and Power</i>
<b>CNTP</b>	Condições Normais de Temperatura e Pressão
<b>Co</b>	Cobalto
<b>CO<sub>2</sub></b>	Gás carbônico
<b>CONAMA</b>	Conselho Nacional do Meio Ambiente
<b>COT</b>	Carbono Orgânico Total
<b>Cr</b>	Cromo
<b>CTC</b>	Capacidade de Troca de Cátions
<b>Cu</b>	Cobre
<b>DA</b>	Digestão anaeróbia
<b>DQO</b>	Demanda Química de Oxigênio
<b>EESC</b>	Escola de Engenharia de São Carlos
<b>Embrapa</b>	Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária
<b>ETE</b>	Estação de Tratamento de Esgoto
<b>Fe</b>	Ferro

<b>FORSU</b>	Fração orgânica dos resíduos sólidos urbanos
<b>FORSUp</b>	Fração orgânica dos resíduos sólidos urbanos padrão
<b>GEEs</b>	Gases de Efeito Estufa
<b>H<sub>2</sub></b>	Gás hidrogênio
<b>H<sub>2</sub>S</b>	Sulfeto de hidrogênio
<b>H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub></b>	Ácido sulfúrico
<b>IN</b>	Instrução Normativa
<b>K</b>	Potássio
<b>KHCO<sub>3</sub></b>	Bicarbonato de potássio
<b>LabSan</b>	Laboratório de Saneamento
<b>LPB</b>	Laboratório de Processos Biológicos
<b>LQA</b>	Laboratório de Química Ambiental
<b>MAPA</b>	Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento
<b>Mg</b>	Magnésio
<b>Mn</b>	Manganês
<b>Mo</b>	Molibdênio
<b>Na</b>	Sódio
<b>NaCl</b>	Cloreto de sódio
<b>NaHCO<sub>3</sub></b>	Bicarbonato de sódio
<b>NaOH</b>	Hidróxido de sódio
<b>NBR</b>	Norma Brasileira
<b>NH<sub>3</sub></b>	Amônia
<b>NH<sub>4</sub><sup>+</sup></b>	Amônio
<b>Ni</b>	Níquel
<b>Nml</b>	Volume em mililitros nas Condições Normais de Temperatura e Pressão
<b>N-NH<sub>3</sub></b>	Nitrogênio amoniacal
<b>NTK</b>	Nitrogênio Total <i>Kjeldahl</i>
<b>Pb</b>	Chumbo
<b>pH</b>	Potencial Hidrogeniônico
<b>PNRS</b>	Política Nacional de Resíduos Sólidos
<b>P<sub>T</sub></b>	Fósforo total

<b>q.s.p</b>	Quantidade Suficiente Para
<b>RHF</b>	Resíduos de hortifrutigranjeiros
<b>RSU</b>	Resíduos Sólidos Urbanos
<b>S<sub>0</sub>/X<sub>0</sub></b>	Relação substrato/microrganismo
<b>SANEPAR</b>	Companhia de Saneamento do Paraná
<b>SSV</b>	Sólidos Suspensos Voláteis
<b>ST</b>	Sólidos Totais
<b>STF</b>	Sólidos Totais Fixos
<b>STV</b>	Sólidos Totais Voláteis
<b>T35</b>	Reator operado a 35°C
<b>T55</b>	Reator operado a 55°C
<b>Tamb</b>	Reator operado a temperatura ambiente (sem aquecimento)
<b>TCD</b>	Detector de Condutividade Térmica
<b>TDH</b>	Tempo de Retenção Hidráulica
<b>UASB</b>	<i>Upflow Anaerobic Sludge Blanket</i>
<b>UNFCCC</b>	Convenção-Quadro das Nações Unidas sobre Mudança do Clima
<b>USP</b>	Universidade de São Paulo
<b>WEF</b>	<i>Water Environmental Federation</i>
<b>Zn</b>	Zinco

## SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO .....	27
2.	OBJETIVOS .....	28
2.1	OBJETIVO GERAL .....	28
2.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS .....	28
3.	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....	29
3.1	CONSIDERAÇÕES GERAIS SOBRE RESÍDUOS SÓLIDOS.....	29
3.1.1	Resíduos sólidos e panorama atual do Brasil .....	29
3.1.2	Fração orgânica dos resíduos sólidos urbanos (FORSU) e alternativas para tratamento.....	30
3.2	DIGESTÃO ANAERÓBIA.....	32
3.2.1	Etapas da digestão anaeróbia.....	32
3.2.2	Interferentes no processo .....	35
3.2.3	Técnicas para otimização do processo.....	39
3.3	DIGESTÃO ANAERÓBIA DA FORSU .....	42
3.4	PRODUTOS DA BIOMETANIZAÇÃO .....	42
3.4.1	Biogás .....	43
3.4.2	Digestato .....	45
4.	MATERIAL E MÉTODOS .....	51
4.1	INÓCULOS .....	52
4.1.1	Lodo ETE.....	53
4.1.2	Lodo Aterro.....	54
4.1.3	Lodo Avícola.....	56
4.1.4	Estrume bovino.....	57
4.1.5	Caracterização inicial dos inóculos e pré-tratamento .....	57
4.2	ATIVIDADE METANOGÊNCIA ESPECÍFICA (AME) .....	59

4.2.1	Sistema Oxitop® .....	59
4.2.2	Procedimento experimental.....	60
4.3	PREPARAÇÃO DA FORSU .....	65
4.4	CONSTRUÇÃO, PREENCHIMENTO E OPERAÇÃO DOS REATORES.....	69
4.4.1	Construção dos reatores .....	70
4.4.2	Preenchimento dos reatores.....	71
4.4.3	Operação .....	73
4.5	ANÁLISES FÍSICO-QUÍMICAS.....	74
4.5.1	Pré-tratamento das amostras para análises físico-químicas .....	76
4.5.2	Sólidos.....	79
4.5.3	DQO.....	81
4.5.4	pH .....	81
4.5.5	Alcalinidade total.....	81
4.5.6	NTK .....	81
4.5.7	Nitrogênio amoniacal.....	82
4.5.8	Fósforo total .....	82
4.5.9	C H N.....	82
4.5.10	Metais.....	82
4.5.11	Ácidos Graxos Voláteis (AGV).....	83
4.5.12	Volume do biogás .....	84
4.5.13	Composição do biogás .....	85
4.6	ANÁLISE DOS DADOS (ESTATÍSTICA).....	87
4.7	ANÁLISES MICROBIOLÓGICAS .....	87
5.	RESULTADOS E DISCUSSÃO .....	89
5.1	CARACTERIZAÇÃO INICIAL DOS INÓCULOS .....	89
5.2	TESTE ATIVIDADE METANOGÊNICA ESPECÍFICA (AME).....	89

5.3	CARACTERIZAÇÃO DO INÓCULO SELECIONADO (LODO AVÍCOLA) E FORSup.....	92
5.4	ANÁLISES FÍSICO-QUÍMICAS DO MEIO INICIAL, ACOMPANHAMENTO E MEIO FINAL .....	94
5.4.1	Sólidos Totais (ST), Fixos (STF) e Voláteis (STV) .....	96
5.4.2	DQO.....	99
5.4.3	pH e Alcalinidade Total.....	101
5.4.4	NTK .....	103
5.4.5	Nitrogênio amoniacal.....	104
5.4.6	Fósforo total .....	106
5.4.7	Relação C/N .....	107
5.4.8	Metais.....	109
5.4.9	Ácidos graxos voláteis .....	111
5.5	PRODUÇÃO E COMPOSIÇÃO DO BIOGÁS .....	115
5.5.1	Adaptação.....	115
5.5.2	Reação.....	117
5.6	ANÁLISES MICROBIOLÓGICAS .....	124
6.	CONCLUSÕES .....	130
7.	RECOMENDAÇÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	132
	REFERÊNCIAS .....	133
	APÊNDICE A .....	141
	APÊNDICE B.....	143

Página intencionalmente deixada em branco.

## 1. INTRODUÇÃO

O crescimento populacional, a industrialização e a mudança nos hábitos de consumo da população são apontados como os principais responsáveis pelo aumento da quantidade de resíduos produzidos e variedade de composição, aumentando a exploração de recursos naturais e potencializando os riscos à saúde humana e ao meio ambiente.

Um dos maiores desafios para esse problema é o equacionamento da geração excessiva e da disposição final ambientalmente adequada dos resíduos sólidos, que tem intensificado a preocupação mundial diante do gerenciamento inadequado e da falta de áreas para disposição final (JACOBI; BESEN, 2011).

No Brasil, a promulgação da lei que estabelece a Política Nacional de Resíduos Sólidos (PNRS) foi um marco regulatório no país, sendo crucial para a consolidação do gerenciamento integrado de resíduos, proibindo a disposição inadequada de resíduos sólidos urbanos (RSU) em lixões e incentivando alternativas para destinações mais nobres, como compostagem e aproveitamento energético.

No âmbito dos resíduos sólidos urbanos, a metade da fração em massa é composta por resíduos orgânicos que, quando dispostos inadequadamente, resultam em problemas ambientais relevantes, como a produção de lixiviados potencialmente tóxicos devido à alta concentração de matéria orgânica e nitrogênio amoniacal, além de emitir gases de efeito estufa (GEEs) e contribuir para a proliferação de vetores (BIDONE, 2001; BRASIL, 2018).

Paralelamente à problemática dos resíduos sólidos, a questão das energias renováveis no Brasil vem se tornando do interesse de empresas e apoiada pelo governo devido às vantagens ambientais relacionadas à elas, em comparação com recursos não renováveis (BRAND, 2013). Além disso, o Brasil assumiu uma meta na Convenção-Quadro das Nações Unidas sobre Mudança do Clima (UNFCCC) de redução das emissões de GEEs de 43% e expansão do uso de fontes renováveis não hídricas para pelo menos 23% até 2030 (BRASIL, 2015). Outro benefício das fontes renováveis é o seu papel importante em relação ao acesso à energia elétrica nas regiões menos desenvolvidas do país, em especial em áreas rurais (COUTO, 2016).

Buscando solucionar os problemas provocados pela fração orgânica dos resíduos sólidos urbanos (FORSU) e produção de energia renovável, a digestão anaeróbia é uma alternativa bastante atrativa pois permite uma destinação ambientalmente adequada para esses resíduos, produz o biogás, que é um produto composto pelos gases combustíveis metano ( $\text{CH}_4$ ) e

hidrogênio ( $H_2$ ), e gera um composto possível de ser utilizado como fertilizante na agricultura após passar por um pós-tratamento.

A digestão anaeróbia para resíduos sólidos orgânicos é uma tecnologia já consolidada na Europa, porém, para a realidade brasileira, a tecnologia europeia pode se mostrar inviável devido aos equipamentos serem patenteados, caros e elaborados para padrões de consumo diferentes, merecendo estudos da comunidade científica nacional para o desenvolvimento de tecnologias adaptadas às condições do Brasil (SOUTO, 2005).

O presente trabalho visa contribuir com o avanço das pesquisas na área de digestão anaeróbia através da comparação do processo de digestão anaeróbia em diferentes faixas de temperatura. Serão operados três reatores em regime de batelada, com a mesma composição e proporção de substrato (FORSU) e inóculo, em três faixas de temperatura distintas: mesofílica em temperatura ambiente sem aquecimento, mesofílica aquecida a  $35^\circ C$  e termofílica aquecida a  $55^\circ C$ .

## **2. OBJETIVOS**

### **2.1 OBJETIVO GERAL**

Avaliar e comparar a produção de biogás para digestão anaeróbia da FORSU nas condições mesofílica a temperatura ambiente (sem aquecimento) e a  $35^\circ C$ , e termofílica, a  $55^\circ C$ , considerando a qualidade do digestato de cada processo.

### **2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS**

- Identificar o inóculo com melhor potencial para a produção de metano, através do ensaio de Atividade Metanogênica Específica (AME), para inoculação dos reatores;
- Avaliar a aplicação de técnica de aclimação e adaptação do inóculo selecionado às temperaturas de operação e ao substrato.
- Avaliar quantitativamente e qualitativamente o biogás produzido;
- Avaliar a qualidade dos digestatos de cada batelada para verificação de viabilidade de aplicação como fertilizante;
- Comparar morfológicamente os microrganismos presentes em cada processo.

### **3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA**

#### **3.1 CONSIDERAÇÕES GERAIS SOBRE RESÍDUOS SÓLIDOS**

##### **3.1.1 Resíduos sólidos e panorama atual do Brasil**

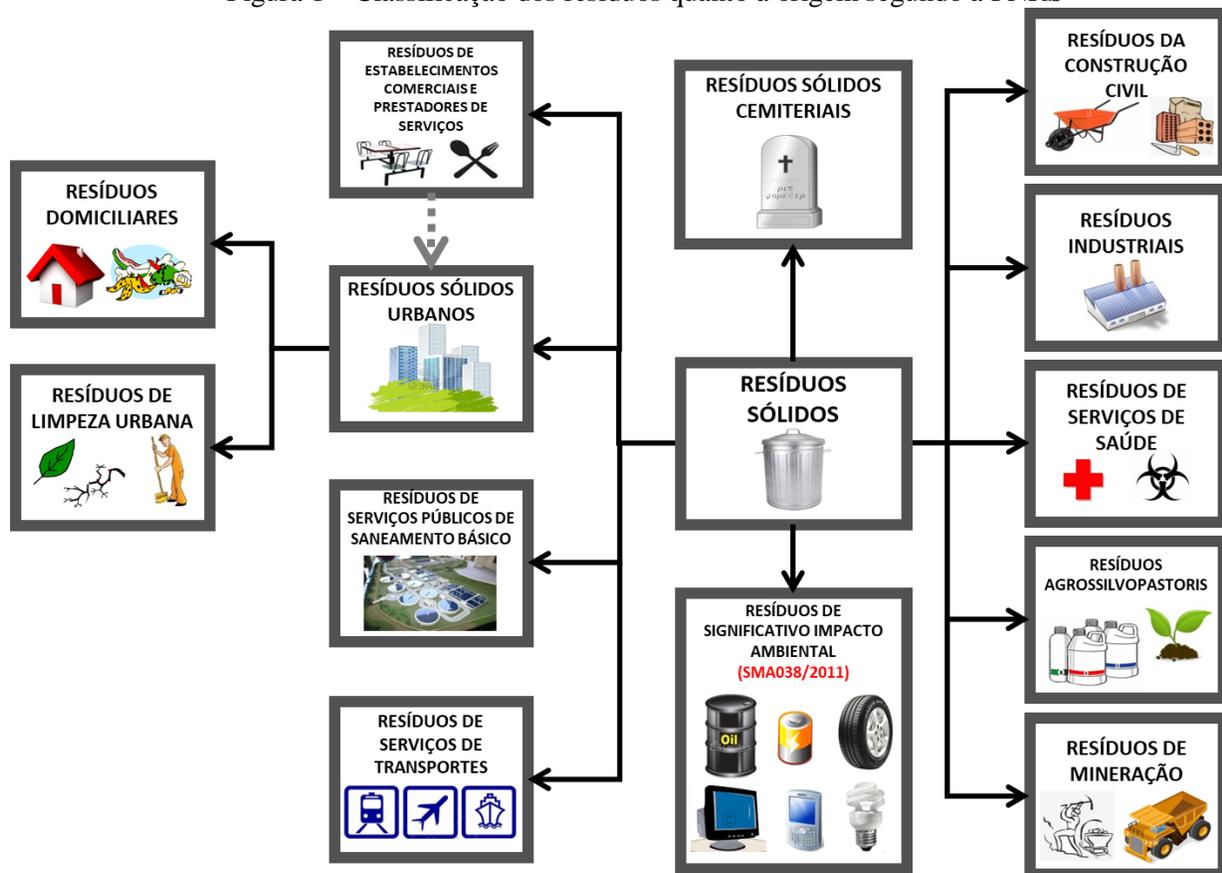
Resíduos sólidos, popularmente denominado como lixo, podem ser definidos como qualquer material, substância, objeto ou bem descartado, em estado sólido ou semissólido, resultante das atividades humanas, podendo ser de origem industrial, doméstica, hospitalar, comercial, agrícola, de serviços e de varrição (ABNT, 2004; BRASIL, 2010).

Segundo Bidone e Povinelli (1999), a geração de resíduos sólidos é influenciada pela economia do país e por fatores culturais, climáticos, hábitos de consumo e padrão de vida de uma população. Sendo assim, a composição gravimétrica, a quantidade e as soluções tomadas para a resolução da problemática dos resíduos sólidos varia em tempo e espaço.

No Brasil, apenas em 2010, depois de vinte anos em tramitação no Congresso, a Política Nacional de Resíduos Sólidos (PNRS) saiu do papel. A Lei nº 12.305 de 2 de agosto de 2010, regulamentada pelo Decreto nº 7.404 de 23 de dezembro de 2010, que institui a PNRS, veio como uma balizadora para as tomadas de decisões relacionadas à gestão integrada de resíduos sólidos no país.

A PNRS preconiza, em ordem de prioridade, a não geração, redução, reutilização, reciclagem, tratamento dos resíduos sólidos e disposição final ambientalmente adequada dos rejeitos, e classifica os resíduos sólidos quanto às suas origens, de acordo com a Figura 1.

Figura 1 – Classificação dos resíduos quanto à origem segundo a PNRS



Fonte: Schalch, Castro e Córdoba (2015).

Quanto aos resíduos sólidos urbanos (RSU), segundo dados da ABRELPE (2016) do último Panorama dos Resíduos Sólidos no Brasil realizado, o consumo *per capita* no Brasil é de 1,040 kg/hab/dia, totalizando 78,3 milhões de tonelada de RSU por ano. Desse montante, 91% são coletados pelo sistema de limpeza pública, mas apenas 58,4% possuem uma disposição ambientalmente adequada para aterros, sendo 41,6% ainda dispostos em lixões a céu aberto. Esses dados demonstram que, apesar do sistema de coleta ser eficiente, há muito o que ser feito quanto à disposição final e destinação ambientalmente adequada.

### 3.1.2 Fração orgânica dos resíduos sólidos urbanos (FORSU) e alternativas para tratamento

Os resíduos sólidos orgânicos são o componente principal dos resíduos sólidos urbanos no Brasil, com 51,4% do total coletado (BRASIL, 2012). Esses resíduos, em geral, provêm do

desperdício de alimentos que, quando dispostos em aterro, sofre o processo de decomposição, emitindo gases de efeito estufa, o que contribui para o aquecimento global e mudanças climáticas (JACOBI; BESEN, 2011). Para o município de São Carlos-SP em análise de composição gravimetria realizada no ano de 2018, a porcentagem de matéria orgânica nos resíduos domiciliares foi de 37,48% (KIM, 2019).

A fração orgânica dos resíduos sólidos urbanos (FORSU) é composta pela matéria orgânica presente nos resíduos domiciliares e resíduos de poda e capina provenientes da limpeza urbana. As três técnicas mais conhecidas de tratamento da FORSU são compostagem, vermicompostagem e digestão anaeróbia, também conhecida como biometanização.

A compostagem é uma biooxidação aeróbia exotérmica de um substrato orgânico heterogêneo, no estado sólido, caracterizado pela produção de CO<sub>2</sub>, água, liberação de substâncias minerais e formação de matéria orgânica estável (FERNANDES; SILVA, 1999). É um processo eficaz de reciclagem da matéria orgânica, com vantagens econômicas pela produção de composto, que pode ser aplicado na agricultura, utilizado em contenção de encostas e combate de erosão (RUSSO, 2003).

Outra maneira de se realizar a compostagem é através da vermicompostagem, que é um tipo de compostagem na qual se utilizam minhocas para digerir a matéria orgânica, provocando sua degradação, melhorando o arejamento e drenagem do material em fase de maturação (BIDONE; POVINELLI, 1999).

Já a digestão anaeróbia, processo que ocorre na ausência de oxigênio, é um ecossistema onde diversos grupos microbianos trabalham interativamente na conversão da matéria orgânica em metano, gás carbônico, água, gás sulfídrico e amônia, além de novas células microbianas (CHERNICHARO, 2007). Após a digestão, o digestato (resíduo orgânico após ser digerido) ainda não está completamente estabilizado e necessita ser misturado com aditivos e estabilizado aerobiamente para ser utilizado como composto (LEVIS et al., 2010).

Segundo Mata-Álvarez (2000), quando comparados os processos de compostagem com o da digestão anaeróbia acrescida da digestão aeróbia como pós tratamento, esta último tem como vantagem a recuperação energética, no entanto, necessita de um maior investimento e o processo no geral é mais complexo.

## 3.2 DIGESTÃO ANAERÓBIA

A digestão anaeróbia é em um processo bioquímico, utilizado para o tratamento de substratos orgânicos como lodo de esgoto, dejetos de animais e resíduos orgânicos. O processo consiste na degradação e estabilização na matéria orgânica complexa por um consórcio de microrganismos, produzindo o biogás, que pode ser usado como uma fonte de energia renovável (RAPOSO et al., 2011).

Diferentemente da oxidação aeróbia, que necessita de oxigênio e o crescimento dos microrganismos é rápido, onde grande porção de matéria orgânica é convertida em novas células, a digestão anaeróbia produz relativamente pouca energia aos microrganismos. Assim, sua taxa de crescimento é lenta e apenas uma pequena porção da matéria orgânica é convertida em células novas, sendo a maior parte dela convertida em gás metano (McCARTY, 1964). De acordo com (CHERNICHARO, 2007)

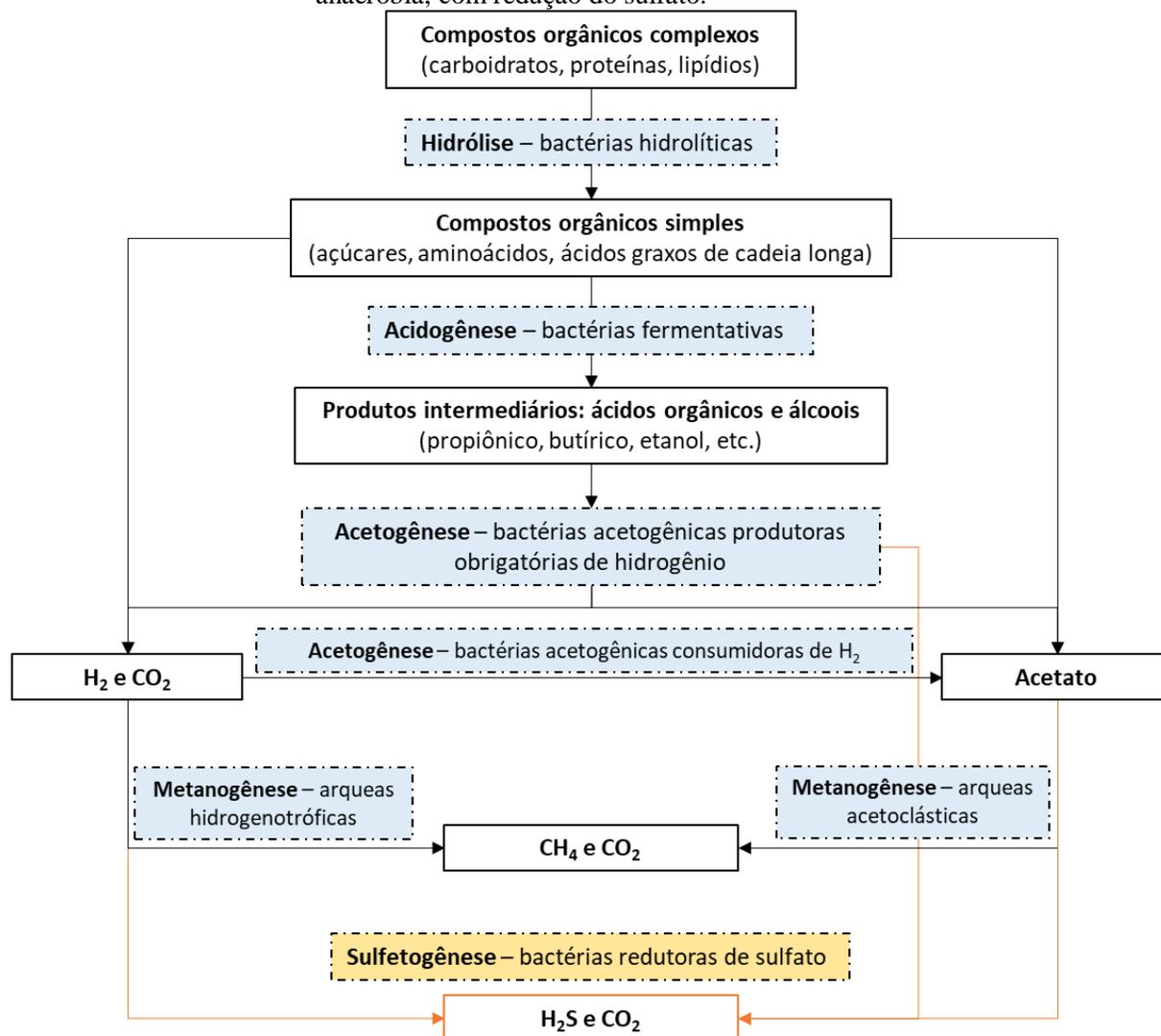
O biogás é composto principalmente pelos gases metano ( $\text{CH}_4$ ) e gás carbônico ( $\text{CO}_2$ ), e a quantidade de cada gás é determinada pela composição do substrato digerido. O biogás geralmente contém 55-65% de  $\text{CH}_4$  e 35-45% de  $\text{CO}_2$ . Outros componentes como sulfeto de hidrogênio ( $\text{H}_2\text{S}$ ), hidrogênio ( $\text{H}_2$ ), amônia e composto orgânicos voláteis geralmente compõe menos de 1% do biogás (ANGELIDAKI; BATSTONE, 2010).

Além do biogás, o resíduo da digestão anaeróbia, conhecido como digestato, pode ser usado como fertilizante de solo após pós tratamento, ou pode ser aterrado ou incinerado (ANGELIDAKI; BATSTONE, 2010).

### 3.2.1 Etapas da digestão anaeróbia

A digestão anaeróbia pode ser dividida em quatro etapas principais: hidrólise, acidogênese, acetogênese e metanogênese. A Figura 2 apresenta a sequência do processo de digestão anaeróbia e os principais grupos microbianos envolvidos. Em seguida, cada etapa é descrita individualmente.

Figura 2 – Processo e principais grupos microbianos que participam do processo de digestão anaeróbia, com redução do sulfato.



Fonte: Adaptado de Lettinga (1996) *apud* (CHERNICHARO, 2007)

- **Hidrólise:** é a primeira etapa, onde os compostos orgânicos complexos e insolúveis (como carboidratos, proteínas e lipídios) são convertidos em moléculas menores, possíveis de atravessarem a membrana celular para serem utilizadas como fonte de energia e nutrientes pelos microrganismos (PARKIN; OWEN, 1986). Essa conversão é realizada pela ação de enzimas extracelulares secretadas pelas bactérias hidrolíticas (CHERNICHARO, 2007). Geralmente, esta etapa é considerada como etapa limitante para substratos orgânicos complexos e de difícil degradação, pois afeta diretamente a disponibilidade de

alimento para os microrganismos e o balanço de massa do processo (IZUMI et al., 2010; ZHANG et al., 2014).

- **Acidogênese:** os produtos solúveis oriundos da hidrólise são metabolizados no interior das células das bactérias fermentativas acidogênicas (anaeróbias facultativas ou obrigatórias), sendo convertidos principalmente em ácidos graxos voláteis (acético, propiônico e butírico) e álcoois (como etanol), e outros subprodutos, como amônia ( $\text{NH}_3$ ), gás carbônico ( $\text{CO}_2$ ) hidrogênio ( $\text{H}_2$ ) e sulfeto de hidrogênio ( $\text{H}_2\text{S}$ ) (CHERNICHARO, 2007; ZHANG et al., 2014).
- **Acetogênese:** os ácidos graxos voláteis (como propiônico e butírico) e o álcool produzidos durante a acidogênese, são oxidados a acetato pelas bactérias acetogênicas produtoras obrigatórias de hidrogênio (ANGELIDAKI; BATSTONE, 2010). Outro mecanismo da acetogênese é através das bactérias acetogênicas consumidoras de hidrogênio (ou homoacetogênicas), que produzem o acetato através do  $\text{CO}_2$  e  $\text{H}_2$  (STAMS; PLUGGE, 2009). As reações acetogênicas precisam de uma pressão muito baixa de hidrogênio para ocorrerem, o que só é possível com a associação sintrófica com microrganismos consumidores de hidrogênio, como as arqueas metanogênicas hidrogenotróficas (ANGELIDAKI; BATSTONE, 2010).
- **Metanogênese:** a última etapa é efetuada pelas arqueas metanogênicas, microrganismos estritamente anaeróbios, pertencentes ao domínio *Archaea*. Elas são divididas em dois grupos principais: as arqueas acetoclásticas, que são responsáveis pela formação de metano e  $\text{CO}_2$  a partir do acetato, e as arqueas hidrogenotróficas, que utilizam  $\text{CO}_2$  e  $\text{H}_2$  para a produção de metano (ANGELIDAKI et al., 2011). As arqueas metanogênicas acetoclásticas são responsáveis por cerca de 60% a 70% de toda a produção de metano e pertencem a dois gêneros principais: *Methanosarcina* e *Methanosaeta* (CHERNICHARO, 2007).

A via metabólica da sulfetogênese ocorrerá quando o substrato apresentar compostos à base de enxofre. As bactérias redutoras de sulfato (BRS) são anaeróbias estritas e reduzem compostos sulfurados, como sulfato e sulfito, à sulfetos (CHERNICHARO, 2007). Devido à variedade de substratos que podem ser utilizados pelas BRS, elas podem competir com os microrganismos envolvidos na digestão anaeróbia pela disponibilidade de acetato, H<sub>2</sub>, proionato e butirato (CHEN; CHENG; CREAMER, 2008). A via sulfetogênica produz sulfeto de hidrogênio (H<sub>2</sub>S) e gás carbônico (CO<sub>2</sub>). A produção H<sub>2</sub>S pode acarretar diversos problemas, como toxicidade no meio, corrosão, mau cheiro, perda de qualidade e menor proporção de metano no biogás (HULSHOFF POL et al., 1998; GODOI; DAMIANOVIC; FORESTI, 2015).

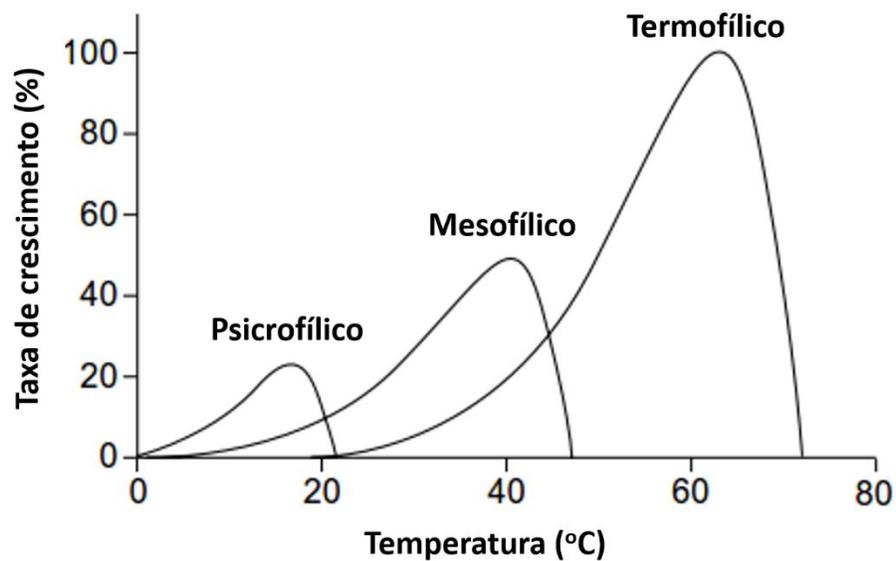
### **3.2.2 Interferentes no processo**

A DA é um processo biológico realizado por diferentes populações de microrganismos. Por esse motivo, ela é diretamente influenciada por fatores ambientais que, se não estiverem nas condições requeridas, podem comprometer seriamente o desempenho do processo. Entre esses fatores estão: temperatura, pH, alcalinidade, disponibilidade de nutrientes essenciais e acúmulo de componentes tóxicos (HAANDEL; LETTINGA, 1994).

#### **3.2.2.1 Temperatura**

Segundo Chernicharo (2007), a temperatura é um dos fatores mais importantes que afetam o crescimento microbiano. Diferentes grupos de microrganismos se adaptam a faixas de temperatura distintas e cada grupo possui a sua própria temperatura ótima, sendo classificados em três grupos: psicrófilos (abaixo de 20-25°C), mesófilos (entre 20-25°C a 40°C) e termófilos (acima de 40-45°C) (EL-MASHAD et al., 2004; LETTINGA ASSOCIATES FOUNDATION, 2009). A Figura 3 apresenta as faixas de temperatura ótima para o crescimento de cada grupo de microrganismos metanogênicos.

Figura 3 – Taxa de crescimento dos microrganismos metanogênicos psicofílicos, mesofílicos e termofílicos, de acordo com a temperatura



Fonte: Adaptado de Lettinga; Rebac; Zeeman (2001)

A utilização de substrato pelos microrganismos está intimamente ligada a temperatura. Em condições psicofílicas, as reações químicas e biológicas acontecem mais devagar que em condições mesofílicas (LETTINGA; REBAC; ZEEMAN, 2001). Já em condições termofílicas, os microrganismos possuem uma maior taxa metabólica, maior taxa de utilização específica de substrato e, conseqüentemente, maior remoção de matéria orgânica e maior produção de metano, quando comparado aos microrganismos mesofílicos (GAVALA et al., 2003; EL-MASHAD et al., 2004).

Segundo Duran e Speece (1997), apesar dos sistemas mesofílicos terem uma menor taxa de utilização de substrato, eles produzem efluentes de melhor qualidade por gerarem efluentes com menores concentrações de DQO solúvel e ácidos graxos voláteis (AGV) do que os efluente dos processos termofílicos. Outra desvantagem do processo termofílico é a necessidade de energia para o aquecimento, o que pode reduzir o balanço final de energia produzida quando comparada ao processo mesofílico (EL-MASHAD et al., 2004)

### 3.2.2.2 pH e Alcalinidade

O pH é um dos parâmetros mais importantes que influenciam o processo de DA pois todos os microrganismos envolvidos são muito sensíveis a variações de pH, sendo de extrema importância o seu monitoramento ao longo do processo para a manutenção do bom funcionamento do sistema. No entanto, o pH é uma medida dada em escala logarítmica, o que significa que pequenas variações de pH implicam no consumo de elevada quantidade de alcalinidade, diminuindo a capacidade de tamponamento do meio (CHERNICHARO, 2007).

Para bactérias fermentativas, uma faixa de pH de 4 a 8,5 é aceitável, enquanto para a maioria das metanogênicas um pH ótimo é de 6,5 a 7,2, sendo que pH abaixo 5,5 pode causar uma falha irreversível no sistema (BRAGUGLIA et al., 2018). . Populações de microrganismos acidogênicos são significativamente menos sensíveis a valores de pH baixos e altos e, conseqüentemente, a fermentação ácida irá prevalecer sobre a metanogênese, o que pode resultar em um acúmulo desse conteúdo no reator (azedamento) (HAANDEL; LETTINGA, 1994).

Chernicharo (2007) cita uma faixa mais ampla, em que pode-se conseguir a estabilidade na formação de metano entre 6,0 e 8,0, devendo-se evitar valores abaixo de 6,0 e acima de 8,3.

Para a alcalinidade total, a faixa desejável para sistemas anaeróbios, segundo Raposo et al. (2011), é de 2.500 - 5.000 mg/L. Essa faixa de valor permite uma maior capacidade tampão para que aumentos na quantidade de AGVs não alterem significativamente o pH.

Muitos trabalhos, recomendam a adição de alcalinizantes, como hidróxido de sódio (NaOH) (RAPOSO et al., 2011; LI et al., 2018), bicarbonato de sódio (NaHCO<sub>3</sub>) (NEVES; OLIVEIRA; ALVES, 2004; YANG et al., 2015) ou óxido de cálcio (CaO) (KOTHARI et al., 2014; LI et al., 2018), para garantir a capacidade tampão do sistema e evitar a acidificação do reator anaeróbio, principalmente quando se trata de resíduos sólidos devido a sua característica ácida. No entanto, essa adição aumenta os custos iniciais e de operação do processo.

### 3.2.2.3 Nutrientes

Para que o processo seja operado com sucesso, os nutrientes inorgânicos necessários ao crescimento dos microrganismos devem ser fornecidos em quantidades suficientes. Os principais macronutrientes necessários para o crescimento das células são nitrogênio, fósforo, enxofre, potássio, magnésio, sódio e ferro. Complementarmente, alguns micronutrientes (ou metais traços), como cromo, cobalto, cobre, manganês, molibdênio, níquel, selênio, vanádio e zinco, em sua maioria são necessários para a ativação de sítios em enzimas. O níquel, especialmente, é necessário para a ativação da enzima  $F_{430}$ , envolvida na metanogênese (CHERNICHARO, 2007; ANGELIDAKI; BATSTONE, 2010; RAPOSO et al., 2011). Em geral, quando o substrato se trata de resíduo sólido, a limitação nutricional para a digestão anaeróbia é rara (ANGELIDAKI; BATSTONE, 2010).

### 3.2.2.4 Relação C/N

Outro fator importante é a relação C/N. Todos os organismos vivos necessitam de uma fonte de carbono e, em menor quantidade, de uma fonte de nitrogênio, que compõe as proteínas, ácidos nucleicos e vários outros compostos celulares (MADIGAN et al., 2016). A maioria das literaturas recomendam uma relação C/N na faixa de 20/1 – 30/1, com um valor ótimo de 25/1 para organismos anaeróbios em sistemas de DA (WANG et al., 2012). Estudos mostram que substratos contendo uma alta relação C/N (alta concentração de carbono e baixa concentração de nitrogênio) possuem um baixo pH, reduzida capacidade tampão e a tendência a acumulação de AGV no processo de digestão. Por sua vez, substratos com baixa relação C/N (baixa concentração de carbono e alta concentração de nitrogênio) podem aumentar a taxa de conversão do nitrogênio à amônia, elevando a concentração de nitrogênio amoniacal e excedendo a quantidade necessária ao crescimento dos microrganismos, possibilitando a inibição no processo (WANG et al., 2012; BRAGUGLIA et al., 2018).

No entanto, para Angelidaki e Batstone (2010), quando comparada à compostagem, a relação C/N do substrato é raramente o fator limitante, pois a necessidade de nitrogênio é bem mais baixa devido a menor síntese de biomassa na digestão anaeróbia.

### 3.2.2.5 Componentes tóxicos

Dependendo da origem, os resíduos podem conter substâncias inibitórias ou tóxicas, como amônia, sulfato, metais pesados e metais orgânicos. A acumulação destas substâncias pode provocar uma perturbação no reator, reduzindo a produção de biogás e/ou teor de metano no biogás e, possivelmente, levando o reator ao colapso (CHEN; CHENG; CREAMER, 2008). Nutrientes em altas concentrações, como cálcio, magnésio, sódio, potássio e níquel também podem causar inibição (ANGELIDAKI; BATSTONE, 2010).

## 3.2.3 Técnicas para otimização do processo

### 3.2.3.1 Co-digestão

A co-digestão anaeróbia é a mistura de dois ou mais substratos a fim de tornar o processo de DA mais eficiente, aumentar a produção de biogás, promover o sinergismo entre os microrganismos, estabilizar o digestato e aumentar a quantidade de nutrientes essenciais (EL-MASHAD; ZHANG, 2010; BRAGUGLIA et al., 2018).

Na literatura, várias combinações de substratos para a co-digestão anaeróbia vêm sendo testadas com o objetivo aumentar a produção de metano. Os substratos mais comuns são esterco de animais, lodos de esgoto, FORSU, resíduos industriais e resíduos de agricultura (MATA-ALVAREZ et al., 2014). A proporção de cada resíduo utilizado é um fator importante, principalmente para balancear a relação C/N final, que pode ter valores ótimos diferentes dependendo dos substratos e inóculo utilizados (ZHANG et al., 2014).

Segundo Zhang et al. (2014), quando resíduos alimentares são tratados sozinhos por DA, a inibição sempre acontece se o processo for operado por longo tempo devido ao desequilíbrio na disponibilidade de nutrientes, como insuficiência de micronutrientes e excesso de macronutrientes. Para neutralizar esse desequilíbrio, recomenda-se a co-digestão com outros substratos orgânicos, lodo de esgoto e resíduos de poda e capina. Para resíduos alimentares, um co-substrato típico é o lodo de esgoto, caracterizado por ter uma baixa relação C/N e baixo teor de matéria orgânica, o que garante o balanço de C/N, melhorando a atividade microbiana e diminuindo a acumulação de amônia (BRAGUGLIA et al., 2018).

No trabalho realizado por Ağdağ e Sponza (2007), a co-digestão de FORSU com lodo de esgoto industrial da proporção de 1:2 rendeu a maior quantidade de metano no biogás, comparado com a FORSU sozinha. Pavi et al. (2017) testaram a co-digestão de FORSU com resíduos de hortifrutigranjeiros (RHF), juntamente com lodo de esgoto. A co-digestão aumentou em 141% e 43,8% a produção de metano quanto comparado com a digestão da FORSU e RHF sozinhos, respectivamente, e aumentou o percentual de redução de STV.

Yong et al. (2015) realizaram a co-digestão de resíduo alimentar e palha, observando um aumento de 39,5% e 194,7% na produção de metano comparado à digestão individual dos resíduos, respectivamente.

### 3.2.3.2 Pré-tratamentos

A digestão anaeróbia de resíduos sólidos é diretamente afetada pela transferência de massa em cada etapa do tratamento biológico. A hidrólise é a etapa limitante durante todo o processo, por isso, é importante possibilitar que essa etapa seja bem sucedida para beneficiar todo o processo de DA. Muitos fatores como tamanho da partícula e estrutura dos componentes do substrato podem influenciar no processo de hidrólise. Para acelerar essa etapa, vários tipos de pré-tratamentos vem sendo sugeridos, sendo os mais comuns os pré tratamento físicos, químico e biológicos (ZHANG et al., 2014; ZHANG; HU; LEE, 2016)

A FORSU é composta principalmente por carboidratos, proteínas, lipídios, lignocelulose e uma pequena fração inorgânica. A redução do tamanho da partícula através do tratamento físico de trituração ou moagem mecânica é importante para melhorar o desempenho da DA porque a diminuição dos tamanhos das partículas tem um efeito significativo na taxa de hidrólise. Esse pré-tratamento é amplamente utilizado em plantas de DA em escala industrial (ZHANG et al., 2014; BRAGUGLIA et al., 2018).

Mshandete et al. (2006) realizou a trituração de resíduo de fibras de sisal com tamanho de 2 a 100 mm e concluiu que a produção de metano era inversamente proporcional ao tamanho das fibras. Eles obtiveram um aumento de 23% de produção de metano com a fibra de 2 mm em relação ao resíduo não tratado.

Izumi et al. (2010) realizaram a trituração de resíduos orgânicos e observaram uma influência significativa no processo de DA. Foi observado um aumento de 40% na

solubilização da DQO com a trituração de 0,843 mm para 0,391 mm, resultando em um aumento de 28% na produção e biogás. O trabalho também concluiu que uma redução excessiva no tamanho da partícula pode acelerar a acumulação de AGV, podendo prejudicar o processo.

### 3.2.3.3 Inoculação

Os microrganismos anaeróbios possuem o crescimento mais lento em relação aos microrganismos aeróbios. Para aumentar a velocidade de reação do processo, a adição de inóculos ao substrato é recomendada (LI; PARK; ZHU, 2011)

A seleção de um inóculo adequado é de extrema importância para determinar o potencial operacional inicial do digestor e para garantir um funcionamento estável a longo prazo. Os inóculos geralmente utilizados são lodo anaeróbio de estações de tratamento de esgoto, esterco suíno, esterco bovino, rúmen bovino entre outros (SHAH et al., 2015)

Quando o inóculo é proveniente de um reator tratando outro tipo de substrato, o crescimento da população microbiana é iniciado somente após um período denominado de fase *lag*, que pode ser breve ou demorado, dependendo das características do inóculo e das condições do meio (MADIGAN et al., 2016).

Para evitar uma fase *lag* muito longa, alguns trabalhos recomendam realizar uma estratégia de adaptação. Simões (2017) sugere a adição de substrato ao inóculo em relações alimento/microrganismo (A/M) pequenas, e sucessivamente, dobra-se a relação A/M até o melhor desempenho do reator. Simões (2017) testou os lodos provenientes de uma estação de tratamento de esgoto e de uma lagoa de lixiviado, com relações A/M de 1:16 à 1:1  $\text{gSTV}_{\text{substrato}}/\text{gSTV}_{\text{inóculo}}$  para a inoculação de FORSU padrão. Os melhores resultados foram obtidos para a estratégia de adaptação de 1:16, 1:8 e 1:4 para o lodo da lagoa de lixiviado. Segundo Angelidaki e Batstone (2010), a adição de um grande volume de inóculo em relação ao substrato garante uma alta atividade microbiana, um baixo risco de sobrecarga e de inibição.

### 3.3 DIGESTÃO ANAERÓBIA DA FORSU

A digestão anaeróbia vem sendo utilizada a muito tempo para o tratamento de lodo de esgoto no mundo todo. No entanto, nas últimas décadas, ela vem sendo expandida para o tratamento de outros tipos de resíduos, como resíduos alimentares, agrossilvopastoris e de poda e capina (EVANGELISTI et al., 2014).

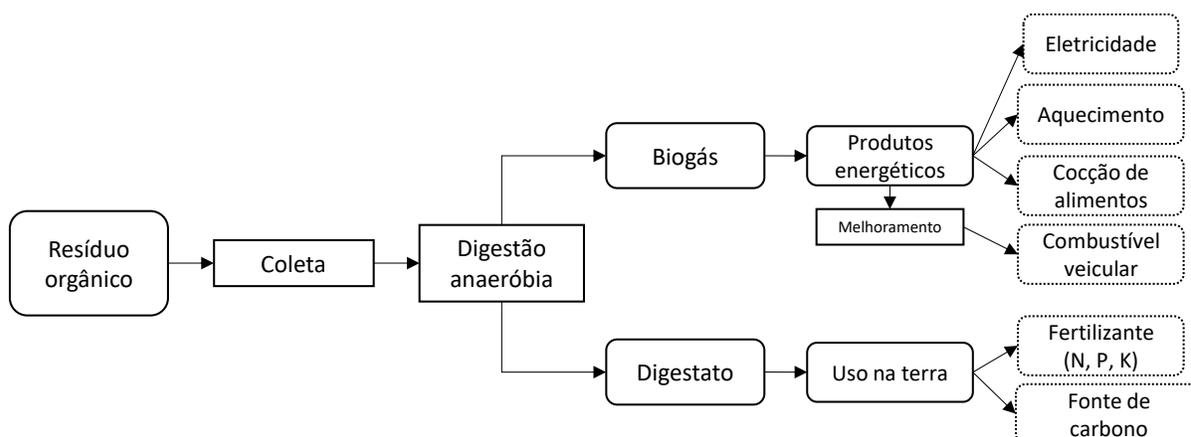
No Brasil, as iniciativas para tratamento da FORSU se dão principalmente por meio da compostagem. A digestão anaeróbia é usualmente empregada para tratamentos de efluentes líquidos sanitários, industriais (têxtil, laticínio, entre outros) e da agroindústria (suinocultura), bem como unidades de recuperação e utilização do biogás produzido em aterros sanitários e estações de tratamento de esgoto (GOMES, 2010). A primeira planta em escala industrial tratando resíduo orgânico em co-digestão com lodo de esgoto no Brasil foi inaugurada em 2018 e está localizada no município de São José dos Pinhais, Paraná, operada pela empresa CS BioEnergia S.A. em parceria com a Companhia de Saneamento do Paraná (SANEPAR). A usina tem a capacidade de produzir 2,8 MW de energia elétrica, mas ainda não está operando com a total capacidade instala (WILKEN et al., 2019; MARTINS, 2019)

Na Europa, a digestão anaeróbia para resíduos sólidos orgânicos está mais consolidada, com diversos reatores operando em grande escala. Uma diretiva europeia (*EU Landfill Directive 1999/31/EC*) determina que os membros pertencentes a união reduzam em 65% a quantidade de resíduos sólidos urbanos biodegradáveis enviadas para aterros até 2016 (com prazo até 2020 para alguns países) em relação aos valores de 1995 (EUROPEAN COMMISSION, 2009; LEVIS et al., 2010).

### 3.4 PRODUTOS DA BIOMETANIZAÇÃO

A digestão anaeróbia de resíduos orgânicos produz dois produtos: o biogás e o digestato. O biogás pode ser utilizado para gerar energia elétrica, aquecimento, como substituto do gás de cozinha na cocção dos alimentos e como combustível veicular, após melhoramento. O digestato pode ser usado como fertilizante, para a reposição dos nutrientes N, P e K do solo e como fonte de carbono. A Figura 4 representa a visão global desse processo.

Figura 4 – Visão global do processo de DA e usos do biogás e digestato



Os retângulos representam os processos, os ovais representam o fluxo de material e os ovais pontilhados representam os produtos finais.

Fonte: Adaptado de Møller, Boldrin e Christensen (2009) e Fruergaard e Astrup (2011)

### 3.4.1 Biogás

O biogás consiste principalmente em metano e dióxido de carbono, mas contém algumas impurezas. Para o biogás ser inflamável, o conteúdo de metano precisa estar acima de 45% (DEUBLEIN; STEINHAUSER, 2008). A composição típica do biogás é apresentada na Tabela 1.

Tabela 1 – Componentes típicos e impurezas do biogás

Componente	Símbolo	Conteúdo (em volume)
Metano	CH <sub>4</sub>	55-67%
Dióxido de carbono	CO <sub>2</sub>	25-50%
Sulfeto de hidrogênio	H <sub>2</sub> S	0-0,5%
Amônia	NH <sub>3</sub>	0-0,05%
Vapor d'água	H <sub>2</sub> O	1-5%
Nitrogênio	N <sub>2</sub>	0-5%
Poeira	-	>5μm
Siloxanos	-	0-50mg/m <sup>3</sup>

Fonte: Adaptado de Deublein e Steinhauser (2008)

O biogás pode ser usado sem purificação prévia em caldeiras, quando o limite para a emissão de H<sub>2</sub>S não for muito restritiva. No entanto, a purificação é necessária para aplicações mais nobres, como combustível veicular e células combustíveis. A aplicação na rede de gás

natural também é possível com o devido melhoramento, adicionando um maior valor comercial ao biogás (AHRING et al., 2003; APPELS et al., 2011). Além disso, o biogás possui muitas vantagens, mesmo quando comparado a outras formas de energia alternativas. Ele pode ser produzido quando necessário e pode ser facilmente armazenado, podendo ser distribuído utilizando a infraestrutura já existente para o gás natural (HOLM-NIELSEN; AL SEADI; OLESKOWICZ-POPIEL, 2009).

Em instalações do tipo *Combined Heat and Power* (CHP) ou de cogeração de calor e eletricidade, muito comuns na Europa, o biogás pode ser utilizado com concentração de H<sub>2</sub>S menor que 700 ppm a fim de evitar corrosão excessiva e a rápida deterioração do óleo lubrificante. Um método muito utilizado para a redução do sulfeto de hidrogênio no biogás é a adição de solução de ferro comercial no substrato do reator. No entanto, essa adição pode ser custosa caso necessite ser utilizado continuamente. No entanto, resíduos com altas concentrações de ferro podem ser utilizados como co-digestão, sendo a solução de ferro comercial utilizada apenas quando necessária (AHRING et al., 2003).

Nos casos em que há cogeração de energia elétrica e térmica utilizando-se o sistema CHP, o biogás produzido pode ser utilizado internamente na planta de DA como fonte de calor e energia elétrica (LEITE, 2015). A energia consumida por uma planta de biogás, nas etapas de aquecimento do substrato, agitadores, bombeamento, entre outras, corresponde entre 20 e 30% da energia produzida pela planta por meio da queima do biogás (DEUBLEIN; STEINHAUSER, 2008), podendo o excedente ser comercializado.

Em relação a produção de biogás para a geração de energia em processos mesofílicos e termofílicos, este último possui uma vantagem devido as altas taxas metabólicas e maior produção bruta de biogás. No entanto, um custo maior de investimento é necessário para a instalação de um sistema termofílico (MAO et al., 2015). Segundo Mata-Alvarez et al (2000), a produção de metano em um processo termofílico é menos de 10% superior a produção em um processo mesofílico. Considerando a maior demanda de energia para aquecimento em um processo termofílico, a energia gasta no aquecimento é praticamente a mesma que a energia extra produzida. Para Nguyen et al. (2017), quando realizado os processos mesofílicos e termofílicos de resíduos alimentares por via seca em reator semi-contínuo, o aumento da produção de biogás foi de 16,4% para o reator termofílico.

Quanto a utilização do biogás no Brasil, o aproveitamento ainda é muito incipiente. A maioria dos aterros sanitários e das estações de tratamento de esgoto doméstico e efluentes industriais que utilizam o processo anaeróbio, apenas coleta e queima o biogás, sem aproveitar o seu potencial energético (ROSA et al., 2016). Na Europa, 25% de toda a bioenergia é derivada do biogás; na Itália, 3.405 GWh de eletricidade foi produzida através do biogás no ano de 2011; na Alemanha, aproximadamente 4.000 unidades de produção de biogás agrícola estavam em operação no ano de 2008; na China, 26,5 milhões de plantas de biogás foram construídas em 2007 com uma produção de 10,5 bilhões de m<sup>3</sup>, com um crescimento de 248 bilhões de m<sup>3</sup> anualmente até 2010 (MAO et al., 2015).

### **3.4.2 Digestato**

O digestato é um dos bioprodutos da digestão anaeróbia, que pode ser aplicado no solo, substituindo fertilizantes inorgânicos e agindo como um meio para armazenamento de carbono. A qualidade do digestato está fortemente relacionada com as características do resíduo orgânico utilizado no processo de digestão anaeróbia (EVANGELISTI et al., 2014). Geralmente, não é adequada a sua disposição diretamente no solo por serem muito úmidos, conterem uma alta concentração de AGV, que são fitotóxicos e, caso a digestão não tenha ocorrido em altas temperaturas, o digestato conterá microrganismos patogênicos. Por isso, é geralmente recomendado que o digestato passe por um pós-tratamento após a digestão anaeróbia, para a obtenção de um produto com melhor qualidade (MATA-ÁLVAREZ; MACÉ; LLABRÉS, 2000).

O digestato pode ser vendido como fertilizante seco, o que reduz os problemas em relação a presença de agentes patogênicos, reduz o peso e aumenta o tempo de validade, ou diretamente como líquido, dependendo diretamente da qualidade do digerido (HAMAWAND, 2015).

O uso na agricultura do digestato pode ser condicionada pelo seu efeito fitotóxico durante a germinação das sementes, principalmente em relação a salinidade. Por isso, as taxas de aplicações devem considerar a concentração de Na e Cl e de metais pesados, para evitar o risco de acumulação desses metais no solo e a salinização, já constatados através da aplicação excessiva de esterco e lodos no solo (ALBURQUERQUE et al., 2012).

Quando comparado os processos de digestão aeróbia (compostagem) com a digestão anaeróbia seguida de uma compostagem, o processo de digestão anaeróbia + compostagem possuem o benefício de produzirem energia, além da recuperação dos nutrientes, enquanto a compostagem consome energia. No entanto, o processo de DA é mais complexo e requer um maior investimento inicial (MATA-ÁLVAREZ; MACÉ; LLABRÉS, 2000; MICOLUCCI et al., 2016).

Resíduos orgânicos são conhecidos por conterem bactérias patógenas como *Salmonella* e outros microrganismos que podem causar risco a saúde em pessoas e animais. O risco biológico associado ao uso do digestato como fertilizante é difícil de avaliar, mas não pode ser negligenciado. A temperatura é o fator mais importante em relação à sobrevivência dos microrganismos patogênicos durante a digestão anaeróbia (SAHLSTROM, 2003).

Muitos experimentos demonstraram a rápida inativação de *E. coli* e *Salmonella* em processos termofílicos (MICOLUCCI et al., 2016). A alta temperatura do processo termofílico propicia uma redução suficiente de *E. coli* e *Enterococci*. Para o processo mesofílico, essa redução só acontece se o substrato passar por um pré-tratamento ou pós-tratamento termofílico. *Salmonella* e *Mycobacterium paratuberculosis* são inativadas em apenas 24 h no tratamento termofílico, enquanto necessita de semanas ou meses em temperaturas mesofílicas (SAHLSTROM, 2003; EL-MASHAD et al., 2004).

Oropeza et al. (2001) identificou que o processo mesofílico é menos eficiente na remoção de ovos de Helmitos, com 35% de remoção, contra 70% de remoção no reator termofílico. Quanto a coliformes termotolerantes, observou-se uma redução no reator termofílico, alcançando valores abaixo de 1000 NMP/gST, enquanto não foi observado redução para o digestor mesofílico.

Quanto aos nutrientes, durante a digestão anaeróbia, uma grande parte do nitrogênio orgânico é convertida a sua forma inorgânica, como a amônia, que é desejável para a absorção pelas plantas. O digestato é um bom fertilizante pois contém a maioria dos macro e micronutrientes necessários para o crescimento das plantas (EL-MASHAD; ZHANG, 2010).

Na legislação brasileira ainda não existem diretrizes quanto a utilização especificamente do digestato de digestão anaeróbia como fertilizante. No entanto, existem resoluções e

instruções normativas referentes a utilização de fertilizantes orgânicos de resíduos orgânicos e utilização de lodo de esgoto que podem servir de referência para a análise do digestato e são descritas a seguir.

- **IN N° 27 de 5 de junho de 2006** (*Alterada pela IN SDA n° 7, de 12/04/2016, republicada em 02/05/2016*): Dispõe sobre fertilizantes, corretivos, inoculantes e biofertilizantes, para serem produzidos, importados ou comercializados, deverão atender aos limites estabelecidos nos Anexos I, II, III, IV e V referentes às concentrações máximas admitidas para agentes fitotóxicos, patogênicos ao homem, animais e plantas, metais pesados tóxicos, pragas e ervas daninhas (BRASIL, 2006).
- **IN N° 25 de 23 de junho de 2009**: aprova as normas sobre as especificações e as garantias, as tolerâncias, o registro, a embalagem e a rotulagem dos fertilizantes orgânicos simples, mistos, compostos, organominerais e biofertilizantes destinados à agricultura, na forma dos anexos à presente instrução normativa (BRASIL, 2009).
- **RESOLUÇÃO CONAMA 375 de 29 de agosto de 2006**: define critérios e procedimentos, para o uso agrícola de lodos de esgoto gerados em estações de tratamento de esgoto sanitário e seus produtos derivados (BRASIL, 2006b).

O Anexo I da I.N N° 25/09 estabelece ainda a classificação dos fertilizantes orgânicos simples, mistos, compostos e organominerais de acordo com as matérias-primas utilizadas na sua produção, podendo ser:

Classe "A": fertilizante orgânico que, em sua produção, utiliza matéria-prima de origem vegetal, animal ou de processamentos da agroindústria, onde não sejam utilizados, no processo, metais pesados tóxicos, elementos ou compostos orgânicos sintéticos potencialmente tóxicos, resultando em produto de utilização segura na agricultura;

Classe "B": fertilizante orgânico que, em sua produção, utiliza matéria-prima oriunda de processamento da atividade industrial ou da agroindústria, onde metais pesados tóxicos, elementos ou compostos orgânicos sintéticos potencialmente tóxicos são utilizados no processo, resultando em produto de utilização segura na agricultura;

Classe "C": fertilizante orgânico que, em sua produção, utiliza qualquer quantidade de matéria-prima oriunda de lixo domiciliar, resultando em produto de utilização segura na agricultura; e

Classe "D": fertilizante orgânico que, em sua produção, utiliza qualquer quantidade de matéria-prima oriunda do tratamento de despejos sanitários, resultando em produto de utilização segura na agricultura.

Dessa forma, o digestato composto por FORSU e lodo avícola pode ser enquadrado como fertilizante orgânico composto Classe A e C.

Tabela 2 – Parâmetros admitidos para fertilizantes orgânicos mistos e compostos, de acordo com o Anexo III da IN 25/09

Parâmetro	Misto/Composto	
	A	C
Umidade (máx.) (%)	50	50
N total (mín.) (%)		0,5
*Carbono orgânico (mín.) (%)		15
*CTC	Conforme declarado	
pH (mín.)	6,0	6,5
Relação C/N (máx.)		20
Relação CTC/C	Conforme declarado	
Ouros Nutrientes	Conforme declarado	

\*(valores expressos em base seca, umidade determinada a 65°C)

Fonte: Brasil (2009).

A resolução CONAMA 375/06 estabelece limites máximos de substâncias inorgânicas e patógenos para o uso agrícola do lodo de esgoto, apresentados nas Tabelas Tabela 4 e Tabela 5, respectivamente.

Tabela 3 – Parâmetros admitidos pelo Anexo V da IN 27/06, alterada pela IN nº 7, de 12/04/2016

<b>Contaminante</b>	<b>Valor máximo admitido</b>	
Arsênio (mg/kg)	20,00	
Cádmio (mg/kg)	3,00	
Chumbo (mg/kg)	150,00	
Cromo hexavalente (mg/kg)	2,00	
Mercúrio (mg/kg)	1,00	
Níquel (mg/kg)	70,00	
Selênio (mg/kg)	80,00	
Coliformes termotolerantes - número mais provável por grama de matéria seca (NMP/g de MS)	1.000,00	
Ovos viáveis de helmintos - número por quatro gramas de sólidos totais (nº em 4g ST)	1,00	
<i>Salmonella</i> sp	Ausência em 10g de matéria seca	
Materiais inertes	Vidros, plásticos, metais > 2mm	0,5% na massa seca
	Pedras > 5mm	5,0% na massa seca

Fonte: Brasil (2006a).

Tabela 4 – Concentração máxima de substâncias inorgânicas no lodo de esgoto para uso agrícola

<b>Substância inorgânica</b>	<b>Concentração máxima permitida</b>
Arsênio (mg/kg)	41
Bário (mg/kg)	1300
Cádmio (mg/kg)	39
Chumbo (mg/kg)	300
Cobre (mg/kg)	1.500
Cromo (mg/kg)	1.000
Mercúrio (mg/kg)	17
Molibdênio (mg/kg)	50
Níquel (mg/kg)	420
Selênio (mg/kg)	100
Zinco (mg/kg)	2.800

Fonte: Brasil (2006b).

Tabela 5 – Concentração máxima de patógenos  
no lodo de esgoto para uso agrícola

<b>Tipo</b>	<b>Patógeno</b>	<b>Concentração máxima permitida</b>
Tipo A	Coliformes Termotolerantes	<10 <sup>3</sup> NMP / g de ST
	Ovos viáveis de helmintos	< 0,25 ovo / g de ST
	Salmonella	ausência em 10 g de ST
	Vírus	< 0,25 UFP ou UFF / g de ST
Tipo B	Coliformes Termotolerantes	<10 <sup>6</sup> NMP / g de ST
	Ovos viáveis de helmintos	< 10 ovos / g de ST

Fonte: Brasil (2006b).

Em relação aos valores dos parâmetros admitidos pelas IN n° 27/06, IN n° 25/09 e resolução CONAMA 375/06, observa-se que os teores de metais pesados apresentados pela IN n° 27/06 para fertilizantes orgânicos são mais restritivos que os exigidos pela CONAMA 375/06, para lodos de esgoto. Para concentração de patógenos, a exigência é a mesma para o lodo do Tipo A. Quanto a alguns metais (micronutrientes), as IN não estabelecem valor máximo, enquanto a resolução CONAMA 375/06 estabelece concentrações máximas para Cu, Zn e Mo.

Quanto a estabilidade da matéria orgânica, a resolução CONAMA 375/06 estabelece que o lodo será considerado estável se a relação entre os sólidos voláteis e sólidos totais for inferior a 0,70 (BRASIL, 2006b).

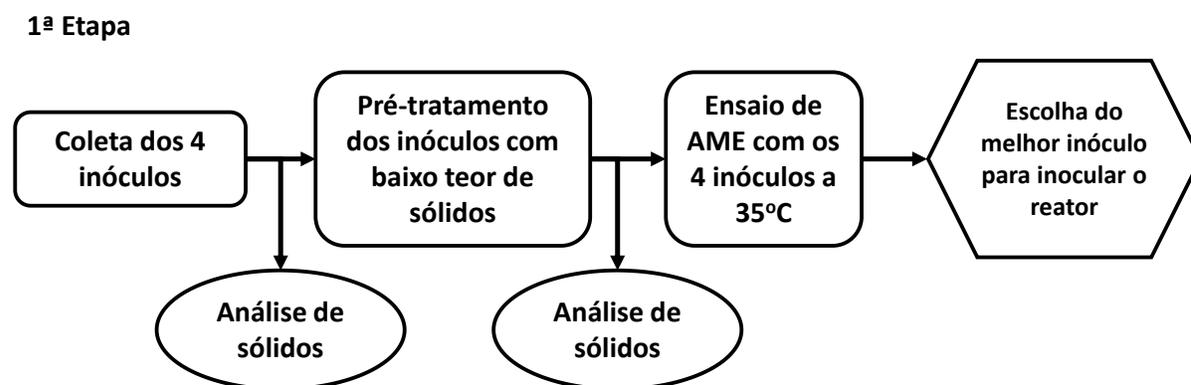
#### 4. MATERIAL E MÉTODOS

Neste capítulo são descritas os materiais e metodologias empregados nessa pesquisa. Este trabalho foi dividido em 2 principais etapas: 1ª) A análise de quatro diferentes inóculos e a escolha daquele com melhor desempenho para a inoculação dos reatores, através do ensaio de Atividade Metanogênica Específica (AME); 2ª) Operação dos reatores em três condições de temperatura diferentes e análises físico-químicas de cada processo

Esta pesquisa foi desenvolvida nas dependências da Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo (EESC-USP).

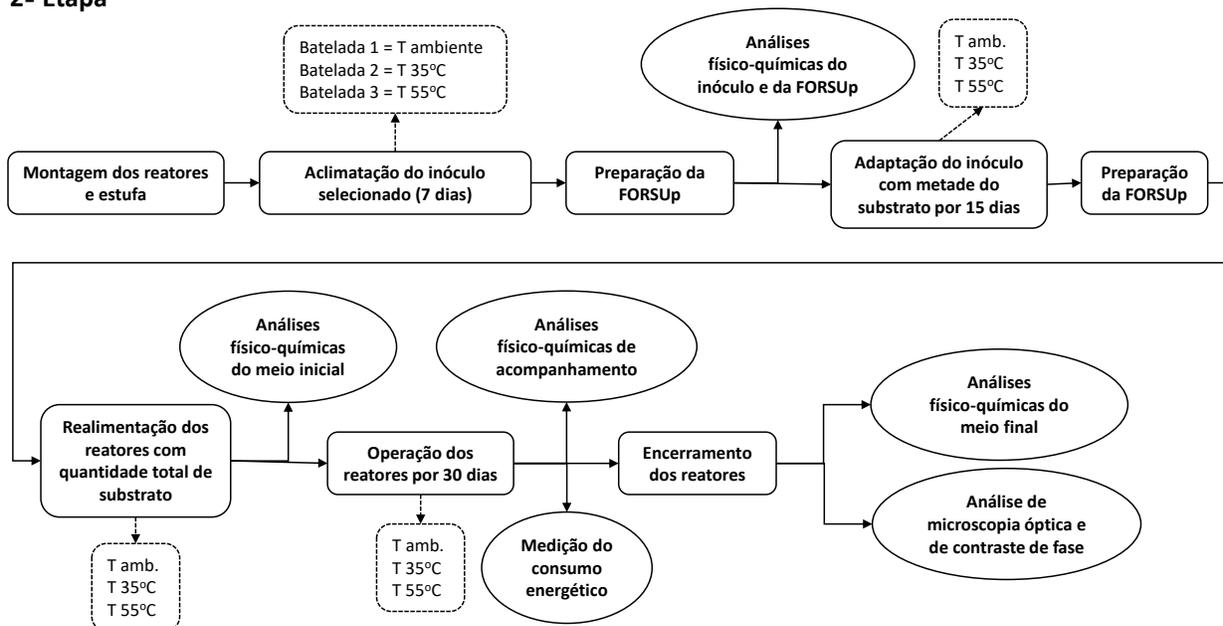
As etapas da pesquisa são apresentadas no fluxograma da Figura 5 e Figura 6.

Figura 5 – Fluxograma das ações realizadas na 1ª etapa da pesquisa



Fonte: Própria autora.

Figura 6 – Fluxograma das ações realizadas na 2ª etapa da pesquisa

**2ª Etapa**

Fonte: Própria autora.

As ações de cada etapa serão explicitadas nos itens a seguir.

#### 4.1 INÓCULOS

O inóculo tem um papel fundamental no início do processo de digestão anaeróbia pois é a fonte inicial de microrganismos, reduzindo consideravelmente o tempo do experimento (FORSTER-CARNEIRO et al., 2007).

Para um melhor desempenho do processo, foram escolhidos quatro inóculos para a realização do ensaio AME para, posteriormente, utilizar o inóculo com melhor atividade metanogênica para a inoculação dos reatores. Foram eles:

- Lodo ETE – Lodo de reator UASB, que trata o esgoto sanitário da cidade de São Carlos (Estação de Tratamento de Esgoto Monjolinho, São Carlos/SP);
- Lodo Aterro – Lodo de lagoa de lixiviado de aterro, que trata os lixiviados provenientes de um aterro desativado (Aterro Sanitário Fazenda Guaporé, São Carlos/SP);

- Lodo Avícola – Lodo de reator UASB, que trata água residuária do processo de abate de frango;
- Estrume – Estrume bovino, de gado leiteiro da fazenda experimental da Embrapa em São Carlos (Fazenda Canchim).

Esses inóculos foram escolhidos para o ensaio por terem características distintas, por tratarem diferentes efluentes (esgoto sanitário, lixiviado e efluente agroindustrial), pela facilidade de obtenção (com exceção do Lodo Aterro), por serem, além de inóculos, co-substratos comumente utilizados na literatura (lodo ETE e estrume) e por terem afinidade com o substrato utilizado, no caso a FORSU (Lodo Aterro).

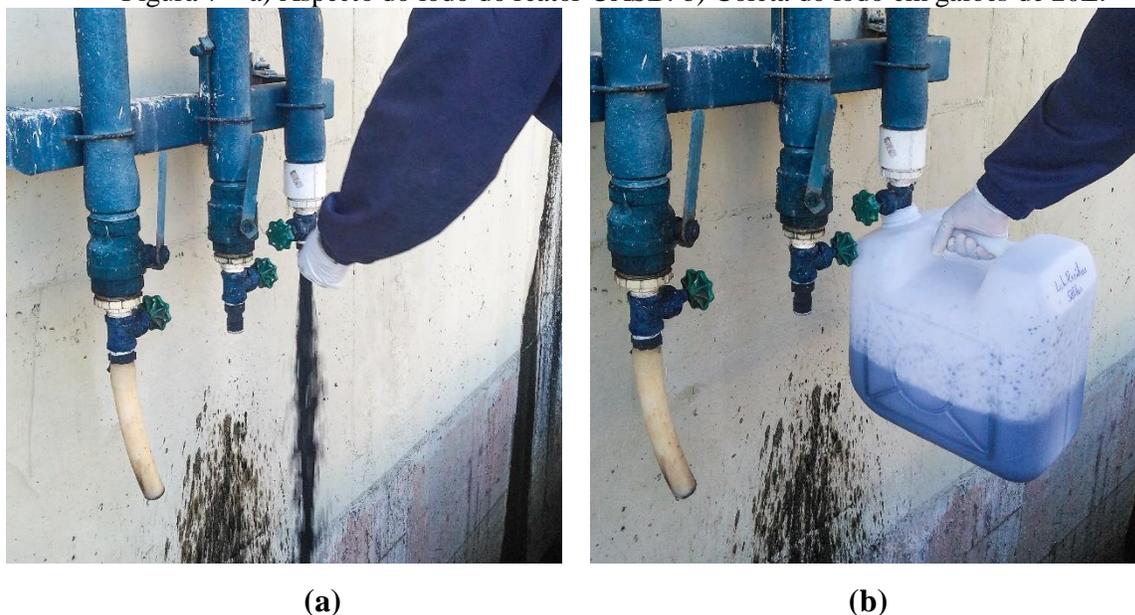
A seguir, são descritos os procedimentos de coleta de cada inóculo utilizado nessa pesquisa.

#### **4.1.1 Lodo ETE**

O lodo ETE foi coletado na Estação de Tratamento de Esgoto de São Carlos (ETE) Monjolinho. O sistema de tratamento é composto por tratamento preliminar, tratamento biológico através de reatores UASB (*Upflow anaerobic sludge blanket*) e tratamento físico-químico. A ETE trata em média 475 L/s e possui eficiência de 90% de remoção da matéria orgânica, segundo a própria empresa (SAAE - SERVIÇO AUTÔNOMO DE ÁGUA E ESGOTO DE SÃO CARLOS, 2019).

O lodo utilizado nesse experimento foi proveniente do reator UASB. O lodo foi coletado e armazenado em 2 recipientes de 20 L (Figura 7) e mantido sobre refrigeração até a realização da caracterização prévia.

Figura 7 – a) Aspecto do lodo do reator UASB. b) Coleta do lodo em galões de 20L.



Fonte: Própria autora.

#### 4.1.2 Lodo Aterro

O lodo Aterro foi coletado do fundo de uma lagoa de lixiviado no aterro desativado de São Carlos – SP, Aterro Fazenda Guaporé.

O Aterro Fazenda Guaporé foi construído em 1989 para receber os resíduos sólidos domiciliares do município de São Carlos, possuindo uma área total de 10,63 hectares (FERREIRA, 2010). O aterro foi desativado em 2011, porém as lagoas 3 e 4 ainda armazenam e recebem o lixiviado das células desativadas (Figura 8). As lagoas 1 e 2 foram desativas e não existem mais.

Figura 8 – Foto aérea do Aterro Sanitário Fazenda Guaporé, com indicações das lagoas de lixiviado existentes e desativadas (foto de julho de 2009)



Fonte: Adaptado de VEGA Engenharia Ambiental S.A. (2009) apud Ferreira (2010)

O lodo de fundo foi coletado da lagoa 3, pois é a lagoa mais antiga e ainda existente. Para alcançar o fundo da lagoa, que possui uma profundidade de cerca de 3 m e formato trapezoidal, foi necessário um mecanismo para sucção que alcançasse o fundo. Para isso foi utilizado um caminhão auto vácuo com capacidade para 10 mil L e mangueira de 30 m, previamente higienizado, para a coleta do lodo do fundo da lagoa. A utilização do caminhão auto vácuo se mostrou uma alternativa viável pois não necessita de energia elétrica, considerando que não havia fornecimento de energia elétrica no aterro para a utilização de bombas.

A mangueira foi colocada no meio da lagoa e a ação da sucção através do vácuo fez com que ela afundasse e alcançasse o fundo (Figura 9a). Após a sucção, o material coletado foi transferido para 6 galões de 50 L, totalizando 300 L coletados. Para evitar que ocorressem vazamentos devido ao diâmetro da mangueira de despejo ser maior que a boca dos galões, foi utilizado um “funil” elaborado com um galão de água de 20 L com o fundo cortado e um pedaço de cano colado na boca do galão (Figura 9b).

Figura 9 – a) Caminhão auto vácuo com mangueira no meio da lagoa de lixiviado b) Transferência do material de fundo coletado para os galões de 50 L



(a)



(b)

Fonte: Própria autora.

Após a coleta, os galões foram levados para a EESC-USP, onde foram acondicionados em uma caixa d'água pelo período de 5 dias para que fosse possível a sedimentação do material mais denso e obtenção de um lodo com maior teor de sólidos. Após esse período, o sobrenadante foi descartado e o lodo sedimentado foi armazenado em geladeira até a realização da caracterização prévia.

#### 4.1.3 Lodo Avícola

O lodo avícola foi obtido de um reator UASB tratando efluente proveniente do processo de abate de aves.

O procedimento de tratamento do efluente constitui-se de passagem em peneira estática para remoção dos sólidos mais grosseiros, sistema de flotação de ar para a remoção de gorduras e sólidos suspensos, tratamento biológico a partir do UASB, seguido de lagoa aerada e lagoa de sedimentação.

O lodo proveniente do reator UASB é granular, indicando uma partida bem-sucedida do sistema.

#### 4.1.4 Estrume bovino

O estrume bovino coletado para a etapa de escolha do inóculo foi proveniente de vacas leiteiras, coletado fresco na fazenda experimental da Embrapa em São Carlos – SP (Embrapa Pecuária Sudeste – Fazenda Canchim). Foram coletados 10 L de esterco e armazenados em geladeira até a realização da caracterização inicial dos inóculos.

Figura 10 – a) Vacas leiteiras b) Coleta de estrume bovino



(a)

(b)

Fonte: Própria autora.

#### 4.1.5 Caracterização inicial dos inóculos e pré-tratamento

Após a coleta de todos os inóculos, foram realizadas análises iniciais de sólidos totais (ST), sólidos totais fixos (STF) e sólidos totais voláteis (STV).

Verificou-se uma baixa quantidade de sólidos nos lodos Aterro e ETE. Por esse motivo, foram empregados pré-tratamentos em ambos os lodos para que a quantidade de inóculo adicionado fossem similares na etapa do ensaio AME para cada inóculo.

No lodo ETE, o tratamento empregado foi o de sedimentação. Depois de um período em geladeira, o lodo sedimentou-se e o sobrenadante foi descartado. O lodo sedimentado foi mantido em geladeira até a realização do ensaio AME.

No lodo Aterro também foi empregada a sedimentação, como descrito no item 4.1.2. No entanto, a quantidade de sólidos no lodo sedimentado continuou baixa. Para adensar o lodo,

sem prejudicar a comunidade microbacteriana existente, foi utilizada a técnica de centrifugação, com uma centrífuga de bancada da marca Fanem, modelo 215, como mostrado na Figura 11.

Figura 11 – a) Centrífuga de bancada utilizada para adensamento do lodo Aterro b) Lodo Aterro centrifugado



(a)

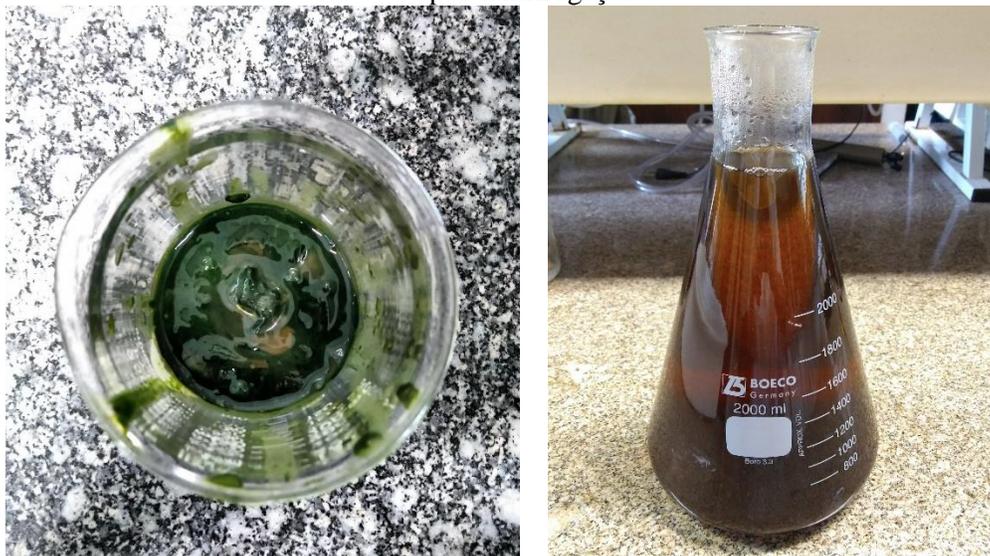


(b)

Fonte: Própria autora.

Foi colocado 40 ml de lodo em cada cubeta do equipamento e centrifugou-se por 30 min em rotação média de 3.700 rpm. O lodo centrifugado, com alto teor de sólidos (Figura 12a), foi armazenado em geladeira e o sobrenadante (Figura 12b) foi descartado. Foram obtidos 80 mL de lodo centrifugado a partir dos 300 L coletados inicialmente.

Figura 12 – a) Lodo Aterro centrifugado, com alto teor de sólidos b) Sobrenadante descartado após centrifugação



(a)

(b)

Fonte: Própria autora.

Após os pré-tratamentos empregados, foram realizadas novas análises de ST, STF e STV nos lodos ETE e Aterro.

Essas análises foram necessárias para o cálculo da quantidade de inóculo a ser adicionado no ensaio AME, descrito no item 4.2 a seguir.

## 4.2 ATIVIDADE METANOGÊNICA ESPECÍFICA (AME)

Para a realização do ensaio de atividade metanogênica específica (AME), adotou-se a metodologia utilizada no Laboratório de Processos Biológicos (LPB) da EESC-USP, desenvolvida por Martins (2015). Essa metodologia consiste na utilização do método manométrico através do equipamento Oxitop®.

### 4.2.1 Sistema Oxitop®

O sistema Oxitop® é um equipamento manométrico que consiste em um frasco de vidro com duas aberturas laterais e uma superior. As aberturas laterais são seladas por um septo de borracha e por uma válvula de teflon hermético, que são utilizadas para injeções de substrato e para descarga do biogás. Na abertura superior é acoplado um cabeçote de medição provido de um transdutor de pressão (Figura 13).

Figura 13 – Sistema Oxitop® para medição da AME



Fonte: Própria autora.

Durante o ensaio, os frascos são mantidos em estufa à temperatura desejada e sob agitação constante. O aumento da pressão devido ao acúmulo do biogás no *headspace* produzido pelo processo biológico é registrado automaticamente nos cabeçotes de medição. No *headspace*, antes do gás atingir o transdutor de pressão, é colocada uma “cestinha” com pastilhas de NaOH para absorção do CO<sub>2</sub>. Assim, o acréscimo de pressão no frasco é ocasionado somente pela produção de metano. Levando-se em conta o volume do *headspace*, a temperatura de incubação e os dados acumulados de acréscimo de pressão, é possível calcular o volume de metano através da equação do gás ideal (AQUINO et al., 2007; MARTINS, 2015).

#### 4.2.2 Procedimento experimental

O ensaio de AME foi realizado com os quatro inóculos: Lodo ETE após o pré-tratamento, Lodo Aterro após o pré-tratamento, Lodo Avícola *in natura* e Estrume bovino *in natura*. Nesse ensaio, os inóculos são testados sob condições ideais controladas para avaliar a máxima capacidade do consórcio de microrganismos em produzir biogás. Sendo assim, o substrato utilizado como fonte de carbono foi uma solução de ácidos orgânicos (Tabela 7) e foram adicionadas soluções de macro e micronutrientes (Tabela 6), sendo os frascos mantidos em temperatura controlada e sob agitação constante durante todo o ensaio.

Foram realizados testes preliminares com os frascos mantidos em estufa a temperatura de 35°C e 55°C. Nessa etapa, a operação em temperatura mesofílica apresentou melhor resultado no ensaio AME, sendo definido a temperatura de 35°C para a realização do teste.

A quantidade de inóculo adicionada é calculada através da concentração de STV (gSTV/L) do inóculo e da relação A/M (alimento/microrganismo) definida. Simões (2017) realizou o ensaio de AME com os lodos ETE e Aterro coletados nos mesmos locais dos utilizados nesse trabalho. Simões (2017) utilizou diferentes relações A/M (0,5, 0,8, 1,0, 1,2, 1,5, 1,7 e 2,0) para ambos os lodos, verificando maior atividade metanogênica para o valor da relação 1,2 para o lodo ETE e 2,0 para o lodo Aterro. Porém, para o lodo Aterro, o resultado da AME da relação de 1,2 foi muito próxima ao resultado da relação 2,0. Por esse motivo, para o presente experimento, definiu-se a relação A/M de 1,2 para todos os inóculos testados. Para outros tipos de inóculos, Aquino et al. (2007) recomenda pesquisar a relação A/M que fornece maior valor de AME, podendo variar entre 0,1 a 1,8.

Para o cálculo da concentração de STV (gSTV/L) do inóculo a ser adicionada ao meio reacional utilizou-se a Equação (1):

$$A/M = \frac{DQO_{substrato}}{STV_{inóculo}} \quad (1)$$

Onde:

A/M: relação alimento/microrganismo escolhida previamente = 1,2;

$DQO_{substrato}$ : concentração da solução estoque de ácidos orgânicos adicionada = 3.000 mg/L;

$STV_{inóculo}$ : concentração de STV teórico a ser adicionada para que se mantenha a relação A/M definida.

Para o cálculo da massa de inóculo a ser adicionada para cada inóculo testado, utilizou-se a Equação (2):

$$C_1 \cdot m_1 = C_2 \cdot m_2 \quad (2)$$

Onde:

$C_1$ : a concentração de STV (gSTV/L) do inóculo, obtido nas análises iniciais de sólidos;

$m_1$ : massa de inóculo a ser adicionada;

$C_2$ : resultado do  $STV_{inóculo}$  obtido na Equação (1);

$m_2$ : massa final do meio reacional = 100g.

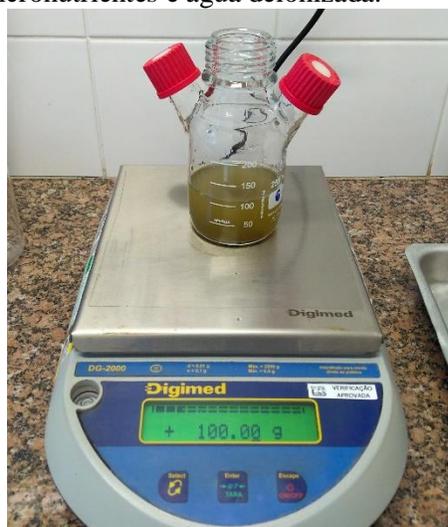
Os ensaios para cada inóculo foram realizados em triplicata. Os procedimentos para a realização dos ensaios são apresentados a seguir:

- 1) Os frascos de 250 mL foram colocados em balança analítica e tarados em seguida;
- 2) Adicionou-se a quantidade de inóculo em massa no frasco, levando em conta a concentração de STV. A quantidade em massa para cada inóculo testado foi calculada através das equações (1) e (2);
- 3) Adicionou-se 100  $\mu$ L da solução de macronutrientes e 100  $\mu$ L da solução de micronutrientes, descritas na Tabela 6;
- 4) Adicionou-se água deionizada até completar 100g;

Figura 14 – a) Pesagem do inóculo adicionado no ensaio b) Meio reacional completo após adição das soluções de macro e micronutrientes e água deionizada.



(a)



(b)

Fonte: Própria autora.

- 5) Com o frasco aberto, fluxionou-se gás  $N_2$  no meio líquido por 5 min, para a imposição de um ambiente anaeróbio (Figura 15a);

- 6) Colocou-se 5 pastilhas de NaOH na “cestinha” e acoplou-a no cabeçote medidor de pressão. Colocou-se o cabeçote no frasco, sem rosqueá-lo completamente;
- 7) Fluxionou-se  $N_2$  no *headspace* pelo septo lateral do frasco, com o auxílio de uma seringa, por mais 2 min e, em seguida, rosqueou-se por completo o cabeçote (Figura 15b);
- 8) Os passos de 1 a 7 foram repetidos para os 4 inóculos em triplicata;

Figura 15 – a) Fluxo de  $N_2$  no meio reacional b) Fluxo de  $N_2$  no *headspace*



(a)

(b)

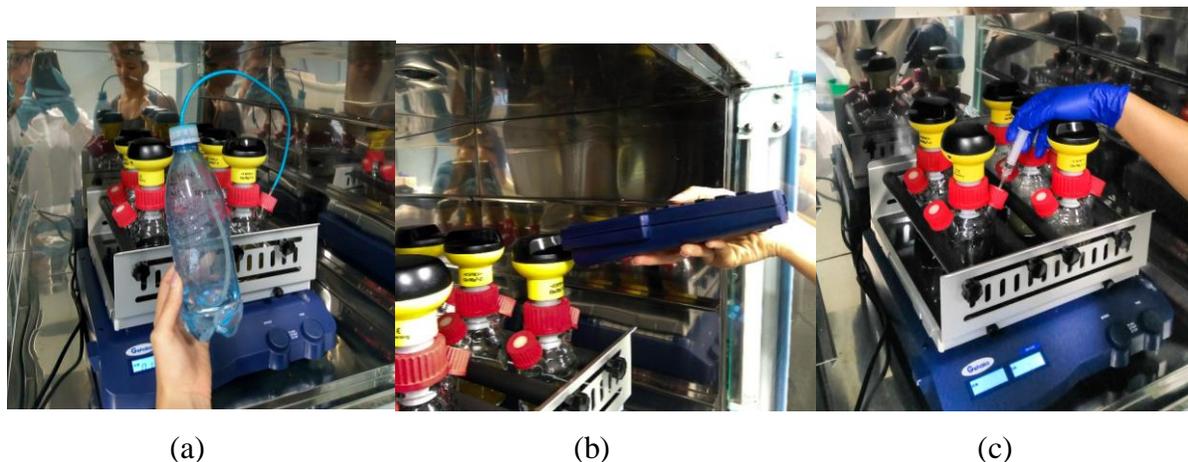
Fonte: Própria autora.

- 9) Os frascos foram colocados em estufa a  $35^{\circ}C$  sob uma bandeja agitadora a 180 rpm;
- 10) Após 2h, a pressão inicial devido à expansão dos gases pela temperatura foi retirada com o auxílio de um selo hídrico (Figura 16a);
- 11) Iniciou-se a medição da pressão com o controle Oxitop® (Figura 16b);
- 12) Após 24h de incubação, injetou-se 1 mL da solução estoque de substratos orgânicos (ácidos acético, propiônico e butírico) (Figura 16c), apresentada na Tabela 7.

A adição da solução de substratos orgânicos após o período de 24h garante que o aumento de pressão após esse período seja devido apenas à solução estoque, e não proveniente

de endogenia ou outra matéria orgânica presente no lodo, eliminando a necessidade de “branco”.

Figura 16 – a) Retirada da pressão inicial com o selo hídrico b) Medição da pressão com o controle Oxitop® b) Adição da solução estoque de substratos orgânicos após 24h de incubação.



Fonte: Própria autora.

A composição das soluções de macronutrientes e micronutrientes utilizados nos ensaio de AME está apresentada na Tabela 6.

Tabela 6 - Composição dos substratos e soluções de macro e micronutrientes utilizadas nos ensaios de AME.

Solução	Substância	q.s.p. 1000 mL
Macronutrientes	NH <sub>4</sub> Cl	73,6 mg
	KH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub>	13,6 mg
	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> .SO <sub>4</sub>	13,6 mg
Micronutrientes	FeCl <sub>2</sub> .4H <sub>2</sub> O	2000 mg
	CoCl <sub>2</sub> .6H <sub>2</sub> O	2000 mg
	MnCl <sub>2</sub> .4H <sub>2</sub> O	500 mg
	CuCl <sub>2</sub> .2H <sub>2</sub> O	30 mg
	(NH <sub>4</sub> ) <sub>6</sub> .Mo <sub>7</sub> .O <sub>24</sub> .4H <sub>2</sub> O	50 mg
	NiCl <sub>2</sub> .6H <sub>2</sub> O	10 mg
	ZnCl <sub>2</sub> .H <sub>2</sub> O	50 mg
	H <sub>3</sub> PO <sub>3</sub> (solução saturada)	1 mL

q.s.p.: quantidade suficiente para

Fonte: Martins (2015)

A solução estoque de substratos orgânicos, utilizada como fonte de carbono para os microrganismos do ensaio está descrita na Tabela 7, a seguir.

Tabela 7 - Solução estoque de ácidos orgânicos utilizada como substrato

<b>Solução</b>	<b>Substância</b>	<b>Concentração da solução</b>	<b>q.s.p. 50 mL</b>
Substratos	Acetato de sódio	93,8 g/L	4,69 g
Orgânicos	Propionato de sódio	66,14 g/L	3,307 g
Voláteis	Butirato de sódio	55,06 g/L	2,753g

q.s.p.: quantidade suficiente para  
 Fonte: Adaptado de Martins (2015)

#### 4.3 PREPARAÇÃO DA FORSU

O substrato utilizado para alimentação dos reatores foi a Fração Orgânica dos Resíduos Sólidos Urbanos (FORSU). A FORSU caracteriza-se por conter resíduos orgânicos domiciliares, como restos de alimentos e cascas de frutas, e resíduos orgânicos provenientes da limpeza pública, como folhas secas e podas.

Para que se pudesse garantir a reprodutibilidade dos experimentos e que fosse possível a comparação dos resultados com estudos anteriores, optou-se por utilizar uma FORSU preparada e padronizada, que será designada daqui em diante como FORSU<sub>up</sub> (Fração Orgânica dos Resíduos Sólidos Urbanos padrão). Neste trabalho foi utilizada a FORSU<sub>up</sub> elaborada por Pinto (2000), que é baseada na composição da FORSU da cidade de São Carlos/SP. A composição de cada resíduo é apresentada no Quadro 1.

Quadro 1 – Valores percentuais da composição da FORSUp utilizada no experimento

	<b>Categoria</b>	<b>Elemento</b>	<b>% em massa do componente na FORSUp</b>	<b>% em massa da categoria na FORSUp</b>
<b>Resíduos domiciliares</b>	<b>FRUTAS</b>	Casca/bagaço de laranja	17,8	30,0
		Casca de banana	3,8	
		Pedaços de tomate	4,6	
		Casca de melancia	3,8	
	<b>LEGUMES CRUS</b>	Casca de batata	5,5	11,0
		Casca/pedaços de cebola	2,3	
		Casca de abobrinha	1,6	
		Casca/pedaços de mandioca	1,6	
	<b>LEGUMES COZIDOS</b>	Casca/pedaços de batata	1,3	4,0
		Pedaços de mandioca	2,7	
	<b>HORTALIÇAS</b>	Alface	3,8	7,2
		Repolho	1,9	
		Couve-flor	1,5	
	<b>PÃO/BOLO</b>	Pão	3,0	3,0
	<b>CARNE</b>	Pele/pedaços de frango cru	1,3	2,0
		Pedaços de carne de boi cru	0,7	
	<b>CAFÉ</b>	Café	3,5	3,5
<b>QUEIJO</b>	Queijo	0,4	0,4	
<b>ARROZ</b>	Arroz	11,2	11,2	
<b>FEIJÃO</b>	Feijão	4,7	4,7	
<b>MACARRÃO</b>	Macarrão	2,2	2,2	
<b>OSSO</b>	Frango	1,8	1,8	
<b>OUTROS</b>	Papel úmido	5,0	8,2	
	Casca de ovo	3,2		
<b>Resíduos de limpeza pública</b>	<b>FOLHAS</b>	Folha seca	9,2	10,8
		Folha verde	1,6	
	<b>TOTAL</b>		<b>100,0</b>	<b>100,0</b>

Fonte: Adaptado de Pinto (2000).

Os elementos de resíduos domiciliares da FORSup (Figura 17a e Figura 17b) foram provenientes de consumo domiciliar, separados no dia anterior à alimentação dos reatores e armazenados em geladeira. Os elementos de limpeza pública (Figura 17c e Figura 17d) foram coletados da varrição de folhas do campus 1 da EESC-USP. Cada componente foi pesado em balança semi-analítica da marca Digimed, modelo DG-2000 e precisão de 0,01g, seguindo a proporção indicada no Quadro 1.

Figura 17 – Materiais componentes da FORSup após separação e pesagem a) Resíduos domiciliares b) Papel úmido c) Folhas secas d) Folhas verdes



(a)



(b)



(c)



(d)

Fonte: Própria autora.

Para maior homogeneidade do substrato, os componentes úmidos (resíduo domiciliar) foram processados em processador de alimentos doméstico e os secos (folhas secas e verdes) foram triturados em liquidificador industrial, como mostrado na Figura 18.

Figura 18 – a) Trituração dos componentes úmidos em processador de alimentos doméstico  
b) Trituração das folhas em liquidificador industrial c) Folhas trituradas



(a)

(b)

(c)

Fonte: Própria autora.

A FORSU *in natura* (Figura 19a), triturada em processador e liquidificador sem adição de água, foi utilizada para as análises químicas realizadas com material seco (Sólidos, CHN e metais). Para as análises químicas realizadas com amostra líquida, a FORSU foi triturada em liquidificador industrial com água deionizada na proporção de 100g de FORSU para 500mL de água deionizada (Figura 18b). Para a alimentação dos reatores, nas fases de adaptação e reação, a FORSU foi triturada em liquidificador industrial com o volume de água calculado necessário para o preenchimento do volume útil dos reatores, apresentado na Tabela 8 no item “4.4.2 Preenchimento dos reatores”.

A trituração é importante pois um tamanho de partícula reduzido aumenta a área de superfície disponível para os microrganismos, resultando num aumento da atividade microbiana, aumentando assim a biodegradabilidade anaeróbia (MSHANDETE et al., 2006; IZUMI et al., 2010). Sendo assim, a trituração da FORSU obteve partículas reduzidas para proporcionar uma maior produção de biogás.

Figura 19 – a) FORSU<sub>p</sub> *in natura* b) FORSU<sub>p</sub> batida com água deionizada em liquidificador industrial



(a)

(b)

Fonte: Própria autora.

#### 4.4 CONSTRUÇÃO, PREENCHIMENTO E OPERAÇÃO DOS REATORES

Os reatores foram operados em sistema de batelada em fase única, em via úmida e em três temperaturas distintas: temperatura ambiente ( $T_{amb}$ ), temperatura constante a  $35^{\circ}\text{C}$  ( $T_{35}$ ) e temperatura constante a  $55^{\circ}\text{C}$  ( $T_{55}$ ). Para cada temperatura, foram realizados ensaios em triplicata para melhor confiabilidade dos dados. Sendo assim, foram construídos e operados nove reatores, três para cada temperatura de operação.

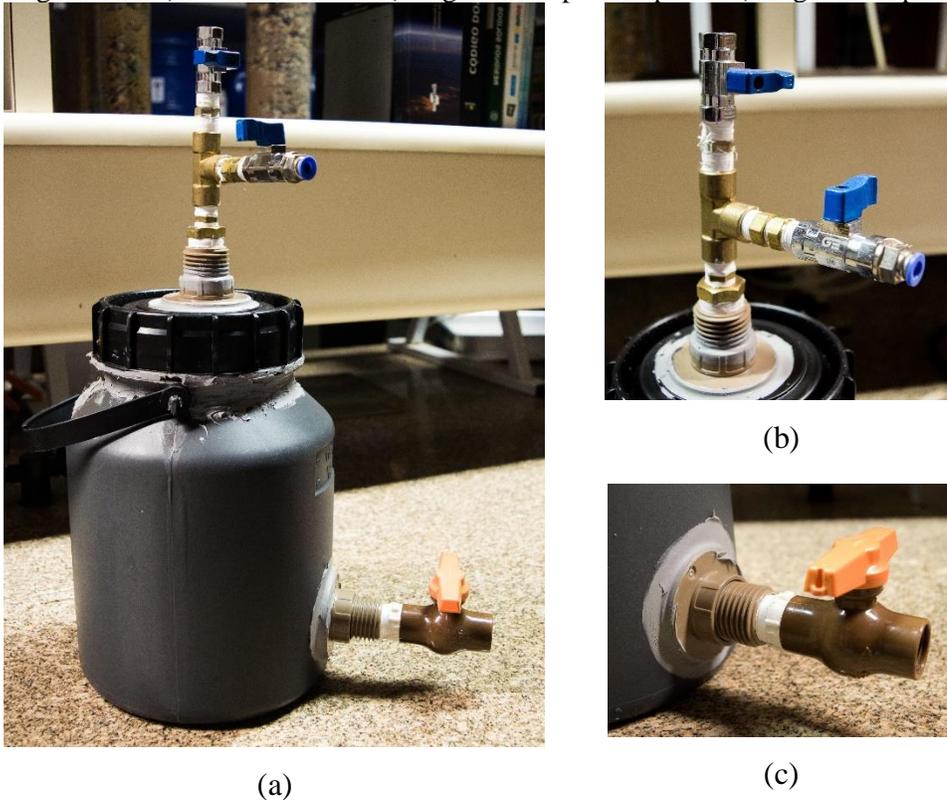
Neste item serão descritas a confecção dos reatores utilizados na biodigestão da FORSU<sub>p</sub> e da estufa utilizada para aquecimento dos reatores em temperatura constante a  $35^{\circ}\text{C}$  e  $55^{\circ}\text{C}$ , com medição de consumo de energia elétrica. Também será detalhado o procedimento de preenchimento dos reatores nas fases de adaptação e operação.

#### 4.4.1 Construção dos reatores

Os reatores foram confeccionados com vasilhame de 5,0 L do tipo Milkan Unipac, de material polietileno de alta densidade (PEAD) no corpo e tampa de polipropileno (PP), usados comumente para o transporte e armazenagem de leite (Figura 20a).

Em cada reator foi acoplado uma válvula na tampa para saída dos gases para medição dos gases e uma para adição de alcalinizante, caso fosse necessário (Figura 20b). Na parte inferior do reator foi conectado um registro para coleta de material para realização das análises físico-químicas para acompanhamento do processo (Figura 20c).

Figura 20 – a) Reator montado b) Registros na parte superior c) Registro na parte inferior



Fonte: Própria autora.

Nos reatores mantidos a temperatura ambiente sem aquecimento, realizou-se o acompanhamento diário da temperatura interna do reator e da temperatura ambiente dentro do laboratório onde os reatores ficaram acondicionados. Para isso, foi acoplado um termopar do tipo K por um orifício lateral, com o sensor de temperatura posicionado no meio do reator

(Figura 21a). A abertura foi selada com selante de poliuretano (PU) para que não houvesse vazamento de gases pelo orifício. Esses reatores foram envolvidos em manta térmica com o objetivo de evitar a dissipação de calor do interior do reator para o ambiente externo (Figura 21b). Os resultados das medições de temperatura interna e externa desses reatores encontram-se no APÊNDICE B.

Figura 21 – a) Sensor do termopar posicionado no meio do reator. b) Reator envolvido em manta térmica



(a)

(b)

Fonte: Própria autora.

#### 4.4.2 Preenchimento dos reatores

O inóculo selecionado na etapa do ensaio de AME foi o lodo avícola, por apresentar melhor atividade metanogênica e o substrato utilizado foi a FORSU<sub>p</sub> (fração orgânica dos resíduos sólidos padrão), cuja preparação está descrita no item 4.3. O reator operado possui volume total de 5 L, sendo 3 L de volume útil preenchidos com meio reacional e 2 L de *headspace* (espaço vazio para o acúmulo do biogás).

O lodo avícola foi obtido de um reator que operava em condições mesofílicas a temperatura ambiente. Para que o mesmo lodo fosse utilizado nas três situações de temperatura ( $T_{amb}$ ,  $T_{35}$  e  $T_{55}$ ) e obtivessem o mesmo desempenho nas três situações, o lodo foi aclimatado e adaptado ao substrato de acordo com as metodologias descritas a seguir.

Tian et al. (2015) mostrou em seu estudo que o inóculo mesofílico pode ser rapidamente adaptado para as condições termofílicas com a estratégia de aumento de temperatura de uma só vez para a temperatura desejada, em vez do aumento gradual de temperatura, não trazendo problemas para a aclimação dos microrganismos. Já Lettinga (1995) recomenda que um período de adaptação de 5 dias na nova temperatura seja utilizado. Para que a medição do biogás produzido seja referente apenas ao substrato de estudo, recomenda-se que o inóculo seja pré-incubado por um período de 2 a 5 dias (ou mais tempo, dependendo da origem do inóculo), para eliminar toda a matéria orgânica residual do substrato do reator de origem (ANGELIDAKI et al., 2009).

Com o objetivo de aclimatar o inóculo à temperatura de operação e consumir a matéria orgânica residual do processo de origem, as parcelas de inóculo que foram utilizadas para inocular os reatores em cada temperatura foram mantidas em temperatura ambiente, 35°C e 55°C por 7 dias em frascos semifechados, para não haver perigo da sobrepressão romper os frascos, e sem adição de substrato.

Após esse período, o lodo aclimatado para cada temperatura passou pelo processo de adaptação ao substrato. A estratégia de adaptação seguiu a metodologia recomendada por Simões (2017), em que uma pequena quantidade de substrato é adicionada, em termos de relação substrato/inóculo, deixando-se operar até a estabilização da produção de biogás. Para a batelada seguinte, é mantido o inóculo e a relação substrato/inóculo é dobrada. Essa estratégia é indicada para que o inóculo, não adaptado ao substrato adicionado, não sofra inibição devido à carga orgânica adicionada.

O lodo aclimatado foi adicionado aos reatores juntamente com o substrato na proporção de  $1:4 \text{ gSTV}_{\text{substrato}}/\text{gSTV}_{\text{inóculo}}$ , correspondente a metade do substrato da etapa de reação, e água deionizada até o volume de 3L. O reator foi fechado com fita-veda rosca na tampa, para evitar vazamentos, mas não foi selado, para possibilitar a reabertura para realimentação. Os reatores foram operados pelo período de 15 dias, período estimado para que os microrganismos se adaptassem e consumissem grande parte do substrato. Durante essa etapa, foram realizadas medições de volume e composição do biogás.

Ao final dos 15 dias, os reatores foram abertos e o sobrenadante foi descartado. Para facilitar a separação de fases entre inóculo e substrato diluído, os reatores foram colocados em geladeira por um período de 4 horas.

A relação substrato/inóculo ( $S_0/X_0$ ) de preenchimento definida para todos os reatores foi de 1:2  $gSTV_{substrato}/gSTV_{inóculo}$ . A escolha da taxa substrato/inóculo é crucial para obter um melhor controle do processo em DA de resíduos sólidos e evitar a sobrecarga e falhas no sistema (REGUEIRO et al., 2012). Para Neves, Oliveira e Alves (2004), a relação de substrato/inóculo recomendada para resíduo sólido e inóculo granular é de 0,5 a 2,3  $gSTV_{substrato}/gSTV_{inóculo}$ . Nos estudos realizados por Simões (2017) e Hallam (2016), que utilizaram FORSup e resíduos de restaurante, respectivamente, a relação substrato/inóculo de 1:2 promoveu maior estabilidade no processo, produziu maior volume biogás e aumentou o percentual de metano no biogás.

As quantidades de FORSup utilizada como substrato, inóculo e água adicionadas aos reatores estão apresentadas na Tabela 8. O cálculo para os volumes de FORSup e inóculo adicionados estão de acordo com os valores de STV encontrados na etapa de caracterização do inóculo selecionado e FORSup (item 5.3, Tabela 12 – Caracterização do inóculo selecionado (lodo avícola) e FORSup).

Tabela 8 – Quantidades de substrato, inóculo e água adicionados em cada fase

Fase	Relação $S_0/X_0$	Vol. FORSup (mL*)	Vol. inóculo (mL*)	Vol. água (mL)	Vol. útil (mL)
Adaptação	1:4	83,72	2.000,00	916,28	3.000,00
Reação	1:2	167,44	2.000,00	832,56	3.000,00

\* considerando 1mg=1mL

Fonte: Própria autora.

#### 4.4.3 Operação

Os reatores foram operados em triplicada para cada temperatura de operação analisada: Tamb (mantido em temperatura ambiente, sem aquecimento), T35 (mantido em estufa com temperatura de  $35 \pm 2$  °C) e T55 (mantido em estufa com temperatura de  $55 \pm 2$  °C). No total, 9 reatores foram operados. Todos os reatores foram operados por um mesmo período de 30 dias.

As amostras para a realização das análises físico-químicas de acompanhamento eram retiradas pelo registro localizado na parte inferior do reator uma vez por semana. O reator era agitado por cerca de 1 minuto para a homogeneização do conteúdo interno e cerca de 40 mL do meio reacional eram retirados para as análises.

O volume de biogás era medido duas vezes por semana ou quando se observava excessivo estufamento do reator decorrente do aumento da pressão interna causada pelo acúmulo de biogás. A composição do biogás era realizada duas vezes por semana.

Todas as análises foram realizadas em todos os reatores das triplicatas.

#### 4.5 ANÁLISES FÍSICO-QUÍMICAS

As caracterizações da FORSup, lodo avícola e meio reacional foram realizadas através das análises de sólidos totais (ST), sólidos totais fixos (STF), sólidos totais voláteis (STV), umidade, demanda química de oxigênio (DQO), potencial hidrogeniônico (pH), alcalinidade total, fósforo total, nitrogênio amoniacal, nitrogênio total *Kjeldahl* (NTK), carbono, hidrogênio e nitrogênio elementar (C H N) e metais (Cr, Cu, Pb, Mn, Fe, Ni, Cd, Zn, Co, Mg, Mo, Ca, Na e K). Para o meio reacional, foram analisados adicionalmente os ácidos graxos voláteis (AGV). Todas as análises, com exceção das análise de fósforo total, C H N e AGV, foram realizadas de acordo com os procedimentos estabelecidos pelo *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater* (APHA; AWWA; WEF, 2017). Todas as análises físico-químicas, com exceção das realizadas semanalmente para acompanhamento do reator, foram realizadas em triplicata.

O biogás foi analisado quanto ao volume produzido utilizando o método de frasco de Mariotte e quanto a composição através de cromatografia gasosa (CH<sub>4</sub>, CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>, CO<sub>2</sub>, e H<sub>2</sub>S).

As análises microbiológicas da biomassa contida nos reatores foram realizadas através de microscopia óptica de contraste de fase e fluorescência.

Os parâmetros analisados, os métodos utilizados, a frequência de monitoramento, a referência para cada metodologia de análise e o laboratório onde foi realizado cada ensaio estão indicados no Quadro 2.

Quadro 2 – Parâmetros, frequência, métodos e referência das análises realizadas

PARÂMETROS	FREQUÊNCIA			MÉTODO DE ANÁLISE	MÉTODO/REFERÊNCIA	LOCAL DE REALIZAÇÃO
	FORSUp	Inóculo	Reatores			
Sólidos Totais (ST), Fixos (STF), Voláteis (STV) e umidade	Início	Início	Semanal	Gravimétrico	2540 G (APHA; AWWA; WEF, 2017)	LabSan <sup>1</sup>
DQO			Semanal	Colorimétrico	5220 D (APHA; AWWA; WEF, 2017)	LabSan
pH			Semanal	Potenciométrico	4500 – H <sup>+</sup> (APHA; AWWA; WEF, 2017)	LabSan
Alcalinidade total			Semanal	Titulação potenciométrica	2320 B (APHA; AWWA; WEF, 2017)	LabSan
NTK			Início e fim	Titulométrico	4500-N <sub>org</sub> B (APHA; AWWA; WEF, 2017)	LabSan
Nitrogênio amoniacal			Início e fim	Titulométrico	4500-NH <sub>3</sub> B 4500-NH <sub>3</sub> C (APHA; AWWA; WEF, 2017)	LabSan
Fósforo total			Início e fim	Colorimétrico	(MENZEL; CORWIN, 1965)	LabSan
C H N			Início e fim	Combustão a seco	-	Lab Embrapa <sup>3</sup>
Metais			Início e fim	Fotometria de emissão em chama	3111 B, 3111 D, 3500-K B e 3500-Na B (APHA; AWWA; WEF, 2017)	LabSan
Ácidos graxos voláteis	-	-	Semanal	Cromatografia gasosa (cromatógrafo GC 2010)	(ADORNO; HIRASAWA; VARESCHE, 2014)	LPB <sup>4</sup>
Volume do biogás	-	-	Diariamente no início e depois 2x por semana	Frasco de Mariotte	-	Lab Resíduos <sup>5</sup>

(Continuação)

PARÂMETROS	FREQUÊNCIA			MÉTODO DE ANÁLISE	MÉTODO/REFERÊNCIA	LOCAL DE REALIZAÇÃO
	FORSUp	Inóculo	Reatores			
Composição do biogás (CH <sub>4</sub> , CO <sub>2</sub> , H <sub>2</sub> , N <sub>2</sub> , CO <sub>2</sub> , e H <sub>2</sub> S)	-	-	2x por semana	Cromatografia gasosa	- GC-2010 (Gás de arraste argônio) - GC-2014 (Gás de arraste hidrogênio)	LPB
Microbiológicos - microscopia óptica de contraste de fase e fluorescência	-	Início	Fim da batelada	Olympus modelo BX60-FLA e sistema de captura de imagens Image Pro-Plus	-	LPB

<sup>1</sup>LabSan: Laboratório de Saneamento (EESC-USP)<sup>2</sup>LQA: Laboratório de Química Ambiental (IQSC-USP)<sup>3</sup>Lab Embrapa: Laboratório da Embrapa Instrumentação – São Carlos<sup>4</sup>LPB: Laboratório de Processos Biológicos (EESC-USP)<sup>5</sup>Lab Resíduos: Laboratório de Resíduos Sólidos (EESC-USP)

Fonte: Própria autora.

#### 4.5.1 Pré-tratamento das amostras para análises físico-químicas

Devido à ausência de procedimentos padrões quando se trata de análises de resíduos sólidos, os parâmetros analisados neste estudo seguiram os procedimentos do *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater* (APHA; AWWA; WEF, 2017), mas com adequações necessárias a partir de pré-tratamentos realizados para cada amostra, de acordo com a análise a ser realizada.

Para as análises realizadas com a FORSU<sub>p</sub>, que é sólida e bastante heterogênea, o material foi picotado e, em seguida, triturado utilizando um processador de alimentos doméstico, até que material se tornasse uma massa homogênea, como descrito anteriormente no item 4.3. O material foi disposto em uma bandeja e realizou-se o método do quarteamento para seleção de uma pequena amostra para a realização das análises com material sólido. O método do quarteamento consiste em dividir uma amostra previamente homogênea em quatro partes iguais, sendo tomadas duas partes opostas entre si para compor uma nova amostra, sendo as partes restantes descartadas. As partes selecionadas são misturadas e o processo de quarteamento é repetido até que se obtenha o volume de amostra desejado

(ABNT NBR 10.007, 2004). Com a amostra quarteada sólida, realizaram-se os ensaios de sólidos (ST, STV, STF), umidade, C H N e metais.

Para as análises realizadas com a amostra líquida, a FORSup foi diluída na proporção de 100g de FORSup para 500mL de água deionizada. Foram testadas diversas diluições de FORSup e água deionizada (100g:100mL; 100g:250mL; 100g:500mL; 100g:1.000mL), sendo escolhida a diluição 100g:500mL por ser a mínima diluição suficiente para a realização das análises utilizando o *Standard Methods* (APHA; AWWA; WEF, 2017). A mistura foi triturada em liquidificador industrial por 2 minutos para que se obtivesse uma mistura homogênea e diluída. Com a amostra líquida, foram realizadas as análises de DQO, pH, alcalinidade total, nitrogênio amoniacal, NTK e fósforo total.

Para o lodo avícola, as análises de sólidos (ST, STV, STF), umidade, C H N e metais foram realizadas com o lodo *in natura*. Por ser granular, para a realização das análises de DQO, pH, alcalinidade total, nitrogênio amoniacal, NTK e fósforo total, o material foi batido em liquidificador industrial por cerca de 2 minutos para homogeneização, sem diluição prévia.

Para as análises realizadas com a mistura dos reatores no início, acompanhamento e fim da batelada, o material foi triturado com passagem em peneira de 2 mm para descaracterização dos grânulos do lodo e homogeneizar a amostra. A trituração por liquidificador não foi realizada nesse caso por se tratar de uma pequena quantidade de amostra retirada para análise, o que impossibilitaria a trituração por liquidificador devido à grande perda de amostra que ficam aderidas às paredes do recipiente. O material triturado sem diluição prévia foi utilizado para as análises de sólidos (ST, STV, STF), umidade, DQO, pH e alcalinidade total para as análises de acompanhamento e, adicionalmente para as análises de início e fim da batelada, foram realizadas as análises para quantificação de nitrogênio amoniacal, NTK e fósforo total. Para as análises dos ácidos graxos voláteis, as amostras dos reatores foram centrifugadas e apenas o sobrenadante foi analisado.

Para as análises de CHN e metais da FORSup, lodo avícola e mistura dos reatores, os materiais foram secos em estufa a  $65 \pm 5^{\circ}\text{C}$  por 48h, seguindo a metodologia para secagem de fertilizantes orgânicos e organominerais sólidos do MAPA (BRASIL, 2014), e macerados com o auxílio de um almofariz e um pistilo de porcelana.

O Quadro 3 resume os procedimentos de pré-tratamento para cada material e respectiva análise.

Quadro 3 – Pré-tratamento das amostras para cada análise

<b>Parâmetro analisado</b>	<b>FORSUp</b>	<b>LODO (granular)</b>	<b>Mistura dos reatores</b>
Sólidos Totais (ST), Fixos (STF), Voláteis (STV) e umidade	Material triturado utilizando processador de alimentos	Material <i>in natura</i>	Material triturado com passagem em peneira
DQO	Material batido com água na proporção de 100g para 500mL de água em liquidificador industrial	Material batido com água na proporção de 100mL para 200mL de água em liquidificador industrial	Material triturado com passagem em peneira
pH	Material batido com água na proporção de 100g para 500mL de água em liquidificador industrial	Material batido em liquidificador industrial	Material triturado com passagem em peneira
Alcalinidade total	Material batido com água na proporção de 100g para 500mL de água em liquidificador industrial	Material batido em liquidificador industrial	Material triturado com passagem em peneira
NTK	Material batido com água na proporção de 100g para 500mL de água em liquidificador industrial	Material batido em liquidificador industrial	Material triturado com passagem em peneira
Nitrogênio amoniacal	Material batido com água na proporção de 100g para 500mL de água em liquidificador industrial	Material batido em liquidificador industrial	Material triturado com passagem em peneira
Fósforo total	Material batido com água na proporção de 100g para 500mL de água em liquidificador industrial	Material batido em liquidificador industrial	Material triturado com passagem em peneira
C H N	Material seco a $65 \pm 5^{\circ}\text{C}$ por 48h e macerado	Material seco a $65 \pm 5^{\circ}\text{C}$ por 48h e macerado	Material seco a $65 \pm 5^{\circ}\text{C}$ por 48h e macerado
Metais	Material seco a $65 \pm 5^{\circ}\text{C}$ por 48h e macerado	Material seco a $65 \pm 5^{\circ}\text{C}$ por 48h e macerado	Material seco a $65 \pm 5^{\circ}\text{C}$ por 48h e macerado
Ácidos graxos voláteis (ácidos acético, butírico e propiônico)	-	-	Material centrifugado

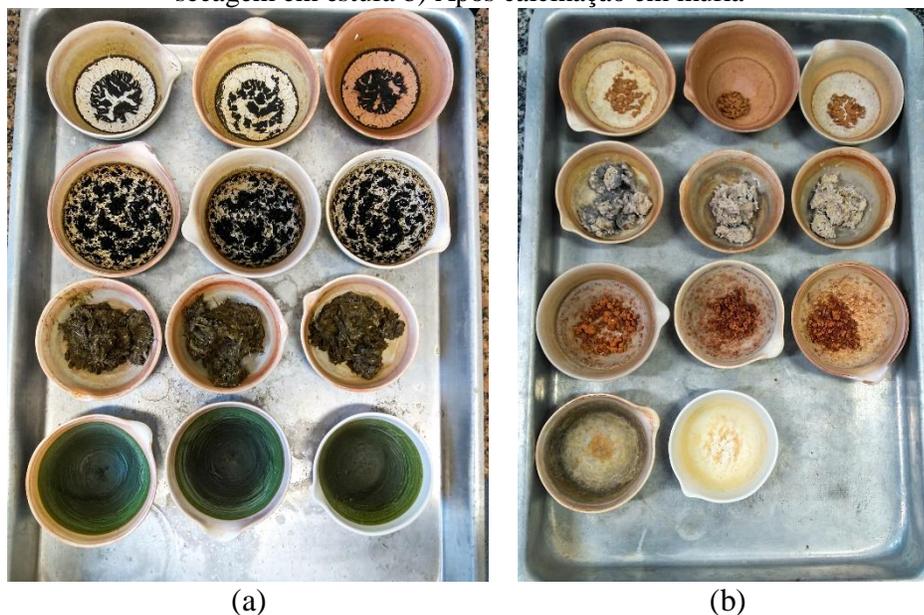
Fonte: Própria autora.

#### 4.5.2 Sólidos

A determinação dos Sólidos Totais (ST), Sólidos Totais Fixos (STF) e Sólidos Totais Voláteis (STV) foi realizado segundo a metodologia 2540 G do *Standard Methods* (APHA; AWWA; WEF, 2017) para amostras sólidas e semissólidas. Esse método consiste na pesagem de uma amostra de 25–50 g do material e secagem em estufa a temperatura de 103–105°C até a estabilização da massa para determinação dos sólidos totais (ST), e calcinação em mufla a temperatura de  $550 \pm 50^\circ\text{C}$  por 1h ou mais para determinação de dos Sólidos Totais Fixos (STF) e Sólidos Totais Voláteis (STV).

As Figura 22, Figura 23 e Figura 24 apresentam as análises de sólidos realizadas durante os experimentos com diversas amostras.

Figura 22 – Análise de sólidos realizada com as amostras dos inóculos testados a) Após secagem em estufa b) Após calcinação em mufla



Fonte: Própria autora.

Figura 23 - Análise de sólidos realizada com as amostras da FORSup e lodo avícola a) Amostras *in natura* b) Após secagem em estufa c) Após calcinação em mufla



(a)



(b)



(c)

Fonte: Própria autora.

Figura 24 – Amostras do meio reacional dos reatores dentro da mufla para calcinação, após secagem em estufa



Fonte: Própria autora.

### 4.5.3 DQO

As análises de DQO foram realizadas utilizando o método colorimétrico 5220 D do *Standard Methods* (APHA; AWWA; WEF, 2017). As amostras de FORSU<sub>p</sub>, lodo e meio reacional foram pré-tratadas, como já descrito no item 4.5.1, para viabilidade da utilização do método.

Devido à alta concentração de DQO nas amostras, essas sofreram um nova diluição, além do pré-tratamento. A diluição da FORSU<sub>p</sub> pré-tratada foi de 1:200, do lodo pré-tratado foi de 1:50 e do meio reacional foi de 1:100 a 1:200.

### 4.5.4 pH

A medição do pH foi realizada segundo a metodologia 4500 – H<sup>+</sup> (APHA; AWWA; WEF, 2017). A medição foi realizada com pHmetro modelo DM-22 da DIGMED com as amostras pré-tratadas, sob agitação em agitador magnético para assegurar a homogeneidade da amostra.

### 4.5.5 Alcalinidade total

A determinação da alcalinidade total foi feita através do método de titulação potenciométrica, descrita pelo método 2320 B do *Standard Methods* (APHA; AWWA; WEF, 2017).

A partir das amostras pré-tratadas, foi realizada diluição com água deionizada nas proporções de 1:5 para as amostras de FORSU<sub>p</sub> e lodo, já previamente diluídas no pré-tratamento, e de 1:10 para as amostras do meio reacional.

### 4.5.6 NTK

As análises de nitrogênio total *Kjeldahl* (NTK) foram realizadas utilizando o método 4500-N<sub>org</sub> B *Standard Methods* (APHA; AWWA; WEF, 2017). A diluição utilizada para as amostras pré-tratadas foram de 1:5 para a FORSU<sub>p</sub> e lodo avícola e de 1:10 para o meio reacional inicial e final.

#### 4.5.7 Nitrogênio amoniacal

Para a análise de nitrogênio amoniacal (N-NH<sub>3</sub>), utilizou-se o método 4500-NH<sub>3</sub> B e 4500-NH<sub>3</sub> C do *Standard Methods* (APHA; AWWA; WEF, 2017). As amostras pré-tratadas foram diluídas na proporção de 1:5 para FORSU<sub>p</sub> e lodo avícola e 1:10 para o meio reacional. Na sequência, seguiu-se o método proposto pela APHA; AWWA; WEF (2017).

#### 4.5.8 Fósforo total

A determinação do fósforo total (P<sub>T</sub>) foi obtida através do método utilizado no Laboratório de Saneamento para análise e fosfato em amostras líquidas (MENZEL; CORWIN, 1965). Os resultados de fosfato total obtidos foram divididos por três para a obtenção do teor de fósforo total.

A diluição utilizada para as amostras foi de 1:200 para a FORSU<sub>p</sub>, 1:200 para o lodo avícola e 1:500 para o meio reacional final e inicial de todas as bateladas.

#### 4.5.9 C H N

Para as análises de carbono (C), hidrogênio (H) e nitrogênio (N) elementar, as amostras de FORSU<sub>p</sub>, lodo avícola e meio reacional inicial e final das três bateladas foram secas em estufa a  $65 \pm 5^\circ\text{C}$  por 48h. Após a secagem, as amostras foram maceradas com o auxílio de almofariz e pistilo de porcelana até ficarem em forma de pó. A medição foi realizada através de combustão a seco no analisador elementar CHN Perkin-Elmer, modelo 2400. Foram pesados 10 g de amostra em cápsulas de estanho e encaminhados ao analisador elementar. O resultado é fornecido em termos percentuais de C, H e N. Esta análise foi realizada em duplicata para cada material.

#### 4.5.10 Metais

As análises de metais foram realizadas com a FORSU<sub>p</sub>, lodo avícola, meios iniciais e finais de cada batelada. A análise foi realizada com as amostras secas a  $65 \pm 5^\circ\text{C}$  por 48h e maceradas. Pesou-se 0,5g gramas de amostra e dilui-se em 50 mL de água deionizada em um frasco erlemeyer.

Em seguida, realizou-se a digestão da amostra seguindo o método 3030 F (digestão com ácido nítrico e ácido clorídrico) descrito pelo *Standard Methods* (APHA; AWWA; WEF,

2017). Para a determinação da concentração dos metais, utilizou-se os seguintes métodos de fotometria de emissão em chama descritos no *Standard Methods*: 3111 B (Cr, Cu, Pb, Mn, Fe, Ni, Cd, Zn, Co e Mg), 3111 D (Mo e Ca), 3500-Na B (Na) e 3500-K B (K).

#### 4.5.11 Ácidos Graxos Voláteis (AGV)

A análise de Ácidos Graxos Voláteis (AGV) foi realizada seguindo a metodologia proposta por Adorno; Hirasawa e Varesche (2014). Realizou-se a determinação de AGV com as amostras retiradas semanalmente dos reatores de cada batelada para acompanhamento da concentração dos ácidos durante o processo.

Previamente à análise, as amostras foram centrifugadas por 30 minutos em uma centrífuga de bancada em rotação média de 3.700 rpm. As amostras retiradas durante a operação do reator para acompanhamento foram as mínimas possíveis para não influenciar no processo de DA. Por esse motivo, as amostras para essa análise foram compostas, ou seja, os materiais retirados dos três reatores da mesma triplicata da batelada foram misturados em proporções iguais para a composição da amostra composta a ser analisada. Após a centrifugação, as amostras foram congeladas até realização da análise.

Para a determinação da concentração de AGVs (ácidos acético, propiônico, butírico, isobutírico, valérico, isovalérico e caprótico), foi utilizado um cromatógrafo gasoso modelo GC 2010 da marca *Shimadzu Scientific Instruments*, equipado com detector de ionização de chama (FID) e coluna HP-INNOWAX (comprimento de 30 m, diâmetro interno de 0,25 mm e espessura do filme de 0,25  $\mu\text{m}$ ).

Para o preparo das amostras para análise no cromatógrafo, foram realizados os seguintes procedimentos:

- a) Foram utilizados frascos próprios para o equipamento (10mL, amostrador COMBI-PAL), previamente secos em estufa a 100°C para remoção de umidade e preparados com fita veda-rosca, com tampa de metal rosqueável e septo de silicone;
- b) Foram adicionados ao frasco 1g de cloreto de sódio (NaCl), 2mL de amostra previamente centrifugada, 70 $\mu\text{L}$  de solução de isobutanol (1g/L), 100 $\mu\text{L}$  de solução de ácido crotônico (700mg/L);

- c) Em capela, foram adicionados 200 $\mu$ L de ácido sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) (2M), fechando os frascos em seguida;
- d) Os frascos foram colocados no equipamento para análise dos AGVs.

A Figura 25 mostra os frascos com as amostras e os reagentes prontos para serem colocados no cromatógrafo para análise de AGV.

Figura 25 – Frascos amostradores preenchidos com as amostras e reagentes prontos para a análise no cromatógrafo



Fonte: Própria autora.

#### 4.5.12 Volume do biogás

A quantificação do volume de biogás produzido foi realizada utilizando-se o método conhecido como frasco de Mariotte, que consiste em um frasco preenchido com água, conectado por uma mangueira ao reator. A produção de biogás no interior do reator provoca um aumento de pressão, que desloca a água do frasco de Mariotte e é coletada por um béquer. O volume do biogás produzido pode ser conhecido através da medição do volume da água expulsa do frasco.

A mangueira utilizada na conexão frasco-reator era impermeável a gases e possuía 1m de extensão. Essas características são importantes para que não ocorra escape de gases e para que o gás a ser medido esteja em temperatura ambiente. A mangueira foi conectada ao reator através de uma conexão pneumática do tipo engate rápido, conectada a um registro, que permitia o fechamento da passagem do gás quando não estava acontecendo a medição. No frasco Mariotte, a mangueira foi conectada a uma pipeta de vidro cortada, acoplada a uma rolha de borracha para a completa vedação do frasco. O frasco Mariotte tinha capacidade de 1000mL.

e possuía uma saída lateral, que foi afunilada para melhor controle da água de saída. A Figura 26 ilustra o aparato instrumental utilizado para medição do volume de biogás produzido no reator.

Figura 26 – Aparato experimental para medição do volume de biogás: frasco de Mariotte



Fonte: Própria autora.

A medição de volume de biogás ocorreu diariamente nos três primeiros dias de reação por se tratar, geralmente, do período de maior produção de biogás. Após o período inicial, a medição ocorreu duas vezes por semana, ou quando se fizesse necessário devido ao elevado acúmulo pressão no interior do reator, visando a segurança do equipamento.

O volume do gás foi padronizado em todas as medições para a Condições Normais de Temperatura e Pressão (CNTP), levando em conta a temperatura do ambiente no momento da medição.

#### 4.5.13 Composição do biogás

A composição do biogás foi realizada pelo método de cromatografia gasosa, utilizando dois cromatógrafos gasosos que se diferenciam quanto aos gases detectados.

- a) Cromatógrafo gasoso Shimadzu GC-2010, equipado com detector de condutividade térmica (TCD), com coluna Carboxen® 1010 PLOT (30 m x 0,53 mm x 0,30 µm de espessura de filme). Gás de arraste: argônio. Temperatura do injetor: 220 °C; *Split*: 2,0; fluxo na coluna: 5,66 mL/min; Temperatura do detector: 230 °C; polaridade =

negativa; corrente: 35 mA; Temperatura do forno: 130 °C - 135 °C (5,5 min), a 46 °C/min.; *Make-up*: argônio, 12 mL/min;  
Gases detectados: CH<sub>4</sub>; CO<sub>2</sub>; N<sub>2</sub>; H<sub>2</sub>.

- b) Cromatógrafo gasoso Shimadzu GC-2014, equipado com detector de condutividade térmica (TCD), com coluna HP-PLOT/Q (30 m x 0,53 mm de diâmetro interno x 40,0 µm de espessura de filme). Gás de arraste: hidrogênio. Temperatura do injetor: 160 °C; *Split*: 5,0; fluxo da coluna: 4,0 mL/min; Temperatura do detector: 170 °C; polaridade: positiva; corrente: 180 mA. Temperatura do forno: 35 °C (2 min) -170 °C (1 min), a 60 °C/min. (tempo de corrida = 5,25 min).  
Gases detectados: CH<sub>4</sub>; CO<sub>2</sub>; N<sub>2</sub>; H<sub>2</sub>S.

As análises utilizando o Cromatógrafo gasoso Shimadzu GC-2010 foram realizadas na primeira semana de reação de cada batelada para identificação do CH<sub>4</sub> e possível identificação de H<sub>2</sub>. O gás H<sub>2</sub> é produzido nas etapas de hidrólise e acetogênese. Se esse gás não é produzido no início da reação, possivelmente não será produzido no processo completo. No caso de não aparecimento de hidrogênio nos resultados das análises, nas semanas seguintes, era utilizado o Cromatógrafo gasoso Shimadzu GC-2014 para a detecção de CH<sub>4</sub> e H<sub>2</sub>S.

Anteriormente à coleta do gás para análise no cromatógrafo, era retirado o gás existente no “volume morto” do reator, em decorrência do sistema de registros e adaptador utilizado para seringa, que consistia em um pedaço de mangueira colada a um septo de borracha (Figura 27-a). Para essa retirada, a seringa era preenchida e o gás era descartado. Esse procedimento era realizado por 3 vezes devido ao grande “volume morto” presente.

Após o descarte inicial, uma amostra de 500 µl era coletada por uma seringa *gas-tight* e introduzida no cromatógrafo (Figura 27-b).

Figura 27 – a) Retirada do gás com a seringa *gas-tight*, através de um registro e um adaptador para encaixe da seringa b) Injeção da amostra no cromatógrafo



(a)



(b)

Fonte: Própria autora.

#### 4.6 ANÁLISE DOS DADOS (ESTATÍSTICA)

Cada batelada de reatores foi realizada em triplicata, sendo, portanto, operados três reatores em cada temperatura. Os ensaios em laboratório foram realizados em triplicata, com exceção dos ensaios de acompanhamento, que foram realizados em duplicata devido a retirada de menor quantidade de amostra para análise, a fim de que a quantidade retirada não interferisse no meio reacional.

Foi realizado o teste de Dixon (ou teste Q) para a detecção de *outliers* nos dados das triplicatas realizadas. Foi estabelecido nível de significância de  $\alpha = 0,05$ . Após a identificação dos *outliers*, calculou-se a média e o desvio padrão amostral das triplicatas dos reatores e das triplicatas ou duplicatas das análises realizadas em laboratório.

As análises e gráficos apresentados foram realizados utilizando o software Microsoft® Office Excel 2013.

#### 4.7 ANÁLISES MICROBIOLÓGICAS

Foram realizadas as análises de microscopia óptica de contraste de fase e de fluorescência no lodo avícola e na biomassa presente nos digestatos ao final das bateladas Tamb, T35 e T55. As análises de microscopia óptica tem como objetivo caracterizar

morfologicamente os microrganismos presentes na biomassa e detectar a presença de arqueias metanogênicas.

Devido a característica granular do inóculo, as amostras foram agitadas em tubo falcon com água deionizada e pérolas de vidro para a destruição dos grânulos. Em seguida, uma gota da amostra triturada foi fixada em lâmina com uma camada de ágar 2%. Aguardou-se 1h para secagem e, em seguida, as lâminas foram visualizadas em microscópio Olympus modelo BX60-FLA, com sistema de captura de imagens Image Pro-Plus

## 5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 5.1 CARACTERIZAÇÃO INICIAL DOS INÓCULOS

Inicialmente, os inóculos ETE, ATERRO, AVÍCOLA e ESTERCO foram caracterizados quanto aos sólidos totais (ST), sólidos totais voláteis (STV), sólidos totais fixos (STF) e densidade. A caracterização foi necessária para a determinação da quantidade de inóculo a ser adicionada no ensaio de AME, que considerada a concentração de STV no inóculo como a concentração da biomassa dos microrganismos presentes.

Tabela 9 – Caracterização inicial dos inóculos

	<b>ETE</b>	<b>ATERRO</b>	<b>AVÍCOLA</b>	<b>ESTERCO</b>
<b>ST (%)</b>	1,36	0,43	5,77	15,89
<b>Umidade (%)</b>	98,64	99,57	94,23	84,11
<b>STF (%)</b>	44,66	64,29	12,97	11,29
<b>STV (%)</b>	55,34	35,71	87,03	88,71
<b>STV (g/L)</b>	7,41	1,47	50,10	142,44

Fonte: Própria autora.

Após o pré-tratamento dos inóculos ETE e Aterro, devido à baixa quantidade inicial de sólidos totais, os resultados da caracterização inicial são apresentados na Tabela 10.

Tabela 10 – Caracterização inicial dos inóculos após pré-tratamento dos lodos ETE e Aterro

	<b>ETE</b>	<b>ATERRO</b>	<b>AVÍCOLA</b>	<b>ESTERCO</b>
<b>ST (%)</b>	3,24	10,54	5,77	15,89
<b>Umidade (%)</b>	96,76	89,46	94,23	84,11
<b>STF (%)</b>	45,88	17,98	12,97	11,29
<b>STV (%)</b>	54,12	82,02	87,03	88,71
<b>STV (g/L)</b>	17,55	86,43	50,10	142,44

Fonte: Própria autora.

### 5.2 TESTE ATIVIDADE METANOGÊNICA ESPECÍFICA (AME)

Após a caracterização inicial dos inóculos ETE, ATERRO, AVÍCOLA e ESTERCO, foram realizados os ensaios de AME com a relação 1,2 alimento/microrganismo e temperatura de incubação de 35°C. A Tabela 11 apresenta os resultados das médias das triplicatas realizadas para cada inóculo, seguidos do valor do desvio padrão.

Tabela 11 – Resultados dos ensaios de AME para cada inóculo testado

<b>Inóculo</b>	<b>Média (gDQO<sub>CH4</sub>.gSTV<sup>-1</sup>.d<sup>-1</sup>)</b>
ETE	0,1464 ± 0,0281
ATERRO	0,1970 ± 0,0223
AVÍCOLA	0,5838 ± 0,0026
ESTERCO	0,0817*

\*Apenas um dos frascos da triplicata apresentou resultado aceitável e foi considerado, sendo os outros descartados.

Fonte: Própria autora.

Segundo Angelidaki et al. (2009), um inóculo pode ser considerado ativo quando apresentar AME ao acetato e à celulose de 0,1 gDQO<sub>CH4</sub> .gSSV<sup>-1</sup>.d<sup>-1</sup> para lodos e 0,3 gDQO<sub>CH4</sub> .gSSV<sup>-1</sup>.d<sup>-1</sup> para lodos granulares. Devido a imprecisão em se determinar a concentração de sólidos suspensos voláteis (SSV), para a maioria dos lodos, pode-se utilizar a concentração de sólidos totais voláteis (STV) como indicação do conteúdo de microrganismos presentes (RAPOSO et al., 2011), como foi realizado nesse estudo.

Desta forma, os inóculos ETE, ATERRO e AVÍCOLA (granular) podem ser considerados ativos, sendo o inóculo AVÍCOLA o com maior atividade metanogênica, apresentando AME de 0,5838 ± 0,0026 gDQO<sub>CH4</sub>.g STV<sup>-1</sup>.d<sup>-1</sup>. A maior atividade do inóculo AVÍCOLA é esperada por se tratar de um lodo granular, caracterizado por uma comunidade microbiana mais organizada e eficiente.

O inóculo ESTERCO apresentou comportamento anormal durante o experimento, com resultado negativo para dois frascos da triplicata e resultado muito baixo para um dos frascos, podendo ser considerado inativo.

A baixa AME, mesmo com a alta concentração de STV do ESTERCO, pode ser explicada pela impossibilidade de distinção entre microrganismo e matéria orgânica no método de quantificação de microrganismos por STV. Durante a calcinação a 550°C para determinação dos Sólidos Totais Voláteis, toda a matéria orgânica presente na amostra é volatilizada. Em lodos de esgoto, a matéria orgânica volatilizada é composta principalmente pelas células dos microrganismos presentes no lodo. No esterco bovino, de acordo com Raposo et al. (2011), a lignocelulose recalcitrante presente é a principal responsável pelo alto valor de STV. Sendo

assim, a determinação da quantidade de microrganismo no ESTERCO por STV superestimou a quantidade de microrganismos realmente presente.

Devido a não existência de um procedimento padrão para a determinação da AME, a comparação com os resultado de outros estudos é prejudicada, devendo ser utilizados mais como base relativa de comparação (AQUINO et al., 2007).

Simões (2017) realizou o ensaio de AME seguindo o mesmo protocolo utilizado neste estudo, criado por Martins (2015), com os lodos ATERRO e ETE, com a mesma temperatura de incubação de 35°C e várias relações alimento/microrganismo. Para a relação alimento/microrganismo de 1,2, a AME do lodo ATERRO foi de  $0,180366 \pm 0,0185$  gDQO<sub>CH4</sub>.g STV<sup>-1</sup>.d<sup>-1</sup>, valor próximo ao resultado encontrado neste estudo. Já para o lodo ETE, o valor encontrado por Simões (2017) foi de  $0,210433 \pm 0,0035$  gDQO<sub>CH4</sub>.g STV<sup>-1</sup>.d<sup>-1</sup>, acima do valor encontrado neste trabalho ( $0,1464 \pm 0,0281$  gDQO<sub>CH4</sub>.g STV<sup>-1</sup>.d<sup>-1</sup>). A diferença nesses resultados pode ser explicada pela variabilidade das características do esgoto sanitário. Mesmo sendo obtido da mesma Estação de Tratamento de Esgoto, o lodo anaeróbio proveniente de reator UASB pode sofrer variações de acordo com o efluente tratado, que por sua vez pode variar em termos de fluxo, composição e concentração, que estão relacionadas a condições climáticas e atividades humanas e industriais (QUEVAUVILLER; THOMAS; DERBEKEN, 2006).

Os inóculos considerados ativos e com melhor resultado de AME, lodos ATERRO e AVÍCOLA, foram inoculados novamente com a mesma relação alimento/microrganismo de 1,2, mas com temperatura de 55°C, para a confirmação de maior atividade metanogênica dos inóculos para as condições mesofílicas e termofílicas. Os resultados obtidos pelos sensores de pressão localizados nos cabeçotes dos frascos do sistema Oxitop® foram instáveis e falhos, não sendo possível a obtenção de resultados sobre a AME a temperatura de 55°C.

Duas hipóteses foram deduzidas para o comportamento falho na realização do ensaio AME à temperatura de 55°C: a) a não adequação da utilização do sistema Oxitop® para medição de AME a altas temperaturas; b) a realização do ensaio com inóculos mesofílicos sem tempo hábil para a adaptação dos inóculos à condição termofílica, devido ao curto tempo de realização do ensaio (2 dias).

### 5.3 CARACTERIZAÇÃO DO INÓCULO SELECIONADO (LODO AVÍCOLA) E FORSU<sub>p</sub>

A caracterização do lodo AVÍCOLA E FORSU<sub>p</sub> realizadas antes da operação dos reatores encontra-se na Tabela 12.

Tabela 12 – Caracterização do inóculo selecionado (lodo avícola) e FORSU<sub>p</sub>

<b>Parâmetro</b>	<b>Lodo Avícola</b>	<b>FORSU<sub>p</sub></b>
ST (%)	5,08 ± 0,08	30,21 ± 0,02
ST (g/kg)	50,81 ± 0,79	302,14 ± 0,24
Umidade (%)	94,92 ± 0,08	69,79 ± 0,02
STF (%)	14,23 ± 0,15	13,86 ± 0,89
STF (g/kg)	7,23 ± 2,72	41,88 ± 2,72
STV (%)	85,77 ± 0,15	86,14 ± 0,89
STV (g/kg)	43,58 ± 2,48	260,27 ± 2,48
DQO (g/L) <sup>1</sup>	80,14 ± 2,98	363,00 ± 25,24
pH (-)	7,95 ± 0,19	5,76 ± 0,41
Alcalinidade total (mg/L)	2.889,38 ± 172,50	6.900,0 ± 0,00
NH <sub>3</sub> (mg/L)	537,7 ± 23,2	332,3 ± 0,00
NTK (mg/L)	5.267,0 ± 55,77	4.981,75 ± 154,15
Fosfóro total (mg/L)	326,0 ± 9,09	593,33 ± 8,82
C (%)	43,27 ± 0,64	43,24 ± 0,76
H (%)	4,06 ± 0,08	5,80 ± 0,08
N (%)	9,08 ± 0,08	2,20 ± 0,08
C/N (-)	4,77 ± 1,05	19,70 ± 1,05
Cr (mg/kg) <sup>2</sup>	16,3	< 0,5
Pb (mg/kg)	31,0	29,0
Ni (mg/kg)	26,0	< 0,8
Cd (mg/kg)	1,1	0,3
Mg (mg/kg)	2.330,0	1.990,0
Ca (mg/kg)	4.978,5	32.198,5

(Continuação)

<b>Parâmetro</b>	<b>Lodo Avícola</b>	<b>FORSUp</b>
K (mg/kg)	3.690,0	7.690,0
Cu (mg/kg)	1.742,0	4,3
Mn (mg/kg)	103,1	26,9
Fe (mg/kg)	18.320,0	315,5
Zn (mg/kg)	2.355,0	32,5
Co (mg/kg)	< 0,1	< 0,1
Mo (mg/kg)	275,0	< 0,1
Na (mg/kg)	7.320,0	1.820,0

<sup>1</sup>Para a FORSU<sub>p</sub>, os valores em mg/L foram obtidos em mg/kg, e em g/L foram obtidos em g/kg.

<sup>2</sup> Para os metais, a medida é em g/kg de peso seco a 65°C.

Fonte: Própria autora.

Pode-se observar que tanto o lodo avícola quanto FORSU<sub>p</sub> contém uma variedade de micronutrientes e macronutrientes, essenciais para o bom funcionamento dos microrganismos. A FORSU<sub>p</sub> apresenta características mais ácida, com pH de  $5,76 \pm 0,41$ , enquanto o lodo avícola possui pH mais elevado, de  $7,95 \pm 0,19$ .

Alves (2015) realizou a caracterização de lodo avícola obtido no mesmo abatedouro de aves do lodo utilizado neste trabalho. Os resultados encontrados por Alves (2015) foram similares aos obtidos nesta caracterização, com valores de 44,31 g/kg para ST; 36,72 g/kg para STV; pH de 7,82 e 3.730 mg/L para alcalinidade total.

Vários estudos utilizaram a FORSU<sub>p</sub> elaborada por Pinto (2000) como substrato para DA, no entanto a maioria dos trabalhos caracterizam a FORSU<sub>p</sub> apenas por teores de sólidos e análise elementar, dificultando a comparação com os outros parâmetros.

Os valores de ST e umidade encontrados por Pinto (2000) foram de 40% e 60%, respectivamente, caracterizando uma biomassa com mais umidade do que a caracterizada nesse estudo, mesmo utilizando as mesmas proporções descritas no trabalho. Os teores de C H N elementar foram de 47,82 %, 4,68% e 1,60%, respectivamente, ligeiramente diferentes dos teores encontrados.

Carneiro (2005) e Salgado (2003) utilizaram a mesma FORSU<sub>up</sub> elaborada por Pinto (2000) e atingiram resultados muito semelhantes aos encontrados na caracterização realizada nesse trabalho. Para sólidos, Carneiro (2005) apresentou valores de ST, Umidade e STV de 30%, 70% e 87% respectivamente. Para a análise elementar, os resultados para C H N foram de 43,2%, 5, 87% e 1,64%. Salgado (2003) encontrou valores de ST, Umidade e STV de 19%, 81% e 84% respectivamente, teores de C H N de 42%, 5% e 3%.

Dong, Zhenhong e Yongming (2010) realizaram a caracterização de FORSU coletada e separada na região de Guangdong Boluo, na China e realizou a caracterização quanto aos teores de metais. Os resultados encontrados foram da mesma ordem de grandeza dos valores encontrados neste trabalho.

#### 5.4 ANÁLISES FÍSICO-QUÍMICAS DO MEIO INICIAL, ACOMPANHAMENTO E MEIO FINAL

Os resultados das análises realizadas nos meios iniciais e finais dos reatores Tamb, T35 e T55 são apresentados na Tabela 13.

Tabela 13 – Tabela resumo dos resultados das análises físico-químicas dos meios reacionais iniciais e finais dos reatores Tamb, T35 e T55

Parâmetro	T ambiente		T 35°C		T 55°C	
	Inicial	Final	Inicial	Final	Inicial	Final
ST (g/L)	46,36 ± 0,38	39,98 ± 0,59	47,12 ± 0,05	37,01 ± 0,82	42,37 ± 0,05	32,65 ± 0,51
STV (g/L)	40,10 ± 0,58	33,54 ± 0,53	40,73 ± 0,05	31,54 ± 0,89	35,57 ± 0,04	25,36 ± 0,36
STF (g/L)	6,26 ± 0,61	6,44 ± 0,31	6,39 ± 0,01	5,47 ± 0,29	6,79 ± 0,01	7,28 ± 0,27
DQO (g/L)	56,53 ± 0,90	56,87 ± 3,33	61,47 ± 7,67	55,09 ± 3,76	66,03 ± 3,21	46,15 ± 2,80
pH (-)	7,00 ± 0,03	8,01 ± 0,03	6,80 ± 0,04	8,05 ± 0,04	7,58 ± 0,13	8,39 ± 0,02
Alc. <sub>T</sub> (mg/L)	2.300,00 ± 0,00	3.628,89 ± 97,26	2.606,67 ± 66,40	4.355,63 ± 50,97	4.513,75 ± 121,98	6.740,25 ± 150,28
N-NH <sub>3</sub> (mg/L)	293,90 ± 0,00	692,34 ± 25,7	476,37 ± 9,30	847,30 ± 24,6	847,30 ± 32,30	1.640,04 ± 60,30
NTK (mg/L)	3.361,20 ± 0,00	3.757,50 ± 75,02	3.382,67 ± 134,06	3.626,40 ± 71,66	3.135,80 ± 45,54	3.549,88 ± 75,77
P <sub>T</sub> (mg/L)	217,33 ± 5,33	273,70 ± 9,77	228,00 ± 11,39	281,85 ± 4,77	169,58 ± 31,23	187,38 ± 30,59
C (%) <sup>1</sup>	43,30 ± 1,20	45,23 ± 0,18	43,96 ± 0,99	44,86 ± 0,35	45,01 ± 0,42	39,60 ± 0,08
H (%)	5,46 ± 0,22	4,18 ± 0,29	5,79 ± 0,76	3,57 ± 0,18	4,06 ± 0,29	3,26 ± 0,11
N (%)	7,35 ± 0,01	7,89 ± 0,04	7,16 ± 0,04	7,79 ± 0,06	5,60 ± 0,07	5,66 ± 0,01
C/N (-)	5,89 ± 0,15	5,74 ± 0,00	6,14 ± 0,17	5,76 ± 0,00	8,04 ± 0,03	7,00 ± 0,21
Cr (mg/kg <sup>1</sup> )	16,00	11,20	18,00	21,80	18,60	21,80
Cu (mg/kg)	1.142,00	898,00	1.222,00	1.511,00	1.314,00	1.969,00
Pb (mg/kg)	5,00	9,00	6,00	14,00	15,00	39,00
Mn (mg/kg)	81,10	59,00	85,20	99,80	96,80	133,10
Fe (mg/kg)	11.500,00	8.830,00	12.700,00	16.000,00	13.000,00	22.570,00
Ni (mg/kg)	15,50	11,50	18,70	26,70	16,90	29,20
Cd (mg/kg)	1,90	2,30	2,20	2,50	2,40	1,70
Zn (mg/kg)	1.810,00	1.453,00	1.895,00	2.248,00	2.005,00	2.939,00
Co (mg/kg)	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1
Mg (mg/kg)	1.951,00	1.373,00	1.990,00	2.363,00	2.517,00	3.510,00
Mo (mg/kg)	144,00	41,00	133,00	124,00	115,00	316,00
Ca (mg/kg)	17.298,50	16.998,50	16.598,50	22.798,50	35.098,50	29.098,50
Na (mg/kg)	6.320,00	4.620,00	6.620,00	7.620,00	7.320,00	6.820,00
K (mg/kg)	7.290,00	5.490,00	7.590,00	8.790,00	7.690,00	7.190,00

<sup>1</sup> Para os metais e CHN elementar, as análises foram realizadas com o resíduo seco a 65°C.

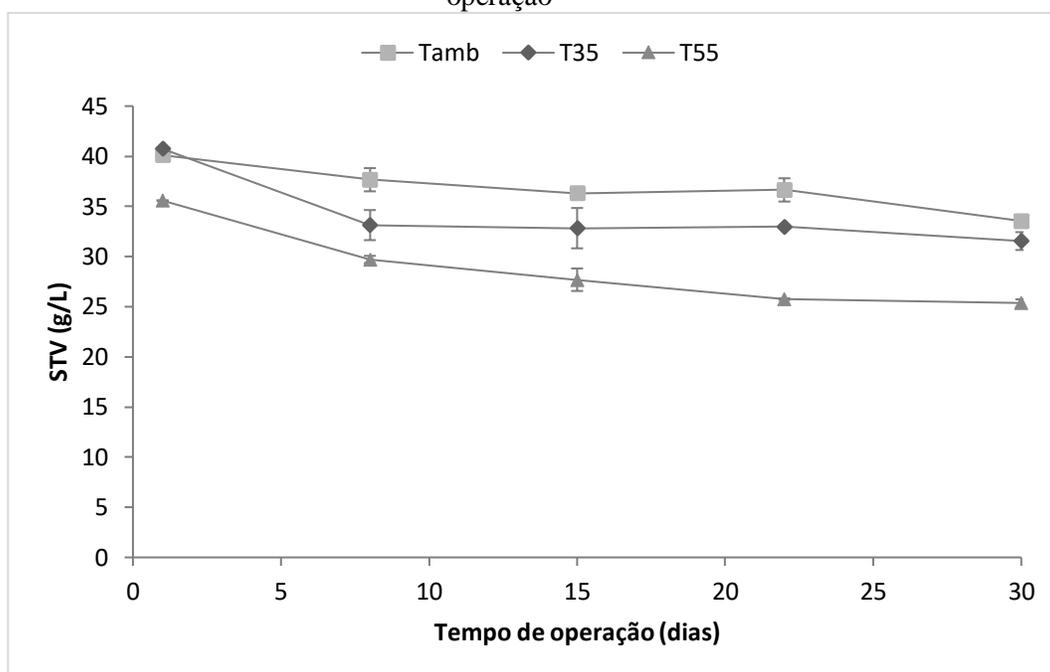
Fonte: Própria autora.

#### 5.4.1 Sólidos Totais (ST), Fixos (STF) e Voláteis (STV)

O consumo da matéria orgânica em um sistema anaeróbio é geralmente expressado em termos de DQO ou STV, este último principalmente quando se trata de material sólido. Neste trabalho os dois parâmetros foram analisados a fim de comparação.

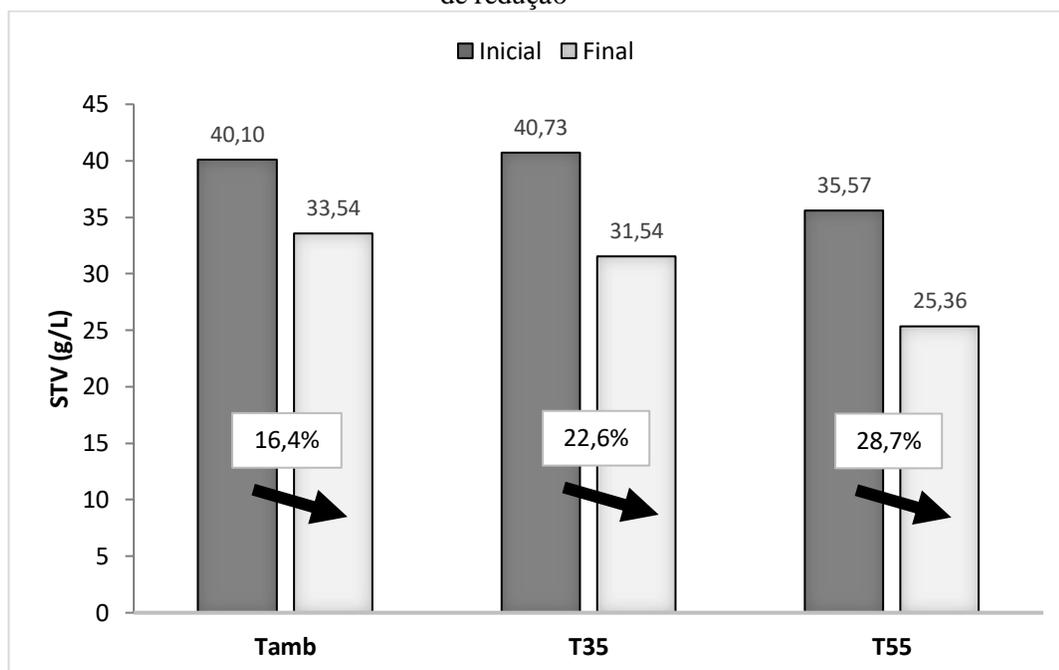
Na Figura 28 são apresentados os resultados de concentração de STV nos reatores Tamb, T35 e T55 ao longo do período de operação. Na Figura 28 é feita a comparação das concentrações iniciais e finais.

Figura 28 – Acompanhamento da concentração de STV nos reatores durante o período de operação



Fonte: Própria autora.

Figura 29 – Concentração inicial e final de STV nos reatores, com indicação da porcentagem de redução



Fonte: Própria autora.

As três bateladas de reatores de suas triplicatas iniciaram com a mesma quantidade de inóculo, substrato e água, na proporção de 1:2  $\text{gSTV}_{\text{substrato}}/\text{gSTV}_{\text{inóculo}}$ . No entanto, os valores iniciais diferem entre as bateladas devido à realização da adaptação dos inóculos, no qual a retirada do sobrenadante da adaptação para início do processo da reação não foi suficiente para a retirada de todo o substrato sobressalente.

Para o reator operado em temperatura ambiente (Tamb), a quantidade de STV inicial foi de 40,10 gSTV/L. Após 30 dias o valor decaiu para 33,54 gSTV/L, havendo uma redução de 16,4% da quantidade de STV inicial. O consumo de STV desse reator foi menor e mais gradual, devido a menor temperatura de operação (média de 25°C no ambiente de alocação dos reatores).

Com relação ao reator operado em temperatura controlada de 35°C (T35), a quantidade de STV inicial foi de 40,73 gSTV/L e final de 31,54 gSTV/L, uma redução de 22,6%. Na primeira semana ocorreu a maior queda na concentração de STV, passando-se por uma estabilização nas semanas seguintes.

Para o reator operado em temperatura termofílica de 55°C, a concentração inicial de STV foi de 35,57 gSTV/L, decaindo para 25,36 gSTV/L, uma queda de 28,7%, obtendo melhor desempenho entre as três condições de temperatura analisadas. A redução da concentração foi mais expressiva nas três primeiras semanas, ocorrendo uma estabilização da última semana de operação.

Em comparação com os resultados obtidos em outros trabalhos em condições mesofílicas, Vilela (2015) obteve resultado similar a esse estudo, com 20,25% de remoção de STV. Vilela (2015) tratou resíduo de restaurante juntamente com serragem a 35°C por 78 dias, usando como inóculo um lodo avícola granular semelhante ao utilizado nesse estudo.

No entanto, outros trabalhos a literatura alcançaram resultados com maior degradação de STV. Dong; Zhenhong e Yongming (2010) trataram FORSU em batelada em temperatura de 30°C por 60 dias e obtiveram remoção de 42% de STV. El-Mashad e Zhang (2010) trataram resíduo orgânico segregado de uma companhia de coleta de resíduos por 30 dias em temperatura mesofílica e alcançaram 82% de remoção de STV.

Para processos termofílicos, as taxas de remoção de STV tendem a ser maiores devido a maior velocidade de reação no processo pelo aumento da temperatura. Yang et al. (2015) operaram reator termofílico por 28 dias utilizando resíduo alimentar de restaurante como substrato e atingiram uma taxa de 95,85% de remoção de STV. Por sua vez, Zhang et al. (2007) conseguiu a remoção de 81% e STV com DA termofílica de resíduo orgânico segregado de uma companhia de coleta de resíduos, após 28 dias de operação.

A diferença entre o percentual de remoção de STV deste trabalho com os trabalhos que apresentaram um alta taxa de remoção de STV (El-Mashad e Zhang (2010), Yang et al. (2015) e Zhang et al. (2007)) possivelmente deu-se por esses trabalhos descontarem o valor de STV do inóculo a partir de um reator “branco” contendo apenas inóculo. Neste trabalho, a remoção de STV calculada considerou a mistura do inóculo e substrato.

Outro fator importante a ser analisado é quanto a estabilização do digestato ao final do tratamento para a possível aplicação do digestato como fertilizante na agricultura. A resolução CONAMA 375/06 estabelece o critério para estabilidade de lodo de esgoto como a relação entre sólidos voláteis e sólidos totais seja menor que 0,7 (BRASIL, 2006b). Para digestato não

existe legislação, mas levando em conta a semelhança entre o lodo de esgoto e o digestato proveniente dos reatores anaeróbios, usou-se esse valor como parâmetro de comparação. A Tabela 14 apresenta os resultados de ST, STV e a relação STV/ST do digestato ao final de cada batelada.

Tabela 14 – Relação de STV/ST para determinação da estabilidade do digestato

	ST (g/L)	STV (g/L)	STV/ST (-)
Tamb	39,98	33,54	0,84
T35	37,01	31,54	0,85
T55	32,65	25,36	0,78

Fonte: Própria autora.

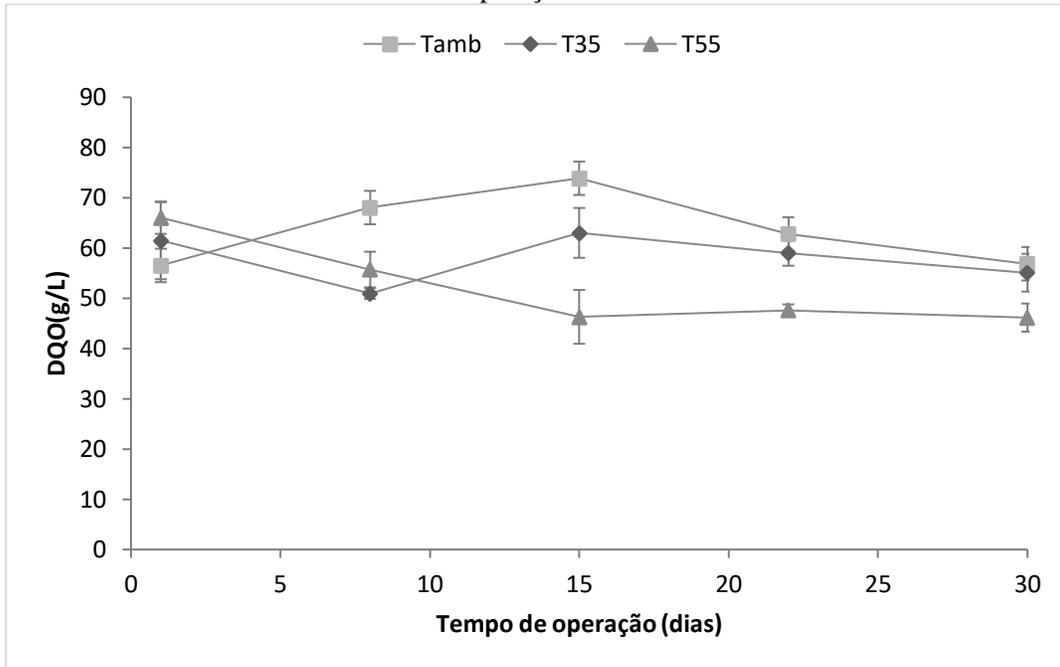
Pode-se constatar que os digestatos provenientes dos três reatores ainda não se encontram estabilizados, sendo necessário maior tempo de operação dos reatores ou pós-tratamento, como a realização da compostagem.

#### 5.4.2 DQO

A demanda química de oxigênio (DQO) é um método utilizado para a determinação da matéria orgânica, amplamente utilizado para a análise em águas e efluentes. Para material com alto teor de sólidos, não existe um método padronizado para a sua realização, sendo realizadas adaptações, tornando a medição susceptível a erros e dificulta a comparação de resultados com outros trabalhos.

A Figura 30 apresenta os dados da concentração de DQO medidos a cada semana durante a operação dos reatores.

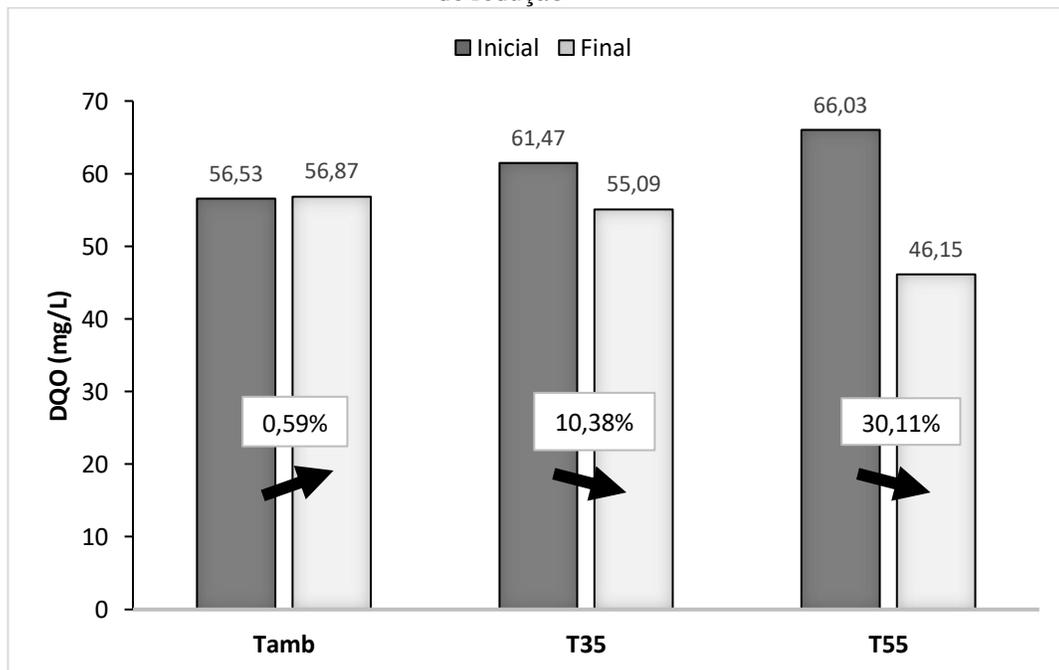
Figura 30 – Acompanhamento da concentração de DQO (g/L) nos reatores durante o período de operação



Fonte: Própria autora.

A Figura 31 demonstra a concentração inicial e final nos reatores operados com indicação do percentual de remoção de matéria orgânica em termos de DQO.

Figura 31 – Concentração inicial e final de DQO nos reatores, com indicação da porcentagem de redução



Fonte: Própria autora.

Para reator Tamb, houve um aumento no teor de DQO nas duas primeiras semanas de operação, sendo consumida nas duas últimas semanas. Para este reator, o valor da DQO final superou o resultado encontrado no início da reação, não indicando consumo da matéria orgânica.

Comportamento semelhante ocorreu ao reator T35, que também apresentou uma elevação no teor de DQO e apresentou uma queda ao final do processo. No entanto, o balanço final foi de redução de 10,38% de DQO.

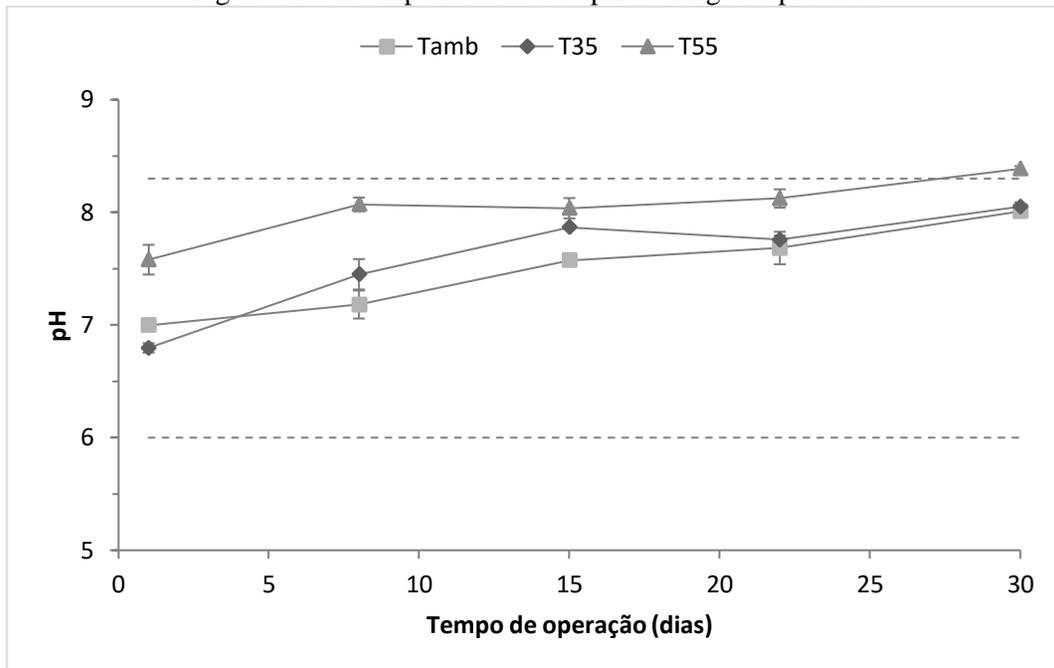
Para o reator T55, a degradação da matéria em termos de DQO foi de 30,11%, valor próximo ao encontrado com a medição do parâmetro STV.

Esse comportamento de aumento da matéria orgânica no início do processo observado nos reatores Tamb e T35 pode ser explicada devido ao aumento da solubilização dos compostos na fase de hidrólise, que acontece no início do processo. No entanto, por esse comportamento não ter ocorrido no reator T55 e pelos resultados encontrados no 5.4.1, acredita-se que o método utilizado não foi adequado para a determinação da matéria orgânica presente nas amostras dos reatores por se tratar de uma análise destinada à análise de DQO em águas e efluentes, e adaptada para resíduos sólidos. É possível que a grande diluição da amostra tenha interferido nos resultados ou que o ácido adicionado, de acordo com o método do *Standard Methods*, não tenha sido suficiente para degradar a amostra sólida.

### **5.4.3 pH e Alcalinidade Total**

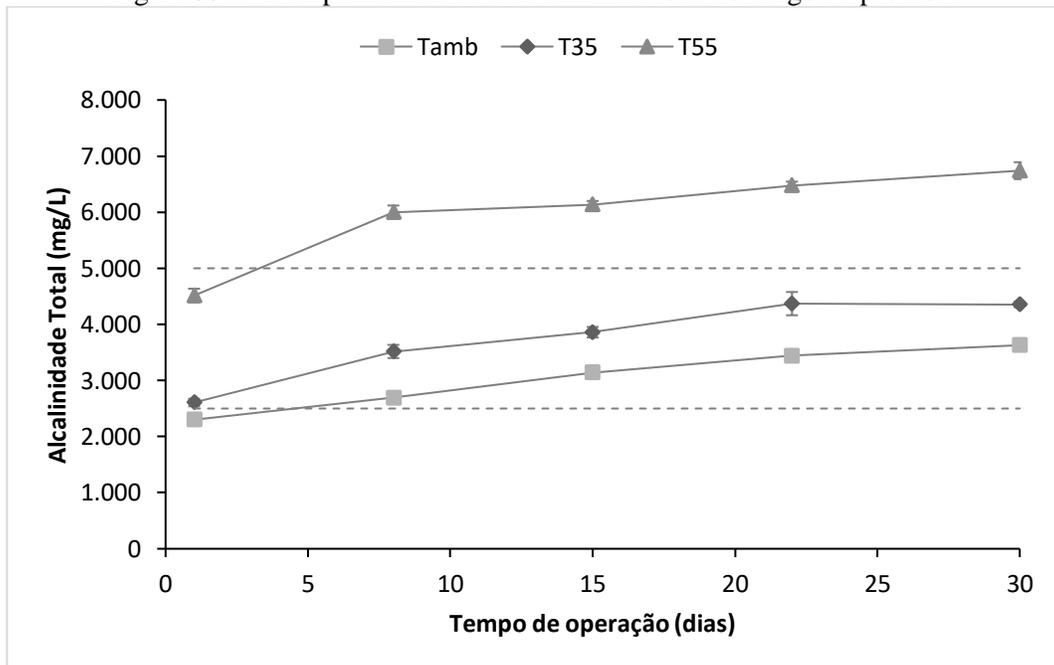
As Figuras Figura 32 e Figura 33 apresentam os resultados das medições de pH e alcalinidade, respectivamente, ao longo da operação dos reatores Tamb, T35 e T55. As linhas tracejadas representam os limites inferior e superior dos valores recomendados para cada parâmetro, de 6,0 – 8,3 para o pH (CHERNICHARO, 2007) e de 2.500 - 5.000 mg/L para a alcalinidade total (RAPOSO et al., 2011)

Figura 32 – Acompanhamento do pH ao longo do processo



Fonte: Própria autora.

Figura 33 – Acompanhamento da alcalinidade total ao longo do processo



Fonte: Própria autora.

A análise dos parâmetros pH e alcalinidade total mostra que nos três reatores ocorreram aumento nesses dois parâmetros.

Para o parâmetro pH, é possível observar que os reatores Tamb e T35 iniciam a operação com pH de 7,00 e 6,80, respectivamente, dentro da faixa considerada ótima por Braguglia et al. (2018), de 6,5 a 7,2. Para o reator T55, o pH inicial foi de 7,58, valor dentro da faixa aceitável de 6,0 a 8,3. Ao final do processo, os valores de pH para os reatores Tamb, T35 e T55 foram de 8,01, 8,05 e 8,39, respectivamente. Apesar do valor elevado, não foi identificado inibição na produção de metano para o reator T55.

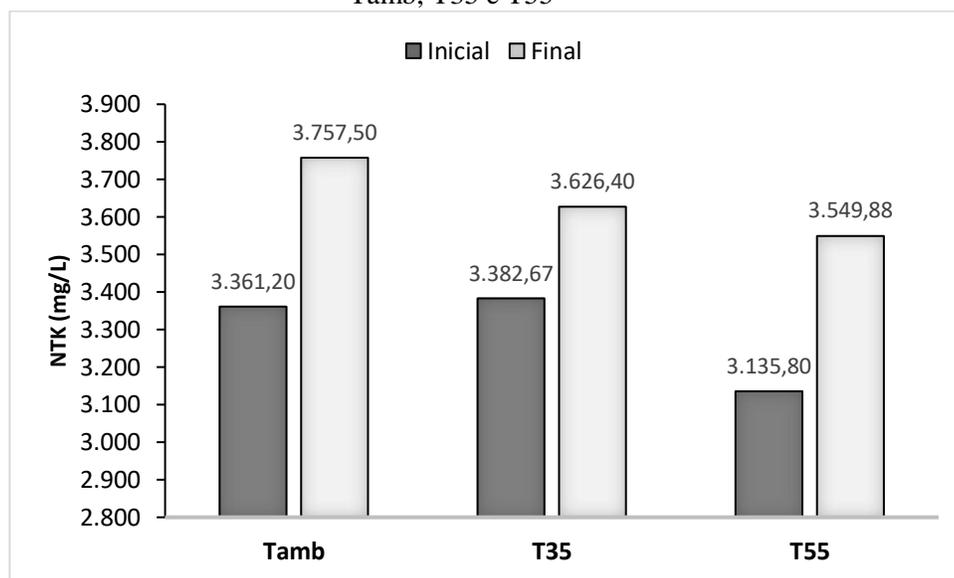
Para a alcalinidade total observada no sistema, os valores observados para o reator T55 foi superior aos valores nos reatores Tamb e T35. A faixa desejável de alcalinidade total para sistemas anaeróbios, segundo Raposo et al. (2011), é de 2.500 - 5.000 mg/L. Essa faixa de valor permite uma maior capacidade tampão para que aumentos na quantidade de AGVs não alterem significativamente o pH.

É importante salientar que não houve adição de alcalinizantes, como hidróxido de sódio (NaOH), bicarbonato de sódio ( $\text{NaHCO}_3$ ) ou bicarbonato de potássio ( $\text{KHCO}_3$ ) em nenhum momento do processo. A adição de alcalinizante é uma prática bastante comum em trabalhos que realizam DA com FORSU devido à característica ácida dos resíduos sólidos orgânicos. No entanto, a adição do lodo avícola como inóculo na proporção de 1:2  $\text{gSTV}_{\text{substrato}}/\text{gSTV}_{\text{inóculo}}$  contribui para a manutenção do tamponamento do sistema.

#### 5.4.4 NTK

O nitrogênio total *Kjeldahl* (NTK) é composto pelos nitrogênio orgânico e nitrogênio amoniacal. As análises foram realizadas com as amostras dos meios reacionais finais e iniciais dos reatores Tamb, T35 e T55.

Figura 34 – Valores de NTK das análises iniciais e finais do meio reacional dos reatores Tamb, T35 e T55



Fonte: Própria autora.

De acordo com os resultados observados, em todos os reatores, o valor de NTK aumentou durante o processo. Os resultados também permitem concluir que a temperatura de operação influenciou nos resultados da concentração final de NTK, sendo maior para o reator operado em menor temperatura (Tamb) e menor para o reator operado em maior temperatura (T55).

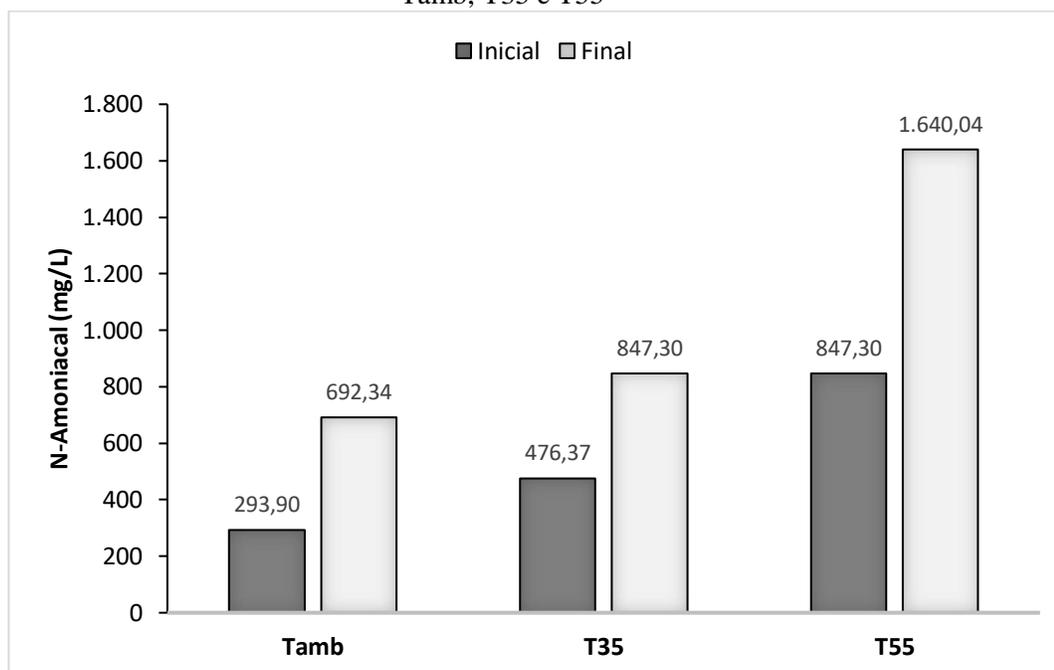
Villela Jr. et al. (2007) realizaram DA de estrume bovino e encontraram teores de NTK de 1500 mg/L, valor inferior ao encontrado neste trabalho. Pavi et al. (2017) encontrou teores de nitrogênio total entre 4.243,7 a 5.133,5 mg/L tratando FORSU em co-digestão com resíduos hortifrutigranjeiros em diferentes proporções.

#### 5.4.5 Nitrogênio amoniacal

A amônia existe em duas formas: na sua forma ionizada ou amônio ( $\text{NH}_4^+$ ) e na sua forma não ionizada ou amônia livre ( $\text{NH}_3$ ). A combinação dessas duas formas é expressada pelo nitrogênio amoniacal total, referida neste trabalho apenas como nitrogênio amoniacal ou N-amoniacal.

As análises de nitrogênio amoniacal foram realizadas do início e fim do processo de DA com os meios reacionais dos reatores Tamb, T35 e T55. Os resultados são apresentados na Figura 35.

Figura 35 – Valores de N-amoniaco das análises iniciais e finais do meio reacional dos reatores Tamb, T35 e T55



Fonte: Própria autora.

A partir dos resultados obtidos, é possível observar a relação da concentração de nitrogênio amoniaco com a temperatura. Segundo El-Mashad et al. (2004), a concentração de  $\text{NH}_3$  aumenta com o aumento da temperatura, e a alta concentração pode prejudicar as etapas de hidrólise, acidogênese e metanogênese. A inibição das células metanogênicas por amônia acontece com a concentração de 1.500 – 2.500 mg-N- $\text{NH}_3$ /L (HANSEN; ANGELIDAKI; AHRING, 1998). Os valores de nitrogênio amoniaco encontrados neste trabalho estão abaixo do limite citado por (HANSEN; ANGELIDAKI; AHRING, 1998). Apenas o valor observado no meio reacional final do reator operado em temperatura termofílica (T55) apresenta concentração de N- $\text{NH}_3$  passível de inibição (1.640,04 mg/L), no entanto, não foi identificado inibição das arqueas metanogênicas, observados através do volume e composição do biogás produzido e pela morfologia dos microrganismos encontrados na meio reacional final deste reator.

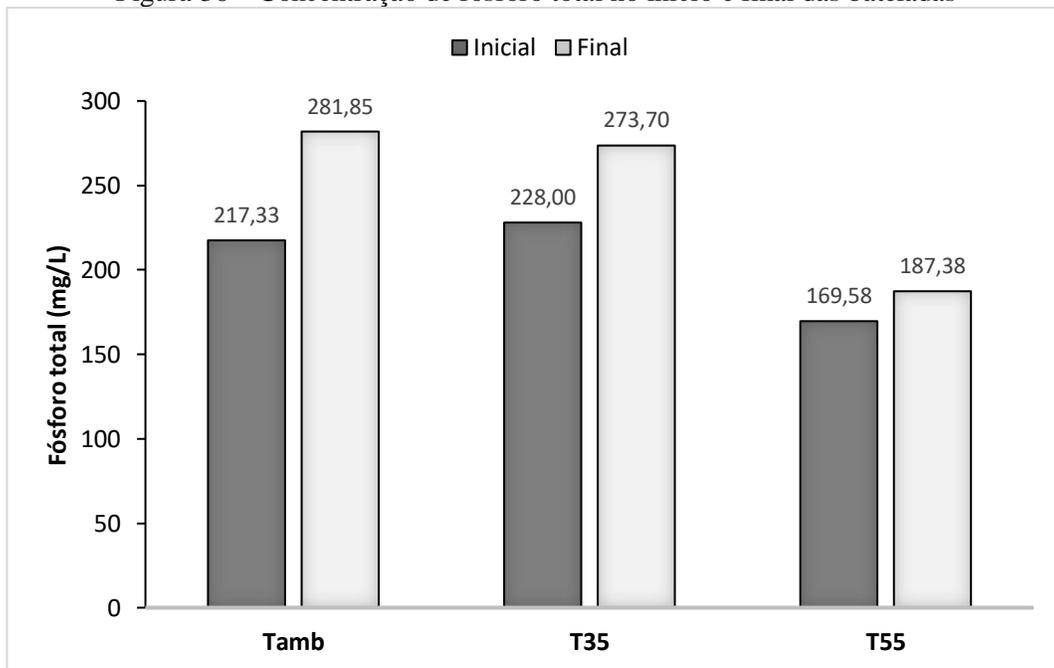
Akindele e Sartaj (2018) realizaram digestão anaeróbia de FORSU preparada sinteticamente e avaliaram o comportamento sob diferentes concentrações de N-amoniaco (2.500, 5.000, 7.500, e 10.000 mg/L) e pH (7,5, 8,0 e 8,5). Os resultados mostraram que na menor concentração de N-amoniaco a produção acumulada de biogás sofreu redução de 10%

em relação ao controle enquanto para a concentração mais alta a redução foi de 80%. Akindele e Sartaj (2018) também concluíram que para concentrações de N-amoniaco de 2.500 mg/L, a variação do pH não produziu efeitos significativos na produção de biogás, enquanto para concentrações maiores de N-amoniaco, o aumento do pH é um fator agravador na inibição do processo.

#### 5.4.6 Fósforo total

Assim como o nitrogênio, o fósforo constitui-se em um dos principais nutrientes para os processos biológicos.

Figura 36 – Concentração de fósforo total no início e final das bateladas



Fonte: Própria autora.

Observa-se que, em todos os reatores, as concentrações de fósforo aumentaram ao longo do processo. Para o reator Tamb, de menor temperatura de operação, as concentrações foram as maiores constatadas, enquanto as menores ocorreram no reator T55. Observa-se um comportamento semelhante ao observado nos resultados do parâmetro NTK.

Villela Jr. et al. (2007) observou concentração de fósforo de 76, mg/L ao final do procedimento de DA com estrume bovino. Villela Junior et al, 2007

### 5.4.7 Relação C/N

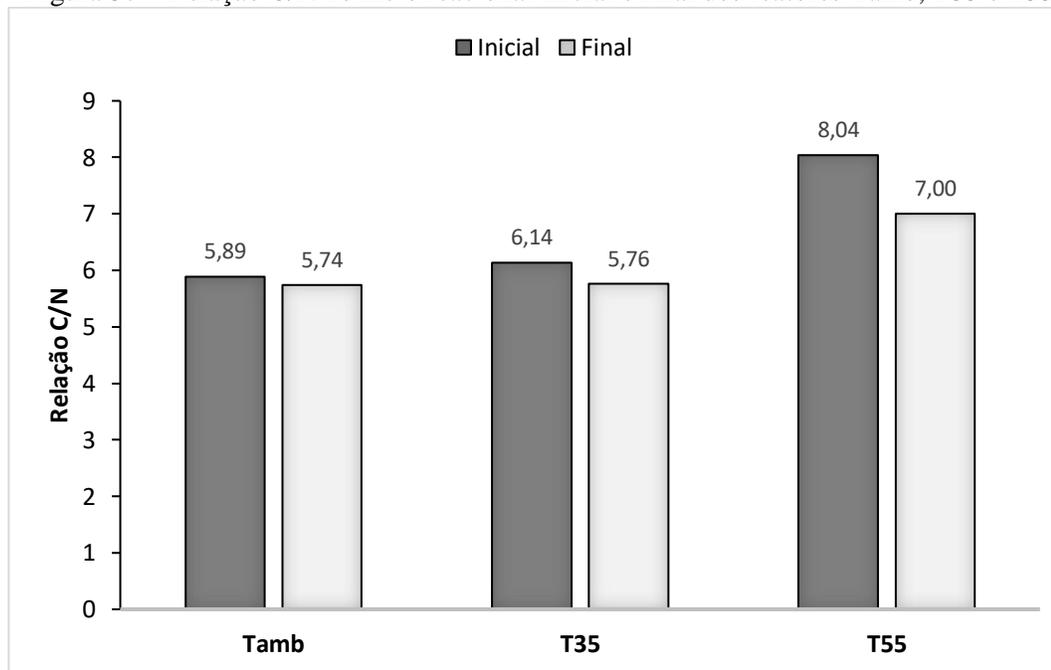
Os teores de C e N foram analisados nas misturas de entrada e saída dos reatores Tamb, T35 e T55. A relação C/N foi calculada com os valores de C (%) e N (%). Os resultados podem ser observados na Tabela 15 e no gráfico comparativo na Figura 37.

Tabela 15 – Teores de C (%) e N (%) elementar e relação C/N no início e fim da operação dos reatores

(%)	Tamb		T35		T55	
	Inicial	Final	Inicial	Final	Inicial	Final
C	43,30 ± 1,20	45,23 ± 0,18	43,96 ± 0,99	44,86 ± 0,35	45,01 ± 0,42	39,60 ± 0,08
N	7,35 ± 0,01	7,89 ± 0,04	7,16 ± 0,04	7,79 ± 0,06	5,60 ± 0,07	5,66 ± 0,01
C/N	5,89 ± 0,15	5,74 ± 0,00	6,14 ± 0,17	5,76 ± 0,00	8,04 ± 0,03	7,00 ± 0,01

Fonte: Própria autora.

Figura 37 – Relação C/N no meio reacional inicial e final dos reatores Tamb, T35 e T55



Fonte: Própria autora.

Pode-se observar a partir dos resultados que todos os reatores apresentaram queda no valor da relação C/N. De acordo com Tambone et al. (2009), a relação C/N tende a diminuir em decorrência do processo devido à degradação do carbono orgânico total e da maior concentração de nitrogênio.

Em relação ao teor de carbono total, os reatores Tamb e T35 tiveram um aumento no teor deste parâmetro ou permaneceram muito próximos, de  $43,30 \pm 1,20$  para  $45,23 \pm 0,18$  para o reator Tamb e de  $43,96 \pm 0,99$  para  $44,86 \pm 0,35$ . Para o reator T55, a queda no valor foi mais significativa, de  $45,01 \pm 0,42$  para  $39,60 \pm 0,08$ . A pouca variação nos resultados dos reatores Tamb e T35 pode ser explicada pelo menor consumo de matéria orgânica observado nesses dois reatores, como foi constatado nas análises de STV e DQO. Para o reator T55 esse consumo foi maior em decorrência da maior atividade metabólica provocada pelo aumento da temperatura de reação.

Quanto aos teores de N, os aumentos nos reatores Tamb e T35 foram mais significativos que para o reator T55, comportamento diferente do observado para o parâmetro NTK. Essa diferença pode ser explicada pela diferença entre as metodologias.

Em relação aos valores iniciais da relação C/N, esses se encontraram abaixo da faixa recomendada pela literatura, de 20 – 30. O substrato (FORSUp) apresentou um valor próximo a faixa recomenda, de 19,72. No entanto, o lodo avícola, devido à alta concentração de nitrogênio, apresentou uma relação C/N de 4,77. Como a mistura do meio reacional seguiu a relação  $1:2 \text{ gSTV}_{\text{inóculo}}/\text{gSTV}_{\text{substrato}}$ , a maior quantidade de lodo no meio reacional em relação à FORSUp resultou em uma menor relação C/N na mistura.

De acordo com Braguglia et al. (2018), uma baixa relação C/N pode aumentar a taxa de conversão de nitrogênio a amônia. No entanto, de acordo com os resultados observados no item 5.4.5, que apresentam as concentrações de N-amoniaco inicial e final nos reatores, apesar de ter ocorrido um aumento na concentração de N-amoniaco durante o processo, esse não foi suficiente para causar inibição, por ter ficado abaixo dos limites considerados inibitórios.

Uma observação importante é que não existe uma metodologia padronizada para o cálculo da relação C/N. Alguns trabalhos, como o realizado por Tambone et al. (2009), Wang et al. (2012) e Granzotto (2016) utilizaram o valor de COT para a fração de carbono e de NTK para o nitrogênio. Zhou et al. (2015) e Guermandi (2015) utilizaram o teor de carbono elementar para a fração de carbono e nitrogênio elementar para a fração de nitrogênio. A falta de um resultado utilizando dados padronizados dificulta a comparação entre resultados.

Com relação a utilização do digestato como fertilizante, a IN 25/09 recomenda uma relação máxima de C/N de 20 e um percentual mínimo que 0,5 de nitrogênio elementar nos fertilizantes orgânicos, valores contemplados pelo meio reacional final.

#### 5.4.8 Metais

Os resultados das concentrações de metais pesados para o início das bateladas e digestatos finais de cada reator são apresentados na Tabela 16.

Tabela 16 – Concentração de metais pesados antes e depois da biodigestão. O resultado é dado em mg/kg de amostra seca a 65°C

Contaminantes (mg/kg)	Limite de referência		Tamb		T35		T55	
	IN 27/06	CONAMA 375/06	Inicial	Final	Inicial	Final	Inicial	Final
<b>Cr<sup>1</sup></b>	200,00	1.000	16,00	11,20	18,00	21,80	18,60	21,80
<b>Pb</b>	150,00	300	5,00	9,00	6,00	14,00	15,00	39,00
<b>Ni</b>	80,00	420	15,50	11,50	18,70	26,70	16,90	29,20
<b>Cd</b>	3,00	39	1,90	2,30	2,20	2,50	2,40	1,70

<sup>1</sup>A IN SDA nº 7, de 12/04/2016, alterou o componente Cr (cromo total), com limite de 200 mg/kg, para Cromo hexavalente, com limite de 2,0 mg/kg. Apenas para comparação, foi utilizado a norma antiga, sem a alteração.

Fonte: Própria autora.

Os teores de metais pesados foram próximos em todas os reatores e as variações ocorreram independentes da temperatura de operação. Isso pode ser constatado nos valores de Ni, que diminuiu de 15,50 mg/kg para 11,50 mg/kg no reator Tamb e aumentou de 18,70 mg/kg para 26,70 mg/kg no reator T35, e de 16,90 mg/kg para 29,20 mg/kg para o reator T55. Já nos teores de Cd, a concentração aumentou de 1,90 mg/kg para 2,30 mg/kg para o reator Tamb e de 2,20 mg/kg para 2,50 mg/kg no reator T35, e diminui de 2,40 mg/kg para 1,70 mg/kg no reator T55. Sendo assim, não é possível afirmar se a operação em diferentes temperaturas influenciou na concentração desses metais, sendo a variação nos resultados proveniente, possivelmente da heterogeneidade das amostras.

Todos os valores encontrados foram inferiores aos limites máximos estabelecidos pela IN 27/06 e CONAMA 375/06. Entretanto, os contaminantes As (arsênio) e Hg (mercúrio) não foram analisados, não sendo possível afirmar se o digestato está totalmente dentro dos parâmetros estabelecidos pela norma.

Albuquerque et al. (2012) realizaram a digestão anaeróbia em co-digestão de doze misturas diferentes de resíduos agroindustriais, utilizando lodo de tratamento de estrume suíno e bovino como componentes principais, e obtiveram a concentração de Ni de 7,6 mg/kg a 36 mg/kg, Pb de 7,11 mg/kg a 46 mg/kg, Cr de 2,3 mg/kg a 55,0 mg/kg e Cd de 0,1 mg/kg a 1,0 mg/kg.

Segundo Edelman, Baier e Engeli (2005), metais pesados não são um problema na digestão anaeróbia quando a FORSU é coletada separadamente. Ele reuniu mais de 1.500 amostras de compostos provenientes de processos aeróbios e anaeróbios seguidos de anaeróbios e todas apresentaram concentração de metais pesados abaixo da norma Suíça, que possui limite bem restrito (em mg/kg de matéria seca: Pb: 120, Cr: 100, Ni: 30, Cd: 1).

A Tabela 17 apresenta os resultados dos metais considerados macro e micronutrientes para os meios iniciais e finais dos reatores Tamb, T35 e T55.

Tabela 17 – Concentração de metais macronutrientes e micronutrientes antes e depois da biodigestão. O resultado é dado em mg/kg de amostra seca a 65°C

Nutrientes	Tamb		T35		T55		
	(mg/kg)	Inicial	Final	Inicial	Final	Inicial	Final
<b>Macro</b>	<b>Mg</b>	1.951,0	1.373,0	1.990,0	2.363,0	2.517,0	3.510,0
	<b>Ca</b>	17.298,5	16.998,5	16.598,5	22.798,5	35.098,5	29.098,5
	<b>K</b>	7.290,0	5.490,0	7.590,0	8.790,0	7.690,0	7.190,0
<b>Micro</b>	<b>Cu</b>	1.142,0	898,0	1.222,0	1.511,0	1.314,0	1.969,0
	<b>Mn</b>	81,1	59,0	85,2	99,8	96,8	133,1
	<b>Fe</b>	11.500,0	8.830,0	12.700,0	16.000,0	13.000,0	22.570,0
	<b>Zn</b>	1.810,0	1.453,0	1.895,0	2.248,0	2.005,0	2.939,0
	<b>Co</b>	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1
	<b>Mo</b>	144,0	41,0	133,0	124,0	115,0	316,0

Fonte: Própria autora.

Para o digestato do reator Tamb, as concentrações de todos os nutrientes diminuiram. Para o reator T35, os teores de todos os metais, com exceção do Mo, aumentaram. Para o reator T55, ocorreu oscilação nos valores das concentrações, aumentando para Mg, Cu, Mn, Fe, Zn

e Mo, e diminuindo para Ca e K. O Co permaneceu abaixo do limite de detecção para todos os reatores, de 0,1 mg/kg.

Não há valores mínimos recomendados de macro e micronutrientes nas Instruções Normativas do MAPA (BRASIL, 2006a; BRASIL, 2009). No entanto, a resolução CONAMA 375/2006 estabelece valores máximos de concentração para alguns metais (Cu: 1.500 mg/kg; Zn: 2.800; Mo: 50 mg/kg).

Para os teores de Cu, os digestatos dos reatores T35 e T55 ultrapassam o limite máximo, com 1.511,0 mg/kg e 1.969,0 mg/kg, respectivamente. Para o Zn, apenas o digestato do reator T55 excedeu o limite máximo, com 2.939,00 mg/kg. Para os teores de Mo, os digestatos dos reatores T35 e T55 também ultrapassam o limite máximo, com 124,0 mg/kg e 316,0 mg/kg, respectivamente

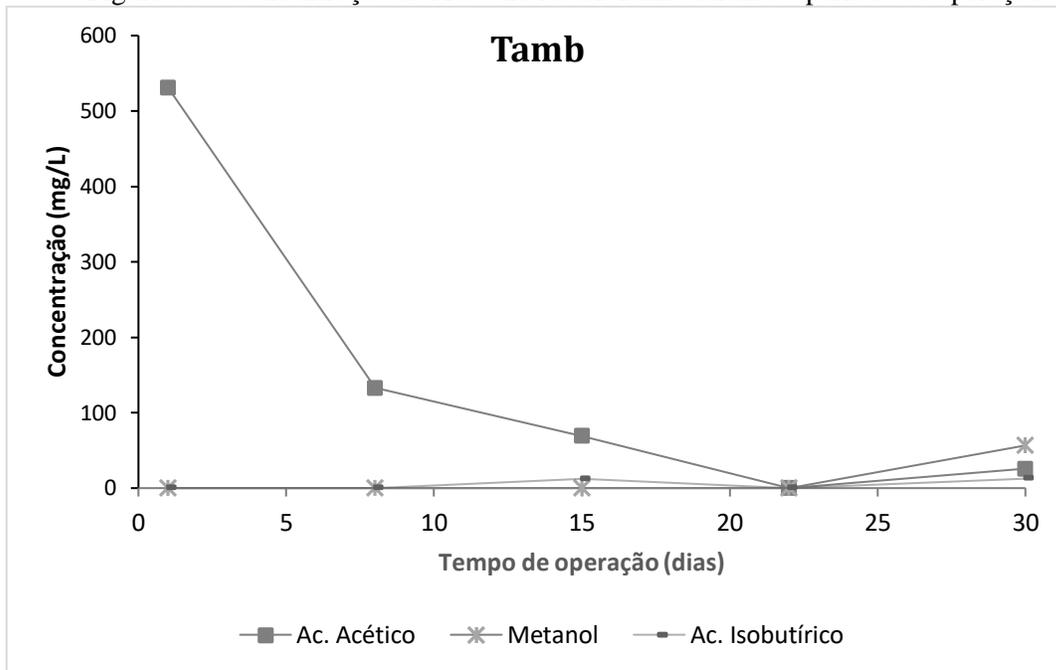
Matos et al. (2019) realizaram digestão anaeróbia de estrume bovino com diferentes tempos de retenção hidráulica (TDH) e analisaram os teores de Ca, Mg e Fe presentes. Para o TDH de 30 dias, as concentrações foram de 11.045,76 mg/kg, 13.599,36 mg/kg e 429,45 mg/kg para Ca, Mg e Fe, respectivamente. Para o TDH de 90 dias, os teores aumentaram, resultando em 14.434,13 mg/kg, 19.033,04 mg/kg e 545,40 mg/kg, respectivamente. Apenas os valores de Mg foram superiores aos encontrados nesse estudo.

#### **5.4.9 Ácidos graxos voláteis**

Para a determinação dos ácidos graxos voláteis (AGV) foram realizadas análises semanais dos sobrenadantes centrifugados utilizando o método de cromatografia gasosa. Os AGV e solventes analisados foram: acetona, metanol, etanol, isobutanol, n-butanol, ácido acético, ácido propiônico, ácido isobutírico, ácido butírico, ácido isovalérico, ácido valérico, ácido crotônico e ácido capróico.

Nas Figura 38, Figura 39 e Figura 40 são apresentados somente os AGVs e solventes identificados em concentração maior do que o limite de detecção do cromatógrafo.

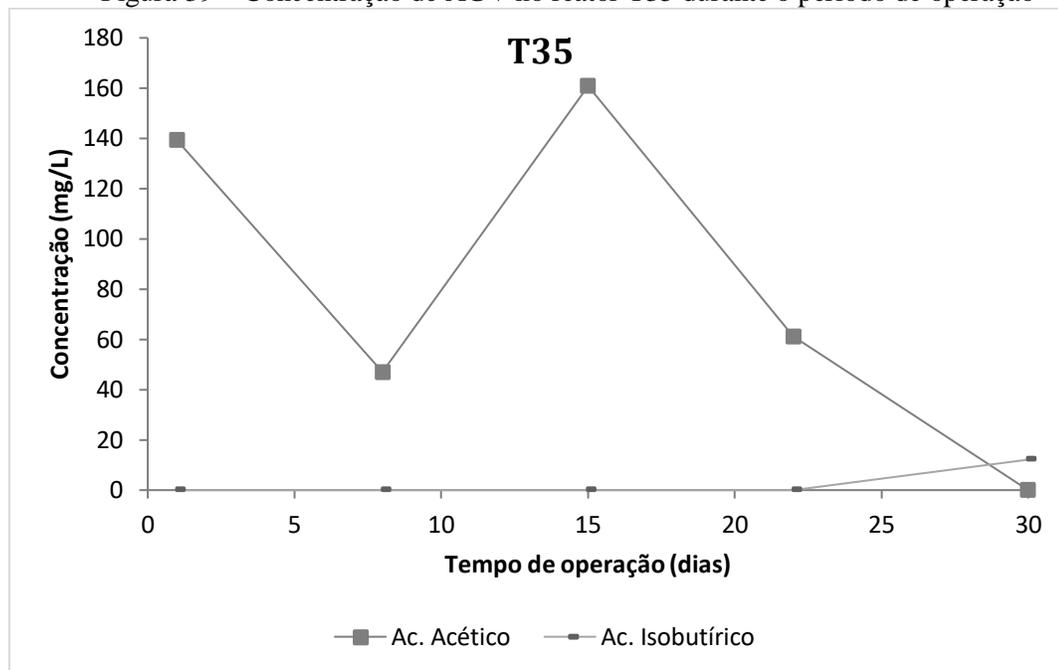
Figura 38 – Concentração de AGV no reator Tamb durante o período de operação



Fonte: Própria autora.

Observa-se que apenas o ácido acético, metanol e ácido butírico foram identificados no reator Tamb. A maior concentração de ácido acético foi identificada no meio inicial, com 531,10 mg/L. As concentrações de metanol e ácido isobutírico apresentaram as maiores concentrações no meio final, com 56,55 e 12,50 mg/L, respectivamente. A alta concentração de ácido acético antes da operação do reator deveu-se ao procedimento de adaptação, que pode ter acumulado o ácido que não foi totalmente consumido pelos organismos metanogênicos acetoclásticos.

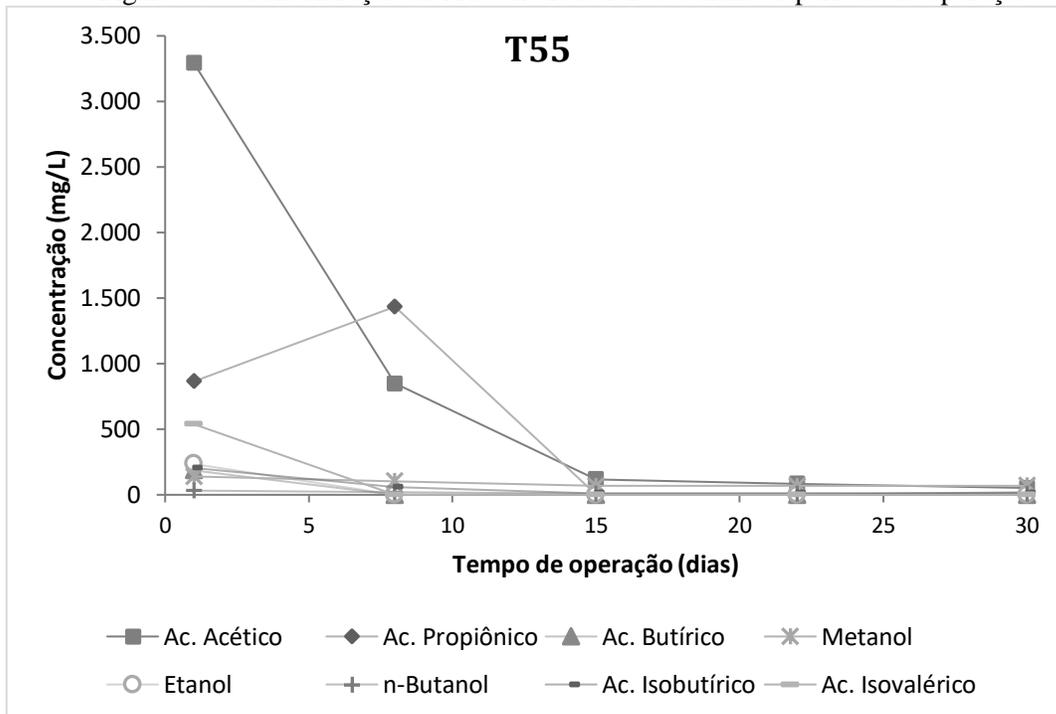
Figura 39 – Concentração de AGV no reator T35 durante o período de operação



Fonte: Própria autora.

Para o reator T35, apenas os ácido acético e ácido isobutírico foram detectados, em concentrações inferiores às observadas no reator Tamb. A maior concentração de ácido acético, de 160,83 mg/L, foi identificada na segunda semana de operação. A concentração de ácido isobutírico foi de 12,13 mg/L e foi identificada no final do processo.

Figura 40 – Concentração de AGV no reator T55 durante o período de operação



Fonte: Própria autora.

O reator T55 foi o com maior variedade de ácidos identificados e com maior concentração. A maior concentração de ácido acético foi identificada no meio inicial, com 3.292,3 mg/L sendo consumida a 52,08 mg/l até o final do processo. Assim como ocorrido no reator Tamb, as altas concentrações de ácido acético anteriormente à operação do reator indicam que a houve acúmulo de AGV durante o processo de adaptação do inóculo. As concentrações de ácido propiônico e ácido isovalérico também foram elevadas no início da operação do reator.

Segundo Wang et al. (2018), o aumento da temperatura favorece o acúmulo de AGV em reatores termofílicos, que intensificam o desequilíbrio entre as comunidades microbianas fermentativa e metanogênica.

## 5.5 PRODUÇÃO E COMPOSIÇÃO DO BIOGÁS

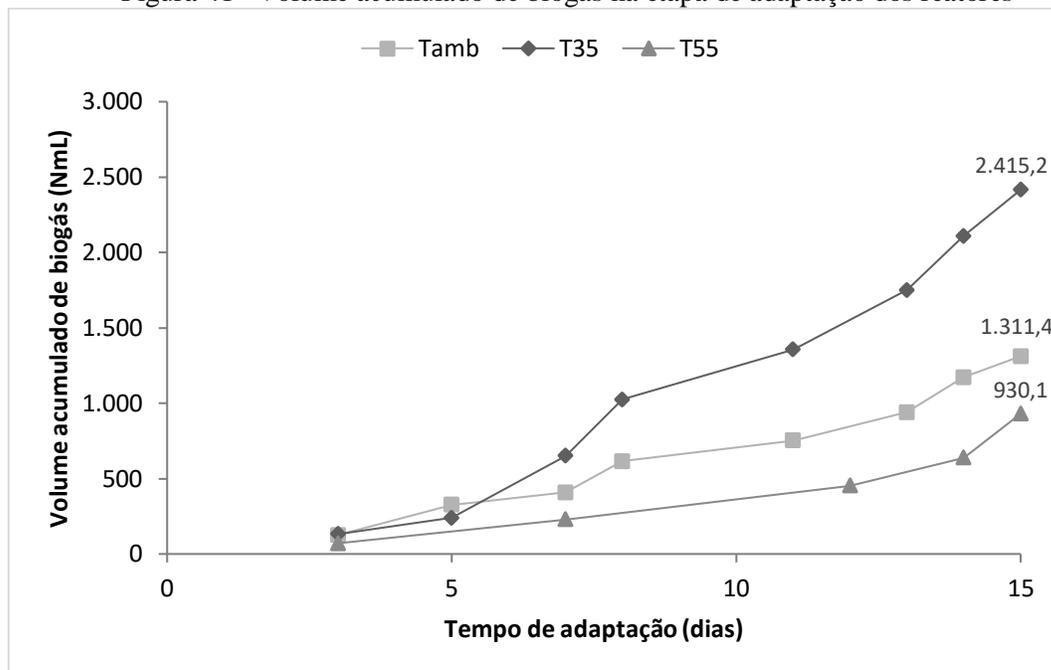
Os reatores Tamb, T35 e T55 foram operados a temperatura ambiente (média de 25°C), 35°C e 55°C, respectivamente. Todos foram alimentados com a mesma quantidade de lodo Avícola, FORSup e água deionizada na proporção de 1:2 gSTV<sub>FORSup</sub>/gSTV<sub>lodo</sub> e passaram pelos mesmos procedimentos de aclimação e adaptação com a relação de 1:4 gSTV<sub>FORSup</sub>/gSTV<sub>lodo</sub>, cada qual na sua temperatura de operação. A batelada de cada temperatura de operação foi realizada em triplicata. Os dados apresentados nos gráficos a seguir são referentes às médias dos três reatores pertencentes às triplicatas de cada batelada. Os resultados das triplicatas e as médias estão apresentados no Apêndice A deste trabalho. Observou-se uma grande variação na produção de biogás entre os reatores da mesma triplicata, tanto na fase de adaptação quanto na de reação. Essa variação pode ser explicada devido a heterogeneidade do resíduo sólido orgânico, que pode ter apresentado diferenças na composição em cada reator, mesmo após a homogeneização.

Para a comparação dos volumes do biogás produzido de maneira padronizada, os volumes foram convertidos para as Condições Normais de Temperatura e Pressão (CNTP), sendo os volumes representados por “Nml”, indicando a normalidade do volume.

### 5.5.1 Adaptação

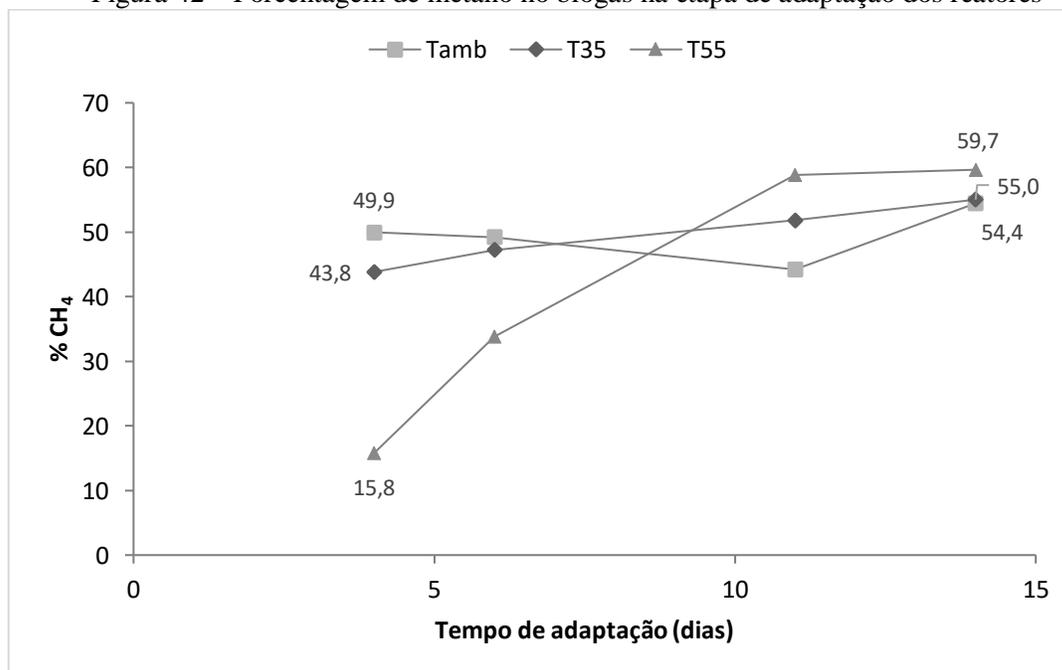
As Figura 41 e Figura 43 apresentam os gráficos de volume acumulado de biogás e porcentagem de metano durante o período de adaptação dos inóculos ao substrato, respectivamente. As medições foram feitas a partir do 3º dia de operação até o 15º, quando o processo de adaptação foi encerrado.

Figura 41 – Volume acumulado de biogás na etapa de adaptação dos reatores



Fonte: Própria autora.

Figura 42 – Porcentagem de metano no biogás na etapa de adaptação dos reatores



Fonte: Própria autora.

O inóculo utilizado é proveniente de um reator operado em temperatura mesofílica e trata efluente de um abatedouro avícola. A etapa de adaptação é importante para que não ocorra sobrecarga de substrato aos microrganismos, podendo levar o sistema ao colapso. A adaptação com 50% da quantidade do substrato que seria utilizada na operação do reator foi a estratégia empregada para evitar a ocorrência de inibição e para igualar o potencial de cada reator em produzir metano nas temperaturas analisadas.

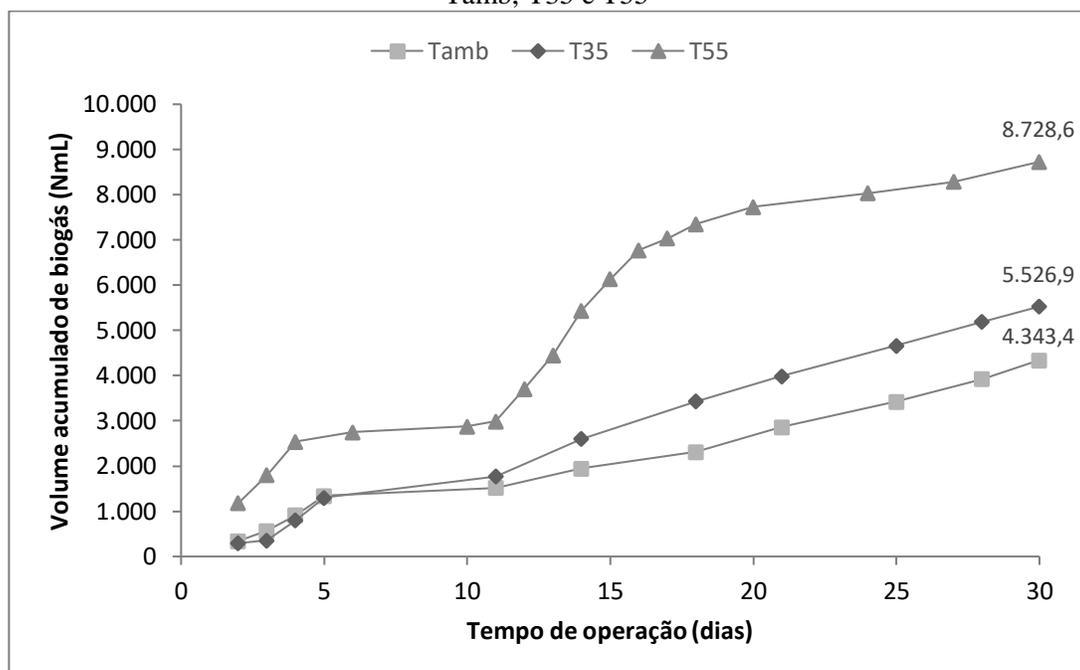
Observa-se que todos os reatores apresentaram uma produção de biogás inicial baixa devido a fase *lag* dos microrganismos mas apresentaram um aumento ao longo do período de adaptação. Para o reator operado a temperatura ambiente, a produção de biogás resultou em 1.311,4 mL, com porcentagem de 49,9% metano no início do processo e de 54,4% no final. Para o reator operado a 35°C, a produção de biogás acumulado resultou em 2.180,6 NmL com porcentagem inicial de metano de 43,8% e de 55,0% após os 15 dias. Para o reator operado a 55°C, a produção acumulada de biogás foi de 930,1 NmL com porcentagem inicial de metano de 15,8% aumentando para 59,7% ao final do processo.

Devido ao inóculo ser proveniente de um reator mesofílico, pode-se constatar que a produção de metano nos reatores Tamb e T35 ocorreu logo no início do processo. Para o reator T55, a produção acumulada foi pequena, mas ao final da adaptação, a porcentagem de metano no biogás superou a dos outros reatores. Pode-se afirmar que os inóculos não sofreram inibição pelo substrato e se adaptaram à temperatura de operação.

### **5.5.2 Reação**

Após a adaptação, os reatores foram realimentados para o início do processo de fato. A Figura 43 apresenta o gráfico das medições acumuladas médias de volume de biogás para os reatores Tamb, T35 e T55.

Figura 43 – Volume acumulado de biogás produzido ao longo do tempo para os reatores Tamb, T35 e T55



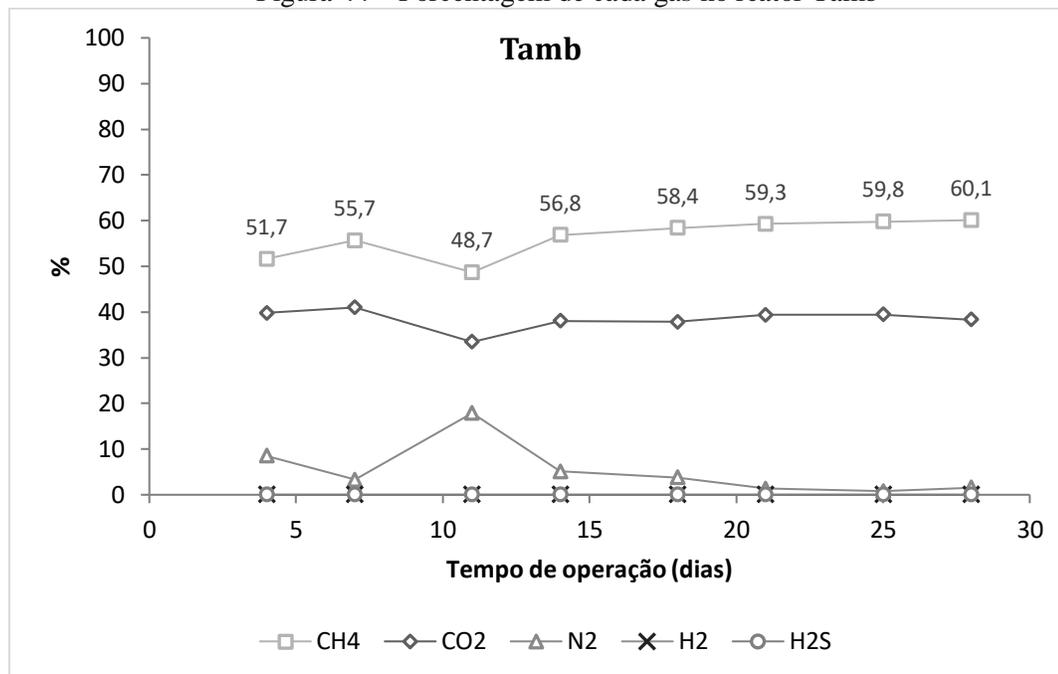
Fonte: Própria autora.

A partir do gráfico, observa-se que os reatores Tamb e T35 apresentaram resultados semelhantes na produção acumulada de biogás. Ao final dos 30 dias, o reator Tamb produziu um total de 4.343,4 NmL de biogás, enquanto o reator T35 produziu 5.526,9 NmL, valor 27% superior. O reator T55 apresentou um valor superior aos demais, de 8.728,6 NmL de biogás, 57,9% maior em relação ao reator T35 e 101,0% superior em relação ao reator Tamb.

Na segunda semana de operação do reator T55, a produção de biogás foi excessiva, causando o rompimento das tampas de todos os três reatores pertencentes à triplicata. Entre os dias 7 e 12 as medições de volume de biogás foram prejudicadas devido a vazamentos. Mesmo muito inferiores aos volumes esperados para esse período, esses dados foram mantidos para o cálculo do volume acumulado de biogás e metano.

A seguir, nas Figura 44, Figura 45 e Figura 46 são apresentadas as composições do biogás ao longo do experimento. Salienta-se que os resultados obtidos a partir do cromatógrafo são obtidas em  $\mu\text{mol}/\text{volume}$  injetado e que a detecção não é feita para todos os gases. Para a apresentação dos resultados em porcentagem, considera-se que o biogás é composto apenas por  $\text{CH}_4$ ,  $\text{CO}_2$ ,  $\text{N}_2$ ,  $\text{H}_2$  e  $\text{H}_2\text{S}$ , desconsiderando o vapor d'água e outros gases que poderiam aparecer.

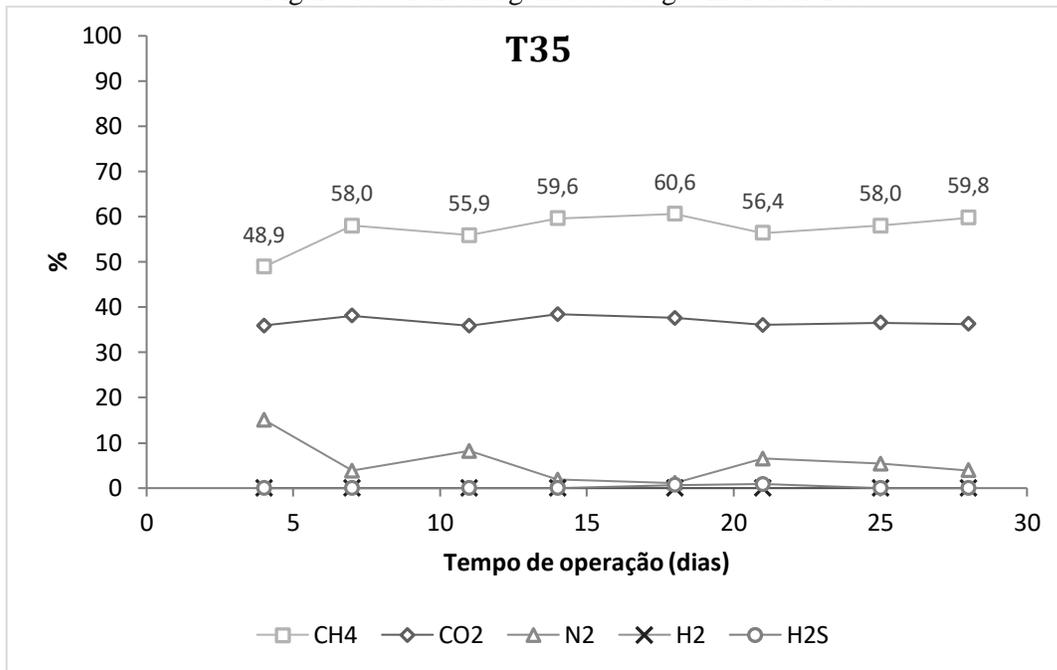
Figura 44 – Porcentagem de cada gás no reator Tamb



Fonte: Própria autora.

No reator Tamb, a porcentagem de CH<sub>4</sub> no biogás variou entre 48,7% a 60,0%, sendo o valor mais alto observado na última medição. As porcentagens de CO<sub>2</sub> variaram entre 37,8% a 41,0%. Os teores de N<sub>2</sub> observados foram maiores no início no processo em decorrência da presença de ar externo no interior do reator e apresentou redução ao longo da operação. Os gases H<sub>2</sub> e H<sub>2</sub>S não foram detectados ou apresentaram concentração abaixo do limite de detecção do equipamento.

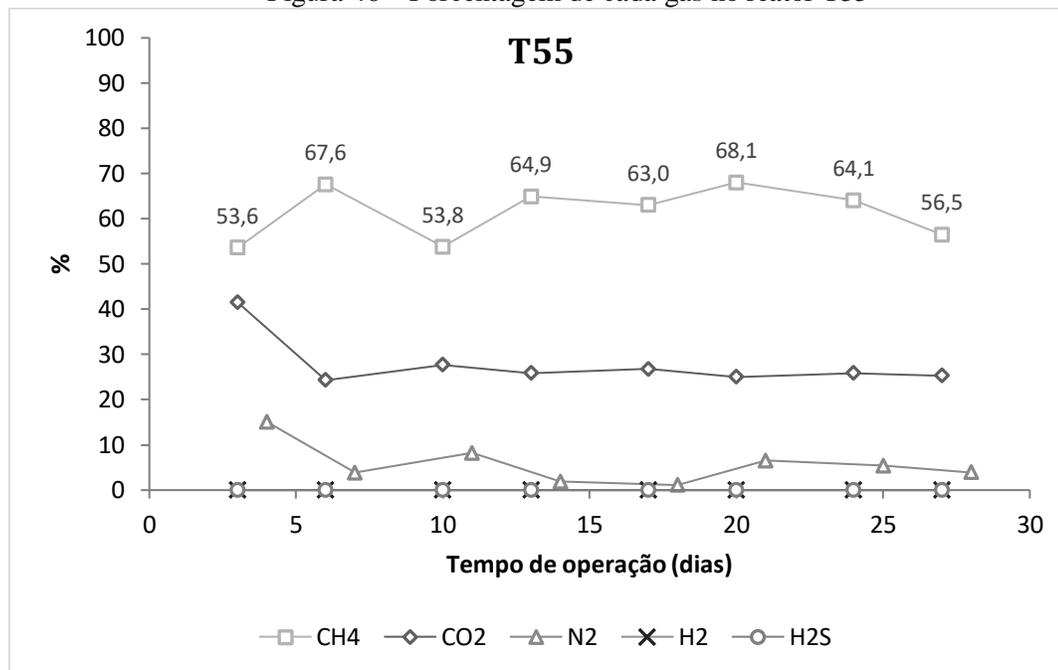
Figura 45 – Porcentagem de cada gás no reator T35



Fonte: Própria autora.

Para o reator T35, a composição do biogás foi bastante similar ao reator Tamb, com teores de CH<sub>4</sub> de 48,9%, no início da operação, a 60,6%, no meio do processo, encerrando com 59,8%. Os teores de CO<sub>2</sub> variaram de 35,9% a 38,5%. Para o N<sub>2</sub>, a concentração inicial foi de 15,1 % indicando presença de ar externo no interior do reator no início do processo, reduzindo em seguida. Nesse reator foram detectadas concentrações de H<sub>2</sub>S de 0,7% no 18° dia e de 0,9% no 21° de operação.

Figura 46 – Porcentagem de cada gás no reator T55

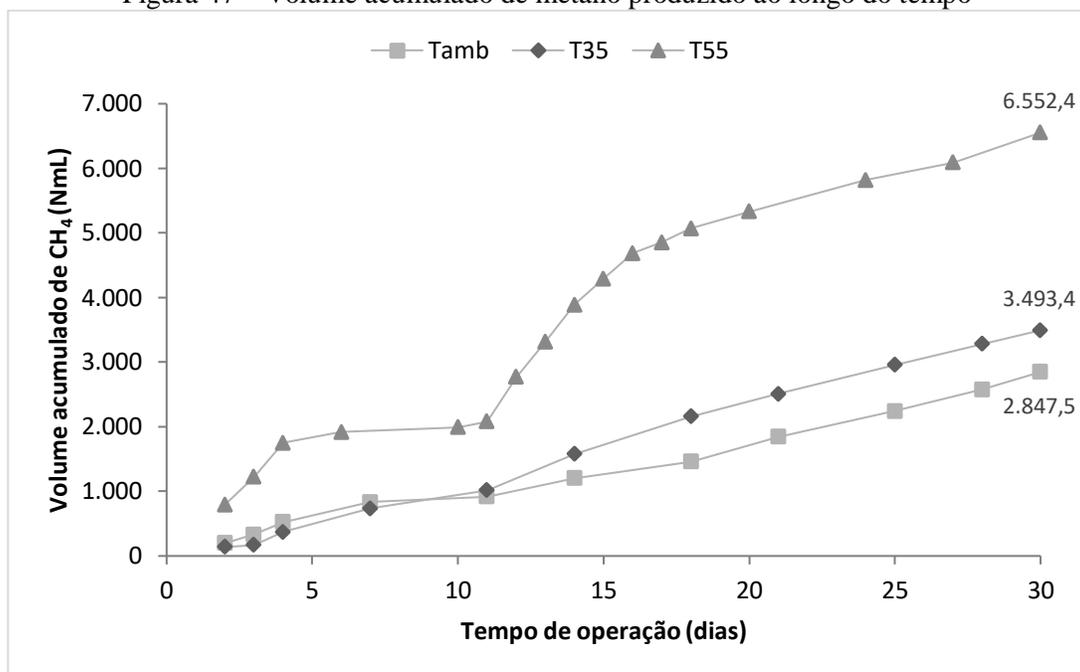


Fonte: Própria autora.

No reator T55, os teores de CH<sub>4</sub> alcançaram os maiores valores com 68,1% no 20º dia, com menor valor observado no início do processo, com 53,6%. Os teores de CO<sub>2</sub> detectados foram, em geral, menores que os dos outros reatores. Os teores de N<sub>2</sub> variaram ao longo do processo decorrente ao vazamento constatado na segunda semana de operação. Os gases H<sub>2</sub> e H<sub>2</sub>S não foram detectados ou apresentaram concentração abaixo do limite de detecção do cromatógrafo.

O volume de metano produzido em cada batelada foi calculado com base no volume total do biogás gerado e da composição em µmol/L, utilizando a equação dos gases ideais. Os resultados da produção de metano para os reatores Tamb, T35 e T55 durante os 30 dias de operação estão apresentados na Figura 47.

Figura 47 – Volume acumulado de metano produzido ao longo do tempo



Fonte: Própria autora.

A partir dos gráficos das Figura 43 e Figura 47, pode-se constatar que o reator T55, operado por 30 dias em temperatura constante de  $55 \pm 2^\circ\text{C}$  apresentou maior concentração acumulada de biogás e maiores teores de metano, produzindo maior volume de metano acumulado, com 6.552,4 NmL. Considerando a massa de STV do substrato adicionada no início da reação, o volume acumulado de metano por gSTV foi de  $150,70 \text{ NmLCH}_4/\text{gSTV}$ .

O reator Tamb, operado em temperatura ambiente, com média de temperatura diária de  $25 \pm 2^\circ\text{C}$ , apresentou a menor produção acumulada de metano, com 2.847,5 NmL, equivalente a  $65,49 \text{ NmLCH}_4/\text{gSTV}$  adicionado.

O reator T35, operado a  $55 \pm 2^\circ\text{C}$  produziu 3.493,4 NmL de metano acumulado, resultando em  $80,34 \text{ NmLCH}_4/\text{gSTV}$ .

A Tabela 18 apresenta um resumo dos resultados obtidos.

Tabela 18 – Tabela resumo dos resultados referentes ao biogás nas diferentes temperaturas de operação

Reator	T de operação (°C)	Volume acumulado de biogás (NmL)	Teor de CH <sub>4</sub> médio no biogás (%)	Volume acumulado de CH <sub>4</sub> (NmL)	Produção específica de (NmLCH <sub>4</sub> /gSTV)
Tamb	25 ± 2	4.343,4	56,3	2.847,5	65,49
T35	35 ± 2	5.526,9	57,2	3.493,4	80,34
T55	55 ± 2	8.728,6	61,4	6.552,4	150,70

Fonte: Própria autora.

A maior produção de biogás em um reator termofílico é esperada devido a ocorrência de maiores taxas metabólicas em temperaturas mais elevadas. No entanto, o percentual de aumento na produção de biogás em relação aos reatores operados em temperatura mesofílica foi superior à encontrada na literatura. Nguyen et al. (2017) realizou DA de resíduos alimentares por via seca em reator semi-contínuo em processos mesofílico e termofílico e constatou o aumento de 16,4% da produção de biogás para o reator termofílico. Mata-Álvarez, Macé e Llabrés (2000) observaram um aumento de 7% na produção de metano de um reator operado a 55°C em relação à digestão a 35°C.

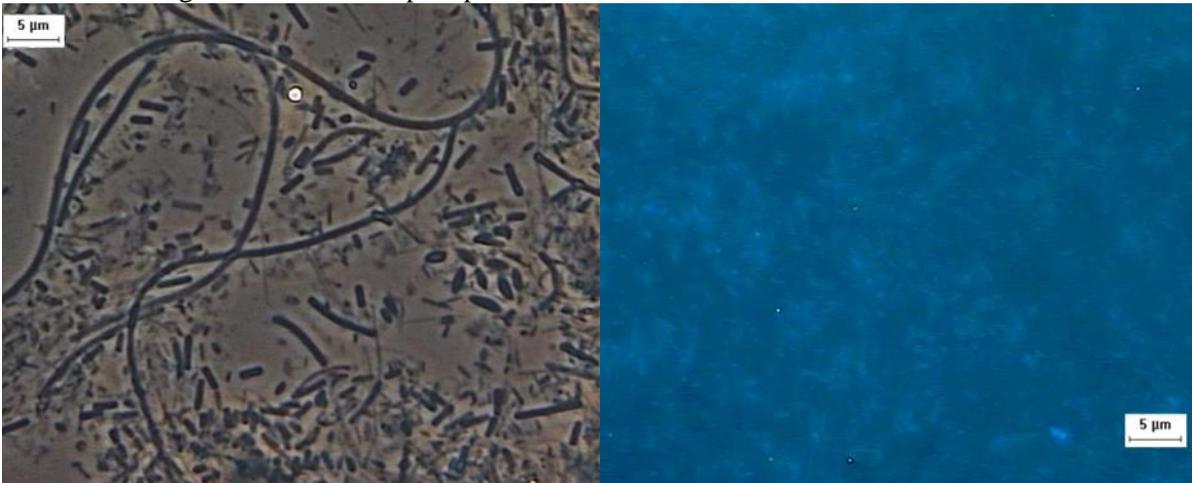
Dong, Zhenhong e Yongming (2010) realizaram DA mesofílica de FORSU em batelada de em escala de bancada por 60 dias e obtiveram produção acumulada de metano de 314 mL/g de STV. Eles também identificaram que 80% de todo o metano gerado foi produzido até o 19º dia. El-Mashad e Zhang (2010) realizaram DA mesofílica de estrume bovino e resíduo alimentar e alcançaram valores de 282 mL/gSTV e 311 mL/gSTV de metano acumulado no final de 30 dias, com diferentes proporções de estrume e resíduo alimentar.

Moset et al. (2015) realizaram DA mesofílica e termofílica de estrume bovino em reator em escala piloto e observaram produção de metano de 176,8 mL/gSTV para o reator termofílico e 155,2 mL/gSTV para o reator mesofílico. Zu et al. (2010) realizaram DA termofílica de FORSU atingiram 177 NmL gSTV, resultado próximo ao encontrado neste trabalho.

## 5.6 ANÁLISES MICROBIOLÓGICAS

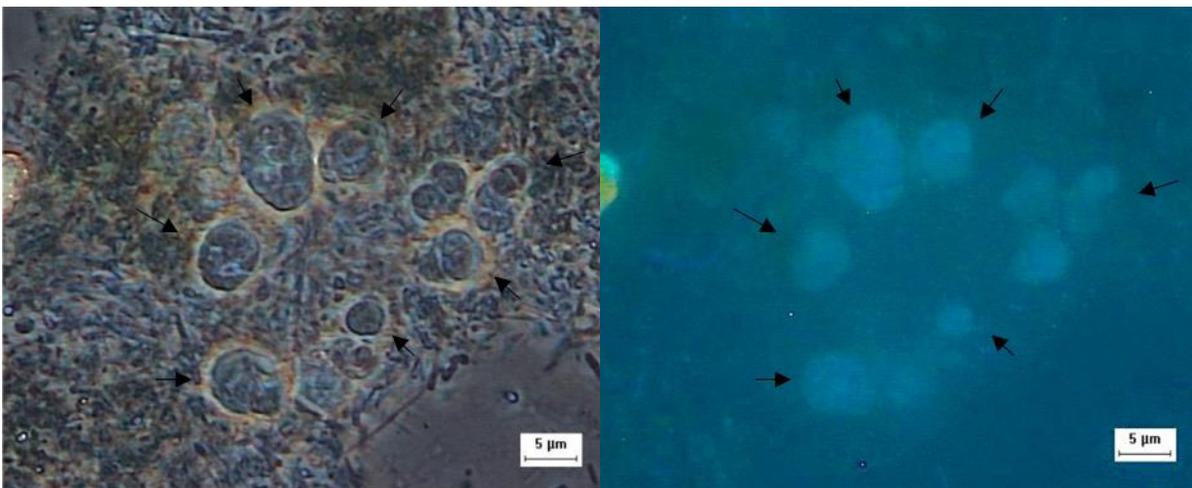
A seguir, são apresentadas as imagens obtidas nas análises de microscopia óptica de contraste de fase e fluorescência realizadas com o inóculo lodo avícola e com o digestato ao final da operação dos reatores Tamb, T35 e T55.

Figura 48 – Microscopia óptica de contraste de fase e fluorescência lodo avícola



(a) Bacilos com dimensões diversas e filamentos similares a *Methanosaeta*

(b) Bacilos fluorescentes similares a arqueais metanogênicos hidrogenotróficos

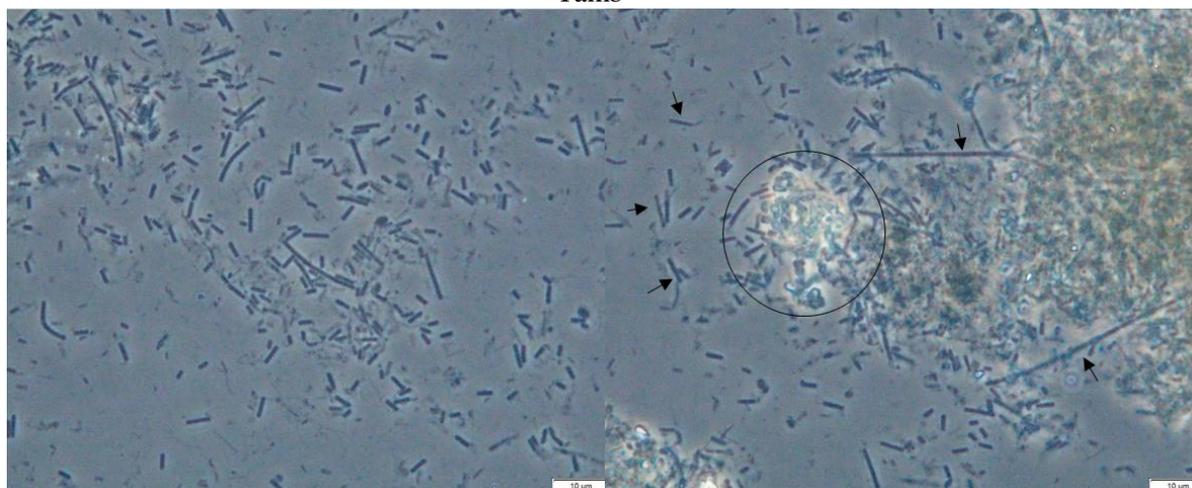


(c) Agregados de cocos similares a *Methanosarcina*

(d) Destaque para fluorescência da imagem anterior, indicando células metanogênicas

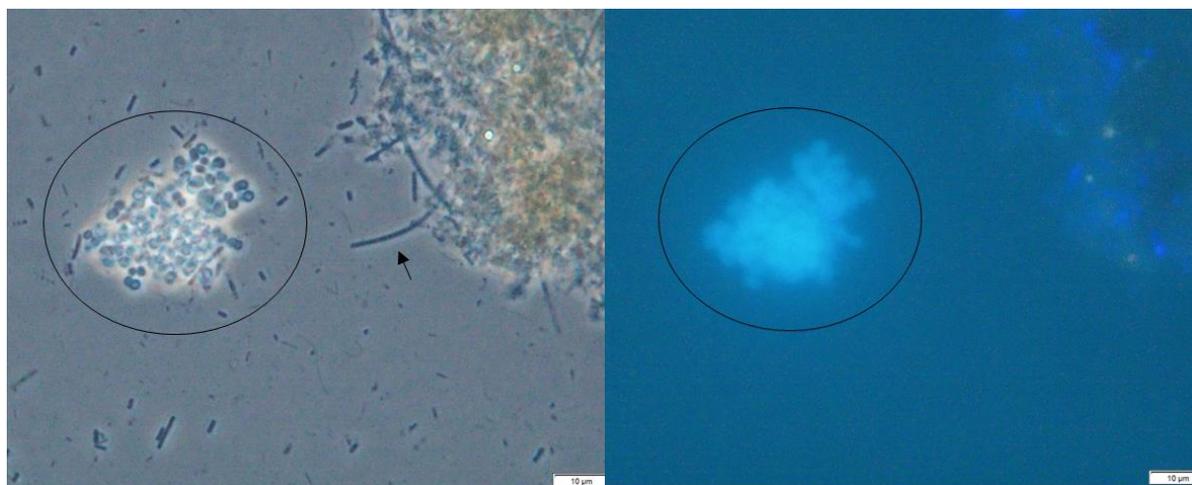
Fonte: Imagens cedidas por Eloisa Pozzi.

Figura 49 – Microscopia óptica de contraste de fase e fluorescência do digestato do reator Tamb



(a) Bacilos com dimensões diversas e filamentos similares a *Methanosaeta*

(b) Bacilos com dimensões diversas, filamentos similares a *Methanosaeta* e agregado de cocos similar à *Methanosarcina*

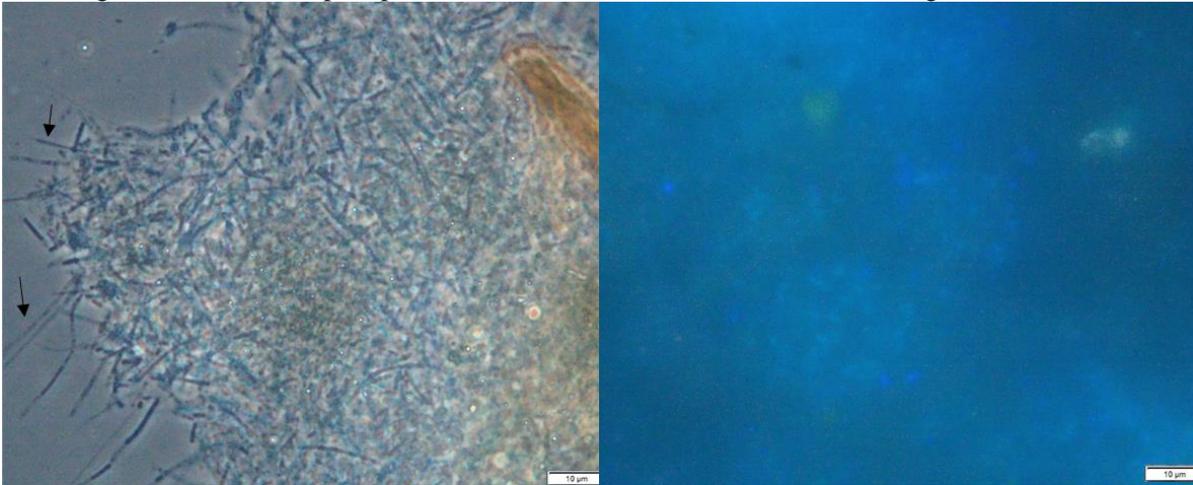


(c) Agregado de cocos similar a *Methanosarcina*

(d) Destaque para fluorescência da imagem anterior, indicando células metanogênicas

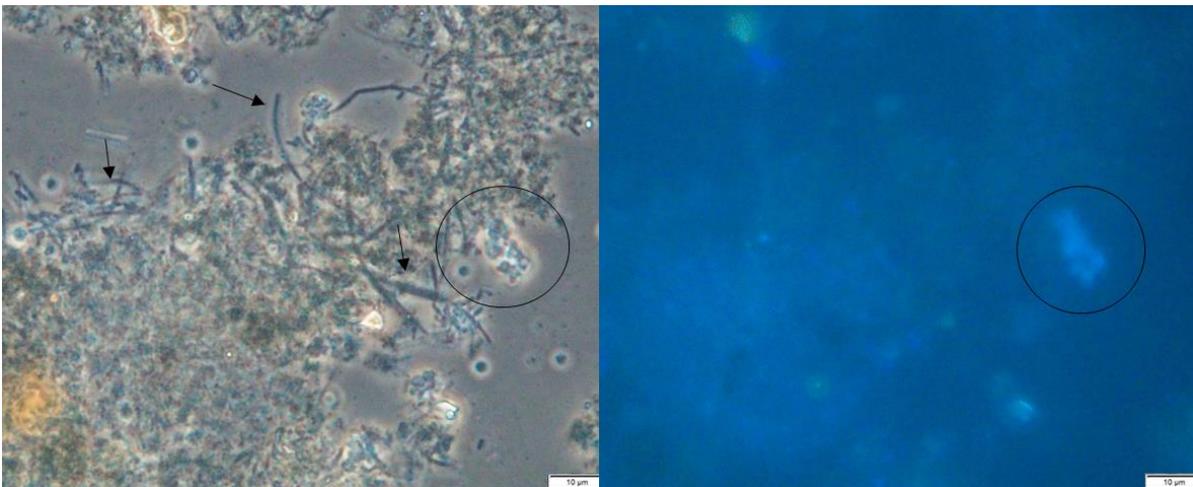
Fonte: Própria autora.

Figura 50 – Microscopia óptica de contraste de fase e fluorescência do digestato do reator T35



(a) Filamentos similares a *Methanosaeta*

(b) Bacilos fluorescentes similares a arqueias metanogênicas hidrogenotróficas

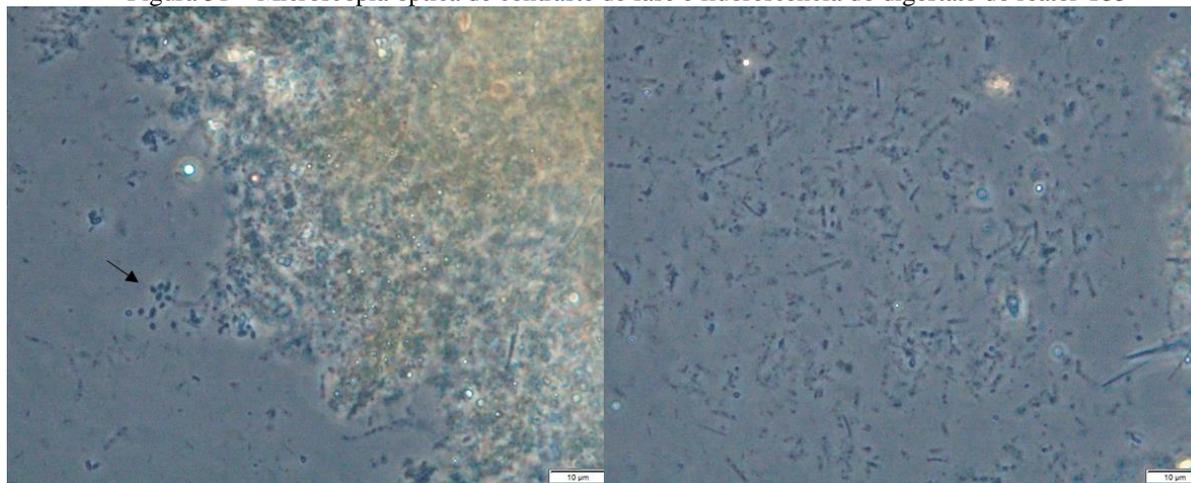


(c) Filamentos similares à *Methanosaeta* e agregado de cocos similar a *Methanosarcina*

(d) Destaque para fluorescência da imagem anterior, indicando células metanogênicas

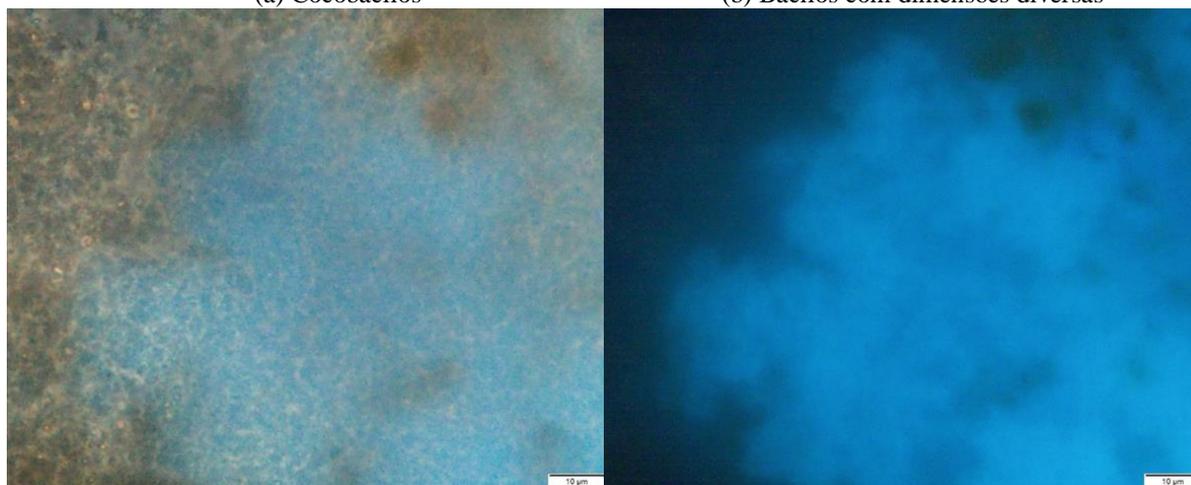
Fonte: Própria autora.

Figura 51 – Microscopia óptica de contraste de fase e fluorescência do digestato do reator T55

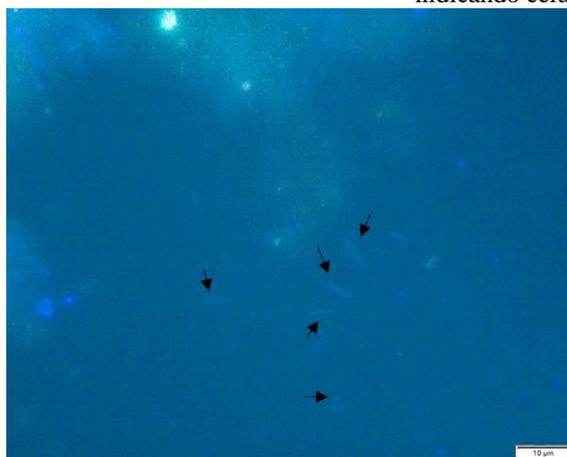


(a) Cocobacilos

(b) Bacilos com dimensões diversas

(c) Organismos similares a *Methanosarcina*

(d) Destaque para fluorescência da imagem anterior, indicando células metanogênicas



(e) Bacilos fluorescentes similares a arqueias metanogênicas hidrogenotróficas

Fonte: Própria autora.

Nas imagens da Figura 48, referente à microscopia óptica de contraste de fase e fluorescência do lodo avícola, é possível observar a presença de filamentos em dimensões diversas, similares a *Methanosaeta*, agregados de cocos com fluorescência similares a *Methanosarcina* e bacilos fluorescentes similares a arqueas metanogênicas hidrogenotróficas.

Quando os microrganismos formam grânulos, como é o caso do inóculo utilizado neste experimento, os filamentos de *Methanosaeta* são encontrados no interior do grânulo, formando uma trama, que pode funcionar como um centro de nucleação que inicia o desenvolvimento do grânulo e como uma estrutura para a colonização de outros microrganismos (MACLEOD; GUIOT; COSTERTON, 1990). *Methanosaetas* são organismos acetoclásticos, produzem metano a partir do acetato, sendo geralmente considerada como o gênero dominante na digestão anaeróbia mesolífica (WANG et al., 2018).

As *Methanosarcinas* têm o formato de grandes cocos irregulares, organizadas em pacotes e possuem fluorescência devido a presença da coenzima F<sub>420</sub>. Essa coenzima também está presente em outros organismos, o que caracteriza a capacidade metanogênica (MADIGAN et al., 2016). *Methanosarcinas* são mais voláteis, quando comparadas a *Methanosaetas*, pois podem produzir metano tanto pela via acetogênicas quanto pela via hidrogenotrófica (a partir de H<sub>2</sub>) (WANG et al., 2018).

A partir das Figura 49 e Figura 50, referentes às microscopias do digestato dos reatores Tamb e T35, respectivamente, pode-se observar morfologias semelhantes às encontradas no lodo avícola, como bacilos em dimensões diversas, filamentos semelhantes a *Methanosaeta* e agregados de cocos com fluorescência similares a *Methanosarcina*. Adicionalmente, no reator T35 foram observados bacilos fluorescentes.

No entanto, nos organismos visualizados no reator T55 (Figura 51), foi verificado uma predominância de morfologias similares a *Methanosarcina* e não foram encontrados organismos similares a *Methanosaeta*. Também se observou a presença de bacilos fluorescentes e cocobacilos.

A semelhança de morfologia dos reatores Tamb e T35, e a diferença em relação ao reator T55 se devem à temperatura de operação e à concentração de AGV. Sistemas termofílicos tendem a acumular mais AGV em comparação com sistemas mesofílicos. Os

resultados das concentrações de AGV, sobretudo do ácido acético, indicados no item 5.4.9, mostraram que, na média, o reator T55 apresentou uma concentração cerca de 6 vezes superior à concentração encontrada em Tamb e 10 vezes superior à T35 (concentração média de ácido acético: Tamb = 151,69 mg/L; T35 = 81,63 mg/L; T55 = 878,97 mg/L).

O crescimento das *Methanosaetas* e *Methanosarcinas* está intimamente relacionado à concentração de ácido acético no meio. A concentrações abaixo de 50 mg/L, o crescimento das *Methanosaetas* é favorecido, enquanto a concentrações maiores que 250 mg/L de ácido acético, as *Methanosarcinas* são mais competitivas (HARPER S R; POHLAND F G, 1986; CONKLIN; STENSEL; FERGUSON, 2005). Isso pode ser observado nas imagens da Figura 51 do reator T55, onde as *Methanosarcinas* são predominantes. Guo et al. (2014), através de análise de PCR, verificou a dominância da *Methanosarcina* na comunidade arqueia para o processo termofílico e a dominância da *Methanosaetas* no processo mesofílico de DA de resíduo alimentar. Os autores também constataram maior riqueza e uniformidade nas espécies de microrganismos presentes nos reatores mesofílicos, contribuindo para maior estabilidade do processo.

## 6. CONCLUSÕES

Ao final do experimento e com a análise dos resultados, é possível obter as seguintes conclusões em relação aos objetivos específicos propostos:

- O ensaio de AME utilizando o aparato experimental Oxitop® é um método rápido e eficiente para detectar a atividade de inóculos candidatos à inoculação de reatores. No entanto, para inóculos com altas concentrações de STV provenientes de outras fontes de matéria orgânica que não seja a dos microrganismos, como a lignocelulose recalcitrante, o método não é recomendado;
- A aclimação e adaptação realizada com o inóculo lodo Avícola antes da operação dos reatores foi suficiente para a não inibição do inóculo ao substrato adicionado. Especialmente em relação ao inóculo adaptado a temperatura termofílica, a estratégia de aumento de temperatura em uma etapa sem adição de substrato por 7 dias e com adição de metade da quantidade de substrato e operação por 15 dias foi eficaz, visto às altas concentrações de metano no biogás logo no início da operação do reator termofílico e o aumento da produção de biogás em relação aos reatores operados em temperatura mesofílica;
- A FORSUP tem características com tendência à acidificação, que pode ser contornada utilizando a co-digestão com outros substratos e com uma baixa relação A/M de 0,5  $\text{gSTV}_{\text{substrato}}/\text{gSTV}_{\text{inóculo}}$ ;
- O método de medição de volume de biogás, Frasco de Mariotte, pode ter subestimado a produção de biogás, visto que o processo foi estável, não ocorreu acidificação e inibição e foram identificados arqueias produtoras de metano no meio reacional final;
- A produção específica de metano de 80,34, 65,49 e 150,70  $\text{NmLCH}_4$  para os reatores Tamb, T35 e T55 foram inferiores às produções encontrada em outras literaturas;
- A produção de biogás no reator Tamb obteve valores próximos à produção de biogás e percentual de metano observada no reator T35. Por sua vez, o reator T55 apresentou acréscimo na produção de biogás, em relação aos reatores operados em temperatura mesofílica, superiores as encontradas na literatura, com produção 100,1% e 57,9% superiores às produções em Tamb e T35, respectivamente.

- O digestato de todos os reatores possui potencial para utilização como fertilizante na agricultura por possuírem valores de N total, pH, relação C/N e contaminantes dentro dos limites estabelecidos pelas normas regulamentadoras. No entanto, para a sua efetiva utilização, faz-se necessário a combinação com um pós-tratamento para estabilização da matéria orgânica e desaguamento, e a realização de análises complementares, como concentração de coliformes termotolerantes, ovos viáveis de helmintos e outros contaminantes.
- A diversidade morfológica dos microrganismos presentes no digestato dos reatores Tamb e T35 foi semelhante, apresentando organismos similares a *Methanosaetas* e *Methanosarcinas*. A morfologia do reator T55 se destacou pela não observação de organismos similares a *Methanosaetas* e predominância de organismos similares a *Methanosarcinas* devido à maior concentração de acetato no meio, em consequência da operação em temperatura termofílica. Através da microscopia de fluorescência, foram observados microrganismos metanogênicos, confirmando a presença de organismos produtores de metano em todos os reatores.

## 7. RECOMENDAÇÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Recomenda-se para trabalhos futuros:

- Realizar uma Fração Orgânica dos Resíduos Sólidos Urbanos padrão (FORSUp) mais atualizada, para que contemple os padrões de consumo e descartes atuais da matéria orgânica;
- Realizar experimentos de digestão anaeróbia de FORSU em escala piloto;
- Avaliar a co-digestão da FORSU com outros substratos, como estrume bovino (como substrato, e não como inóculo), resíduos de hortifrutigranjeiros (RHF), palha de arroz, casca de café e outros resíduos da agroindústria;
- Realizar análises de patógenos no digestato final para possibilitar o uso na agricultura;
- Realizar a compostagem do digestato e comparar com a compostagem tradicional para aplicação na agricultura, para avaliar as vantagens e desvantagens da realização da biometanização + compostagem em relação à compostagem tradicional quanto ao tempo de maturação total do composto, qualidade do composto e custos de operação;
- Verificar outras configurações de reatores, com duas fases, alimentação contínua e mistura;
- Realizar o balanço energético do consumo de energia e da produção de biogás;
- Utilizar outros métodos de medição de volume de biogás;
- Avaliar a digestão anaeróbia em temperatura ambiente considerando as estações mais frias.

## REFERÊNCIAS

- ABNT. NBR 10.004/2004 – **Resíduos sólidos – Classificação**. RJ: ABNT, 2004.
- ABNT. NBR 10.007/2004 – **Amostragem de resíduos sólidos**. RJ: ABNT, 2004.
- ABRELPE - Associação Brasileira de Empresas de Limpeza Pública e Resíduos Especiais. **Panorama dos resíduos sólidos no Brasil. 2016**. Disponível em: <<http://www.abrelpe.org.br/Panorama/panorama2016.pdf>>. Acesso em: 15 jan. 2018.
- ADORNO, M. A. T.; HIRASAWA, J. S.; VARESCHE, M. B. A. Development and Validation of Two Methods to Quantify Volatile Acids (C2-C6) by GC/FID: Headspace (Automatic and Manual) and Liquid-Liquid Extraction (LLE). **American Journal of Analytical Chemistry**, v. 05, n. 07, p. 406–414, 2014.
- AĎDAĎ, O. N.; SPONZA, D. T. Co-digestion of mixed industrial sludge with municipal solid wastes in anaerobic simulated landfilling bioreactors. **Journal of Hazardous Materials**, v. 140, n. 1–2, p. 75–85, 2007.
- AHRING, B. K. et al. **Biomethanation II**. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2003.
- AKINDELE, A. A.; SARTAJ, M. The toxicity effects of ammonia on anaerobic digestion of organic fraction of municipal solid waste. **Waste Management**, v. 71, p. 757–766, 2018.
- ALBURQUERQUE, J. A. et al. Assessment of the fertiliser potential of digestates from farm and agroindustrial residues. **Biomass and Bioenergy**, v. 40, p. 181–189, 2012.
- 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.
- ANGELIDAKI, I. et al. Biomethanation and its potential. **Methods in Enzymology**, v. 494, p. 327–351, 1 jan. 2011.
- ANGELIDAKI, I.; BATSTONE, D. J. Anaerobic Digestion: Process. In: **Solid Waste Technology & Management**. Chichester, UK: John Wiley & Sons, Ltd, 2010. p. 583–600.
- APHA; AWWA; WEF. **Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater**. 23. ed. Washington, DC: American Public Health Association; American Water Works Association; Water Environmental Federation, 2017.
- APPELS, L. et al. Anaerobic digestion in global bio-energy production: Potential and research challenges. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, v. 15, n. 9, p. 4295–4301, 2011.
- AQUINO, S. F. et al. Metodologias para determinação da atividade metanogênica específica (AME) em lodos anaeróbios. **Engenharia Sanitaria e Ambiental**, v. 12, n. 2, p. 192–201, jun. 2007.
- BIDONE, F. A. Resíduos Sólidos Provenientes de coletas especiais: eliminação e

valorização - Rede cooperativa de pesquisas - PROSAB. p. 216, 2001.

BIDONE, F. R. A.; POVINELLI, J. **Conceitos básicos de resíduos sólidos**. 1ª ed. São Carlos: EESC-USP, 1999.

BRAGUGLIA, C. M. et al. Anaerobic bioconversion of food waste into energy: A critical review. **Bioresource Technology**, v. 248, p. 37–56, jan. 2018.

BRAND, M. A. Qualidade Da Biomassa Florestal Para O Uso Na Geração De Energia Em Função Da Estocagem. p. 170, 3 jun. 2007.

BRASIL. **MANUAL DE MÉTODOS ANALÍTICOS OFICIAIS PARA FERTILIZANTE E CORRETIVOS**. Brasília: Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento, 2014. Disponível em: <www.agricultura.gov.br>. Acesso em: 17 jul. 2019.

CARNEIRO, P. **EFEITO DA ADIÇÃO DE LODO AO INÓCULO DE REATOR ANAERÓBIO HÍBRIDO SÓLIDO-LÍQUIDO TRATANDO FRAÇÃO ORGÂNICA DE RESÍDUOS SÓLIDOS URBANOS**. [s.l.] Escola de Engenharia de São Carlos (EESC) - Universidade de São Paulo (USP), 2005.

CHEN, Y.; CHENG, J. J.; CREAMER, K. S. Inhibition of anaerobic digestion process: A review. **Bioresource Technology**, v. 99, n. 10, p. 4044–4064, 1 jul. 2008.

CHERNICHARO, C. A. DE L. **Reatores anaeróbios - Princípios do Tratamento Biológico de Águas Residuárias**, 5. 2. ed. Belo Horizonte - MG: Departamento de Engenharia Sanitária e Ambiental - UFMG, 2007.

CONKLIN, A. S.; STENSEL, H. D.; FERGUSON, J. F. The Growth Kinetics and Competition Between Methanosarcina and Methanosaeta in Mesophilic Anaerobic Digestion. **Proceedings of the Water Environment Federation**, v. 2005, n. 16, p. 100–121, 1 jan. 2005.

COUTO, L. C. C. B. **MENSURAÇÃO DE IMPACTOS SOCIOECONÔMICOS DE PROJETOS ENERGÉTICOS RENOVÁVEIS NO BRASIL: UM ESTUDO DE CASO PARA A ENERGIA HELIOTÉRMICA**. [s.l.] COPPE - Universidade Federal do Rio de Janeiro, 2016.

DEUBLEIN, D.; STEINHAUSER, A. **Biogas from Waste and Renewable Resources: An Introduction**. 1. ed. [s.l.: s.n.].

DONG, L.; ZHENHONG, Y.; YONGMING, S. Semi-dry mesophilic anaerobic digestion of water sorted organic fraction of municipal solid waste (WS-OFMSW). **Bioresource Technology**, v. 101, n. 8, p. 2722–2728, 1 abr. 2010.

DURAN, M.; SPEECE, R. E. Temperature-Staged Anaerobic Processes. **Environmental Technology**, v. 18, n. 7, p. 747–753, jul. 1997.

EDELMANN, W.; BAIER, U.; ENGELI, H. Environmental aspects of the anaerobic digestion of the organic fraction of municipal solid wastes and of solid agricultural wastes. **Water Science and Technology**, v. 52, n. 1–2, p. 203–208, 2005.

EL-MASHAD, H. M. et al. Effect of temperature and temperature fluctuation on thermophilic anaerobic digestion of cattle manure. **Bioresource Technology**, v. 95, n. 2, p.

191–201, 1 nov. 2004.

EL-MASHAD, H. M.; ZHANG, R. Biogas production from co-digestion of dairy manure and food waste. **Bioresource Technology**, v. 101, n. 11, p. 4021–4028, 1 jun. 2010.

EVANGELISTI, S. et al. Life cycle assessment of energy from waste via anaerobic digestion: A UK case study. **Waste Management**, v. 34, p. 226–237, 2014.

FERNANDES, F.; SILVA, S. M. C. P. DA. Manual prático para a compostagem de biossólidos. **Programa de Pesquisa em Saneamento Básico - PROSAB. Universidade Estadual de Londrina - UEL**, p. 91, 1999.

FERREIRA, A. G. ESTUDO DOS LIXIVIADOS DAS FRAÇÕES DO ATERRO SANITÁRIO DE SÃO CARLOS – SP POR São Carlos. p. 134, 2010.

FORSTER-CARNEIRO, T. et al. Dry-thermophilic anaerobic digestion of organic fraction of the municipal solid waste: Focusing on the inoculum sources. **Bioresource Technology**, v. 98, n. 17, p. 3195–3203, 1 dez. 2007.

FRUERGAAARD, T.; ASTRUP, T. Optimal utilization of waste-to-energy in an LCA perspective. **Waste Management**, v. 31, n. 3, p. 572–582, 1 mar. 2011.

GAVALA, H. N. et al. Mesophilic and thermophilic anaerobic digestion of primary and secondary sludge. Effect of pre-treatment at elevated temperature. **Water Research**, v. 37, n. 19, p. 4561–4572, 2003.

GODOI, L. A. G.; DAMIANOVIC, M. H. R. Z.; FORESTI, E. Sulfidogenesis interference on methane production from carbohydrate-rich wastewater. **Water Science and Technology**, v. 72, n. 9, p. 1644–1652, 11 nov. 2015.

GOMES, F. C. de S. P. Biometanização seca de RSU – Estado da arte e análise crítica das principais tecnologias. 2010. 199f. Dissertação (Mestrado em Sustentabilidade Socioeconômica e Ambiental) – Núcleo de Pesquisas em Recursos Hídricos – Pró-Água, Universidade Federal de Ouro Preto, Minas Gerais, 2010.

GRANZOTTO, F. **USO DE BIODIGESTOR ANAERÓBIO NO TRATAMENTO DE RESÍDUO ORGÂNICO DE RESTAURANTE**. [s.l.] Universidade Federal de Santa Maria (UFSM), 2016.

GUERMANDI, J. I. **Avaliação dos parâmetros físicos, químicos e microbiológicos dos fertilizantes orgânicos produzidos pelas técnicas de compostagem e vermicompostagem da fração orgânica dos resíduos sólidos urbanos coletada em estabelecimentos alimentícios de São Carlos/SP**. [s.l.] Escola de Engenharia de São Carlos (EESC) - Universidade de São Paulo (USP), 2015.

GUO, X. et al. A comparison of microbial characteristics between the thermophilic and mesophilic anaerobic digesters exposed to elevated food waste loadings. **Bioresource Technology**, v. 152, p. 420–428, 1 jan. 2014.

HAANDEL, A. C. VAN; LETTINGA, G. **Anaerobic Sewage Treatment: A Practical Guide for Regions with a Hot Climate**. Chichester, England: Wiley, 1994.

HALLAM, J. M. Efeito da relação substrato/ inóculo na partida de reator anaeróbio para digestão de resíduos alimentares. **Unisinos**, p. 104, 2016.

HAMAWAND, I. Anaerobic digestion process and bio-energy in meat industry: A review and a potential. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, v. 44, p. 37–51, 2015.

HANSEN, K. H.; ANGELIDAKI, I.; AHRING, B. K. Anaerobic digestion of swine manure: Inhibition by ammonia. **Water Research**, v. 32, n. 1, p. 5–12, 1 jan. 1998.

HARPER S R; POHLAND F G. Recent developments in hydrogen management during anaerobic biological wastewater treatment. **Biotechnology & Bioengineering**, v. 28, n. 4, p. 585–602, 1986.

HOLM-NIELSEN, J. B.; AL SEADI, T.; OLESKOWICZ-POPIEL, P. The future of anaerobic digestion and biogas utilization. **Bioresource Technology**, v. 100, n. 22, p. 5478–5484, 2009.

HULSHOFF POL, L. W. et al. Anaerobic treatment of sulphate-rich wastewaters. **Biodegradation**, v. 9, n. 3/4, p. 213–224, 1998.

IZUMI, K. et al. Effects of particle size on anaerobic digestion of food waste. **International Biodeterioration and Biodegradation**, v. 64, n. 7, p. 601–608, 2010.

JACOBI, P. R.; BESEN, G. R. Gestão de resíduos sólidos em São Paulo : desafios da sustentabilidade. **Estudos Avançados**, v. 25, n. 71, p. 135–158, 2011.

KIM, V. J. H. **Análise da composição gravimétrica dos resíduos domiciliares de São Carlos (SP)**. São Carlos: Biblioteca Digital de Teses e Dissertações da Universidade de São Paulo, 3 jul. 2019.

KOTHARI, R. et al. Different aspects of dry anaerobic digestion for bio-energy: An overview. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, v. 39, p. 174–195, 2014.

LEITE, W. R. M. DIGESTÃO ANAERÓBIA EM TEMPERATURAS MESOFÍLICA Florianópolis. p. 193, 2015.

LETTINGA ASSOCIATES FOUNDATION. **Development of decentralised anaerobic digestion systems for application in the UK**. [s.l.: s.n.]. Disponível em: <<http://www.leaf-water.org>>. Acesso em: 9 fev. 2018.

LETTINGA, G. Anaerobic digestion and wastewater treatment systems. **Antonie van Leeuwenhoek**, v. 67, n. 1, p. 3–28, 1995.

LETTINGA, G.; REBAC, S.; ZEEMAN, G. Lettinga et al - 2001 - challenge of psychrophilic anaerobic wastewater treatment.pdf. v. 19, n. 9, p. 363–370, 2001.

LEVIS, J. W. et al. Assessment of the state of food waste treatment in the United States and Canada. **Waste Management**, v. 30, n. 8–9, p. 1486–1494, 1 ago. 2010.

LI, L. et al. Anaerobic digestion of food waste: A review focusing on process stability. **Bioresource Technology**, v. 248, p. 20–28, 1 jan. 2018.

LI, Y.; PARK, S. Y.; ZHU, J. Solid-state anaerobic digestion for methane production

from organic waste. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, v. 15, n. 1, p. 821–826, 1 jan. 2011.

MACLEOD, F. A.; GUIOT, S. R.; COSTERTON, J. W. Layered structure of bacterial aggregates produced in an upflow anaerobic sludge bed and filter reactor. **Applied and Environmental Microbiology**, v. 56, n. 6, p. 1598–1607, 1990.

MADIGAN, M. T. et al. **Microbiologia de Brock**. 14. ed. Porto Alegre: Artmed Editora, 2016.

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

MARTINS, C. **A primeira usina da América Latina a transformar esgoto e lixo em energia**. Disponível em: <<https://www.gazetadopovo.com.br/vozes/certas-palavras/a-primeira-usina-da-america-latina-a-transformar-esgoto-e-lixo-em-energia/>>. Acesso em: 9 ago. 2019.

MARTINS, T. H. **Apostila sobre o uso de teste manométrico para determinação de atividade metanogênica específica em lodos biológicos** Rotina de operação e análise de biodegradação manométrica. [s.l: s.n.].

MATA-ALVAREZ, J. et al. A critical review on anaerobic co-digestion achievements between 2010 and 2013. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, v. 36, p. 412–427, 2014.

MATA-ÁLVAREZ, J.; MACÉ, S.; LLABRÉS, P. Anaerobic Digestion of Organic Solid Wastes . An Overview of Research Achievements and Perspectives. v. 74, n. October, 2000.

MATOS, C. F. et al. Caracterização química do digestato de bovino em diferentes tempos de retenção hidráulica. **VI SIGERA - Simpósio Internacional sobre Gerenciamento dos Resíduos Agropecuários e Agroindustriais**, v. VI, 2019.

MCCARTY, P. L. Anaerobic Waste Treatment Fundamentals. **Chemistry and microbiology**, v. 95, n. 9, p. 107–112, 1964.

MENZEL, D. W.; CORWIN, N. THE MEASUREMENT OF TOTAL PHOSPHORUS IN SEAWATER BASED ON THE LIBERATION OF ORGANICALLY BOUND FRACTIONS BY PERSULFATE OXIDATION<sup>1</sup>. **Limnology and Oceanography**, v. 10, n. 2, p. 280–282, abr. 1965.

MICOLUCCI, F. et al. Mesophilic and thermophilic anaerobic digestion of the liquid fraction of pressed biowaste for high energy yields recovery. **Waste Management**, v. 48, p. 227–235, fev. 2016.

MØLLER, J.; BOLDRIN, A.; CHRISTENSEN, T. H. Anaerobic digestion and digestate use: accounting of greenhouse gases and global warming contribution. **Waste Management & Research**, v. 27, n. 8, p. 813–824, 11 nov. 2009.

MOSET, V. et al. Mesophilic versus thermophilic anaerobic digestion of cattle manure: methane productivity and microbial ecology. **Microbial Biotechnology**, v. 8, n. 5, p. 787–800, set. 2015.

MSHANDETE, A. et al. Effect of particle size on biogas yield from sisal fibre waste. **Renewable Energy**, v. 31, n. 14, p. 2385–2392, 1 nov. 2006.

NEVES, L.; OLIVEIRA, R.; ALVES, M. M. Influence of inoculum activity on the biomethanization of a kitchen waste under different waste/inoculum ratios. **Process Biochemistry**, v. 39, n. 12, p. 2019–2024, 29 out. 2004.

NGUYEN, D. D. et al. Dry semi-continuous anaerobic digestion of food waste in the mesophilic and thermophilic modes: New aspects of sustainable management and energy recovery in South Korea. **Energy Conversion and Management**, v. 135, p. 445–452, mar. 2017.

OROPEZA, R. M. et al. Removal of fecal indicator organisms and parasites (fecal coliforms and helminth eggs) from municipal biologic sludge by anaerobic mesophilic and thermophilic digestion. **Water Science and Technology**, v. 44, n. 4, p. 97–101, 1 ago. 2001.

PARKIN, G. F.; OWEN, W. F. Fundamentals of Anaerobic Digestion of Wastewater Sludges. **Journal of Environmental Engineering**, v. 112, n. 5, p. 867–920, 1986.

PAVI, S. et al. Biogas production from co-digestion of organic fraction of municipal solid waste and fruit and vegetable waste. **Bioresource Technology**, v. 228, p. 362–367, 1 mar. 2017.

PINTO, D. M. C. L. **Avaliação da partida da digestão anaeróbia da fração orgânica de resíduos sólidos domésticos inoculados com percolado**. [s.l.] Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, 2000.

QUEVAUVILLER, P.; THOMAS, O.; DER BEKEN, A. VAN (EDS.). **Wastewater Quality Monitoring and Treatment**. Chichester, UK: John Wiley & Sons, Ltd, 2006.

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, 2011.

REGUEIRO, L. et al. Relationship between microbial activity and microbial community structure in six full-scale anaerobic digesters. **Microbiological Research**, v. 167, n. 10, p. 581–589, 2012.

ROSA, A. P. et al. Potencial energético e alternativas para o aproveitamento do biogás e lodo de reatores UASB: estudo de caso Estação de tratamento de efluentes Laboreaux (Itabira). **Engenharia Sanitaria e Ambiental**, v. 21, n. 2, p. 315–328, 2016.

RUSSO, M. A. T. **TRATAMENTO DE RESÍDUOS SÓLIDOS**, 2003. Disponível em: <<http://homepage.ufp.pt/madinis/RSol/Web/TARS.pdf>>. Acesso em: 7 fev. 2018

SAAE - SERVIÇO AUTÔNOMO DE ÁGUA E ESGOTO DE SÃO CARLOS. **Estação de Tratamento de Esgoto (ETE) - ETE Monjolinho**. Disponível em: <<https://www.saaesaocarlos.com.br/saaesc/index.php/esgoto/e-t-e-s>>. Acesso em: 10 abr. 2019.

SAHLSTROM, L. A review of survival of pathogenic bacteria in organic waste used in biogas plants. **Bioresource Technology**, v. 87, n. 4, p. 161–166, 2003.

SALGADO, M. T. **INFLUÊNCIA DA VARIAÇÃO DA TAXA DE RECIRCULAÇÃO DE**. [s.l.] Escola de Engenharia de São Carlos (EESC) - Universidade de São Paulo (USP), 2003.

SHAH, F. A. et al. Co-digestion, pretreatment and digester design for enhanced methanogenesis. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, v. 42, p. 627–642, 2015.

SCHALCH, V.; CASTRO, M.A.S. de; CÓRDOBA, R.E. **Tratamento e disposição final ambientalmente adequada de resíduos sólidos urbanos**. (Material didático da disciplina optativa Tratamento de Resíduos Sólidos. Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo). São Carlos: Edição do autor, 2013.

SIMÕES, A. L. G. **Estudo da aclimação de lodos anaeróbios como estratégia de inoculação para partida de biometanizadores alimentados com fração orgânica dos resíduos sólidos urbanos**. [s.l.] Escola de Engenharia de São Carlos - Universidade de São Paulo, 2017.

SOUTO, G. D. DE B. **Efeito da variação gradual da taxa de recirculação do lixiviado em reatores anaeróbios híbridos na digestão da fração orgânica dos resíduos sólidos urbanos**. São Carlos: Biblioteca Digital de Teses e Dissertações da Universidade de São Paulo, 9 jun. 2005.

STAMS, A. J. M.; PLUGGE, C. M. Methanogenic environment Electron transfer in syntrophic communities of anaerobic bacteria and archaea. **Nature Publishing Group**, v. 7, 2009.

TAMBONE, F. et al. Assessing amendment properties of digestate by studying the organic matter composition and the degree of biological stability during the anaerobic digestion of the organic fraction of MSW. **Bioresource Technology**, v. 100, n. 12, p. 3140–3142, 2009.

TIAN, Z. et al. Rapid establishment of thermophilic anaerobic microbial community during the one-step startup of thermophilic anaerobic digestion from a mesophilic digester. **Water Research**, v. 69, p. 9–19, 2015.

VILELA, F. R. **Biometanização: estudo da influência do lodo e da serragem no tratamento anaeróbio da fração orgânica dos resíduos sólidos urbanos (FORSU)**. São Carlos, SP: Biblioteca Digital de Teses e Dissertações da Universidade de São Paulo, 23 out. 2015.

VILLELA JR., L. V. E. et al. Substrate and nutrient solution developed using a biodigester effluent for melon cultivation | Substrato e solução nutritiva desenvolvidos a partir de efluente de biodigester para cultivo do meloeiro. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v. 11, n. 2, p. 152–158, 2007.

WANG, P. et al. Microbial characteristics in anaerobic digestion process of food waste for methane production—A review. **Bioresource Technology**, v. 248, p. 29–36, 2018.

WANG, X. et al. Optimizing feeding composition and carbon–nitrogen ratios for improved methane yield during anaerobic co-digestion of dairy, chicken manure and wheat straw. **Bioresource Technology**, v. 120, p. 78–83, 1 set. 2012.

WILKEN, D. et al. **Biowaste to Biogas – production of energy and fertilizer from organic waste**. Munich: Fachverband Biogas e. V, 2019.

YANG, L. et al. Enhancing biogas generation performance from food wastes by high-solids thermophilic anaerobic digestion: Effect of pH adjustment. **International Biodeterioration & Biodegradation**, v. 105, p. 153–159, 1 nov. 2015.

YONG, Z. et al. Anaerobic co-digestion of food waste and straw for biogas production. **Renewable Energy**, v. 78, p. 527–530, 2015.

ZHANG, C. et al. Reviewing the anaerobic digestion of food waste for biogas production. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, v. 38, p. 383–392, 1 out. 2014.

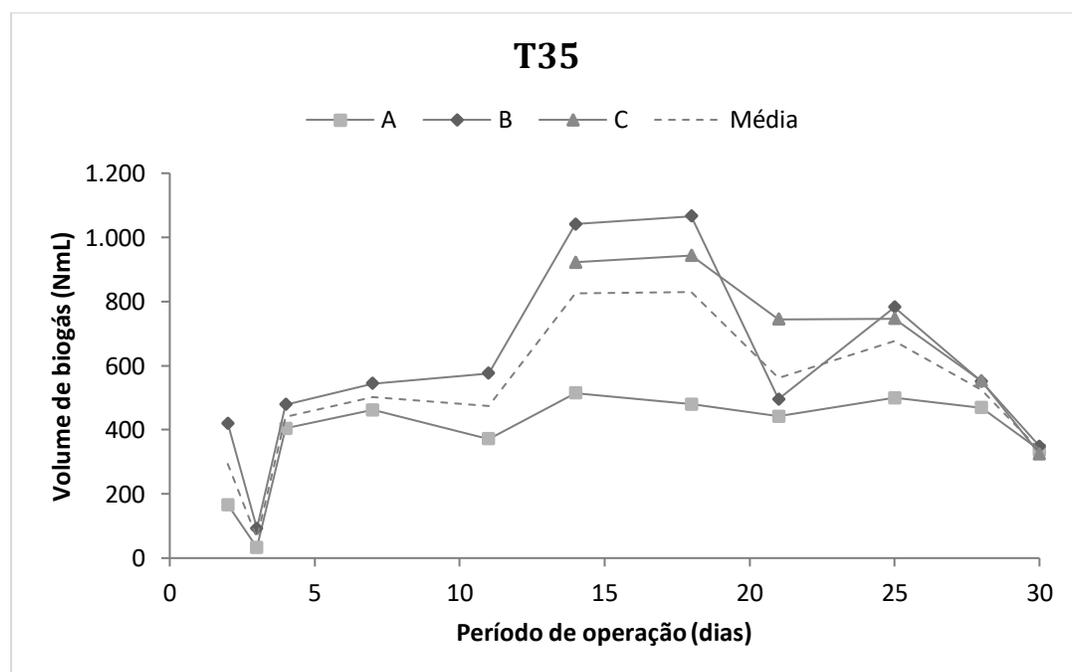
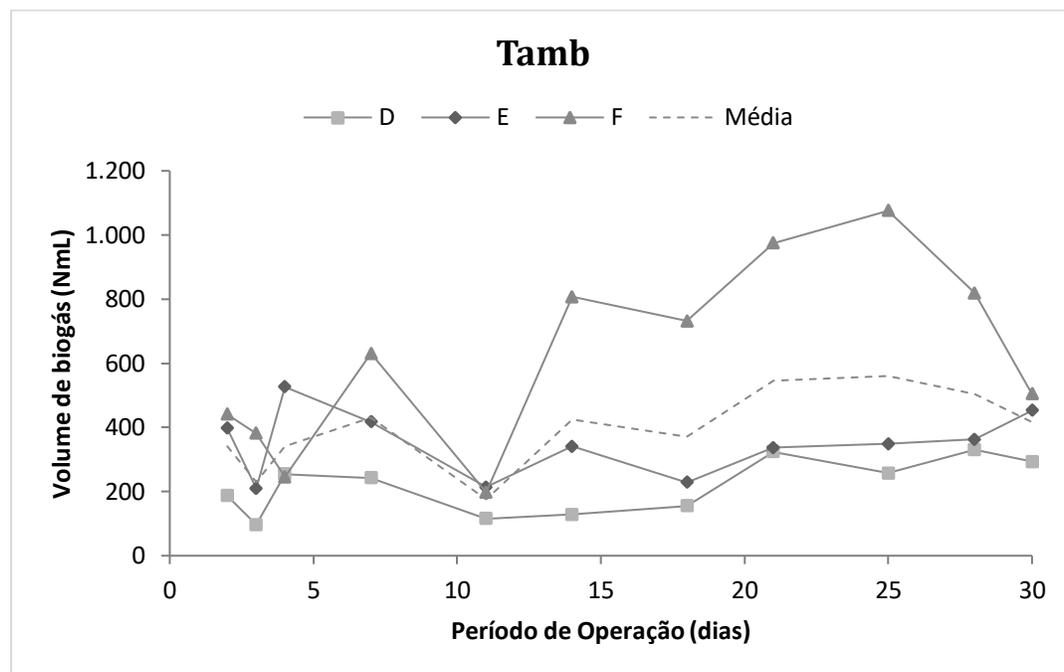
ZHANG, Q.; HU, J.; LEE, D. J. Biogas from anaerobic digestion processes: Research updates. **Renewable Energy**, v. 98, p. 108–119, 2016.

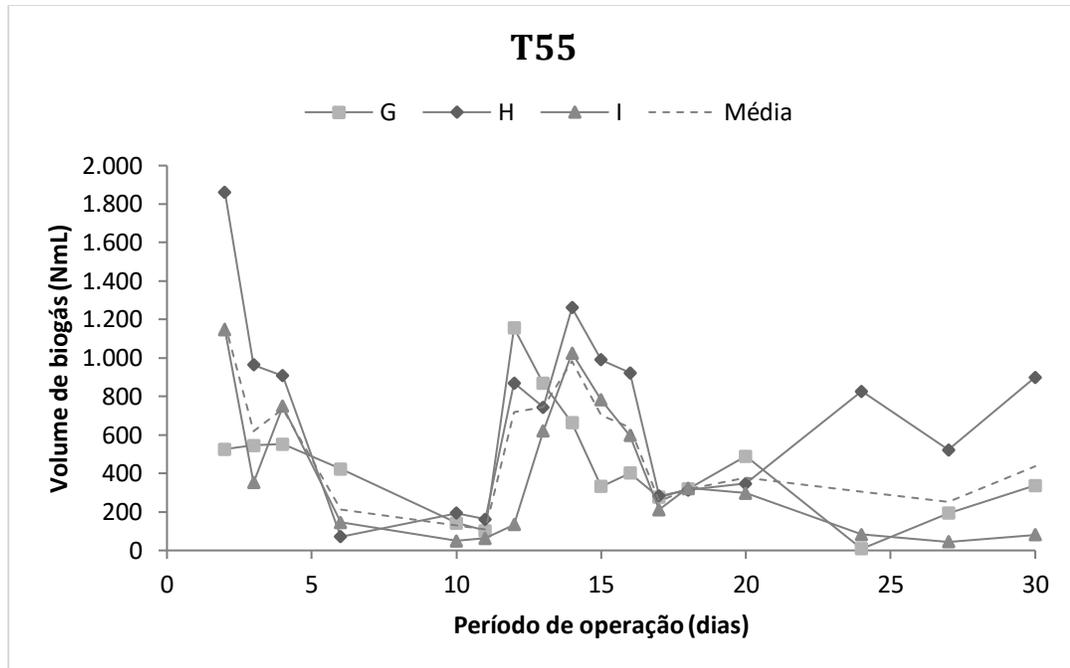
ZHANG, R. et al. Characterization of food waste as feedstock for anaerobic digestion. **Bioresource Technology**, v. 98, n. 4, p. 929–935, 1 mar. 2007.

ZHOU, S. et al. Mass and Energy Balances of Dry Thermophilic Anaerobic Digestion Treating Swine Manure Mixed with Rice Straw. **Biotechnology Research International**, v. 2015, p. 1–11, 2 nov. 2015.

## APÊNDICE A

Volume de biogás produzidos pelas triplicatas e média dos reatores Tamb, T35 e T55





## APÊNDICE B

Resultado das medições diárias das temperaturas internas dos reatores T amb e da temperatura ambiente externa.

Adaptação					Reação				
DATA	T amb.	D	E	F	DATA	T amb.	D	E	F
09-Nov	22	-	-	-	24-Nov	23	23	23	23
10-Nov	23	22	22	21	25-Nov	23	22	23	23
11-Nov	24	24	22	22	26-Nov	23	24	24	24
12-Nov	26	24	24	24	27-Nov	24	24	23	23
13-Nov	27	26	26	26	28-Nov	24	25	24	24
14-Nov	26	26	27	27	29-Nov	25	25	24	24
15-Nov	26	26	26	26	30-Nov	27	26	26	25
16-Nov	26	26	26	26	01-Dec	24	25	25	25
17-Nov	25	25	25	25	02-Dec	24	24	24	24
18-Nov	24	24	24	24	03-Dec	24	24	24	24
19-Nov	24	24	24	25	04-Dec	25	25	25	25
20-Nov	22	22	22	22	05-Dec	26	26	26	26
21-Nov	22	22	22	22	06-Dec	27	26	26	26
22-Nov	24	22	23	23	07-Dec	26	26	26	26
23-Nov	23	22	23	22	08-Dec	24	25	24	24
<b>Média</b>	<b>24</b>	<b>24</b>	<b>24</b>	<b>24</b>	09-Dec	23	23	23	23
					10-Dec	23	24	23	23
					11-Dec	26	26	26	26
					12-Dec	27	27	28	27
					13-Dec	27	27	27	27
					14-Dec	27	27	27	26
					15-Dec	26,5	26,5	26,5	26
					16-Dec	26	26	26	26
					17-Dec	28	27	27	27
					18-Dec	27	27	27	27
					19-Dec	26	26	26	26
					20-Dec	27	26	26	26
					21-Dec	27	28	27	27
					22-Dec	27	27	27	27
					<b>Média</b>	<b>25</b>	<b>25</b>	<b>25</b>	<b>25</b>

