

IPV - ESTGV |



Instituto Politécnico de Viseu

Escola Superior de Tecnologia e Gestão de Viseu

Instituto Politécnico de Viseu

Escola Superior de Tecnologia e Gestão de Viseu



RESUMO

A valorização de resíduos orgânicos tem um papel importante na reciclagem de nutrientes, além de minimizar o impacto ambiental associado. O presente estudo propôs avaliar a potencial produção de biogás e de bioestimulantes para plantas utilizando a digestão anaeróbia de resíduos agro-florestais produzidos na região de Viseu. Numa primeira fase foi realizado o dimensionamento e montagem de 3 digestores, seguida da respetiva aplicação à valorização dos resíduos em estudo (biomassa vegetal e estrume de animais). Para o dimensionamento efetuada uma pesquisa bibliográfica no sentido de compilar informação sobre as condições operacionais usadas à escala laboratorial. Os principais parâmetros de dimensionamento definidos foram: o tempo de retenção de 21 dias, teor de sólidos superior a 20%, temperatura 53 °C. A instalação dos 3 digestores foi feita na empresa Nutrofertil. A aplicação dos digestores foi realizada usando uma mistura de biomassa vegetal (LER 20 02 01) e estrume de cavalo produzido em modo biológico (LER 02 01 06), numa proporção de 68% e 32% (m/m), respetivamente, para obter uma relação C/N de 30,5. Para tal, os resíduos foram caracterizados em termos físico-químicos, bem como a respetiva mistura. O processo foi monitorizado avaliando a produção e composição de biogás a meio e no final do tempo de retenção. O digerido foi analisado seguindo parâmetros definidos no Decreto-Lei n.º 103/2015 de 15 de junho, tais como, o grau de maturação, a fitotoxicidade, a presença de plantas infestantes e a percentagem de substâncias húmicas. O lixiviado foi avaliado em termos de pH, condutividade elétrica e fitotoxicidade. O digerido passou por um processo de maturação durante 30 dias, tendo ocorrido revolvimentos do material, e foi caracterizado seguindo o Decreto-Lei acima referido.

Os resíduos utilizados apresentaram características físico-químicas semelhantes, diferindo no valor de azoto em 4,55% para o estrume e 0,968% para a biomassa e para carbono com 44,4% para o estrume e 40,7% para a biomassa. A mistura inicial apresentou um pH de 8,24 e condutividade elétrica de 1,94 mS/cm, com 73,5% de matéria orgânica, 1,34% de N e uma relação C/N de 30,5 com 69,5% de humidade e 30,5% de massa seca. Durante o período de 21 dias no interior do digestor anaeróbio a seco (DAS) a uma temperatura de 53 °C, foram realizadas duas coletas do gás produzido no DAS, que apresentou uma concentração média de 44,82% de CH₄, 45,93% de CO₂, 0,10% de NH₃, 0,02% de N₂O e 9,14% de vapor de água. A caracterização química do digerido demonstrou que durante o processo a diminuição do valor de C/N foi reduzida. O potencial de produção de um bioestimulante foi estudado com a quantificação dos compostos húmicos no digerido antes e depois da maturação, sendo que o digerido apresentou 3,32% de extrato húmico total, destes 1,05% são ácidos fúlvicos e 2,27%

ácidos húmicos. Em contrapartida o digerido após maturação destacou-se com 13,28% de extrato húmico total, ou seja, 4 vezes maior, sendo 5,77% ácidos fúlvicos e 7,51% ácidos húmicos. Foram realizados ensaios de fitotoxicidade do material digerido (antes e após maturação) e do lixiviado usando o teste de germinação, o qual apresentou um resultado de 44% para o digerido, 96% para o lixiviado (diluído 10x) e 114% para o digerido maturado. Foi feito um teste de auto aquecimento com vasos de Dewar, no qual o produto maturado atingiu grau V de maturação. O teste de sementes infestantes apresentou um resultado satisfatório demonstrado pela não germinação de sementes infestantes e germinação de 88% das sementes de agrião semeadas. Apesar da baixa produção de biogás e uma mistura pobre em CH₄, este trabalho permitiu confirmar o potencial de valorização de resíduos orgânicos utilizando uma DAS conjugada com a maturação do digerido. Constatou-se a maturação permitiu obter um produto para uso agrícola com potencial efeito bioestimulante para plantas, contribuindo para o desenvolvimento sustentável.

ABSTRACT

The treatment of organic waste plays an important role in the cycling of nutrients and energy, in addition to protecting the environment from polluting sources. The present study aimed to evaluate the potential production of biogas and biostimulants for plants resulting from anaerobic digestion of agroforestry waste of the Viseu region. In a first approach was conducted project and craft of 3 digestors, leading with the valorization of wastes such as green biomass (LER 20 02 01) and animal manure (LER 02 01 06). For the dimensioning, bibliographical research was carried out to compile information on the operational conditions used at a laboratory scale. The main parameters defined were the retention time of 21 days, solids content >20%, temperature 53 °C. The installation of the 3 digestors was done at the company Nutrofertil. The digestors were used using a mixture of green biomass (LER 20 02 01) and horse manure produced in organic mode (LER 02 01 06), in a proportion of 68% and 32% (m/m), respectively, to obtain a C/N ratio of 30,5. Then, the residues were characterized in physical-chemical and chemical terms, as well as their mixture. The process was monitored evaluating the production and composition of biogas in the middle and at the end of the retention time. The digested was analyzed following the parameters defined in LD No. 103/2015 of June 15, such as the degree of maturation, phytotoxicity, presence of weed plants and the percentage of humic substances. Therefore, leaching was also analyzed in terms of pH, electrical conductivity and phytotoxicity. The digested went through a maturation process for 30 days, having occurred revolving of the material, having been characteristic following the Decree-Law mentioned above.

The residues used presented similar physical-chemical and chemical characteristics, differing in nitrogen value with 4.55% for manure and 0.968% for biomass and carbon with 44.4% for manure and 40.7% for biomass. The initial mixture presented a pH of 8.24 and electrical conductivity of 1.94 mS/cm, with 73.5% organic matter, 1.34% N and a C/N ratio of 30.5 with 69.5% humidity and 30.5% dry mass. During the 21-day period inside the dry anaerobic digester (DAS) at a temperature of 53 °C, two samples of gas produced were performed, which presented an average concentration of 44.82% of CH₄, 45.93% of CO₂, 0.10% of NH₃, 0.02% of N₂O and 9.14% of water vapor. The chemical characterization of digested showed that during the process the decrease in the C/N value was reduced. The production potential of a biostimulant was studied with the quantification of humic compounds in digested before and after maturation, and digested had 3.32% of total humic extract, of these 1.05% are fulvids acids and 2.27% are humic acids, on the other hand, digested after maturation stood out with 13.28% of total humic

extract, i.e. 4 times higher, being 5.77% fulvic acids and 7.51% humic acids. Phytotoxicity tests of digested material (before and after maturation) and leaching were performed using the germination test, which showed a result of 44% for digested, 96% leached (diluted 10x) and 114% for the digested after the maturation period. A self-heating test was carried out with Dewar vessels, in which the matured product reached grade V of maturation. The weed seed test showed a satisfactory result demonstrated by the non-germination of weed seeds and germination of 88% of the seeds of sowing watercress. Despite the low production of biogas and a poor mixture in CH₄, this work allowed to confirm the potential for recovery of organic residues using a DAS conjugated with the maturation of digested. It was verified the maturation allowed to obtain a product for agricultural use with potential biostimulant effect for plants, contributing to sustainable development.

PALAVRAS CHAVE

Resíduos agro-florestais

Digestor Anaeróbio

Biogás

Composto orgânico

Bioestimulantes

KEY WORDS

Agroforestry waste

Anaerobic Digester

Biogas

Organic compost

Bioestimulant

AGRADECIMENTOS

Gostaria de agradecer às minhas orientadoras Elisabete Silva e Luiza Paula Cruz-Lopes pelo incentivo, paciência e sabedoria demonstradas durante esta caminhada. A Empresa Nutrofertil, a quem agradeço na pessoa do Eng.º Filipe Esteves, o qual propiciou incondicional apoio à viabilização do projeto.

A execução de todos ensaios foi facilitada pela contribuição mais que especial das colegas Tatiane, Ana e Matilda.

Em relação à instituição de ensino, agradeço ao Departamento do Ambiente e demais docentes pela oportunidade a mim concedida para realizar mais essa etapa de formação, disponibilizando os recursos necessários para a conclusão do curso.

No entanto, tudo só foi possível com a dedicação e carinho fornecidos pela minha família, que aceitou fazer parte desta jornada de conhecimento que nos tirou da nossa cidade Araguari, no interior do Brasil e nos trouxe à Portugal. O alicerce oferecido pelos meus pais Mauro e Nilva e meu irmão Bruno garantiram a tranquilidade para seguir neste sonho. E principalmente a coragem e amor de minha esposa Chris que aceitou o desafio de recomeçar uma nova história em nossas vidas e possibilitar ao nosso filho Giuliano um futuro brilhante, o qual é a força motriz que me leva a diante.

ÍNDICE GERAL

1. Introdução	14
1.1. Plano de Trabalhos.....	15
1.2. Organização do Relatório	16
2. Revisão Bibliográfica	18
2.1. Caracterização da gestão dos resíduos orgânicos	18
2.2. Digestão Anaeróbia de Resíduos Orgânicos	20
2.3. Parâmetros importantes num processo de Digestão Anaeróbia a Seco (DAS)	21
2.3.1. Teor de Sólidos Totais	21
2.3.2. Granulometria	23
2.3.3. Relação C/N	23
2.3.4. pH	23
2.3.5. Temperatura	24
2.3.6. Outros fatores	24
2.4. Produtos do processo de DAS.....	24
2.4.1. Biogás	24
2.4.2. Digerido	25
2.4.2.1. Bioestimulantes	25
3. Dimensionamento e montagem do Digestor	28
3.1. Metodologia Aplicada	28
3.2. Dimensionamento dos digestores	29
3.3. Instalação e montagem.....	31
4. Aplicação dos Digestores na Valorização dos Resíduos Agroflorestais	33
4.1. Caracterização e Processamento dos Resíduos Agroflorestais.....	33
4.2. Condições experimentais	34
4.2.1. Pré-ensaio	35
4.2.2. Ensaio com os três digestores	37
4.2.3. Maturação do Digerido	37
4.3. Monitorização do Processo	38
4.3.1. Técnicas Analíticas	39

4.3.1.1.	Humidade	39
4.3.1.2.	Matéria Orgânica /Cinzas	40
4.3.1.3.	Condutividade Elétrica /pH	40
4.3.1.4.	Azoto Total Kjeldahl	41
4.3.1.5.	Teste do grau de maturação	41
4.3.1.6.	Teste de Germinação	42
4.3.1.7.	Teste de plantas infestantes	43
4.3.1.8.	Quantificação de substâncias húmicas do digerido	44
5.	Resultados e Discussão	46
5.1.	Caracterização físico-química dos Resíduos	46
5.2.	Produção de biogás	47
5.3.	Caracterização Físico-química do digerido	50
5.4.	Índice de Germinação	51
5.5.	Grau de maturação	52
5.6.	Teste Plantas Infestantes	53
5.7.	Quantificação de Substâncias Húmicas	54
6.	Conclusão e Considerações Finais	56
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	58

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2.1. Fluxograma da gestão de resíduos em Portugal, adaptado de PERNU2030.	18
Figura 2.2. Operações de valorização a que os resíduos não urbanos foram sujeitos em 2018 (Agência Portuguesa do Ambiente, 2020).	19
Figura 2.3. Reações de degradação da matéria orgânica. Adaptado de Li <i>et al.</i> (2011).....	21
Figura 3.1. Esquema original do digestor.....	30
Figura 3.2. a) Sistema geral do digestor. b) Dimensões dos componentes.	31
Figura 3.3. Protótipo final do digestor.....	31
Figura 3.4. Disposição do ensaio final dos digestores: a) vista do interior da instalação; b) perspectiva exterior da instalação; c) Equipamento de controlo da temperatura.....	32
Figura 4.1. Estrume de Cavalo (a) Biomassa vegetal (b)	34
Figura 4.2. Homogeneização da mistura de resíduos.....	34
Figura 4.3. Montagem do teste preliminar com o digestor, sonda temperatura (cabo verde) e resistência com ventilador, dentro da arca frigorífica).....	36
Figura 4.4. Coleta do biogás em reservatório de teflon.	36
Figura 4.5. a) Coleta e b) Equipamento de Análises de biogás.	38
Figura 4.6. Amostras para determinação da condutividade e pH.....	41
Figura 4.7. Digestão das amostras em ácido.....	41
Figura 4.8. Amostras em Vasos Dewar.	42
Figura 4.9. Condução do teste de germinação.....	43
Figura 4.10. Mistura do digerido maturado com turfa.....	44
Figura 4.11. Condução do teste de plantas infestantes.....	44
Figura 4.12. a) Amostras após extração com NaOH e $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$. b) Fracionamento dos ácidos Fúlvicos e ácidos húmicos. c) Digestão em CQO. d) Quantificação em espectrofotometria UV a 590 nm.	45
Figura 5.1. Representação gráfica das leituras de pressão nos digestores.	48

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1.1: Plano de trabalhos desenvolvido.	16
Tabela 2.1. Comparação entre a produção de biogás de diferentes tipos de resíduos no processo de DAS e DAH (Adaptado de Rocamora et al., 2020).	22
Tabela 2.2. Composição do Biogás (adaptado de Matheri <i>et al.</i> , 2018).	25
Tabela 2.3. Resumo das classes e funções dos bioestimulantes para plantas (Adaptado de Du Jardin, 2015).	26
Tabela 3.1. Parâmetros pesquisados sobre os modelos laboratoriais de digestores.	29
Tabela 4.1. Classificação quanto ao grau de maturação de compostos. Adaptado de Iannotti et al (1994).	42
Tabela 5.1. – Caracterizações físico-química dos resíduos a serem testados.	47
Tabela 5.2. Evolução das percentagens das espécies químicas no biogás ao longo dos ensaios.	47
Tabela 5.3. Produção de biogás e metano (m^3/t MF e m^3/t MS de digerido).	49
Tabela 5.4. Evolução dos parâmetros físico-químicos durante o ensaio e após a maturação. ..	50
Tabela 5.5. Resultados obtidos para o Índice de Germinação com os produtos da DAS e produtos comerciais.	52
Tabela 5.6. Teste Plantas Infestantes.	53
Tabela 5.7. Quantificação das Substâncias Húmicas.	54

1. Introdução

A proposta do presente trabalho é avaliar o potencial para produção de biogás e de bioestimulantes para plantas, tendo como base o processo de digestão anaeróbia por via seca de resíduos agro-florestais. Este trabalho apresenta uma alternativa para a integração da técnica de digestão anaeróbia com produção de biogás e a valorização do digerido num produto estável e importante para potenciar o desenvolvimento de plantas, contribuindo para o desenvolvimento de tecnologia sustentável.

É importante salientar que o regulamento geral de gestão de resíduos - Decreto-Lei n.º 102-D/2020 de 10 de dezembro que é alterado pela Lei n.º 52/2021 de 10 de agosto obriga a que se implemente a gestão dos resíduos pelos produtores dos mesmos, podendo estes contratarem um operador de gestão de resíduos devidamente licenciado.

Nesta ótica, a valorização de resíduos agro-florestais é uma estratégia de tratamento que está em franco crescimento, disponibilizando-se uma série de tecnologias e alternativas que ligam a rentabilidade e com o cumprimento dos requisitos legais.

A Empresa Nutrofertil – Nutrição e Fertilizantes Lda, localizada em Santiago de Besteiros, Tondela, é um operador de gestão de resíduos licenciado para a valorização de resíduos agroflorestais, operação de reciclagem/recuperação de substâncias orgânicas não utilizadas como solventes (incluindo digestão anaeróbia e ou compostagem e outros processos de transformação biológica). A Nutrofertil recebe resíduos da agricultura, pecuária e da floresta (Anexo IV do Decreto-Lei n.º 103/2015 de 15 de julho) provenientes da região de Viseu, procedendo à valorização destes via

Capítulo 1 - Introdução

compostagem. Perante os desafios atuais em termos energéticos, a empresa tem como perspectiva apostar nesta área através da digestão anaeróbia dos resíduos recebidos. Pretende desenvolver meios de potencializar a gestão das matérias-primas e prospectar a produção de energia, o biogás, dentro do processo produtivo, o que poderia viabilizar novos investimentos. A quantificação de substâncias húmicas do digerido poderá dar uma estimativa do potencial do processo para a produção de bioestimulantes para plantas e o desenvolvimento de novos produtos. Assim, entender e investigar cada etapa desse processo é primordial para viabilizar o direcionamento de recursos e a abertura de novos mercados.

Neste âmbito a parceria de cooperação com a empresa Nutrofertil será importante para melhorar o conhecimento de novas formas de se trabalhar com os resíduos supracitados.

Objetivo Primário: Avaliar a produção de biogás e de bioestimulantes para plantas através da valorização de resíduos agro-florestais por digestão anaeróbia por via seca.

Objetivos específicos: A Empresa Nutrofertil cooperou neste trabalho para verificar a produção de biogás visando o seu aproveitamento energético na unidade com o desenvolvimento do protótipo de um digestor. Outro ponto avaliado foi a quantificação de substâncias húmicas do digerido, abrindo caminho para a obtenção de novos produtos. Para se avaliar a segurança e aptidão agrícola do digerido, foram consideradas algumas das principais diretrizes estabelecidas no Decreto-Lei n.º 103/2015 de 15 de junho, dentre elas o grau de maturação, a fitotoxicidade, a presença de plantas infestantes e por fim a percentagem de substâncias húmicas como um dos parâmetros para registo como adubo especial.

1.1. Plano de Trabalhos

Neste trabalho realizou-se a digestão anaeróbia por via seca (teor de sólidos totais superior a 20%) usando misturas de resíduos agro-florestais (biomassa de podas e limpezas de terrenos, resíduos de fibras de madeira, estrumes de animais criados em modo biológico), desenhando um modelo de valorização que possa com os produtos do

Capítulo 1 - Introdução

processo beneficiar a instalação com uma fonte de energia e um composto orgânico seguro para uso agrícola e passível de ser utilizado em modo biológico de produção.

O estudo envolveu a montagem de 3 digestores na empresa Nutrofertil e o controlo analítico foi realizado, na Escola Superior de Tecnologia e Gestão do Instituto Politécnico de Viseu, nomeadamente no Departamento de Ambiente. Os ensaios experimentais decorreram nos laboratórios de Bioengenharia e de Controlo Analítico e da Qualidade. A investigação decorreu no período de novembro de 2020 a agosto de 2021. Neste sentido, foi traçado um plano de trabalhos, atribuindo tarefas para cada fase do estudo, otimizando o tempo disponível para a realização dos ensaios e análise dos resultados. Este plano está descrito no Tabela 1.1.

Tabela 1.1: Plano de trabalhos desenvolvido.

TÍTULO	PERÍODO	DESCRIÇÃO
Revisão bibliográfica	novembro 2020 - janeiro 2021	Pesquisa e revisão da literatura existente sobre o tema
Montagem do Ensaio	janeiro – fevereiro 2021	Montagem dos digestores. Caracterização físico-química (pH, relação C/N, Condutividade elétrica) dos resíduos e padronização da mistura.
Execução e Monitorização do processo de DAS	abril – junho 2021	Desenvolvimento do ensaio da DAS a uma temperatura de 53 °C por um período mínimo de 21 dias. Monitorização diária da pressão do biogás. Avaliação do digerido após o tempo de retenção pelos parâmetros elencados
Compostagem da fração sólida	julho – agosto 2021	Compostagem do digerido por um período de 30 dias, com revolvimentos periódicos. Controlo da qualidade do composto pela análise dos parâmetros legais
Avaliação do potencial bioestimulante para plantas do lixiviado e digerido	agosto 2021	Extração das substâncias húmicas nas frações sólida e líquida. Execução de ensaios de germinação.

1.2. Organização do Relatório

Para além do presente capítulo Introdutório, onde se foca o enquadramento e a organização deste relatório, são adicionados mais cinco capítulos que abordam todas as etapas do projeto. O Capítulo 2 – Revisão Bibliográfica onde é feita uma contextualização dos resíduos orgânicos, abordando os conceitos associados ao tema e

Capítulo 1 - Introdução

descreve sobre a técnica de Digestão Anaeróbia a Seco (DAS), fazendo referência aos principais parâmetros utilizados para a caracterização e monitorização deste processo e destacando os principais produtos obtidos. O Capítulo 3 – Dimensionamento e Montagem do Digestor o qual engloba o desenho e conceção de um digestor em pequena escala, sua instalação e montagem. O Capítulo 4 – Aplicação dos Digestores na Valorização dos Resíduos Agroflorestais aqui será feita a caracterização dos resíduos utilizados e as condições experimentais do trabalho, bem como a monitorização e técnicas analíticas de avaliação do trabalho desenvolvido. O Capítulo 5 – Resultados e Discussão demonstra os resultados obtidos e posiciona-os em relação à legislação vigente e demais trabalhos, possibilitando concluir sobre a valorização aplicada. O Capítulo 6 – Conclusão e Considerações Finais, traz elementos finais ao projeto elencando os principais pontos alcançados e aponta para melhorias e novas abordagens que poderão aprimorar o estudo da valorização destes resíduos. Finalmente a Bibliografia consultada é disponibilizada para conferência e ratificação das informações.

2. Revisão Bibliográfica

2.1. Caraterização da gestão dos resíduos orgânicos

A política nacional de resíduos em Portugal é concretizada nos planos de gestão desenvolvidos com objetivo da prevenção de resíduos e da sua valorização, promovendo a valorização material e energética. Estes dispositivos norteiam ações e metas para a prevenção e gestão de resíduos a nível nacional (Resíduos Urbanos e Resíduos Não Urbanos) que são então transportados a planos de ação em nível municipal.

- Plano Nacional de Gestão de Resíduos (PNGR);
- Plano Estratégico para os Resíduos Urbanos (PERSU);
- Plano Estratégico para os Resíduos Não Urbanos (PERNU), que vem substituir os anteriores planos sectoriais (Resíduos Agrícolas, Resíduos Hospitalares e Resíduos Industriais);

Em linhas gerais o modelo adotado em Portugal pelos programas PERSU e PERNU 2030 para a gestão de resíduos pode ser ilustrada na figura 2.1.

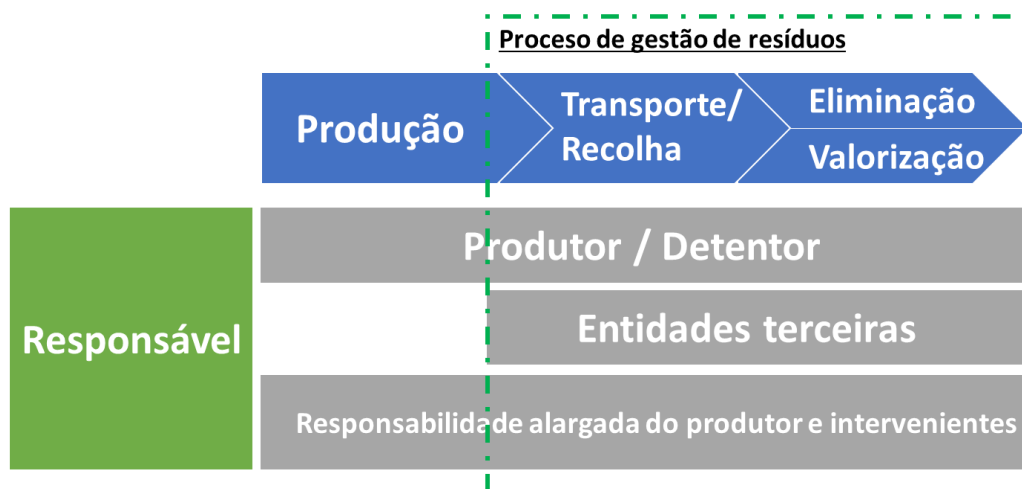


Figura 2.1. Fluxograma da gestão de resíduos em Portugal, adaptado de PERNU2030.

Capítulo 2 – Revisão Teórica

Tal como o observado no PERNU2030, a gestão dos resíduos envolve o ato da recolha, seguindo para o tratamento. De acordo com a hierarquia de gestão deve-se dar prioridade à valorização em detrimento da eliminação. Esta é da responsabilidade do produtor e do detentor ou de entidades terceiras licenciadas para o efeito. Em Portugal existem operadores licenciados pela Agência Portuguesa do Ambiente (APA) que constam no SILOGR (Sistema de Informação do Licenciamento de Operações de Gestão de Resíduos).

Os resíduos recebidos pela Nutrofertil são oriundos de explorações setoriais como resíduos da produção, da agricultura, da silvicultura, das pescas, sendo que a operação para a qual a empresa está licenciada é a reciclagem/recuperação de substâncias orgânicas não utilizadas como solventes (R3). Na Figura 2.2 é possível observar as operações de valorização (definidas como R) aplicadas aos resíduos não urbanos em 2018 em Portugal.

Operações de valorização a que os resíduos não-urbanos foram sujeitos em 2018	Quantidade tratada (Mt)	% sobre operações R	% sobre total
R12 - Troca de resíduos com vista a submetê-los a uma das operações enumeradas de R1 a R11	2,75	30,52%	25,73%
R13 - Armazenamento de resíduos destinados a uma das operações enumeradas de R1 a R12	1,95	21,69%	18,29%
R4 - Reciclagem/recuperação de metais e compostos metálicos	1,16	12,88%	10,86%
R3 - Reciclagem/recuperação de substâncias orgânicas não utilizadas como solventes	1,09	12,06%	10,17%
R5 - Reciclagem/recuperação de outros materiais inorgânicos	0,89	9,85%	8,30%
R10 - Tratamento do solo para benefício agrícola ou melhoramento ambiental	0,85	9,47%	7,98%
Outros	0,32	3,54%	2,98%

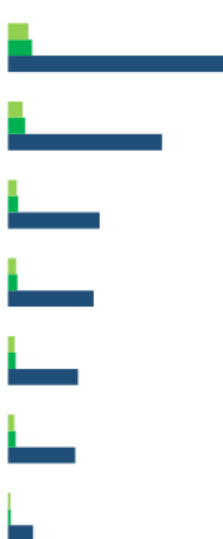


Figura 2.2. Operações de valorização a que os resíduos não urbanos foram sujeitos em 2018 (Agência Portuguesa do Ambiente, 2020).

Das operações de valorização aplicadas, as operações R3, R10 e R12 estão relacionadas com a valorização dos resíduos orgânicos, pelo que se constata a reduzida valorização

destes com 43,9% dos resíduos produzidos. Estes valores demonstram o caminho ainda a percorrer nesta área.

O que é confirmado por um trabalho desenvolvido pela *European Compost Network* que em 2019, no qual apresentou um panorama da coleta de resíduos orgânicos em 18 países europeus (ECN, 2019). Este trabalho demonstrou que há diferenças na implementação da recolha seletiva de resíduos orgânicos e o quadro atual da capacidade instalada de tratamento em toda a Europa. Destacou países como a Áustria, a Alemanha, ou a Suécia, com sistemas consolidados de recolha e tratamento de resíduos orgânicos, enquanto países como o Reino Unido, a Itália ou a Eslovénia evidenciaram progressos significativos nos últimos 15 anos. Por outro lado, evidenciou o potencial para crescimento destas políticas em países como Portugal, Grécia, Espanha ou República Checa. A ação destes países, de acordo com o artigo supracitado, propiciou à captura e reciclagem de 3,5 milhões de toneladas de carbono orgânico e 1,8 milhões de toneladas de húmus. Um dos setores mais beneficiados foi a agricultura, uma vez que o composto e digerido produzidos puderam ser aplicados em cerca de 528 mil hectares de terrenos de um total de 74,3 milhões de hectares de terras aráveis nestes países, demonstrando um grande potencial para expansão.

Neste âmbito, a estratégia da União Europeia para a gestão sustentável de resíduos orgânicos como os agro-florestais define como prioridade a valorização dos resíduos sendo que um dos processos em crescimento é a valorização orgânica via digestão anaeróbia.

2.2. Digestão Anaeróbia de Resíduos Orgânicos

A digestão anaeróbia (DA) é um processo realizado por microrganismos que na ausência de ar promovem a conversão da matéria orgânica ocorrendo a produção de biogás e de lamas digeridas.

Em zonas rurais, o biogás tem imenso potencial como fonte de energia renovável, assim como o digerido que pode servir de corretivo orgânico. Nesta perspetiva, a DA também reduz o uso de combustível fóssil (pela substituição pelo biogás como fonte de energia); reduz o uso de fertilizantes minerais com o uso do composto orgânico como

complemento à adubação; fornece uma alternativa eficiente para a reciclagem de resíduos, agregando sustentabilidade na produção de alimentos (Lukehurst *et al.*, 2010).

A DA é um processo que ocorre por ação de microrganismos e inicia com a hidrólise reduzindo substâncias orgânicas mais complexas a moléculas solúveis simples por enzimas extracelulares (Li *et al.*, 2011). Ocorre então a hidrólise de proteínas, lípidos e polímeros de carboidratos em aminoácidos, ácidos gordos de cadeia longa e açúcares, como observado na Figura 2.3.

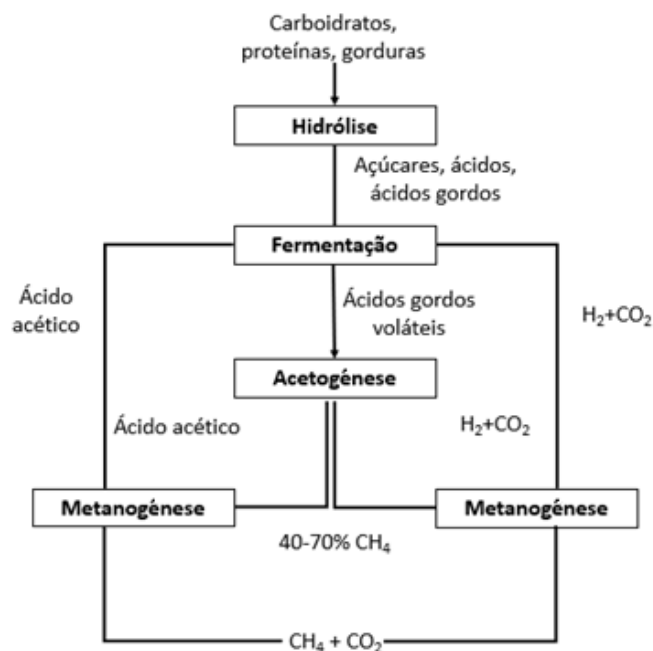


Figura 2.3. Reações de degradação da matéria orgânica. Adaptado de Li *et al.* (2011).

Após a hidrólise, ocorre a fermentação, a acetogénese e a metanogénese, onde a ação dos microrganismos é limitada por um conjunto de parâmetros que se descrevem a seguir.

2.3. Parâmetros importantes num processo de Digestão Anaeróbia a Seco (DAS)

2.3.1. Teor de Sólidos Totais

O processo tecnológico da DA pode ser separado em digestão anaeróbia por via húmida (DAH) e digestão anaeróbia por via seca (DAS) de acordo com o teor de sólidos totais (ST) no digestor. Valores de ST menores que 20% são considerados uma DAH e por consequência concentrações de ST da mistura de entrada no digestor superiores a 20% é considerado uma DAS (Chiumenti *et al.*, 2017). Apesar da DAH ser mais aplicada

atualmente, alguns obstáculos podem ser encontrados na operacionalização como o grande volume de água necessário, o que implica uma grande quantidade de efluentes a serem tratados. O processo da DAS por consumir menos energia para desenvolver o processo, em relação à DAH, possibilita um balanço energético mais equilibrado (Chen *et al.*, 2014). Contudo, para a escolha do melhor processo de digestão é necessário considerar as melhores tecnologias disponíveis de acordo com as características de cada região (Fu *et al.*, 2018).

Rocamora *et al.* (2020), constataram que tanto as etapas quanto a microbiota são equiparáveis nas DAS e DAH. De uma maneira geral, o sistema DAS trata um maior de volume de resíduos por volume de reator do que os DAH, e um maior potencial de acumulação de inibidores pela baixa difusão dos líquidos no sistema. Assim, a razão da fração líquida do sistema deve ser bem avaliada pois pode influenciar as condições adequadas para o crescimento das comunidades microbianas (Rocamora *et al.*, 2020). Estes mesmos autores avaliaram a produção de biogás usando diferentes resíduos, tendo constatado que o processo de DAS produz em algumas situações 10x mais biogás em relação à DAH.

Tabela 2.1. Comparação entre a produção de biogás de diferentes tipos de resíduos no processo de DAS e DAH (Adaptado de Rocamora *et al.*, 2020).

Tipo de resíduo	Tipo de tratamento	Produção de metano (m ³ /m ³ reator)
Batata-doce	DAS	1,20
	DAH	0,300
Resíduos orgânicos urbanos	DAS	12,2
	DAH	6,00
Palha de milho	DAS	14,1
	DAH	1,80
Capim	DAS	12,3
	DAH	1,60
Palha de trigo	DAS	12,7
	DAH	2,00
Estrume de aves	DAS	1,00
	DAH	0,100

2.3.2. Granulometria

De acordo com Andre *et al.* (2017), o sistema DAS pode ser afetado por fatores físicos dos resíduos a serem tratados, principalmente a porosidade e o balanço entre macro e micro poros, sendo imprescindível a correta gestão da granulometria das partículas dos resíduos a serem utilizados nos digestores. Assim, torna-se importante utilizar materiais com diferentes dimensões como aparas de madeira ou serragem, que são usados para aumentar a permeabilidade e garantir espaços para fluidez dos líquidos e gases, possibilitando maior contato do percolado com os sólidos. Han *et al.* (2015), destaca que quando adicionado um agente estruturante como as espigas de milho, melhora a constituição da mistura no reator e sua relação líquido/sólido.

2.3.3. Relação C/N

A relação C/N é comumente discutida em sistemas de DA com uma gama de operação ideal entre 20/1 e 30/1, sendo esta adequada para o desenvolvimento da microbiota. As misturas de resíduos que estejam fora desta gama ideal podem resultar em reações com elevadas concentrações de azoto amoniacal, que é precursor de inibidores da atividade metanogénica, ocasionando numa rutura do processo de formação do biogás (Parkin *et al.*, 1986). Em estudos citados por Yen e Chiuem (2007), a relação C/N adequada para a produção de metano com uma mistura de algas e resíduo de papel foi de 20/1 a 25/1. Segundo Romano e Zhang em 2008, constataram que uma relação C/N de 15/1 é adequada para digestão de resíduos de cebola e lodo, os seus estudos mostram que o material utilizado tem bastante influência neste parâmetro.

2.3.4. pH

De acordo com Ward *et al.* (2008), há a necessidade de se extrapolar dados de sistemas DAH sobre a relação de pH para o sistema DAS, uma vez que este último ainda carece de maior investigação. Como os processos biológicos são semelhantes em ambos, considera-se como valores adequados de pH entre 6,8 e 7,2, favorável ao desenvolvimento das bactérias metanogénicas. Di Maria *et al.* (2017) encontrou um pH de 6,5 e Latif *et al.* (2017) com pH 7.

2.3.5. Temperatura

Visvanathan em 2010, mostrou que a DAS pode ser classificada de acordo com a temperatura em sistema mesófilo e termófilo, ou seja quando o sistema opera numa faixa de temperatura entre os 35 e 40 °C é considerada mesófila e termófila quando este se opera entre os 50 e 57 °C. O processo termófilo tem vantagem pois propicia um maior grau de degradação da matéria orgânica, facilitando o processo e aumentando o crescimento da microbiota. Outros autores desenvolveram trabalhos comprovando essa informação com produções de metano 50% a 100% superiores em ambiente termófilo do que em mesófilo, aumentando a cinética das reações e diminuição do tempo de permanência do resíduo no sistema (Kim *et al.*, 2006; Liu *et al.*, 2009; Fernández-Rodríguez *et al.*, 2013).

2.3.6. Outros fatores

A determinação do tempo de retenção no digestor quer do digerido quer do lixiviado é feita a partir do momento em que se fecha o reator. Este fator irá depender da tecnologia a ser empregue e do tipo de material. No caso deste estudo será utilizado no mínimo preconizado pelo Decreto-Lei n.º 103/2015 de 15 de junho, ou seja, 21 dias.

A percolação do lixiviado, segundo Rocamora *et al.*, (2020), agrega melhorias ao sistema como o aumento da humidade, maior contato da microbiota com os nutrientes e uma consequente maior homogeneidade no interior do reator, esses fatores podem diminuir o tempo para se alcançar uma maior produtividade de metano.

2.4. Produtos do processo de DAS

O processo de degradação da matéria orgânica pode dar origem a produtos como a libertação de biogás ao longo do processo e o digerido.

2.4.1. Biogás

O biogás constitui um dos produtos do processo da DA, este é, geralmente, constituído por cerca de 60% de CH₄, 39% de CO₂, no restante 1% pode-se encontrar ainda vapor de água (H₂O), H₂S e outros gases (Tabela 2.2). Após a purificação, por processos físico-químicos, obtém-se biogás com concentrações em cerca de 99% de metano, dessa

forma pode passar a ser chamado de biometano. Este combustível pode ser usado em diversas atividades, desde queima para gerar calor em caldeiras ou como combustível para automóveis. Num sistema de DAS, são necessários testes que visam avaliar a concentração dos gases presentes no biogás. Estas informações são importantes para se intervir na operação e direcionar para uma melhor produção do biogás (Matheri *et al.*, 2018).

Tabela 2.2. Composição do Biogás (adaptado de Matheri *et al.*, 2018).

Composição do Biogás	Porcentagem da substância (%)
Metano (CH ₄)	50-70
Dióxido de Carbono (CO ₂)	30-45
Sulfeto de hidrogénio (H ₂ S)	1,0-2,0
Hidrogénio (H ₂)	1,0-2,0
Amónia (NH ₃)	1,0-2,0
Monóxido de carbono (CO)	Vestigial
Azoto (N)	Vestigial
Oxigénio (O ₂)	Vestigial

2.4.2. Digerido

De acordo com Madsen *et al.* (2011), o digerido tem um odor menos agressivo que os resíduos constituintes da mistura de entrada, e o caracteriza como um material homogéneo com boa capacidade nutritiva para plantas, que pode ser útil para agricultura. Além de possuir nutrientes em formas melhores assimiláveis pelas plantas como azoto amoniacal, o digerido pode ser considerado uma matéria orgânica estável e pronta a ser aplicada no solo.

Além do exposto, o digerido, dependendo do seu grau de humificação, pode conter frações húmicas que atuam como bioestimulantes e promovem ações benéficas às plantas.

2.4.2.1. Bioestimulantes

Yakhin *et al.* (2017) faz uma abordagem completa sobre os bioestimulantes para plantas, os quais têm sido utilizados em todas as etapas da produção agrícola, desde os

tratamentos de sementes aos tratamentos em estágios de crescimento e frutificação. A forma como atua nas plantas também é diversa e passa desde interação com a nutrição vegetal quanto atua na ativação do metabolismo do azoto à liberação lenta de fósforo, estimulação da atividade microbiana no solo e ao crescimento de raízes.

Du Jardin (2015), elenca uma série de funções fisiológicas estimuladas por esses produtos, conforme resumido na Tabela 2.3. Essas funções fisiológicas são importantes recursos a serem utilizados pelos produtores agrícolas, pois exercem papel de proteção contra efeitos adversos bióticos e abióticos, induzem ao fortalecimento do sistema imunológico das plantas beneficiando a produtividade e rentabilidade da cultura.

Tabela 2.3. Resumo das classes e funções dos bioestimulantes para plantas (Adaptado de Du Jardin, 2015).

	Ácidos Húmicos	Extratos de algas	Proteínas hidrolisadas	Glicerina/Betaína	Promotores de crescimento-Rizobactérias
Mecanismo celular	Atua ao nível da membrana celular provocando alongamento e crescimento das raízes	Estimula a expressão de genes que atua no transporte de micronutrientes	Estimula enzimas da planta que atuam na proteção	Atuam como protetores do fotossistema contra a ação de oxigênios reativos na célula	Atua no crescimento de raízes
Funções fisiológicas	Crescimento de raízes (comprimento e biomassa)	Melhora o transporte de micronutrientes pelos tecidos celulares	Aumenta a tolerância a fatores abióticos	Aumenta a tolerância a fatores abióticos	Fortalecimento de raízes melhor eficiência no aporte de nutrientes
Benefícios económicos e ambientais	Aumento da produtividade, diminuição do uso de fertilizantes e diminuição das perdas de fertilizantes para o ambiente	Melhora o valor nutricional da planta	Aumento da produtividade mesmo em condição desfavorável como secas	Aumento da produtividade mesmo em condição desfavorável como secas	Aumento da produtividade, diminuição do uso de fertilizantes e diminuição das perdas de fertilizantes para o ambiente

Capítulo 2 – Revisão Teórica

Em função das características físico-químicas, concentrações de metais pesados e fitotoxicidade de compostos orgânicos, os bioestimulantes (ácidos húmicos, fúlvicos, aminoácidos e hormonas como auxinas, entre outras) podem ser extraídos por tratamentos com solventes alcalinos (Silva *et al.*, 2013). Neste sentido, estabelecer uma forma segura de digestão dos resíduos orgânicos pode originar uma valorização e um destino sustentável destes materiais.

3. Dimensionamento e montagem do Digestor

Tal como o referido anteriormente, o presente trabalho teve como objetivo avaliar a produção de biogás e de bioestimulantes através da valorização de resíduos agro-florestais por digestão anaeróbia.

A idealização do digestor ocorreu após a pesquisa de tecnologias que pudessem valorizar os resíduos mais produzidos na região de Viseu e rececionados pela empresa Nutrofertil, nomeadamente a biomassa vegetal e estrume animal. Outro fator importante levado em consideração foram as características topográficas da região que se destaca por áreas com relevo acidentados e pouco planos, direcionando o esforço em encontrar formas de otimizar o processo de tratamento de resíduos em menor área possível, assim optou-se pela digestão anaeróbia via seca por bateladas. Para concretizar este objetivo, numa primeira fase do trabalho procedeu-se ao dimensionamento e posteriormente montagem de três digestores. Ocorrendo numa segunda fase a respetiva aplicação para a valorização de resíduos agro-florestais.

3.1. Metodologia Aplicada

A metodologia adotada para o dimensionamento e montagem foi baseada numa intensa pesquisa bibliográfica das condições operacionais vulgarmente utilizadas, seguindo-se o dimensionamento do protótipo a construir, a sua construção e posterior montagem na empresa Nutrofertil.

Utilizando palavras-chave como digestão anaeróbia a seco chegou-se a artigos com ensaios em pequena escala que foram utilizados como norte para realização deste trabalho, conforme listado na Tabela 3.1. Outra fonte importante de orientação foi o mercado ou empresas que atualmente comercializam soluções para tratamento destes resíduos e produção de biogás.

Tabela 3.1. Parâmetros pesquisados sobre os modelos laboratoriais de digestores.

Parâmetro	Condições aplicadas	Autor
Temperatura (°C)	35 e 55	Rodrigues 2005
	37	André <i>et al</i> , 2019 Qian <i>et al</i> , 2017
	35	Pratas, 2011
Sólidos Totais (%)	< 20 (DAH)	Rodrigues, 2005 Qian <i>et al</i> , 2017 Matos, C. F., 2016 Pratas, 2011
	> 20 (DAS)	André <i>et al</i> , 2019 Lucena, 2016
Tempo de retenção (dias)	65	Rodrigues 2005
	32	André, <i>et al</i> , 2019
	45	Qian <i>et al</i> , 2017
Agitação ou recirculação	Agitação	Rodrigues 2005
	Recirculação	André <i>et al</i> , 2019 Qian <i>et al</i> , 2017

Após a compilação da informação e conjugado com as características do trabalho a desenvolver definiram-se as condições iniciais de dimensionamento dos três digestores a construir: volume de cerca de 10 L, teor de sólidos superior a 20%, temperatura de 53 °C, com recirculação. A construção das estruturas em inox dos digestores foi efetuada pela empresa Cobel - Construções Electro-Mecânicas da Beira, S.A e que sofreu algumas adaptações nas condições definidas tal como descrito de seguida.

3.2. Dimensionamento dos digestores

O modelo original necessitava da recirculação do lixiviado e depósitos extras para o biogás e lixiviados e sistemas de fecho em rosca (Figura 3.1). Porém não foi possível

Capítulo 3 – Dimensionamento e montagem do Biodigestor

viabilizar em tempo útil para a realização do ensaio a bomba de recirculação do lixiviado e o fecho em rosca mostrou-se ineficiente, isto após alguns testes de pressão.

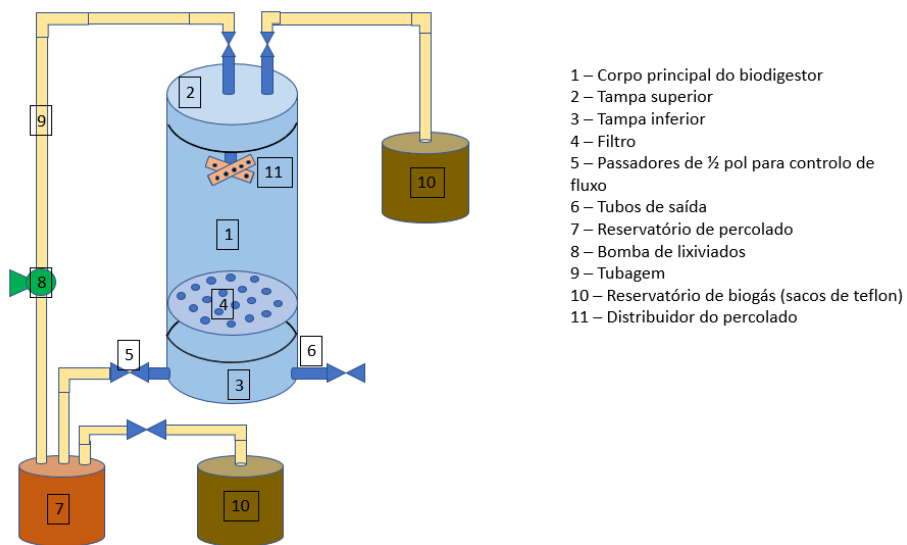
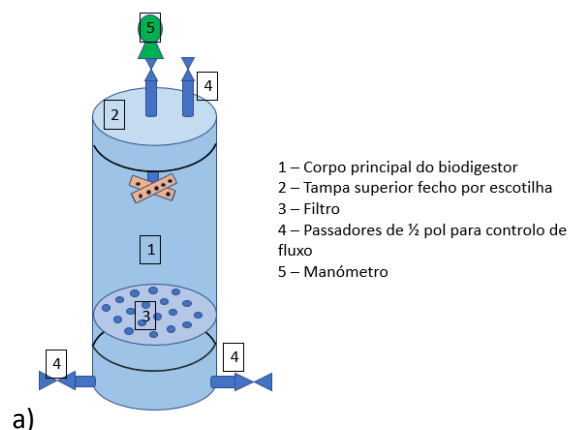


Figura 3.1. Esquema original do digestor.

De acordo com as condições supracitadas, foi redesenhado um digestor de pequeno porte, capaz de processar cerca 5 L de mistura de resíduos. Desta vez, com as saídas para captação de efluentes líquidos e gasosos apenas com torneiras de controlo de fluxo e a instalação de um manómetro. O material escolhido para confecção do digestor foi o inox, por ser uma liga de boa resistência e um bom condutor de calor, importante para manter a mistura na faixa de temperatura adequada, conforme ilustra a representação esquemática nas Figura 3.2 a) e b).



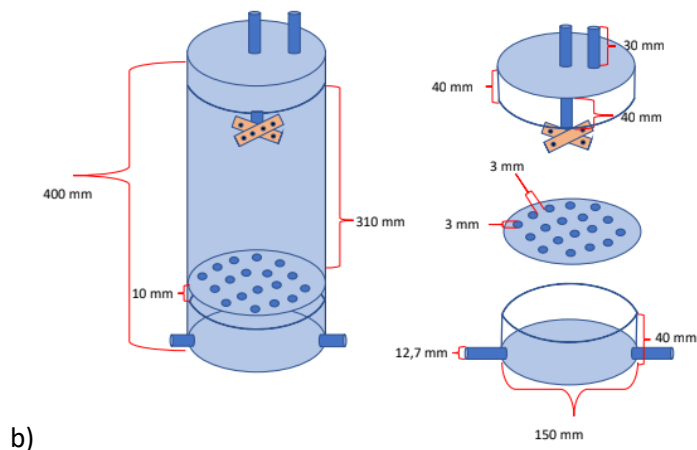


Figura 3.2. a) Sistema geral do digestor. b) Dimensões dos componentes.

Cada digestor pesa cerca de 13 kg, com um volume interno total de 7 L, representando cerca de 0,5 L o reservatório do lixiviado no fundo e o restante da coluna (6,5 L) espaço ocupado pela mistura dos resíduos e mistura de gases, Figura 3.3.



Figura 3.3. Protótipo final do digestor.

3.3. Instalação e montagem

Após a definição do modelo e construção do equipamento, foram definidos dois parâmetros a serem monitorizados numa fase inicial, a temperatura e a pressão. Estes foram testados quanto à estanqueidade, uma vez que a principal característica do ensaio é garantir uma condição de anaerobiose. Com o auxílio de um manômetro observou-se a variação da pressão interna dentro do digestor.

Capítulo 3 – Dimensionamento e montagem do Biodigestor

Assim, procedeu-se à insuflação de ar com auxílio de um compressor para dentro do digestor, mantendo-se as torneiras laterais fechadas. Observou-se a subida da pressão pelo manómetro, até 3 bar, quando a válvula de entrada foi fechada. Os digestores mantiveram a mesma pressão por 24 horas, dando-se assim como satisfatório o teste de estanqueidade.

Os três digestores foram colocados dentro de uma arca frigorífica horizontal desativada, a qual teve o papel de isolamento térmico entre o ar atmosférico e o interior aquecido da arca a 53°C. Esta temperatura foi conseguida com auxílio de um termostato e de um equipamento dotado de uma resistência e ventilador, garantindo que o material no interior também estivesse a essa temperatura.

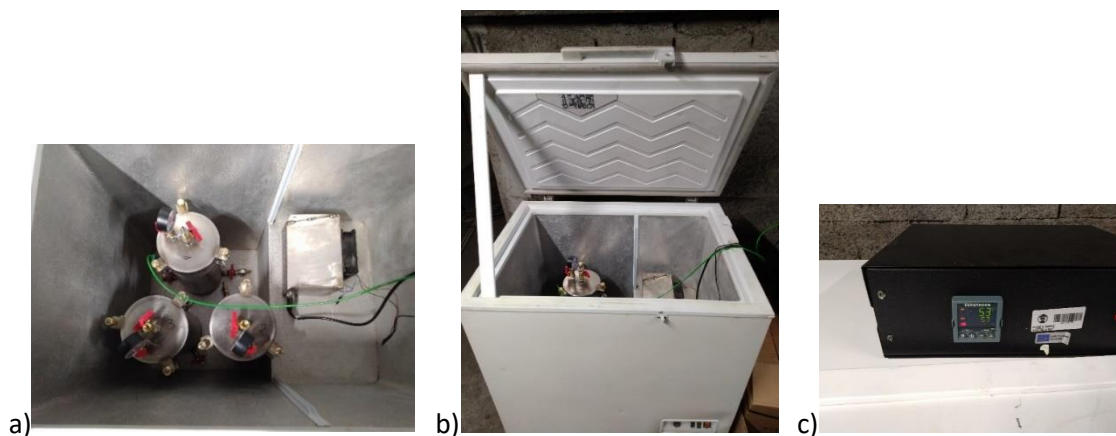


Figura 3.4. Disposição do ensaio final dos digestores: a) vista do interior da instalação; b) perspetiva exterior da instalação; c) Equipamento de controlo da temperatura

4. Aplicação dos Digestores na Valorização dos Resíduos Agroflorestais

Após a montagem dos digestores foi iniciada a caracterização e processamento dos resíduos, a condução de um pré-ensaio com um digestor e posteriormente o ensaio com os três digestores para a digestão anaeróbia por via seca dos resíduos agroflorestais.

4.1. Caracterização e Processamento dos Resíduos Agroflorestais

Os resíduos utilizados foram dois dos resíduos recebidos pela empresa Nutrofertil que é um operador licenciado para a valorização de resíduos agroflorestais. Os estrumes de animais produzidos em modo biológico (LER 020601) e biomassa vegetal (LER 200201)) oriundos de explorações agropecuárias da região foram os resíduos escolhidos (Figura 4.1 a) e b)). O estrume de equídeos proveio de explorações em Viseu e Alter do Chão, e a biomassa vegetal teve diversas fontes, como podas e limpeza urbana, sobras e aparas da exploração florestal de eucalipto, entre outros.

Devido ao tamanho elevado, a biomassa foi triturada numa destroçadora ficando com um tamanho entre 4mm a 50 mm.



Figura 4.1. Estrume de Cavalo proveniente das explorações em Viseu e Alter do Chão **(a)** Biomassa vegetal proveniente das limpezas de floresta e urbana **(b)**.

Após a caracterização inicial dos resíduos, realizou-se a padronização da granulometria com o uso de um crivo com malha de 10 mm e posteriormente foram homogeneizados com uma betoneira elétrica (Figura 4.2). Foi efetuada a caracterização físico-química inicial dos resíduos a partir da determinação do teor de humidade, matéria orgânica, carbono, azoto, pH e condutividade elétrica.



Figura 4.2. Homogeneização da mistura de resíduos.

4.2. Condições experimentais

Tal como o citado anteriormente, o desenvolvimento do trabalho envolveu diferentes etapas, um pré – ensaio com um digestor, de seguida um ensaio com os 3 digestores e por fim a maturação do digerido.

As variáveis operacionais dos ensaios (pré-ensaio e ensaio) de digestão anaeróbia foram:

Capítulo 4 – Metodologia aplicada

- a) a mistura dos resíduos resultando num material com mais de 30% de sólidos totais e C/N na gama de 25 - 30;
- b) a temperatura constante mantida aos 53°C;
- c) o tempo de retenção de 21 dias (O Decreto-Lei nº103/2015 de 15 de junho apresenta um tempo mínimo de 21 de retenção);
- d) a monitorização diária da pressão indicada pelo manómetro.

No pré-ensaio o acompanhamento do processo foi feito recorrendo à coleta do biogás a meio e no final do tempo de retenção, no ensaio propriamente dito também foi feita uma caracterização do digerido com relação ao pH, condutividade elétrica, azoto total, matéria orgânica, humidade e teor de cinzas incluindo testes de maturação, fitotoxicidade e concentração de substâncias húmicas. Para estes últimos testes foram utilizados produtos de mercado para validar as comparações e enquadrar o digerido num patamar comercial. Assim, foi adquirido um bioestimulante líquido do Grupo 7 - Outros Adubos e Produtos Especiais com registo 338/2019, o Bombardier da Kimatec Agro, e um composto orgânico do Grupo 5 – Corretivos Orgânicos registo 344/2016, o Húmus da Nutrofertil.

4.2.1. Pré-ensaio

Para determinar se o digestor poderia manter a condição interna anaeróbia e suportar a pressão dos gases formados, foi realizado um pré-ensaio com apenas um digestor, simulando as condições da experiência. Neste ensaio foi utilizada uma temperatura interna da arca de 53 °C e efetuou-se a monitorização da pressão indicada no manómetro, de forma a garantir que não se ultrapassasse 3 bar, as variações foram registadas diariamente (Figura 4.3).



Figura 4.3. Montagem do teste preliminar com o digester, sonda temperatura (cabo verde) e resistência com ventilador, dentro da arca frigorífica).

Para o teste preliminar, do pré-ensaio, realizou-se uma mistura entre resíduos com 20% de estrume de equídeos e 80% de biomassa vegetal (m/m), resultando numa relação C/N de 24, e 34% de teor de sólidos, garantindo condições mínimas para a digestão anaeróbia por via seca.

Durante os primeiros dias do teste preliminar houve pequena variação da pressão interna, indicando baixa produção de gases, sendo que apenas no início da segunda metade do ensaio se registaram 2 bar. Pelo que se realizou a primeira coleta de gás com auxílio de um saco de teflon com válvula abre/fecha (Figura 4.4).



Figura 4.4. Coleta do biogás em reservatório de teflon.

Capítulo 4 – Metodologia aplicada

A coleta foi repetida no final, ou seja, no fim do tempo de retenção de 21 dias. As amostras de biogás foram acondicionadas em bolsas isotérmicas de teflon com de 1,5 L de capacidade.

Neste pré-ensaio a monitorização do processo envolveu a análise ao meio e ao final do biogás, e a avaliação final do digerido.

4.2.2. Ensaio com os três digestores

Com os resultados obtidos no pré-ensaio, foi iniciado o trabalho com os três digestores em conjunto, seguindo as mesmas condições experimentais. O ensaio teve início em 30 de abril sendo finalizado no dia 21 de maio de 2021, totalizando 21 dias. A mistura realizada dos resíduos apresentou uma relação C/N de 30,5 e 30,5% de teor de sólidos, sendo que em cada digestor foi adicionado 3,6 kg de mistura fresca, com 32% de estrume e 68% de biomassa.

Foram feitos diariamente registos dos valores dos manómetros instalados, visando acompanhar a evolução do processo e evitar que ocorresse excesso de pressão aliviando-se a pressão com abertura da válvula de coleta de biogás, sempre que se atingisse 3 bar.

Tal como no pré-ensaio, a coleta do biogás foi realizada ao meio (aos 11 dias) e ao final do ensaio (aos 21 dias) e, mas nesta fase foi utilizada uma bolsa de teflon com válvula, possibilitando a manutenção da estanqueidade do reator e evitando o contacto da amostra coletada com o ar atmosférico.

Neste ensaio a monitorização do processo envolveu para além da análise do biogás ao meio e ao final do ensaio, também a avaliação final do digerido e do lixiviado.

4.2.3. Maturação do Digerido

No final do ensaio efetuado com os três digestores, o digerido, cerca de 3 kg foi mantido dentro dos digestores. Porém, com a tampa aberta possibilitando o contacto do material com o ar atmosférico e à temperatura ambiente (25°C), por 30 dias como tempo de maturação. Este sofreu revolvimentos periódicos, no total de 4.

Após os 30 dias foi recolhida uma amostra para caracterização, esta foi definida como digerido após maturação.

4.3. Monitorização do Processo

O biogás coletado (a meio e no fim do processo) foi analisado no laboratório da ESAV (Escola Superior Agrária de Viseu) para uma análise quantitativa, indicando as concentrações das seguintes substâncias:

- a) metano (CH₄)
- b) dióxido de carbono (CO₂)
- c) amoníaco (NH₃)
- d) óxido nitroso (N₂O)
- e) vapor de água (H₂O)

O equipamento utilizado para a medição das concentrações foi o *Photoacoustic multigas monitor* (INNOVA 1412i-5, Lumasense Technologies, Ballerup, Denmark).

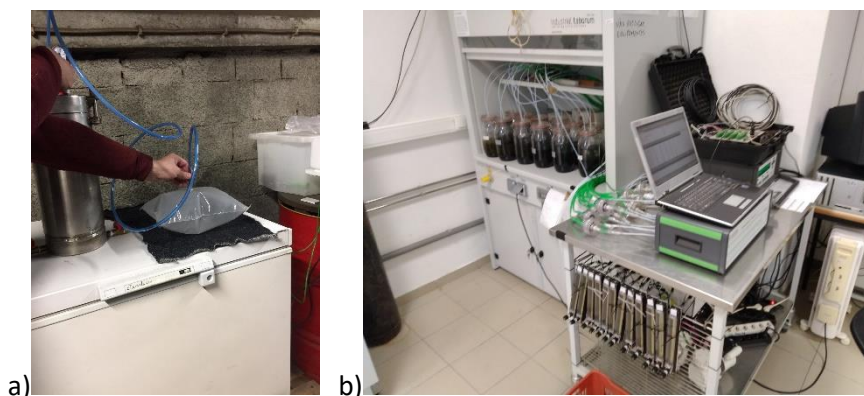


Figura 4.5. a) Coleta e b) Equipamento de Análises de biogás.

A estimativa da produção de biogás foi efetuada a partir da equação dos gases perfeitos, equação (1).

$$PV=nRT \quad (1)$$

onde P-pressão (kPa), V-volume do digestor (m³), n-quantidade química (mol), R- constante dos gases perfeitos, T- temperatura (°C).

Uma vez que o fator de compressibilidade do biogás é próximo de 1 demonstra que é possível utilizar a equação dos gases perfeitos para o dimensionamento da produção de biogás (Zank *et al.*, 2020).

Capítulo 4 – Metodologia aplicada

A avaliação do digerido e lixiviado foi efetuada após o tempo de retenção de 21 dias. A amostragem envolveu a recolha de cerca de 500 gr de digerido de cada reator e o total do lixiviado armazenado em frigorífico a 4°C.

Para avaliar as características do digerido, foram realizados testes indicados na legislação vigente (Decreto-Lei nº 103/2015, de 15 de junho). Para além das caracterizações físico-químicas, os testes foram de fitotoxicidade, de Sementes e propágulos de infestantes, o Grau de maturação (teste de autoaquecimento) e a quantificação dos compostos húmicos. O lixiviado foi caracterizado em termos de pH e Condutividade Elétrica e fitotoxicidade.

Seguidamente descrevem-se as técnicas analíticas utilizadas no presente trabalho.

4.3.1. Técnicas Analíticas

A caracterização físico-química dos resíduos, digeridos e lixiviados foram realizadas de acordo com as normas definidas no Decreto-Lei n.º 103/2015 de 15 de junho.

Os resíduos foram avaliados quanto à humidade, matéria orgânica e cinzas, condutividade elétrica, pH e azoto total Kjeldahl. Para o digerido foram realizados ensaios para a caracterização da humidade, matéria orgânica e cinzas, condutividade elétrica, pH, azoto total Kjeldahl, teste do grau de maturação, teste de germinação, teste de plantas infestantes e quantificação de substâncias húmicas do digerido. O lixiviado foi avaliado em termos de condutividade elétrica, pH e teste de germinação.

4.3.1.1. Humidade

O teor de humidade indica a quantidade de água presente numa determinada quantidade de amostra. Adaptado da Norma EN 13040:2008, pesaram-se cerca de 50,0 g de amostra húmida com auxílio de uma balança analítica. Seguidamente, a amostra foi colocada numa estufa à temperatura de $103 \pm 5^\circ\text{C}$, durante aproximadamente 24 horas. No final, arrefeceu-se a amostra num exsiccador e pesou-se a amostra até se obter massa constante. O cálculo do teor de humidade foi efetuado a partir da equação (2).

$$H(\%) = \frac{(M_{\text{inicial}} - M_{\text{final}})}{M_{\text{inicial}}} \times 100 \quad (2)$$

Capítulo 4 – Metodologia aplicada

onde $m_{inicial}$ - massa inicial do resíduo (g) e m_{final} - massa do resíduo (g) após secagem (105 °C)

4.3.1.2. Matéria Orgânica /Cinzas

O teor de matéria orgânica e cinzas foi efetuado de adaptado da norma EN 13039. Neste ensaio pesou-se cerca de 5 g de amostra, previamente seca durante 4 horas a 103-105 °C, arrefeceu-se o conjunto em exsiccador e repetiu até massa constante, registando a massa. Seguidamente, a amostra foi colocada numa mufla apresentando uma rampa de aquecimento de 450°C±10°C durante 1 h, um patamar de 6 h a 450°C, seguindo-se o arrefecimento inicialmente ao ar e depois no exsiccador. O ciclo foi repetido até obter massa constante. O cálculo do teor de matéria orgânica (MO), de cinzas e Carbono Orgânico foi efetuado a partir das equações 3, 4 e 5 respetivamente.

$$MO(\%) = \frac{(m_1 - m_2)}{(m_1 - m_0)} \times 100 \quad (3)$$

$$cinzas(\%) = \frac{(m_2 - m_0)}{(m_1 - m_0)} \times 100 \quad (4)$$

$$C(\%) = MO / 1,8 \quad (5)$$

onde m_0 – massa da cápsula (g); m_1 - massa da cápsula com o resíduo (g) após secagem (105 °C); m_2 - massa da cápsula com o resíduo (g) após calcinação (450 °C); MO-matéria orgânica.

(5) O fator de multiplicação de 1,8 da equação 5 foi utilizado por Jimenez e Garcia em 1992 para relacionar a percentagem de carbono e matéria orgânica.

4.3.1.3. Condutividade Elétrica /pH

As determinações da condutividade elétrica (CE) e do pH foram feitas de acordo com as normas EN 13038 e EN 13037, respetivamente. O extrato aquoso preparado com 10 g de amostra em 50 mL de água destilada, após 1 h de contacto. Parâmetros com pH e Condutividade elétrica foram lidos pelo equipamento marca Hanna, Figura 4.6.



Figura 5.6. Amostras para determinação da condutividade e pH.

4.3.1.4. Azoto Total Kjeldahl

O Azoto Total foi determinado de acordo com método de Kjeldahl adaptado na norma EN 13654-1:2001. Resumidamente, o teor de azoto na amostra é determinado usando o método baseado na digestão com o ácido sulfúrico/sulfato de potássio e onde o sulfato de cobre é usado como catalisador (Figura 4.7). Após a digestão, a amostra é destilada e de seguida titulada.



Figura 6.7. Digestão das amostras em ácido.

4.3.1.5. Teste do grau de maturação

A capacidade de Auto aquecimento dos compostos possibilita uma avaliação sobre o grau de maturação dos mesmos. A metodologia usada foi baseada em Iannotti *et al* (1994). As amostras dos três digestores foram inseridas em três frascos de Dewar, com a humidade ajustada a 35%. Em cada foi colocado um termómetro de forma a atingir o terço inferior do contentor. Os contentores deixados à temperatura ambiente (22 °C) e ao 10º dia o teste foi terminado e verificado os registos dos termómetros. A avaliação é feita perante os máximos de temperatura atingidos, de acordo com a Tabela 4.1.

Tabela 3.1. Classificação quanto ao grau de maturação de compostos. Adaptado de Iannotti et al (1994).

T (°C)	Classe de estabilidade	Denominação
20-30	V	Composto maturado
30-40	IV	Composto maturado
40-50	III	Composto fresco
50-60	II	Composto fresco
>60	I	Composto fresco



Figura 7.8. Amostras em Vasos Dewar.

4.3.1.6. Teste de Germinação

O teste de germinação avalia a fitotoxicidade do composto, indicando se o material ao final do processo de tratamento estará apto a ser utilizado com substrato para plantas. Este teste de Germinação foi adaptado da metodologia proposta in Zucconi *et al* (1981), com resultados expressos em percentagem do Índice de Germinação.

O procedimento consistiu em obter um extrato, pesando o correspondente a 10,0 g de amostra em massa seca e juntar 100 mL de água esterilizada (autoclave), agitou-se durante 1 h. No caso da amostra de lixiviado, este foi diluído 10x com água destilada estéril. Pipetou 3 mL de extrato e do lixiviado em placas de 90 mm de diâmetro com 15 sementes de agrião (*Lepidium sativum*) num papel de filtro. Foram utilizadas 7 placas para cada repetição, incubadas (incubadora ISCO FTD-250 à temperatura ambiente (~27 °C) por 72 h. O controlo foi efetuado com água destilada (Figura 4.9). Após a incubação, foram contados o número de sementes germinadas e medido o comprimento total de cada semente germinada. O índice de germinação (IG) é determinado a partir da equação 6.

$$IG(\%) = \frac{(MNSG_a - MCR_a)}{(MNSG_c - MCR_c)} \times 100 \quad (6)$$

Onde: MNSG representa média do nº de sementes germinadas, MCR o comprimento médio das plantas; e os índices a e c representam a amostra e o controle, respectivamente.

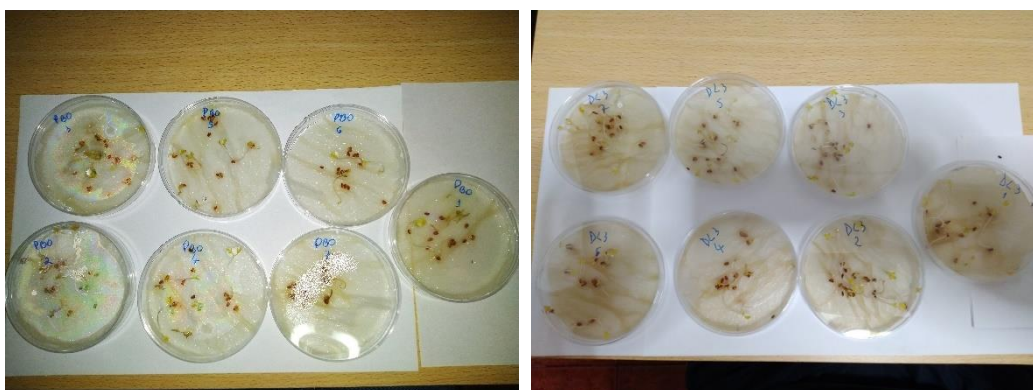


Figura 8.9. Condução do teste de germinação.

4.3.1.7. Teste de plantas infestantes

O teste de plantas infestantes foi adaptado de CEN/TC BT TF 151, com resultados expressos em número de sementes por litro de amostra. O material digerido após maturação dos 3 digestores foi misturado e adicionado turfa natural numa proporção de 2:1 (Turfa: Digerido) e distribuídos em 6 tabuleiros de germinação contendo 3 L de amostra por vasilhame (Figuras 4.10 e 4.11). Em três tabuleiros (A1, A2, A3) foram semeadas 45 sementes de agrião (*Lepidium sativum*) nos restantes (B1, B2, B3) não foi semeado. Portanto, foram realizadas 3 réplicas de cada. A humidade foi regulada diariamente com aplicação de água com o auxílio de um borrifador. Após 21 dias de ensaio foram contabilizadas as sementes germinadas. Para plantas infestantes, o resultado é expresso em número de sementes germinadas/L de material. O ensaio é validado quando pelo menos 80% das sementes de agrião germinam.



Figura 4.10. Mistura do digerido maturado com turfa.



Figura 9.11. Condução do teste de plantas infestantes.

4.3.1.8. Quantificação de substâncias húmicas do digerido

A metodologia usada para quantificação das substâncias húmicas (SH) do digerido foi por colorimetria. As amostras foram submetidas a uma extração alcalina (NaOH 0,1 N e $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ 0,1 N), a partir da qual se obtém o extrato húmico total. Posteriormente, os ácidos húmicos são precipitados a pH 1. O conteúdo em compostos húmicos, ácidos húmicos e ácidos fúlvicos é o corresponde ao conteúdo em carbono nos vários extratos. A quantificação da matéria orgânica faz-se por oxidação em dicromato de sódio ($\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$), em meio ácido, seguida de leitura da absorvância a 590 nm. A reta de calibração foi construída com glicose variando a concentração de 0,01 a 1g/L, cuja equação reta é $y=0,3135x+0,0076$, ($r^2=0,9998$). Os resultados são expressos em percentagem.

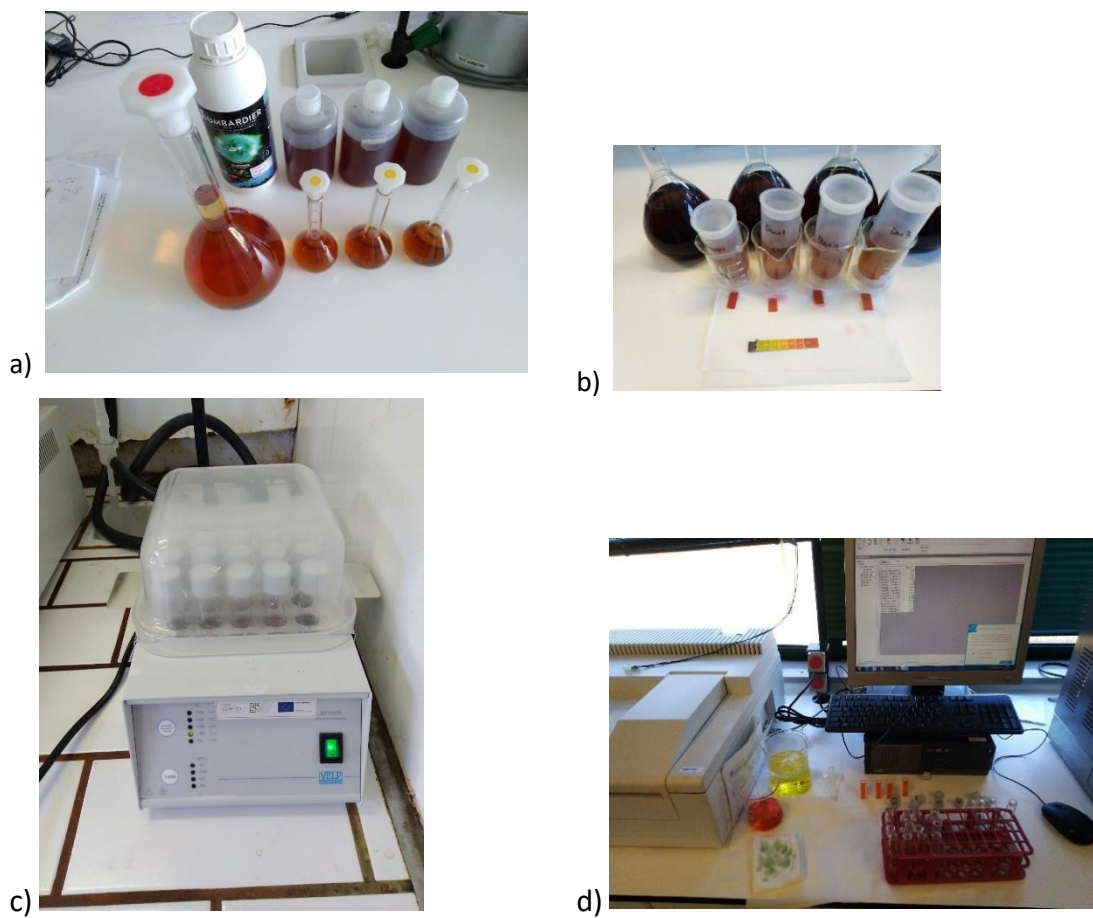


Figura 4.12. a) Amostras após extração com NaOH e $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$. b) Fracionamento dos ácidos Fúlvicos e ácidos húmicos. c) Digestão em CQO. d) Quantificação em espectrofotometria UV a 590 nm.

5. Resultados e Discussão

Os resultados obtidos no pré-ensaio com as coletas de biogás e com a caracterização do digerido permitiram validar o teste e aprimorar as condições para a realização do ensaio com os três digestores. Após a condução do ensaio nos três digestores foi possível obter resultados e avaliá-los de acordo com a premissa da tese, ou seja, medir a potencial produção de biogás e bioestimulante para plantas como produtos do tratamento anaeróbico a seco de resíduos orgânicos.

Assim, para além da caracterização inicial dos resíduos, os resultados serão divididos mediante os dois produtos obtidos, o biogás e o digerido. Dessa forma, é possível distinguir os processos e esclarecer o potencial em cada um.

5.1. Caracterização físico-química dos Resíduos

Numa fase inicial do presente trabalho foi efetuada a caracterização físico-química dos resíduos usados no sentido de se efetuar uma mistura de modo a promover uma relação C/N dentro do intervalo ideal para a valorização orgânica. Na tabela 5.1 pode-se observar as diferenças de características físico-químicas entre os resíduos.

Tabela 5.1. – Caracterizações físico-química dos resíduos a serem testados.

Resíduos	Humid (%)	MO (%)	C (%)	N (%)	pH	CE (mS/cm)
ECB	68,6 ±1,54	80,1 ±1,54	44,5 ±1,54	4,55 ±1,54	7,79 ±0,076	12,3 ±0,439
Biomassa	68,0 ±1,54	73,4 ±4,65	40,8 ±4,65	0,969 ±1,54	6,65 ±0,076	0,69 ±1,54

ECB - Estrume de cavalo de produção biológica; **Humid.**- Humidade; **MO** - Matéria Orgânica; **CE** - Condutividade Elétrica; **C** - Carbono

A principal diferença entre os dois resíduos é ao nível do teor em azoto e CE, evidenciando o potencial nutritivo em azoto e elevada concentração salina do estrume.

5.2. Produção de biogás

Os resultados obtidos na avaliação qualitativa dos gases ao meio e ao final do tempo de retenção tanto no pré-ensaio e no ensaio (médias dos três digestores) podem ser observados na tabela 5.2

Tabela 5.2. Evolução das percentagens das espécies químicas no biogás ao longo dos ensaios.

Espécies químicas (%)	Pré-ensaio		Ensaio	
	Meio	Final	Meio	Final
NH ₃	0,110	0,180	0,099	0,103
N ₂ O	0,0200	0,0200	0,018	0,016
CO ₂	46,6	51,2	44,79 ±0,02	47,06 ±0,01
CH ₄	47,4	41,8	46,71 ±0,01	42,92 ±0,02
H ₂ O	5,87	6,81	8,38 ±0,02	9,89 ±0,02

A análise da Tabela 5.2 permite constatar que os valores de CH₄ foram menores que os valores indicados por Matheri et al. (2018) com 50-70%, e para CO₂ as concentrações encontradas ficaram acima do intervalo de 30-45%, com exceção do ensaio intermédio. Ocorreu um aumento das concentrações dos gases da primeira coleta para a segunda, tanto no pré-ensaio como no ensaio, exceto no caso do metano, podendo indicar a morte da população metanogénica por entrada de ar. As percentagens de CH₄ deste trabalho estão dentro do intervalo de resultados encontrados em Rodrigues (2005), no

qual em misturas entre FORSU (Fração Orgânica de Resíduos Urbanos), Lamas Agrícolas e Lamas Industriais, numa gama termófila, houve variações de 38 a 96% de CH₄ considerando diferentes tempos de retenção.

A qualidade do biogás pode ser medida pela percentagem de metano presente na mistura, portanto a descida deste não é benéfica para o poder calorífico do biogás produzido, conforme o demonstrado por Okamura (2013). Resultados efetuados com uma amostra com 46% de CH₄ permitiram obter cerca de metade do poder calorífico de uma amostra com 67% de CH₄ coletadas em aterro sanitário.

A diminuição da quantidade produzida de metano é concordante com a diminuição da pressão observada nas leituras dos manómetros, o que pode indicar a diminuição da atividade microbiana metanogénica. Na Figura 5.1 apresentam-se os resultados líquidos diários de diferença de pressão interna de cada digester.

Ao longo do ensaio foram registados diariamente os valores da pressão gerados dentro de cada digester indicados no manómetro, conforme a figura 5.1. Utilizando a equação dos gases perfeitos (1) conforme descrito em Zank *et al.* (2020), considerando o volume constante de 2,65 L de ocupação do biogás no digester e a temperatura de 53 °C, obteve-se uma quantidade de 0,860 mol de biogás ao final do ensaio, correspondendo a um volume 0,02m³.

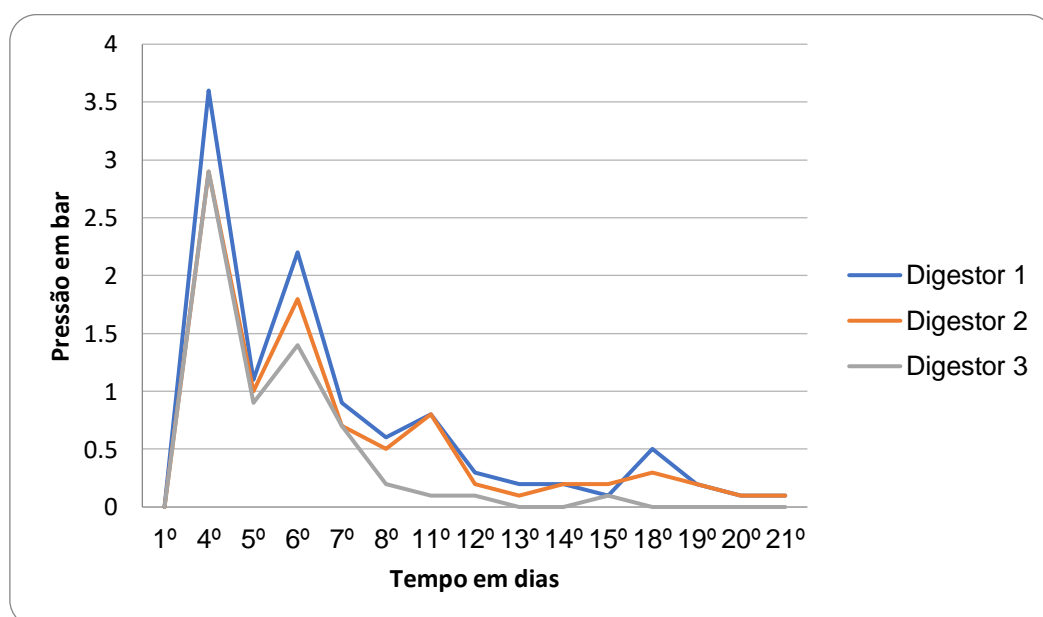


Figura 5.1. Representação gráfica das leituras de pressão nos digestores.

A diminuição da pressão e consequente produção de biogás observada, após o 3º dia, pode ser explicada pela não recirculação do lixiviado e consequente não reintrodução de microrganismos presentes na fase líquida do digerido, sendo esta recirculação um fator importante destacado por Rocamora *et al.* (2020). De acordo com Qian *et al.* (2017), a recirculação do lixiviado promove mais microrganismos no digerido e o aumento da humidade melhora as condições para o crescimento dos mesmos, além de propiciar uma distribuição homogênea dos microrganismos pela coluna do digestor garantido maior contato com a matéria orgânica.

Assim como observado em Zank *et al.* (2020), partindo da equação dos gases perfeitos já descrita, considerou-se que para cada valor de pressão em bar gerado dentro do digestor equivaleu a uma quantidade de moles de biogás. Dessa forma, sabendo a concentração de cada espécie química presente no biogás, e conhecendo suas características, foi possível estimar o volume gerado ao longo do processo, bem com o volume de metano. Corroborando, com o determinado anteriormente, a média da pressão interna acumulada dos três digestores foi de 8,8 bar \pm 2,26, o que representou um total de 0,86 moles de biogás o que correspondeu a um total de 0,02 m³ de biogás produzido. Na tabela 5.3 são dados os valores de biogás e metano em relação à tonelada de massa fresca (MF) da mistura e massa seca (MS).

Tabela 5.3. Produção de biogás e metano (m³/t MF e m³/t MS de digerido).

Gás	m ³ /t MF	m ³ /t MS
Biogás	1,90	6,04
Metano	0,858	2,73

A análise da Tabela 5.3 permitiu concluir que, no final do tempo de retenção, os volumes de biogás e metano produzidos foram inferiores aos encontrado em trabalhos semelhantes como em André *et al.* (2019) e Chiumenti *et al.* (2017). De acordo com o referido anteriormente, a não recirculação do lixiviado pode ter tido um impacto na produção por não permitir a reentrada de inóculos no digerido e a enriquecendo a sua microbiota. Outra explicação para redução de metano pode ser a entrada de ar aquando da coleta do biogás, uma vez que a percentagem de CO₂ aumentou em ambas situações,

conforme observado na tabela 5.2, o que é indicativo da atividade microbiana, no entanto o processo pode estar em fase de transição para a aerobiose.

Estes resultados indicam que será necessário realizar mais testes para despiste das causas de diminuição da produção do biogás, nomeadamente pela introdução da recirculação.

5.3. Caracterização Físico-química do digerido

Após o pré-ensaio, o digerido apresentou uma humidade de 64,1%, Matéria Orgânica de 58,8% uma percentagem de Carbono de 35,6%, 1,53% de azoto, e uma relação C/N de 23,2.

A caracterização do digerido demonstra a evolução do processo da digestão anaeróbia durante os 21 dias de retenção, o que pode ser observado na tabela 5.4.

Tabela 5.4. Evolução dos parâmetros físico-químicos durante o ensaio e após a maturação.

Parâmetro	Mistura Inicial	Digerido	Digerido Após Maturação
Humidade (%)	69,53 ($\pm 0,88$)	66,85 ($\pm 0,59$)	66,63 ($\pm 0,75$)
Sólidos Totais (%)	30,47 ($\pm 0,88$)	33,7 ($\pm 0,59$)	33,37 ($\pm 0,75$)
MO (%)	73,50 ($\pm 0,76$)	72,15 ($\pm 0,43$)	70,56 ($\pm 1,80$)
Carbono (%)	40,83 ($\pm 0,42$)	40,09 ($\pm 0,24$)	39,2 ($\pm 1,00$)
Azoto (%)	1,34 ($\pm 0,11$)	1,72 ($\pm 0,100$)	1,62 ($\pm 0,05$)
C/N	30,51 ($\pm 2,87$)	23,31 ($\pm 1,43$)	24,19 ($\pm 1,05$)
pH	8,24 ($\pm 0,03$)	8,55 ($\pm 0,04$)	7,89 ($\pm 0,05$)
CE (mS/cm)	1,94 ($\pm 0,05$)	1,98 ($\pm 0,11$)	1,58 ($\pm 0,87$)

MO= Matéria Orgânica; CE=Condutividade Elétrica.

A análise da Tabela 5.3 permitiu concluir que houve degradação da matéria orgânica, indicado pela relação C/N, que neste ensaio iniciou-se com 30,5 e finalizou-se com 23,3. O que comprova a tendência para a conservação do azoto no processo de digestão anaeróbia, que de acordo com Matheri *et al*, (2018), uma relação C/N muito alta pode levar ao consumo acelerado de azoto. No entanto, após a maturação o valor da relação manteve-se semelhante. Belo (2011), encontrou uma relação C/N de 24,9 para um

digerido oriundo de mistura de cascas de batata, aparas de relva e palha de trigo, com um tempo de retenção de 20 dias em reatores anaeróbios adicionado 65 a 111 dias em maturação.

Relativamente, ao valor do pH entre a mistura inicial, Digerido e Digerido Maturado verificou-se que este apresenta valores de 8,24, 8,55 e 7,89 respetivamente. Porém, estudos efetuados por Chiumenti et al. (2017) com resíduos agrícolas e estrume bovino, mostraram que a mistura de entrada apresentou pH próximo ao neutro (7,84) e o digerido com pH alcalino (9,07). No presente trabalho houve uma ligeira subida do teor em matéria seca, esta situação poderá ser justificada pela reduzida perda de MO e por outro lado pela separação do lixiviado, o que promoveu a concentração da fração sólida no digerido.

A redução da condutibilidade elétrica também pode ser considerada um indicativo da estabilidade do material e da sua segurança para futuro uso como corretivo orgânico para plantas, sendo que houve uma redução de 19% deste parâmetro em relação ao material inicial e o digerido maturado. Matos (2016), observou uma redução de 11% da condutividade elétrica após o processo de digestão anaeróbica de dejetos suínos.

De modo geral, os 30 dias de compostagem não foram suficientes para mudanças significativas nos parâmetros analisados. Tendo ocorrido uma ligeira diminuição do teor de matéria orgânica, pH e CE, levantando a hipótese de que tanto o processo de digestão deve ser revisto com por exemplo a introdução da recirculação do lixiviado quanto mais tempo de maturação possa ser aplicado ao digerido.

5.4. Índice de Germinação

O índice de germinação (IG) pode demonstrar a segurança na utilização do material como um substrato para plantas. O resultado obtido relativamente ao IG é dado na Tabela 5.5.

Tabela 5.5. Resultados obtidos para o Índice de Germinação com os produtos da DAS e produtos comerciais.

Amostra	IG (%)	pH	CE (mS/cm)
Produto Líquido Bombardier	37,0	6,34	1,77
Produto Húmus Nutrofertil	94,0	7,51	1,90
Lixiviado (diluído 10x)	96,0	7,84	1,82
Digerido	44,0	8,38	1,98
Digerido após maturação	114	7,89	1,58

A análise da Tabela 5.5 permite concluir que o melhor resultado obteve-se para o digerido maturado. Permite também concluir que quanto maior a CE menor o IG, à exceção do Produto Líquido Bombardier. Esta variação pode indicar uma relação de maturidade do material com o sua fitotoxicidade/salinidade. Segundo Guo et al. (2012), o aumento no valor do IG indica a transformação de compostos tóxicos como amónia, compostos fenólicos, etc., em compostos mais estáveis.

O Decreto-Lei nº 103/2015 de 15 de junho utiliza como referencial para avaliar este parâmetro o trabalho realizado por Zucconi *et al.* (1983) em que valores acima de 80% são considerados compostos livres de fitotoxicidade. Assim tanto o Digerido após maturação (114% IG), o lixiviado diluído (96% IG) e o Produto Húmus Nutrofertil (94% IG) seriam considerados seguros. Por outro lado, o Digerido (44% IG) e o Produto Líquido Bombardier (37% IG) se apresentaram como tóxicos.

O valor de IG alcançado pelo Digerido após Maturação demonstra que é possível esperar um ganho de qualidade/produtividade com o uso em plantas, no caso em agrião, dado que para além da segurança quanto ao uso, houve um aumento no desenvolvimento das plântulas. Belo (2011), demonstrou que em extrato de digerido oriundo de mistura de cascas de bata, aparas de relva e palha de trigo apresentou um IG de 89,2% aos 65º dias de compostagem.

5.5. Grau de maturação

Após 10 dias em frascos Dewar, o material apresentou uma temperatura média máxima de 26,4 °C, indicando para o digerido após maturação Grau V de maturação. Este

resultado demonstra que o tratamento utilizado DAS e um período de maturação de 30 dias foi suficiente para estabilizar o digerido e transformá-lo em um composto orgânico.

Este resultado, está de acordo com o preconizado no Decreto-Lei nº 103/2015 de 15 de junho que considera temperaturas atingidas no teste de autoaquecimento em vasos de Dewar menores de 40 °C como grau de maturação IV e V na categoria da matéria fertilizante em “Maturado”.

5.6. Teste Plantas Infestantes

Os resultados obtidos para os testes de plantas infestantes encontram-se na Tabela 5.6.

Tabela 5.6. Teste Plantas Infestantes.

Tabuleiro	Sementes de Agrião germinadas (%)
A1	91
A2	80
A3	93
B1	0
B2	0
B3	0

A análise da Tabela 5.6 permitiu concluir que nenhuma semente de infestante viável foi detetada nas repetições (B1 a B3), uma vez não houve germinação durante os 21 dias, exceto o crescimento do agrião semeado nos tabuleiros A1 a A3. Este resultado demonstra que o tratamento utilizado no estudo foi suficiente para inativar as sementes de infestantes que poderiam estar contidas nos resíduos. O teste foi validado uma vez que mais de 80% das sementes de agrião germinaram nas repetições avaliadas.

5.7. Quantificação de Substâncias Húmicas

A presença de substâncias húmicas pode indicar a qualidade e maturação do composto orgânico. Os resultados obtidos relativamente às substâncias húmicas são dados na Tabela 5.7.

Tabela 5.7. Quantificação das Substâncias Húmicas.

Amostra	Extrato Húmico	Ácidos Fúlvicos	Ácidos Húmicos
Digerido	3,32 ±0,38	1,05 ±0,350	2,27 ±0,730
Digerido após Maturação	13,3 ±0,250	5,77 ±0,200	7,51 ±0,430
Produto Líquido Bombardier	26,1	*	*
Produto Húmus Nutrofertil	14,8	6,05	8,78

* Parâmetro não avaliado.

A presença de substâncias húmicas indica a qualidade e maturação do composto orgânico. O Produto Líquido Bombardier foi utilizado como referência deste teste, uma vez que apresenta em seu registo 29% de Extrato Húmico e o resultado do ensaio obteve 26,1%, validando o método.

De acordo com os dados obtidos, verifica-se que o digerido sofreu maturação durante os 30 dias de compostagem, pois houve um aumento de 4 vezes na sua concentração de substâncias húmicas, podendo ser comparado com o Corretivo Orgânico Húmus da empresa Nutrofertil. O aumento do teor de SH observado pode explicar o elevado IG obtido após a maturação do digerido, uma vez que as SH têm propriedades bioestimulantes.

Contudo, segundo a legislação em vigor ainda não seria possível registar o produto como um produto pertencente ao “Grupo 7. Outros adubos e produtos especiais, nº 3 Ácidos Húmicos” dado que nesta categoria os teores mínimos de ácidos húmicos em 7% e não de 15% (valor obtido pela soma ácidos húmicos e fúlvicos). Resultados semelhantes foram obtidos por Wang *et al.* (2021) utilizando uma mistura de estrume de aves com palhada de milho numa DAH em que o tempo de retenção em digestor anaeróbico de 16 e 40 dias, apresentaram valores de ácidos húmicos de 20 % e 40 %. Serra *et al.* (2014), encontrou 22,40% de extrato húmico extraídas de composto obtido por restos de alimentos. Slepetiene *et al.* (2020), encontrou para resíduos agrícolas 10,2% de ácidos

Capítulo 5 – Resultados e discussão

húmicos em digerido sólido, porém este com apenas 20 % de matéria orgânica e 10 % de carbono orgânico, podendo indicar que as percentagens destes fatores estão ligadas à percentagem de ácidos húmicos, quando o digerido se encontra maturado. Por outro lado, o comportamento observado neste trabalho com a relação de 70,56%, de 39,2% e de 7,51% para a matéria orgânica, carbono orgânico e ácidos húmicos, respetivamente, pode indicar que o composto ainda necessita de mais tempo de maturação para que uma maior percentagem da matéria orgânica possa ser humificada.

6. Conclusão e Considerações Finais

Atualmente encontra-se uma elevada diversidade de soluções e tecnologias que visam valorizar os resíduos e potencializar os produtos do processo. Conforme observado neste trabalho, o sistema DAS pode ser considerado como uma alternativa para enfrentar o desafio de valorizar os resíduos orgânicos testados em regiões com pouca área disponível para instalação dum sistema de tratamento. Porém, mais ensaios objetivando maximizar a produção de biogás precisam ser realizados. Os resultados obtidos permitiram concluir:

1. Quanto à segurança do digerido para uso como composto orgânico, foi demonstrado que após o período de maturação o digerido apresentou boas características agronômicas com um IG de 114% e o grau V de maturação. No teste de plantas infestantes concluiu-se que o digerido estava livre de sementes invasoras.
2. Os bioestimulantes são substâncias complexas e diversas, derivadas dos produtos resultantes da degradação da matéria orgânica como ocorre no processo de DAS, os quais se inserem num universo competitivo da agricultura moderna e traz avanços para a produção segura e sustentável de alimentos. O ensaio mostrou que a DAS é uma via para obtenção de produtos ricos em extratos húmicos, destacando que o período de maturação quadruplicou a concentração dessas substâncias no produto final.

Capítulo 6 – Conclusão e Considerações Finais

O incentivo à investigação e desenvolvimento de tecnologias que objetivam valorizar resíduos vem de encontro à necessidade constante de aprimoramento das técnicas de tratamento de resíduos e de produção sustentável de alimentos e energia.

O presente trabalho aponta que é necessário realizar novos testes com diferentes condições experimentais da DAS como por exemplo outras faixas de temperatura bem como tempos diferentes de retenção no digestor. Outros resíduos orgânicos comuns na região como camas/estrumes de aves, engaço de uva, restos alimentares, entre outros também devem ser avaliados. Testes de crescimento em vaso com o digerido e aplicação dos extratos húmicos devem ser realizados visando a formulação de bioestimulantes.

De um modo geral, o trabalho aponta que com o aprimoramento da metodologia empregada, será possível valorizar os resíduos utilizados e propiciar a geração de riqueza com os produtos obtidos.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Agência Portuguesa do Ambiente. Setembro 2020. PERNU 2030 - Plano Estratégico para os Resíduos Não Urbanos.
- André, L., Pauss, A., & Ribeiro, T. (2017). Solid anaerobic digestion: state-of-art, scientific and technological hurdles, *Bioresource Technology*. Volume 247, pages 1027-1037. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.biortech.2017.09.003>
- André, L., Zdanevitch, I., Pineau, C., Lencauchez, J., Damiano, A., Pauss, A., Ribeiro, T. (2019). Dry anaerobic co-digestion of roadside grass and cattle manure at a 60 L batch pilot scale, *Bioresource Technology*, Volume 289, page 127-137, ISSN 0960-8524, <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2019.121737>.
- Belo, S. R. S. (2011). Avaliação de fitotoxicidade através de *Lepidium sativum* no âmbito de processos de compostagem. Dissertação de Mestrado. Universidade de Coimbra.
- CEN/TC BT TF 151. (2007). A method to assess viable weed seeds and plant propagules in soils, sludges and treated biowastes. European Standard.
- Chen, Y., Hu, W., Yongzhong, F., Sweeney, S. (2014). Status and prospects of rural biogas development in China. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*. Volume 39, pages 679-685. 10.1016/j.rser.2014.07.119.
- Chiumenti, A., da Borso, F., Limina, S. (2017). Dry anaerobic digestion of cow manure and agricultural products in a full-scale plant: Efficiency and comparison with wet fermentation. *Waste Management* Volume 71, pages 704–710. <http://dx.doi.org/10.1016/j.wasman.2017.03.046>.
- Decreto-Lei n.º 102-D/2020. Diário da República n.º 239/2020, 1º Suplemento, Série I de 2020-12-10. Presidência do Conselho de Ministros. Lisboa.
- Decreto-Lei n.º 103/2015 de 15 de junho. Diário da República n.º 114/2015, Série I de 2015-06-15, páginas 3756 - 3788. Ministério da Economia. Lisboa.
- Di Maria, F., Barratta, M., Bianconi, F., Placidi, P., Passeri, D. (2017). Solid anaerobic digestion batch with liquid digestate recirculation and wet anaerobic digestion of organic waste: comparison of system performances and identification of microbial guilds. *Waste Management*, Volume 59, pages 172–180. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2016.10.039>.
- du Jardin P. (2015). Plant biostimulants: Definition, concept, main categories and regulation. *Scientia Horticulturae* Volume 196, pages 3–14. 10.1016/j.scienta.2015.09.021
- ECN. 2019 april 23. Status Report on European Bio-Waste Management 2019. EUROPEAN COMPOST NETWORK e. V.
- Fernández-Rodríguez, J., Pérez, M., Romero, L.I. (2013). Comparison of mesophilic and thermophilic dry anaerobic digestion of OFMSW: kinetic analysis. *Chemical Engineering Journal*. Volume 232, pages 59-64. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2013.07.066>.
- Fu, Y., Tao, L., Mei, Z., Li, J., Qiu, K., Ge, Y. (2018). Dry Anaerobic Digestion Technologies for Agricultural Straw and Acceptability in China. *Sustainability*. Volume 10, page 45-58. 10.3390/su10124588.
- Gómez Palacios J.M., Ruiz de Apodaca A., Rebollo C., Azcárate J. (2002) European policy on biodegradable waste: a management perspective, *Water Science and Technology*, Volume 46, pages 311-318.

Referências Bibliográficas

- Guo, R., Li, G., Jiang, T., Schuchardt, F., Chen, T., Zhao, Y., & Shen, Y. (2012). Effect of aeration rate, C/N ratio and moisture content on the stability and maturity of compost. *Bioresource Technology*, Volume 112, pages 171–178.
- Han, Y., Hao, Y.J., Zhang, L., Zhang, Z.K., Li, A.M. (2015). Anaerobic leaching-bed reactor treating food waste for organic acid production: effect of bulking agent. *Appl. Mech. Mater.* <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/amm.768.289>.
- Iannotti, D.A., Grebus, M.E., Toth, B.L., Elwell, D.L., Keener, H.M. and Hoitink, H.A.J. (1994). *Methods Book for the Analysis of Compost*. FCQAO - Federal Compost Quality Assurance Organization, Essen, Germany.
- Jiménez, E.I., Garcia, V.P. (1992). Relationships between organic carbon and total organic matter in municipal solid wastes and city refuse composts. *Bioresource. Technology*, Volume 41, pages 265- 272.
- Kauffman, G.L., Kneivel, D.P., Watschke, T.L. (2007). Effects of a biostimulant on the heat tolerance associated with photosynthetic capacity, membrane thermostability, and polyphenol production of perennial ryegrass. *Crop Science*. Volume 47, pages 261–267.
- Kim, J.K., Oh, B.R., Chun, Y.N., Kim, S.W. (2006). Effects of temperature and hydraulic retention time on anaerobic digestion of food waste. *Journal of Bioscience and Bioengineering*. Volume 102, pages 328-332. <https://doi.org/10.1263/jbb.102.328>.
- Latif, M.A., Mehta, C.M., Batstone, D.J. (2017). Influence of low pH on continuous anaerobic digestion of waste activated sludge. *Water Research*. Volume 113, pages 42–49. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2017.02.002>.
- Lei n.º 52/2020 de 10 de agosto. Diário da República n.º 165/2020, Série I de 2020-08-25. Assembleia da República. Lisboa.
- Li Y, Park S, Zhu J. (2011). Solid-state anaerobic digestion for methane production from organic waste. *Renew Sustain Energy. Rev*; 15:821e6.
- Liu, G., Zhang, R., El-Mashad, H.M., Dong, R. (2009). Effect of feed to inoculum ratios on biogas yields of food and green wastes. *Bioresource Technology*. Volume 100, pages 5103–5108. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2009.03.081>.
- Lucena, T. V. (2016). Avaliação da geração de biogás sob diferentes condições de biodegradação de resíduos alimentares. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal de Pernambuco.
- Lukehurst, C., Frost, P., Seadi, T. (2010). Utilisation of digestate from biogas plants as biofertiliser. *IEA Bioenergy*. Volume 37.
- Madsen, M., Holm-Nielsen, J.B., Esbensen K.H. (2011). Monitoring of anaerobic digestion processes: a review perspective. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*. Volume 15, Pages 3141–3155. DOI: 10.1016/J.RSER.2011.04.026
- Matheri, A.N., Sethunya, V., Mohamed, B., Muzenda, E. (2018). Analysis of the biogas productivity from dry anaerobic digestion of organic fraction of municipal solid waste. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*. Volume 81, Pages 2328-2334 [10.1016/j.rser.2017.06.041](https://doi.org/10.1016/j.rser.2017.06.041).
- Matos, C. F. (2016). Produção de biogás e biofertilizante a partir de dejetos de bovinos, sob sistema orgânico e convencional de produção. Dissertação (mestrado) – Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, Curso de Pós-Graduação em Engenharia Agrícola e Ambiental.

Referencias Bibliográficas

- Okamura, Layssa Aline. (2013). Avaliação e melhoria do poder calorífico de biogás proveniente de resíduos sólidos urbanos. 2013. 109f. Dissertação (Mestrado Acadêmico em Ciência e Tecnologia Ambiental) – Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia Ambiental, Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Curitiba, Brasil.
- Parkin G.F, Owen W.F. (1986). Fundamentals of anaerobic-digestion of waste-water sludges. *Journal of Environmental Engineering-ASCE*; Volume 112(5), pages 867–920.
- Pratas, R. S. (2011). Produção de Biogás a partir da Co-Digestão Anaeróbia de Lamas de Suinicultura com Farinhas animais. Dissertação de Mestrado. Universidade de Lisboa. <http://hdl.handle.net/10451/8754>
- Qian, M., Zhang, Y., Li, R., Nelles, M., Stinner, W., Li, Y. (2017). Effects of percolate recirculation on dry anaerobic co-digestion of organic fraction of municipal solid waste and corn straw. *Energy Fuels* 31, 12183–12191.
- Rocamora, I., Wagland, S., Villa, R., Simpson, E., Fernández, O., Bajón Fernández, Y., (2020). Dry anaerobic digestion of organic waste: A review of operational parameters and their impact on process performance. *Bioresource Technology*. Volume 299, 122681. [10.1016/j.biortech.2019.122681](https://doi.org/10.1016/j.biortech.2019.122681).
- Rodrigues, A. A. L. S. (2005). Co-digestão anaeróbia de resíduos de natureza orgânica. Dissertação de Mestrado. Universidade de Aveiro. <http://hdl.handle.net/10773/537>
- Romano RT, Zhang RH. (2008). Co-digestion of onion juice and wastewater sludge using an anaerobic mixed biofilm reactor. *Bioresource Technology*. Volume 99(3), pages 631–637.
- Slepetiene, A., Volungevicius, J., Jurgutis, L., Liaudanskiene, I., Amaleviciute-Volunge, K., Slepetys, J., Ceseviciene, J. (2020). The potential of digestate as a biofertilizer in eroded soils of Lithuania. *Waste Management*, Volume 102, Pages 441-451, ISSN 0956-053X, <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2019.11.008>.
- Serra, M., Aissa, N., Silva, W., (2014). Desenvolvimento de processo para extração de húmus líquido a partir de compostos agrícolas. Anais da VI Jornada Científica – Embrapa São Carlos – 05 e 06 de Junho de 2014. Embrapa Instrumentação e Embrapa Pecuária Sudeste – São Carlos – SP – Brasil.
- Silva, M., Lemos, L., Bastos, M., Nunes, O., Cunha-Queda, C. (2012). Recovery of humic-like substances from low quality composts. *Bioresource technology*. Volume 128C, pages 624-632. [10.1016/j.biortech.2012.11.013](https://doi.org/10.1016/j.biortech.2012.11.013).
- Visvanathan, C., (2010). Bioenergy production from organic fraction of municipal solid waste (OFMSW) through dry anaerobic digestion. *Bioenergy Biofuel Biowastes Biomass* pages 71–87. <https://doi.org/10.1061/9780784410899.ch04>.
- Wang, X., Lyu, T., Dong, R., Liu, H., Wu, S. (2021). Dynamic evolution of humic acids during anaerobic digestion: Exploring an effective auxiliary agent for heavy metal remediation. *Bioresource. Technology*. Volume 320, pages 124-131.
- Ward, A.J., Hobbs, P.J., Holliman, P.J., Jones, D.L., (2008). Optimisation of the anaerobic digestion of agricultural resources. *Bioresource. Technology*. volume 99, pages 7928–7940. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2008.02.044>.
- Yakhin O.I., Lubyaynov A.A., Yakhin I.A., Brown, P.H. (2017). Biostimulants in Plant Science: A Global Perspective. *Frontiers in Plant Science*. Volume 26, page 2049. doi: [10.3389/fpls.2016.02049](https://doi.org/10.3389/fpls.2016.02049)

Referencias Bibliográficas

- Yen, H., Chiu, C., (2007). The influences of aerobic-dark and anaerobic-light cultivation on CoQ10 production by *Rhodobacter sphaeroides* in the submerged fermenter. *Enzyme and Microbial Technology*. Volume 41. pages 600-604. 10.1016/j.enzmictec.2007.05.005.
- Zank, J. C. C., Brandt, L. S., Bezerra, R. C., & Pereira, E. N. (2020). As características do biogás e avaliação de substituição de combustíveis. *Exacta*, Volume 18(3), páginas 502-516. <https://doi.org/10.5585/ExactaEP.v18n3.10882>.
- Zucconi, F., Pera, A., Forte, M., Bertoldi, M. (1981). Evaluating toxicity of immature compost. *BioCycle*, Volume 22, pages 54 -57.