

UNIVERSIDADE NOVA DE LISBOA  
Faculdade de Ciências e Tecnologia  
Departamento de Ciências e Engenharia do Ambiente

**Avaliação da Estabilidade do Composto  
pelo Teste do Auto-Aquecimento**

Cidália de Jesus Cachola Teixeira

Dissertação apresentada na Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa para a obtenção do grau de Mestre em Engenharia do Ambiente, Perfil Engenharia Sanitária.

Orientação científica:

Professora Doutora Ana Isabel Espinha da Silveira

Lisboa 2009



## **Agradecimentos**

Quero aqui apresentar os meus sinceros agradecimentos a todas as pessoas que de alguma forma contribuíram para a concretização desta dissertação:

À Professora Doutora Ana Silveira, pelo acompanhamento, disponibilidade, paciência, apoio e orientação, sem os quais este trabalho não seria possível.

À Engenheira Maria José Correia pela paciência, disponibilidade e apoio prestados ao longo do trabalho laboratorial e pela boa disposição e boa vontade que sempre mostrou.

À Professora Doutora Teresa Santana pela ajuda prestada no esclarecimento de algumas dúvidas relativamente ao cálculo e determinação do volume de espaços vazios.

À Professora Doutora Maria da Conceição Raimundo dos Santos, à Dona Luísa e à Dona Adélia por me permitirem utilizar algum material do seu laboratório.

Ao centro experimental de Pegões e aos seus operadores pela disponibilidade.

Às colegas de laboratório Dina e Vânia pela amizade, apoio, paciência e disponibilidade, pela boa disposição que sempre apresentaram, mesmo quando as coisas não corriam pelo melhor.

Aos meus pais, ao Samuel, ao meu irmão e aos meus avós pela paciência, dedicação e apoio que sempre mostraram.

Aos amigos Catarina, Misael e André, pela amizade, pelos almoços e cafezinhos e pelo apoio.

À Ana e à Rosária pela amizade, apoio e companhia.

Por fim agradeço a toda a minha família e a todos os amigos que não mencionei, simplesmente por me apoiarem.



## Resumo

A presente dissertação teve como objectivo principal fazer uma análise crítica ao Teste do Auto-Aquecimento. Este objectivo divide-se em três objectivos secundários, nomeadamente (A) verificar se o teor em humidade (35%) é adequado na realização do teste, relacionando-o com o volume de espaços vazios (VEV), (B) investigar se ocorre um gradiente vertical de temperatura durante o teste e, (C) averiguar se existem condições limitantes de oxigénio, no interior da massa, durante o teste. Para tal usaram-se quatro amostras de composto com origens diferentes.

Para o primeiro objectivo secundário (A) fez-se variar a humidade das amostras de composto, tendo-se determinado o respectivo VEV, então, concluiu-se que para compostos com massa volúmica do substrato ( $MV_{\text{Substrato}}$ ) adequada (400 a 800 kg/m<sup>3</sup>) a humidade apropriada para a realização do teste é de 35%. No entanto, se for mantido um VEV acima de 30% poderá realizar-se o teste com amostras cuja humidade seja entre 35 e 45%. Em amostras de composto com  $MV_{\text{Substrato}}$  elevado o VEV para humidades acima de 30% é próximo de zero, pelo que a condição de 35% de humidade não é adequada para realizar o teste com este tipo de compostos.

Relativamente ao segundo objectivo secundário (B) colocaram-se duas sondas de temperatura nos *Dewar*, a alturas diferentes. Concluiu-se que existe um ligeiro gradiente, em que a temperatura no fundo era superior à do meio do vaso.

Para cumprir o terceiro objectivo secundário (C) mediu-se o oxigénio a diferentes alturas, no *Dewar*, durante a realização do Teste, e concluiu-se que quando as amostras são muito activas, pode verificar-se escassez de oxigénio, no fundo do vaso.

Por fim, concluiu-se que é importante considerar a humidade como condição para a realização do Teste do Auto-Aquecimento, desde que se relacione este parâmetro com a estrutura do composto, ou seja, com a sua  $MV_{\text{Substrato}}$ .

Palavras-chave: Teste do Auto-Aquecimento, Estabilidade, humidade, volume de espaços vazios e Oxigénio.

## **Abstract**

This dissertation has as main objective to make a critical analyze to the Self-Heating Test, and there were three secondary objectives, (A) to check whether the moisture content is appropriate in conducting the test, correlating this parameter with the Free Airspace (FAS); (B) check if there is a vertical temperature gradient and (C) to check if there are limiting conditions of oxygen, in the mass of compost, during the test. For this purpose, four compost samples with different origins were collected.

To the first secondary objective (A) variation of moisture content were done to the compost samples, from which resulted subsamples to which the FAS was determined, concluding that for the samples with adequate Bulk Density (BD) (400 to 800 kg/m<sup>3</sup>) the moisture content adequate to the execution of the test is of 35%. However, if a FAS was kept above 30% the test can be made with samples whose moisture content is between 35 to 45%, and the samples with high BD, the FAS to moisture content above 30% is close to zero, so the condition of 35% of moisture content is not adequate to execute the test with this type of compost.

For the second secondary objective (B) two temperature probes were placed in the *Dewar*, at different levels to detect the existence of vertical temperature gradient. It was concluded that there is a slight vertical gradient, in which the temperature was higher in the bottom, than in the middle of the vessel.

To satisfy the third secondary objective (C) the oxygen concentration was measured at different levels in the *Dewar*, during the test, whence was concluded that when the samples are very active, oxygen deficiency can occur in the bottom of the vessel.

Finally, it was concluded that it is important to consider the moisture content as a condition to the execution of the Self-Heating Test, since this parameter is related with compost structure, with the BD.

Keywords: Self-Heating Test, Stability, Moisture Content, Free Airspace and Oxygen.

## Simbologia e Notações

Cin - Composição do substrato em cinzas, em peso seco (%)

H- Teor de humidade, em peso húmido (%)

$MV_{\text{água}}$  – Massa Volúmica da Água, 1000 kg/m<sup>3</sup>

$MV_{\text{cinzas}}$  – Massa Volúmica das Cinzas, 2500 kg/m<sup>3</sup>

$MV_{\text{sv}}$  – Massa Volúmica dos Sólidos Voláteis, 1600 kg/m<sup>3</sup>

$MV_{\text{partículas}}$  – Massa Volúmica das Partículas do substrato, em peso seco (kg/m<sup>3</sup>)

$MV_{\text{Substrato}}$  – Massa Volúmica do Substrato, em peso húmido (kg/m<sup>3</sup>)

$m_c$  – Massa da caixa de alumínio (g);

$m_{ah}$  – Massa de amostra húmida (g);

$m_{cas}$  – Massa da caixa com a amostra seca (g);

$m_{as}$  – Massa de amostra seca (g);

$m_p$  – Massa da proveta (g);

$m_{pa}$  – Massa da proveta cheia de composto (g);

$m_c$  – Massa do cadinho de porcelana (g)

$m_{ccin}$  – Massa do cadinho com as cinzas (g)

$m_{cin}$  – Massa das cinzas, em peso seco (g)

$m_b$  – Massa do balão de 200 ml tapado (g)

$m_c$  – Massa de composto (g)

$m_{b,h}$  – Massa do balão tapado, com 200 ml de hexano (g)

$m_h$  – Massa de 200 ml de hexano (g)

$m_{b,h,c}$  – Massa do balão de 200 ml tapado, com o composto e hexano (g)

$m_{h,c}$  – Massa de hexano mais amostra, num volume de 200 ml (g)

MV<sub>Partículas</sub>M - Método da Massa Volúmica das Partículas Modificado

PA - Método do Picnómetro de Ar

PAM - Método do Picnómetro de Ar Modificado

$n$  – Porosidade (%)

$N$  – Número de observações efectuadas para um dado parâmetro em cada amostra ou subamostra

O<sub>2</sub> – Molécula de Oxigénio

RSU – Resíduos Sólidos Urbanos

$S_v$  – Sólidos Voláteis ou Matéria Orgânica do substrato, em peso seco (%)

$S_y$  – Desvio padrão dos valores encontrados para um dado parâmetro em cada amostra e subamostra;

T – temperatura (°C)

t – tempo (h)

VEV – volume de espaços vazios do substrato, em percentagem

$V_g$  – Volume da fracção gasosa do meio (m<sup>3</sup>)

$V_l$  – Volume da fracção líquida do meio (m<sup>3</sup>)

$V_p$  – Volume de espaço poroso (m<sup>3</sup>)

$V_s$  – Volume da fracção de sólidos do meio (m<sup>3</sup>)

$V_t$  – Volume total do meio poroso (m<sup>3</sup>)

$V_1$  – Volume da proveta (cm<sup>3</sup>) (250 cm<sup>3</sup>)

$\bar{x}$  – Média dos valores determinados para um dado parâmetro em cada amostra ou subamostra

$x_i$  – Valor, de ordem  $i$ , determinado para um dado parâmetro em cada amostra ou subamostra

## Índice de Matérias

Capítulo 1	Introdução .....	1
1.1	Enquadramento .....	1
1.2	Objectivos do Estudo .....	3
Capítulo 2	Organização do Trabalho .....	5
2.1	Desenvolvimento da dissertação. ....	5
2.2	Delineamento do Trabalho Experimental .....	6
2.3	Organização da Dissertação.....	7
Capítulo 3	Revisão Bibliográfica .....	9
3.1	Compostagem .....	9
3.1.1	Definição .....	9
3.1.2	Utilidade da Compostagem.....	9
3.1.3	Condições Iniciais do Substrato.....	10
3.1.4	Qualidade do Composto .....	11
3.2	Estabilidade do composto.....	12
3.2.1	Métodos de determinação da estabilidade do composto .....	13
3.3	Teste do Auto-Aquecimento .....	14
3.3.1	Descrição do Teste.....	14
3.3.2	Preparação da amostra .....	16
3.3.2.1	Efeitos do armazenamento do composto, em laboratório, nos resultados do teste .....	17
3.3.3	Importância do Teste do Auto-Aquecimento .....	18
3.3.4	Classificação da estabilidade do composto .....	19
3.3.5	Limitações do Teste do Auto-Aquecimento.....	20
3.3.5.1	Teor em humidade .....	22
3.3.6	Gradiente de Temperatura no interior do <i>Dewar</i> .....	23

3.3.7	Teor em Oxigénio .....	24
3.4	Volume de Espaços Vazios .....	26
3.4.1	Definição de Volume de Espaços Vazios.....	27
3.4.2	Importância do Volume de Espaços Vazios no composto.....	28
3.4.3	Metodologias para a Determinação do Volume de Espaços Vazios.....	29
3.4.3.1	Método da Massa Volúmica das Partículas ( $MV_{Particulas}$ ).....	30
3.4.3.2	Método do Picnómetro de Ar (PA) .....	31
3.4.3.3	Método Expedito (TMECC 2001).....	31
3.4.4	Relação do Volume de Espaços Vazios com a humidade .....	31
3.4.5	Metodologia de Cálculo do Volume de Espaços Vazios.....	32
Capítulo 4	Metodologia experimental.....	37
4.1	Recolha das Amostras.....	37
4.2	Estudo da relação da humidade com o Volume de Espaços Vazios.....	38
4.2.1	Variações de humidade .....	38
4.2.1.1	Material utilizado.....	38
4.2.1.2	Procedimento experimental .....	39
4.2.2	Determinação da humidade.....	39
4.2.2.1	Material utilizado.....	39
4.2.2.2	Procedimento experimental .....	40
4.2.3	Cálculo do volume de espaços vazios .....	41
4.2.4	Determinação da Massa Volúmica do Substrato ( $MV_{Substrato}$ ) .....	41
4.2.4.1	Material utilizado.....	42
4.2.4.2	Procedimento experimental .....	42
4.2.5	Determinação dos Sólidos Voláteis.....	43
4.2.5.1	Material utilizado.....	43
4.2.5.2	Procedimento experimental .....	43

4.2.6	Determinação da Massa Volúmica das Partículas ( $MV_{\text{Partículas}}$ ) .....	44
4.2.6.1	Material utilizado.....	44
4.2.6.2	Procedimento experimental .....	45
4.3	Teste do Auto-Aquecimento .....	48
4.3.1	Material utilizado.....	48
4.3.2	Procedimento experimental .....	48
4.4	Determinação da Concentração de Oxigénio no interior do <i>Dewar</i> .....	51
4.4.1	Material utilizado.....	51
4.4.2	Procedimento experimental .....	51
4.5	Tratamento estatístico dos dados .....	52
Capítulo 5	Apresentação e Discussão dos Resultados.....	55
5.1	Características das amostras .....	55
5.2	Variações de Humidade.....	57
5.3	Relação da humidade com o Volume de Espaços Vazios .....	61
5.4	Relação da Massa Volúmica do Substrato com o Volume de Espaços Vazios .....	64
5.5	Testes do Auto-Aquecimento.....	66
5.5.1	Resultados do Teste do Auto-Aquecimento.....	66
5.5.1.1	Amostra P8.....	67
5.5.1.2	Amostra X e subamostras D e H .....	68
5.5.1.3	Amostra Y e subamostras C e D .....	72
Capítulo 6	Conclusões.....	81
Capítulo 7	Trabalho Futuro .....	83
	Referências Bibliográficas .....	85
Anexo A -	Tratamento Estatístico dos dados de humidade .....	89
A.1 -	Amostra CP.....	89
A.2 -	Amostra P8.....	91

A.3 - Amostra X.....	93
A.4 - Amostra Y.....	95
Anexo B - Análise Estatística dos Sólidos Voláteis.....	97
B.1 - Amostra CP .....	97
B.2 - Amostra P8.....	99
B.3 - Amostra X.....	101
B.4 - Amostra Y.....	103
Anexo C - Análise Estatística da Massa Volúmica do Substrato.....	105
C.1 - Amostra CP.....	105
C.2 - Amostra P8 .....	107
C.3 - Amostra X .....	109
C.4 - Amostra Y .....	111
Anexo D - Análise Estatística à Massa Volúmica das Partículas .....	113
D.1 - Amostra CP.....	113
D.2 - Amostra P8 .....	115
D.3 - Amostra X .....	119
D.4 - Amostra Y .....	121

## Índice de Figuras

Figura 3.1: Verificação da existência de um gradiente de temperatura no interior do <i>Dewar</i> . .....	24
Figura 3.2: Esquema representativo da matriz de compostagem. ....	26
Figura 4.1: a) Fotografia da pilha de composto CP; b) fotografia da colheita das amostras no centro experimental em Pegões.....	38
Figura 4.2: Vista da estufa utilizada na determinação da humidade.....	39
Figura 4.3: Vista das amostras nas caixas de alumínio, para determinação da humidade... ..	40
Figura 4.4: Vista da Mufla utilizada na determinação dos sólidos voláteis. ....	43
Figura 4.5: Vista dos cadinhos de porcelana dentro da mufla. ....	43
Figura 4.6: Imagens representativas de várias fases da determinação da $MV_{\text{Partículas}}$ . ....	47
Figura 4.7: Esquema da colocação das sondas no interior da massa, no <i>Dewar</i> . a) Quando se colocou apenas uma sonda. b) Quando se colocaram duas sondas. ....	49
Figura 4.8: Vista dos <i>Dewar</i> com amostra e as sondas no interior.....	50
Figura 4.9: Vista de um <i>Dewar</i> com amostra e a sonda de temperatura no interior. ....	50
Figura 4.10: Vista da montagem do medidor de oxigénio em um dos <i>Dewar</i> . a) Montagem do medidor de oxigénio e da vareta no interior do <i>Dewar</i> ; b) Vista de pormenor da vareta introduzida no interior da massa, no <i>Dewar</i> , para colheita da amostra de ar. ....	52
Figura 5.1: Relação da massa volúmica do substrato com a humidade. ....	59
Figura 5.2: Relação entre o volume de espaços vazios e a humidade, segundo a Equação 3.1. ....	62
Figura 5.3: Relação entre o volume de espaços vazios e a humidade, segundo a Equação 3.6. ....	62
Figura 5.4: Relação entre o volume de espaços vazios e a humidade, segundo a Equação 3.7. ....	63
Figura 5.5: Variação do volume de espaços vazios em função da massa volúmica do substrato.....	65
Figura 5.6: Evolução das temperaturas resultantes do teste à amostra P8 inicial.....	67
Figura 5.7: Evolução das temperaturas resultantes do teste à amostra X.....	69

Figura 5.8: Evolução das temperaturas resultantes do teste às subamostras D e H da amostra X. .... 70

Figura 5.9: Variação da concentração em oxigénio no fundo do *Dewar* durante os testes das Subamostras D e H, da amostra X..... 71

Figura 5.10: Variação da concentração em oxigénio a meio da massa de composto, durante os testes das Subamostras D e H, da amostra X. .... 71

Figura 5.11: Evolução das temperaturas resultantes do teste amostra Y inicial. .... 73

Figura 5.12: Evolução das temperaturas resultantes do teste do duplicado i, da subamostra D..... 74

Figura 5.13: Evolução das temperaturas resultantes do teste do duplicado ii, da subamostra D..... 74

Figura 5.14: Evolução das temperaturas resultantes do teste do duplicado i, da subamostra C..... 75

Figura 5.15: Evolução das temperaturas resultantes do teste do duplicado ii, da subamostra C..... 75

Figura 5.16: Evolução da concentração de oxigénio, no interior da massa, ao longo do teste da amostra Y. .... 78

Figura 5.17: Evolução da concentração de oxigénio, no interior da massa, ao longo dos testes das subamostra C e D..... 79

## Índice de Tabelas

Tabela 2.1: Cronograma do trabalho. ....	5
Tabela 3.1: Classificação do composto de acordo com a temperatura máxima atingida durante o teste. ....	19
Tabela 3.2: Aumento máximo de temperatura (°C) no <i>Dewar</i> e classe de estabilidade correspondente. ....	20
Tabela 5.1: Características iniciais das amostras, tal como chegaram ao laboratório, apresentadas na forma (média ± desvio padrão). ....	55
Tabela 5.2: Volume de espaços vazios para as diferentes amostras. ....	56
Tabela 5.3 Características das subamostras após variação de humidade, apresentadas na forma (média ± desvio padrão). ....	57
Tabela 5.4: volume de espaços vazios, para as diferentes subamostras obtidas da variação de humidade. ....	60
Tabela 5.5: Equações das rectas e coeficientes de correlação da variação do volume de espaços vazios em função da massa volúmica do substrato. ....	66
Tabela 5.6: Características da amostra P8 no início do teste. ....	67
Tabela 5.7: Características da amostra P8 após o teste. ....	68
Tabela 5.8: Características da amostra X e respectivas subamostras D e H, no início do teste. ....	69
Tabela 5.9: Características da amostra X e respectivas subamostras D e H, após o teste. .	72
Tabela 5.10: Características da amostra Y e respectivas subamostras D e C no início do teste. ....	72
Tabela 5.11: Temperaturas máximas atingidas durante os testes das subamostras D e C, da amostra Y. ....	75
Tabela 5.12: Equações e coeficientes de correlação obtidos das rectas ajustadas às Figuras 5.12, 5.13, 5.14 e 5.15, nas 40 primeiras horas dos testes realizados às subamostras D e C da amostra Y. ....	77
Tabela 5.13: Características das amostras Y inicial e respectivas subamostras D e C. ....	79



## Capítulo 1 Introdução

### 1.1 Enquadramento

Nas últimas décadas tem-se verificado, ao nível mundial, um aumento da quantidade e diversidade de resíduos produzidos, o que se deve ao crescimento populacional e económico, ao aumento do poder de compra das famílias e ao consumismo excessivo que aumenta diariamente. Havendo assim, uma urgente necessidade de encontrar alternativas à deposição desses resíduos em aterro.

Sabendo que, de acordo com o artigo 2 (m) da Directiva 1999/31/CE, relativa à deposição de resíduos em aterro, se entende por Resíduos Biodegradáveis “os resíduos que podem ser sujeitos a decomposição anaeróbia ou aeróbia, como por exemplo, os resíduos alimentares e de jardim, o papel e o cartão”, é de referir que uma das aspirações fundamentais do Plano Estratégico para os Resíduos Sólidos Urbanos II (PERSU II) é desviar os resíduos sólidos biodegradáveis dos aterros para serem tratados em unidades de digestão anaeróbia, compostagem, tratamento mecânico e biológico (TMB) e incineração com recuperação de energia (PERSU II, 2007).

Em Portugal, no ano de 2002, verificou-se que cerca de 36% dos Resíduos sólidos Urbanos (RSU) eram resíduos facilmente biodegradáveis, no ano de 2005 63% dos RSU eram depositados em aterro sanitário, e apenas 7% dos RSU eram submetidos ao processo de compostagem (PERSU II, 2007).

No PERSU II (2007) define-se compostagem, como a degradação biológica aeróbia dos resíduos orgânicos (resíduos biodegradáveis) até à sua estabilização, donde resulta uma substância húmica, denominada composto, passível de ser utilizado como corrector de solos. Esta estabilização pode ser feita em pilhas estáticas, pilhas com revolvimento ou em reactor.

No final do processo de compostagem é importante avaliar a qualidade do produto resultante (composto), um dos parâmetros utilizado na avaliação da qualidade do composto é a verificação da sua estabilidade, que consiste em averiguar se é possível que reapareça

actividade biológica na massa de composto, caso se verifique esse reaparecimento, significa que a matéria orgânica facilmente biodegradável ainda não está completamente degradada, conferindo um carácter instável ao composto.

Esta verificação pode ser feita através do Teste do Auto-Aquecimento, que consiste em introduzir a amostra num vaso *Dewar*, no interior da qual se coloca uma sonda de temperatura, que mede e regista a evolução da temperatura na massa de composto durante o teste (cerca de 10 dias). Da evolução de temperaturas registadas durante o teste observa-se uma temperatura máxima ( $T_{m\acute{a}x}$ ), a partir da qual se pode concluir o grau de estabilidade do composto, que varia entre I (composto fresco ou material inicial) e V (composto maturado) (Laga-Merkblatt M 10, 1995; APA, 2007).

De acordo com a revisão bibliográfica efectuada, a obtenção de resultados viáveis, na execução do teste acima referido, que mostrem o verdadeiro estado de degradação do material, e conseqüentemente o seu efectivo nível de estabilidade, é limitada pelas características do substrato em análise, pelo que, é de extrema importância que estejam bem definidas as condições adequadas para a realização do mesmo.

Relativamente às condições para a realização do Teste do Auto-Aquecimento, a Laga Merkblatt 10 (1984) refere que o teor em humidade deve ser de 35%, o que FCQAO (1994) considera como demasiado seco para alguns tipos de composto, pelo que é sugerido que se ajuste a humidade através do teste do punho, que consiste em pressionar a amostra no punho, se gotas de água escaparem por entre os dedos, a amostra está demasiado húmida, se esta se esfarelar na mão, sem qualquer outra acção, quando se abre o punho, a amostra está demasiado seca, considerando-se que a humidade é adequada se a amostra pressionada formar um agregado que esfarela sob leve pressão, após o punho ter sido aberto, se, pelo contrário apenas se deformar está demasiado húmida. Esta forma de correcção de humidade é também sugerida pela CEN TC223 WG4 N 174.

No âmbito da presente dissertação, tendo em conta que muitas amostras quando chegam ao laboratório, para serem submetidas ao Teste do Auto-Aquecimento têm humidades superiores a 35%, considerou-se interessante estudar se o teor de 35% de humidade será o

adequado para a realização do teste, estudando a sua relação com o volume de espaços vazios (VEV).

O VEV é um factor importante uma vez que permite a existência de um fluxo de ar na massa e consequentemente concentrações de oxigénio suficientes para os microorganismos, de forma a permitir a continuidade do processo de degradação.

## **1.2 Objectivos do Estudo**

A presente dissertação foi desenvolvida com o objectivo fundamental de fazer uma análise crítica ao Teste do Auto-Aquecimento no vaso *Dewar*. Desse objectivo principal evidenciam-se três objectivos secundários, que são:

Objectivo A. Verificação se o teor de humidade de 35%, recomendado pela Laga Merkblatt 10 (1984) é adequado na realização do teste, analisando a sua relação com o volume de espaços vazios existente na massa de substrato dentro do *Dewar*.

Objectivo B. Verificação da existência de um gradiente vertical de temperatura na massa de composto, dentro do *Dewar*.

Objectivo C. Verificação se o oxigénio no interior da massa é suficiente para a realização do teste, ou se existe escassez de oxigénio no interior da massa de composto.



## Capítulo 2 Organização do Trabalho

### 2.1 Desenvolvimento da dissertação.

Como se pode ver no cronograma do plano de trabalho, apresentado na Tabela 2.1, o desenvolvimento da presente dissertação teve a duração de um ano, entre Março de 2008 e Março de 2009.

Tabela 2.1: Cronograma do trabalho.

Actividade	Planeamento do Trabalho												
	2008										2009		
	M	A	M	J	J	A	S	O	N	D	J	F	M
Pesquisa Bibliográfica	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■
Definição da Metodologia				■	■								
Recolha das Amostras							■	■	■				
Trabalho Experimental							■	■	■	■	■		
Redacção da Dissertação										■	■	■	■

A fase inicial do trabalho consistiu na pesquisa bibliográfica de trabalhos e artigos que permitissem entender o funcionamento e limitações do Teste do Auto-Aquecimento e as possíveis metodologias de determinação de volume de espaços vazios, bem como dos parâmetros necessários para o cálculo deste, particularmente a massa volúmica das partículas, uma vez que este é um dos parâmetros mais difíceis de determinar. Pretendia-se ainda que esses esclarecimentos auxiliassem na definição de objectivos do trabalho.

Após se terem definido as metodologias a utilizar, procedeu-se, em diferentes datas, à recolha das amostras disponíveis no centro experimental de Pegões, e ao pedido às respectivas entidades de mais duas amostras de composto, constituídas por materiais iniciais diferentes.

O centro experimental de Pegões, acima referido, possui uma instalação piloto de na qual é possível realizar a compostagem de resíduos biodegradáveis, em pilha. Esta instalação foi construída em 2002, no desenvolvimento do Programa Operacional Agricultura e Desenvolvimento Rural (Programa AGRO, medida 8). Actualmente é mantido de forma a estudar a compostagem de diversos materiais biodegradáveis à escala de demonstração.

Entretanto realizou-se o trabalho experimental, de forma a se obterem os dados necessários ao cumprimento dos objectivos propostos.

## **2.2 Delineamento do Trabalho Experimental**

No sentido de cumprir os objectivos propostos na presente dissertação utilizaram-se quatro amostras de composto, com diferentes características:

- Amostra CP - Composto proveniente de uma instalação de compostagem à escala de demonstração, no Centro Experimental de Pegões, que foi feito a partir de lamas de suinicultura tamisadas após digestão anaeróbia.
- Amostra P8 - Composto proveniente da mesma instalação de compostagem do anterior, produzido a partir do mesmo tipo de resíduos, aos quais se adicionou casca de arroz com a finalidade de reduzir a humidade e dar estrutura ao resíduo.
- Amostra X - Composto proveniente de uma empresa produtora de fertilizantes agrícolas, feito a partir de diversos tipos de resíduos biodegradáveis, como é o caso de resíduos verdes provenientes de jardins, lamas, entre outros.
- Amostra Y - Composto proveniente de uma empresa de tratamento de resíduos sólidos urbanos, produzido a partir da fracção biodegradável retirada dos Resíduos Sólidos Urbanos (RSU).

Então, no cumprimento do objectivo A (relação da humidade com o volume de espaços vazios), caracterizaram-se as amostras quanto à humidade, massa volúmica do substrato ( $MV_{\text{Substrato}}$ ), sólidos voláteis (SV) e massa volúmica das partículas ( $MV_{\text{Partículas}}$ ) e com esses parâmetros calculou-se o volume de espaços vazios (VEV). Após caracterização das amostras, estas foram divididas em várias subamostras, às quais se fizeram variações de humidade através de secagem e/ou adição de água, obtendo-se assim subamostras com diferentes teores em humidade e VEV. Cada uma das subamostras foi caracterizada quanto aos parâmetros referidos anteriormente, calculou-se o VEV, e submeteram-se algumas ao Teste do Auto-Aquecimento.

O Teste do Auto-Aquecimento consiste em introduzir massa de composto num vaso Dewar, e medir a evolução de temperatura registada nessa massa, durante cerca de dez dias. Nos Testes do Auto-Aquecimento realizados utilizaram-se amostras com diferentes teores de humidade, de forma a cumprir a primeira parte do objectivo A (Verificação se o teor de humidade de 35%, recomendado pela Laga Merkblatt 10 (1984) é adequado na realização do teste), para as subamostras da amostra Y colocaram-se duas sondas de temperatura em cada Dewar, para verificar a existência de um gradiente vertical de temperatura (objectivo B) e em todos os testes realizados mediu-se, diariamente, a concentração de oxigénio no fundo e a meia altura da massa de composto, dentro do Dewar, de forma a verificar se o oxigénio no interior da massa é suficiente para a realização do teste (objectivo C).

### **2.3 Organização da Dissertação**

A presente dissertação é composta por 7 capítulos, organizados da forma apresentada em seguida:

- No Capítulo 1 são introduzidos os temas estudados na dissertação, sobre os quais se faz um enquadramento, e se definem os objectivos propostos na dissertação.
- O Capítulo 2 desceve a organização do trabalho relativamente ao desenvolvimento escrito e experimental.
- O Capítulo 3 consiste numa revisão da literatura relativamente ao conceito de composto e compostagem, à estabilidade do composto, à determinação desta pelo Teste do Auto-Aquecimento, ao teor de humidade que condiciona o teste, bem como à importância do volume de espaços vazios e sua determinação.
- No Capítulo 4 descrevem-se as metodologias utilizadas na recolha das amostras, na determinação das suas características e na execução do Teste do Auto-Aquecimento.

- No Capítulo 5 apresentam-se e discutem-se os resultados obtidos, relativamente às características das amostras, à relação da humidade com o volume de espaços vazios e aos resultados do Teste do Auto-Aquecimento.
- No Capítulo 6 apresentam-se as principais conclusões da presente dissertação.
- O Capítulo 7 propõe possíveis temas a desenvolver em trabalho futuro.

## Capítulo 3 Revisão Bibliográfica

### 3.1 Compostagem

#### 3.1.1 Definição

Entende-se por compostagem a decomposição e estabilização biológicas do substrato orgânico, sob condições que permitam o desenvolvimento de temperaturas termofílicas, como resultado da produção biológica de calor, no sentido de obter um produto final estável, livre de organismos patogénicos e sementes de plantas, e que possa ser aplicado beneficemente à terra. A compostagem é ainda uma forma de estabilização de resíduos, embora necessite de condições especiais de humidade e arejamento para atingir as temperaturas termofílicas (Haug, 1993).

Sabe-se que os resíduos sólidos urbanos são constituídos por uma mistura de materiais de naturezas diferentes, como é o caso dos restos de comida, papéis, metais, vidros, plásticos, entre outros, pelo que a fracção orgânica desses resíduos é muito heterogénea, sendo composta por materiais naturais e sintéticos, susceptíveis de sofrerem processos de degradação microbiana muito diversa. A degradação desses resíduos que ocorre de forma aeróbia abrange uma fase mesofílica inicial, com temperaturas entre 25-40°C, durante a qual ocorre uma actividade microbiana muito intensa, seguida de uma fase termofílica, com temperaturas superiores a 50°C, na qual a fracção orgânica facilmente degradável é consumida. Posteriormente ocorre uma diminuição progressiva da temperatura do composto, em que se desenvolve uma população microbiana com características mesofílicas. Sucede-se por fim uma fase de maturação, que acontece a temperatura ambiente dando origem a um composto maduro (Silveira, 1987).

#### 3.1.2 Utilidade da Compostagem

A compostagem tornou-se um método preferido, para os municípios e indústrias, de reciclagem de uma variedade de subprodutos orgânicos, transformando-os em úteis correctores e condicionadores do solo (Butler, *et al.*, 2001).

Do aumento na produção de Resíduos Sólidos Urbanos (RSU) surge a necessidade de desviar dos aterros a maior quantidade de resíduos possível, então de acordo com o Plano Estratégico para os Resíduos Sólidos Urbanos II (PERSU II) a compostagem é uma das possíveis alternativas para o tratamento/estabilização da parcela de RSU composta por resíduos biodegradáveis.

De acordo com McAdams e White (1996), este método de tratamento dos resíduos biodegradáveis é uma alternativa para a deposição desse tipo de resíduos em aterro sanitário. É cada vez mais frequente a adoção desta alternativa para o tratamento desses resíduos, o que tem originado uma necessidade crescente de mercados viáveis, pelo que a existência de padrões de qualidade para o composto, pode ajudar na expansão desses mercados. A normalização dos testes ao composto poderá otimizar o controlo do processo de compostagem e, conseqüentemente, tornar a produção mais eficiente (McAdams e White, 1996).

### **3.1.3 Condições Iniciais do Substrato**

Richard, *et al.* (2002) referem que o teor óptimo de humidade para a biodegradação pode variar largamente para compostos de diferentes origens, duração e tecnologia utilizada no processo de compostagem, entre 50 a 70%. Existe uma redução significativa na taxa de biodegradação quando se opera fora desse intervalo de humidade.

Regan, *et al.* (1973), citado por Richard, *et al.* (2002) reviu os valores relatados na literatura para teores óptimos de humidade, verificando que estes variavam de 25 a 80% numa base húmida, com a maioria dos valores entre 50 e 70%.

Verifica-se com frequência que, para a compostagem de resíduos sólidos, é adequado um teor de humidade de 50 a 60%, sendo 70% demasiado elevado (Suler e Finstein, 1977).

### 3.1.4 Qualidade do Composto

A qualidade do composto depende dos resíduos utilizados para a sua produção e da evolução das condições do processo de compostagem. Na avaliação da qualidade do composto é importante considerarem-se os parâmetros físicos, químicos e biológicos tais como:

- Teor em humidade – deverá ser inferior a 40%;
- Granulometria – caso o composto seja para utilizar na agricultura, cerca de 99% deste deve passar por um crivo, de malha quadrada, de 25 mm;
- Matéria Orgânica (sólidos voláteis) – deverá ser superior a 30% em peso seco;
- pH – deverá estar entre 5,5 e 8,5.

Deverão ainda ter-se em conta os seguintes parâmetros, na avaliação da qualidade do composto:

- Substâncias xenobióticas orgânicas, que são poluentes orgânicos geralmente presentes em quantidades muito reduzidas, nos produtos finais da compostagem de resíduos orgânicos separados na fonte e recolhidos selectivamente;
- Substâncias xenobióticas inorgânicas (metais pesados);
- A presença de agentes patogénicos;
- Contaminantes físicos, como é o caso dos plásticos, pedras, vidros, borracha e metais;
- Grau de estabilidade;
- Grau de maturação;
- A presença de sementes de infestantes e de propágulos de capacidade germinativa.

(citado em Silveira, *et al.*, 2005)

### 3.2 Estabilidade do composto

É reconhecida a importância do parâmetro estabilidade, na avaliação da qualidade do composto.

O termo estabilização refere-se à oxidação da matéria orgânica ou à sua conversão numa forma mais resistente. Ou seja, a estabilização completa requer a oxidação de toda a matéria orgânica a dióxido de carbono e água, no entanto, não é desejável que ocorra estabilização completa, uma vez que o valor do composto como corrector do solo dependerá em parte do seu teor orgânico. Deste modo, a estabilização deverá ser suficiente para reduzir os incómodos potenciais e os metabolitos fitotóxicos, mas não tão completa que a matéria orgânica seja perdida desnecessariamente no produto final. Considera-se que a estabilização é suficiente quando a taxa de consumo de oxigénio é reduzida, ao ponto de não serem produzidas condições anaeróbias ou odoríferas, a uma extensão que interfira com o armazenamento ou uso final do produto, e os compostos fitotóxicos terem sido metabolizados (Haug, 1993). Resumidamente, de acordo com Butler, *et al.* (2001) a estabilidade do composto refere-se ao nível de actividade da biomassa microbiana.

Alguns investigadores utilizam os termos estabilidade e maturação como sinónimos, no entanto, segundo o *Nordtest Report* (1998), citado por Cooper (2004) “o conceito maturação é interpretado num sentido lato e inclui o conceito estabilidade. Numa tentativa de definir maturação poderia dizer-se que esta é uma medida da adequação do composto, relativamente ao uso para o qual se destina. Essa adequação depende de vários factores, como por exemplo o elevado nível de decomposição, os baixos níveis de compostos fitotóxicos como a amónia e os ácidos orgânicos voláteis.”

Então, de acordo com Cooper (2004), define-se composto maturado quando este está estável e o processo de degradação rápida está terminado, ou quando possa ser utilizado em horticultura sem quaisquer efeitos adversos. O mesmo autor define ainda “estabilidade como um termo geralmente utilizado para descrever uma etapa no processo de compostagem ou degradação, em que o nível de actividade microbiana abrandou e não irá ressurgir sob condições alteradas.”

De acordo com o relatório publicado pelo *Waste and Resources Action Programme* (WRAP, 2005) define-se estabilidade como a taxa de actividade biológica. No entanto, a estabilidade é, normalmente, definida quer como uma fase do processo de compostagem, quer como uma taxa de actividade. Sendo quase sempre determinada como uma taxa de actividade medida como consumo de oxigénio, produção de dióxido de carbono ou auto-aquecimento, no entanto investigadores e operadores do processo utilizam muitas vezes essas medições para prever a fase de degradação do composto, que é uma propriedade difícil de determinar, de forma precisa, em compostos de origem desconhecida. A maturação, na prática, é geralmente avaliada por uma combinação de factores. Considera-se que um produto final está maturado quando este está pronto para o uso para o qual foi pensado. Entenda-se que isso não faz com que o produto esteja pronto para todos os usos (WRAP, 2005).

Tendo em conta os vários autores consultados, considera-se estabilidade do composto como o momento em que não seja passível de reaparecimento de actividade biológica de forma repentina e diz-se que um composto está maturado quando este seja compatível, não fitotóxico, com o seu uso na agricultura como correctivo orgânico dos solos (Silveira, *et al.*, 2005).

Define-se, então, estabilidade como o nível do processo de compostagem, no qual a taxa de consumo de oxigénio é reduzida, não são produzidas condições odoríferas ou anaeróbias, não ocorre aumento de temperatura, permitindo assim concluir que a actividade microbiana intensa quase não existe e não há hipótese de ressurgir.

### **3.2.1 Métodos de determinação da estabilidade do composto**

A avaliação do grau de estabilidade de compostos é muito importante, na medida em que dá informação acerca do estado da componente orgânica existente nos resíduos.

Conhecem-se vários métodos que poderão determinar a estabilidade de um composto, contudo não existem métodos padrão internacionais para avaliar a biodegradabilidade após compostagem aeróbia de resíduos. Não existe, ainda, nenhum método capaz de mostrar

que o produto está definitivamente estável. Por isso muitos autores afirmam que são necessários mais de um teste para avaliar a estabilidade do produto (Cooper, 2004).

De acordo com o *California Compost Quality Council* (CCQC 2001), a estabilidade do composto é determinada por um dos seguintes testes:

- Evolução do dióxido de carbono;
- Carência em oxigênio;
- Teste do Auto-Aquecimento em vaso *Dewar*.

(CCQC, 2001)

A escolha do método de determinação da estabilidade do composto irá depender da qualidade pretendida no produto final, da capacidade analítica das instalações de compostagem e da experiência do operador do composto (McAdams e White, 1996).

### 3.3 Teste do Auto-Aquecimento

Como foi acima referido, o Teste do Auto-Aquecimento é uma das técnicas desenvolvidas para medir a estabilidade do composto.

O nome *Dewar* refere-se a um vaso super-isolado, inventado por Sir James Dewar, em 1893. O vaso era revestido a vácuo e tinha como finalidade manter fresco (ou quente) o material num estado estável. Foi Bernd Jourdan, que trabalhava no instituto de gestão de águas residuais da universidade de Estugarda, que primeiramente aplicou o vaso *Dewar* para avaliar o auto-aquecimento do composto (Brinton Jr., *et al.*, 1995).

O método pode ser utilizado por produtores em condições de campo onde uma temperatura ambiente relativamente estável (20 – 25°C) possa ser mantida à volta do vaso (Brinton Jr., *et al.*, 1995).

#### 3.3.1 Descrição do Teste

O Teste do Auto-Aquecimento baseia-se na evolução da temperatura de uma amostra de composto, com um teor de humidade ajustada a cerca de 35%, que é colocada num vaso

*Dewar*, durante 10 dias, avaliando-se a estabilidade do composto pela temperatura máxima atingida ao longo desse tempo (Laga Merckblatt 10, 1984).

A temperatura máxima durante o Teste deve-se à actividade biológica do composto, que depende do grau de degradação da matéria orgânica presente na massa de amostra (Silveira, *et al.*, 2005).

O Teste do Auto-Aquecimento no *Dewar*, no fundo, não é mais que uma técnica respirométrica, e dará resultados semelhantes ao teste respirométrico do dióxido de carbono medido durante 3 a 7 dias. Ou seja, a respiração dos microrganismos existentes no composto produz o aquecimento que impulsiona o teste no *Dewar*. Este teste tem uma vantagem relativamente a outras técnicas quantitativas, uma vez que é uma representação mais aproximada do que acontece na realidade e do potencial para a degradação contínua do composto (Brinton Jr., *et al.*, 1995).

Cooper (2004) refere que as características principais do Teste do Auto-Aquecimento são os seguintes:

- O método baseia-se na colocação da amostra no vaso *Dewar*, e no registo das temperaturas medidas com um termómetro ou sonda de temperatura, colocada no interior da amostra, durante o tempo do teste;
- O equipamento utilizado é apenas um vaso *Dewar* e um termómetro ou registo electrónico contínuo com uma sonda de formato usual;
- Como pré-tratamento a amostra deve ser peneirada num crivo de 10 mm, para que as partículas grandes sejam removidas e a humidade deve ser ajustada para um valor entre 40 a 60%;
- O tamanho da amostra deve ser o suficiente para encher um vaso *Dewar*, que geralmente pode ter um volume entre 1 L e 2 L;
- Recomenda-se que o teste dure cerca de 10 dias, ou até ser atingida e registada a temperatura máxima;

- Erros potenciais que poderão ocorrer durante o Teste são relativos ao tamanho da amostra, à eliminação de partículas grandes, à colocação crítica do termómetro ou sonda termopar. Sendo mais adequado numa situação de composto activo.

Para se iniciar o teste, o frasco *Dewar* é cheio com material crivado, e suavemente agitado. A compactação irá depender do material a ser testado e do fraccionamento que pode ocorrer em algumas amostras, especialmente naquelas que têm uma grande variação na granulometria e contêm uma quantidade significativa de material fino (Cooper, 2004).

Na aplicação do teste mede-se a evolução da temperatura da amostra colocada dentro de um frasco *Dewar*, por uma sonda termopar ou por um termómetro, durante um período de cerca de 10 dias, Cooper (2004) considera que este poderá ser um intervalo de tempo demasiado longo para alguns substratos.

De acordo com Weppen (2002), as trocas de calor do *Dewar* com o meio são determinadas pela condução de calor e radiação dentro do corpo de paredes duplas em vácuo, e pelas contribuições dos fluxos de massa e energia através da abertura do vaso. A temperatura verificada dentro do vaso resulta numa medida integrante da actividade biológica, ou mais precisamente, na sua reacção de entalpia equilibrada pela condução de calor e entalpias de transição de fase. Segundo Inbar, *et al.* (1990), citado por Weppen (2002), a actividade não irá mudar sob condições isotérmicas excepto por razões de envelhecimento, crescimento ou redução do substrato. É evidente, no teste do Auto-Aquecimento no *Dewar*, que o composto reage de forma diferente quando as temperaturas variam durante o teste (Weppen, 2002).

Brinton Jr., *et al.*, (1995) referem que o Teste do Auto-Aquecimento integra um conjunto de factores, presentes no composto, originando assim dados que se relacionam bem com observações de campo sobre o comportamento do mesmo.

### 3.3.2 Preparação da amostra

Segundo Gallenkamper, *et al.* (1993), citado por Brinton Jr., *et al.* (1995) o composto deve ser cuidadosamente preparado, as amostras representativas devem estar à temperatura

ambiente e com o teor em humidade corrigido, se necessário, antes de serem colocadas nos vasos. Passar o composto num crivo de 0 – 20 mm melhora a uniformidade dos resultados e resulta em temperaturas ligeiramente mais elevadas, mas não é essencial para o desempenho.

A Laga Merkblatt 10 (1984) refere que a humidade do teste deve ser ajustada para 35%, no entanto a FCQAO (1994) e a norma CEN TC223 WG4 N 174 (2008) sugerem que se utilize o teste do punho, para ajustar a humidade. Este teste consiste em pressionar a amostra no punho e se gotas de água escaparem por entre os dedos, a amostra está demasiado húmida. Se a amostra se esfarelar na mão, quando se abre o punho, sem qualquer outra acção, a amostra está demasiado seca. A humidade é adequada se a amostra pressionada formar um agregado que esfarela sob leve pressão, após o punho ter sido aberto, se, pelo contrário apenas se deformar está demasiado húmida.

De acordo com a FCQAO (1994) além de se ajustar a humidade da amostra através do teste do punho, esta deve passar por um crivo de 10 mm.

#### *3.3.2.1 Efeitos do armazenamento do composto, em laboratório, nos resultados do teste*

O *U.S. Composting Council* recomenda um armazenamento, a curto prazo, a 4°C quando as amostras não podem ser testadas imediatamente (Thompson, 2001).

Butler, *et al.* (2001) verificaram, pelas suas experiências que a idade do composto tem bastante influência na sua capacidade de reaquecimento, e que existem efeitos significativos da interacção entre a idade e o armazenamento do composto. De acordo com os testes que efectuaram, chegaram à conclusão que amostras recolhidas entre o primeiro dia e o dia 57, ou seja, no decorrer do processo de compostagem, podem ser armazenadas durante duas semanas, no máximo, influenciando apenas ligeiramente os resultados do Teste do Auto-Aquecimento, amostras recolhidas no primeiro dia, do processo de compostagem, podem ser armazenadas durante doze semanas sem afectarem significativamente os resultados do teste, enquanto as amostras recolhidas no dia 57, isto é, no ultimo dia do processo de compostagem, podem ser armazenadas durante oito semanas

sem afectarem grandemente os resultados do teste. Estes resultados permitem concluir que o efeito de armazenamento das amostras no frio a 4°C varia de acordo com a idade do composto. Resumidamente, os efeitos de armazenamento são pequenos, mas à medida que o processo de compostagem evolui, o armazenamento alargado irá afectar significativamente os resultados do Teste do Auto-Aquecimento, com excepção dos testes realizados com amostras de composto cujo processo esteja a terminar ou já tenha terminado (Butler, *et al.* 2001).

### **3.3.3 Importância do Teste do Auto-Aquecimento**

Este teste é cada vez mais utilizado nas instalações de compostagem, por ser uma forma fácil e económica de determinar se um composto está ou não estável.

O Teste do Auto-Aquecimento é importante no sentido em que a presença de calor é amplamente considerada um sinal de que o composto não está maturado. O auto-aquecimento em compostos prontos pode ser perigoso após acondicionamento e transporte de grandes volumes de material, devido à possibilidade dos contentores ou paletes aquecerem durante a transferência e de nos armazém onde o composto for colocado haver possibilidade deste entrar em auto-combustão e originar incêndio (Brinton Jr., *et al.*, 1995).

É um método prático de teste ao composto, para um uso final de qualidade, mas é relativamente indirecto e lento e não é aplicável a medições de grande precisão. Tem sido descrito como inadequado no acompanhamento de processos de compostagem nas suas fases iniciais devido à fraca capacidade de distinção. Contudo pode ser mais adequado que o teste do consumo de oxigénio ou da evolução do dióxido de carbono, para acompanhamento do processo durante estágios da compostagem mais avançados, por ser sensível à actividade exotérmica não respiratória que pode continuar a existir enquanto o consumo de oxigénio e a evolução do dióxido de carbono apresentam pequenas taxas de alteração (WRAP, 2005).

### 3.3.4 Classificação da estabilidade do composto

O método consiste essencialmente em registar com precisão a temperatura mais elevada, atingida após se ter colocado o composto no vaso durante cerca de 10 dias. A interpretação dos resultados baseia-se na divisão em cinco níveis de temperatura máxima atingida pelo composto. A obtenção de resultados demora cerca de 2 a 9 dias, uma vez que os compostos frescos atingem temperaturas elevadas mais cedo que os compostos estáveis (Brinton Jr., *et al.*, 1995).

De acordo com a Laga-Merkblatt M 10 (1995), são consideradas cinco classes de composto. A APA (2007) considera 3 categorias. As classes de classificação da estabilidade do composto estão apresentadas na Tabela 3.1.

Tabela 3.1: Classificação do composto de acordo com a temperatura máxima atingida durante o teste.

Designação <sup>1</sup>	Temperatura Máxima (°C)	Classe de estabilidade	Designação <sup>2</sup>
Material Inicial	>60	I	Composto Fresco
Composto Fresco	50 – 60	II	
Composto Fresco	40 – 50	III	Composto Semimaturado
Composto Maturado	30 – 40	IV	Composto Maturado
Composto Maturado	<30	V	

1 – Designação utilizada pela Laga Merkblatt 10 (1995)

2 – Designação utilizada pela APA (2007)

A APA (2007) Considera:

- Composto como o produto estabilizado resultante da decomposição controlada da matéria orgânica;
- Composto fresco como o produto resultante do processo de compostagem, em que a fracção orgânica sofreu uma decomposição parcial, encontrando-se higienizada mas não suficientemente estabilizada, pelo que é passível de uma libertação temporária de fitotoxinas;

- Composto semi-maturado como o produto resultante do processo de compostagem, em que a fracção orgânica sofreu uma decomposição parcial, encontrando-se higienizada, parcialmente estabilizada;
- Composto maturado como o produto resultante do processo de compostagem, em que a fracção orgânica se encontra higienizada e em adiantada fase de humificação ou de estabilização, a sua biodegradabilidade reduziu-se de tal forma que é negligenciável o seu potencial de produção de fitotoxinas e de calor.

Brinton (2000) interpreta os resultados do teste do auto-aquecimento de acordo com o aumento máximo de temperatura relativamente à temperatura ambiente, essa classificação apresenta-se na Tabela 3.2.

Tabela 3.2: Aumento máximo de temperatura (°C) no *Dewar* e classe de estabilidade correspondente.

Designação	Aumento Máximo de Temperatura (°C)	Classe de Estabilidade <sup>1</sup>
Muito Maturado	<10	IV e V
Maturado	10 – 20	III
Não Maturado	>20	I e II

<sup>1</sup> –Classe de estabilidade, de acordo com a Tabela 3.1.

### 3.3.5 Limitações do Teste do Auto-Aquecimento

Alguns autores sugerem que o Teste do Auto-Aquecimento pode sofrer de fraca robustez inter-laboratorial, por ser aparentemente afectado por qualquer pequena alteração nas condições. Se as características térmicas e tamanho dos frascos, a localização das sondas e o nível de humidade adequado para o teste estivesse definido, a precisão do método seria provavelmente aceitável (WRAP, 2005).

Segundo Weppen (2002), a compactação da amostra no frasco, tal como a posição da sonda ou do termómetro têm influência nos resultados do teste, embora esta última tenha uma influência menor que a primeira. É expectável que seja necessário um controlo preciso da posição da sonda de temperatura para que se obtenham resultados reprodutíveis. No entanto, é muito difícil dar instruções precisas para a compactação da amostra no vaso *Dewar*, é preciso ter em conta que a granulometria das partículas é um factor considerável

de variação da compactação no vaso, tendo como consequência o aumento das hipóteses de resultados variáveis. De acordo com o Becker, citado por Cooper (2004) o teor em humidade é crítico, e de forma a garantir o contacto entre a sonda e a amostra, esta deve estar crivada para granulometria inferior a 10 mm.

Segundo o *Nordtest report* (1998), citado por Cooper (2004), o método é barato e fácil de montar. Mas, por não revelar os efeitos da maturação que não estão relacionados com o grau de degradação, não é só por si conclusivo acerca da maturação do composto, devendo efectuar-se paralelamente algum outro teste complementar.

Compostos provenientes de pilhas deterioradas pelo calor ou por falta de humidade podem, falsamente, reagir como estáveis devido à escassez de populações microbianas viáveis. Quando se testam compostos com estas características os procedimentos com base na respiração e no auto-aquecimento no *Dewar* podem originar conclusões erradas (CCQC, 2001).

Weppen (2002) verificou que as dimensões do *Dewar* e a taxa de carga dos testes, bem como a humidade dos compostos, podem afectar seriamente os valores de temperatura máxima. Os compostos frescos com elevada actividade não são correctamente avaliados no *Dewar*, uma vez que a actividade biológica mostra transições para declive negativo quando a temperatura aumenta para valores inibidores de 65°C ou mesmo superiores.

Rüprich (1990), citado por Brinton Jr., *et al.* (1995), refere que algumas realizações do teste podem dar origem a subidas de temperatura após uma semana ou mais dentro do vaso *Dewar*. Deve ter-se cuidado ao interpretar os resultados de tais amostras anómalas. A experiência do laboratório Woods End mostra que compostos danificados devido ao calor ou humidade se comportam de forma aparentemente estável, mas reaquecem significativamente depois, presumivelmente devido ao restabelecimento da microflora indígena.

### 3.3.5.1 Teor em humidade

O stress de água é uma das limitações mais comuns da actividade microbiana no substrato. Uma vez que condições de défice de humidade podem restringir a movimentação das bactérias e o transporte de substâncias solúveis. Com valores de humidade abaixo de 20%, muito pouca, ou mesmo nenhuma actividade biológica acontece. Também para valores muito elevados de humidade volta a ocorrer diminuição na taxa de actividade biológica, devido a perdas no volume de espaços vazios (Haug, 1993). No entanto, se houver excesso de humidade, a compostagem aeróbia será dificultada, devido à ocorrência de limitações no transporte de oxigénio (Silveira, 1987, Richard, *et al.*, 2002).

Agnew e Leonard (2003a) referem que teores elevados de humidade podem afectar a força da matriz do material facilitando a sua compressão, o que tem como consequência a redução da porosidade levando à produção de zonas de anaerobiose no interior do material.

Jourdan (1982) e a Laga Merkblatt 10 (1984), citados por Brinton Jr., *et al.* (1995) referem que inicialmente, o procedimento Europeu recomendava uma optimização de humidade por pré-secagem parcial, e voltar a humedecer a um ponto definido de cerca de 30% de humidade. No entanto, este nível de humidade parece ser baixo para alguns compostos.

O *California Compost Quality Council* (CQC 2001) considera que as amostras de composto com humidades entre os 30 e 35% poderão estar inactivas biologicamente. Já Golueke (1977), citado por Silveira (1987), refere que teores de humidade abaixo dos 25 – 30 % reduzem muito a actividade microbiana, no caso de composto colocado em pilha. No entanto, para que haja actividade biológica e para que o Teste do Auto-Aquecimento origine resultados viáveis é recomendável que a humidade da amostra colocada no *Dewar* esteja acima de 30%, embora não demasiado húmida. Então tendo em conta a Laga Merkblatt 10 (1984) é recomendada uma humidade de cerca de 35% na amostra a testar. Por esta razão, deve ser aplicado a todas as amostras um padrão de humidade ajustada.

No entanto, Richard, *et al.* (2002) e Agnew e Leonard (2003a) referem que o teor óptimo de humidade varia de acordo com o tipo de material e a fase do processo de compostagem em que o teste é aplicado, sendo reduzido com o aumento da compactação devido à redução

do tamanho das partículas e aumento do teor de sólidos por unidade de volume (massa volúmica do substrato). Verificando-se reduções significativas na eficiência do processo quando este ocorre fora do intervalo óptimo de humidade.

A humidade é uma variável fundamental que afecta muitos aspectos do processo de compostagem, desde a mistura inicial de matérias-primas até ao produto final comercial. Tal como este parâmetro, o volume de espaços vazios aparece como condição inicial e, também, como variável chave do processo de compostagem. O controlo da humidade requer o balanço entre duas funções que são o estímulo da actividade microbiana e a permissão da disponibilidade de oxigénio (Richard, *et al.*, 2002). O resultado do Teste do Auto-Aquecimento depende da quantidade correcta de humidade presente na amostra. Se a humidade for demasiado reduzida ou demasiado elevada, então, potencialmente a classe de composto resultante do teste vai ser subestimada, dando origem a um falso positivo (Brinton Jr., *et al.*, 1995).

Em geral, os teores adequados de humidade para resíduos variam entre 25 e 80%, dependendo do tipo de resíduo. Esta ampla gama de teores óptimos de humidade indica que é necessário um parâmetro mais fundamental e abrangente para entender as interacções físicas e biológicas no controlo da compostagem (Jeris e Regan, 1973).

### **3.3.6 Gradiente de Temperatura no interior do *Dewar***

Weppen (2002) verificou a existência de gradientes de temperatura dentro do *Dewar*, observando, da análise da Figura 3.1, que o gradiente existente ao longo do eixo horizontal era insignificante, mas que existia um gradiente bem definido ao longo do eixo vertical. Verificou, ainda, que o próprio composto proporciona um selo isolante da abertura e concede condições de bom isolamento na parte inferior do vaso.

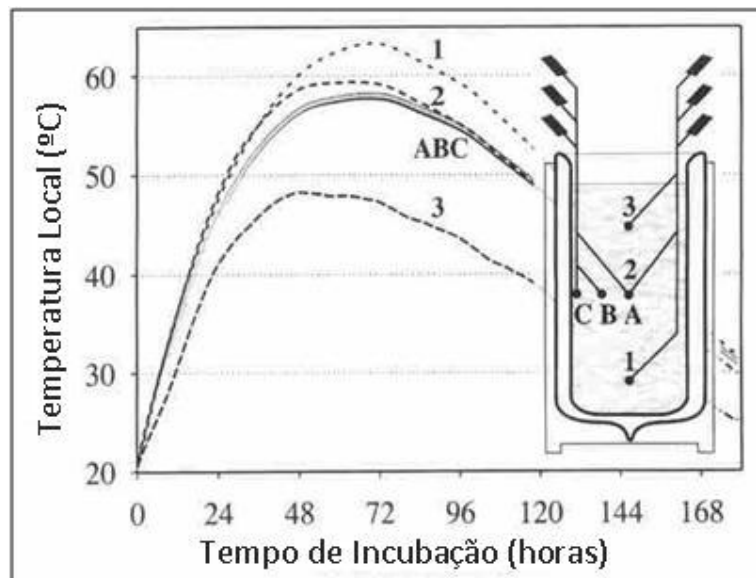


Figura 3.1: Verificação da existência de um gradiente de temperatura no interior do Dewar (Weppen, 2002).

### 3.3.7 Teor em Oxigénio

Quando o teor em humidade é excessivo, os interstícios dentro da massa orgânica ficam cheios de água e o arejamento é restrito (Schulze, 1962). Limitações de transferência de massa de oxigénio podem representar um estrangimento irregular durante os estágios iniciais de decomposição, que será mais evidente em condições de humidade elevadas (Richard, *et al.*, 2002). De acordo com Schulze (1962), quando a concentração em oxigénio diminui dentro do material, desenvolve-se uma condição anaeróbia que resulta em odores e numa redução significativa da taxa de decomposição (Jeris e Regan, 1973). Schulze (1962), no seu estudo, utilizou concentrações de oxigénio residual entre 5 e 10% observando que estas concentrações não pareciam exercer graves limitações no processo de compostagem, concluindo que deve manter-se um valor mínimo de oxigénio residual de 5% no interior do material em compostagem (Schulze, 1962, Gil, *et al.*, 2008). Haug (1993), Moon (1997) e Schulze (1962) referem, com alguma segurança, que níveis de 5% de oxigénio, no interior do material, são os suficientes para assegurar uma continuidade das condições aeróbias. Também Rynk (1992), citado por Buckley (2001), considera que uma concentração em oxigénio é razoável se for superior a 5%, e que será preferencial se for muito superior a 5%. Barrena, *et al.* (2006) verificaram a existência de limitações de oxigénio no primeiro estágio do processo de compostagem, para valores de oxigénio abaixo de 5%.

Jeris e Regan (1973) verificaram que a taxa de consumo de oxigénio aumenta quando se diminui o volume de espaços vazios de 44 para 31%, para teores de humidade de 50 e 65% respectivamente e que a taxa máxima de consumo de oxigénio ocorre entre 32 e 28% de volume de espaços vazios para teores de humidade de 65 e 70% respectivamente. Estes autores concluíram que volumes de espaços vazios superiores a 28% foram suficientes para permitir os requisitos de oxigénio no interior do resíduo utilizado no estudo, e verificaram ainda que a taxa máxima de consumo de oxigénio foi atingida quando o volume de espaços vazios foi de 30%.

A perda de peso, ou seja, a decomposição do resíduo é geralmente reduzida a 2% de oxigénio residual, e também a temperaturas elevadas, independentemente da taxa de arejamento. No entanto, concentração de oxigénio residual de 10% apenas reduziu ligeiramente a taxa de decomposição, comparativamente a uma concentração de 18% de oxigénio residual (Suler e Finstein, 1977).

Wang, *et al.* (2007) comparando compostagem sob condição microaeróbia (concentração de oxigénio inferior a 2%) com compostagem sob condições aeróbias (concentração de oxigénio superior a 4%), verificaram que a fase termofílica do processo de compostagem durou mais tempo na compostagem microaeróbia, no entanto, a degradação de Lignocelulose foi mais rápida na compostagem microaeróbia, observaram ainda que o período de maturação em compostagem microaeróbia foi inferior ao tempo de maturação em compostagem aeróbia.

Harper, *et al.* (1992), citados por Richard, *et al.* (2006), mediram um aumento progressivo do quociente respirométrico, o que indica um aumento da actividade anaeróbica, à medida que a concentração de oxigénio se reduziu abaixo de 10%.

No estudo de Richard, *et al.* (2006) a concentração em oxigénio provou ter uma relação interessante com a taxa de biodegradação. Estes autores verificaram que, a temperaturas inferiores a 55°C essas taxas foram mais elevadas para concentrações de oxigénio perto da ambiente (21%) e desceram muito rapidamente para concentrações de oxigénio de 1% e 4% (v/v). À temperatura de 65°C e ocasionalmente de 55°C verificou-se uma inversão desta

situação, observando-se maiores taxas de degradação para concentrações de oxigênio mais baixas. Tendo em conta que esta inversão ocorreu aproximadamente no intervalo de temperaturas ótimas para o processo, estes autores concluíram que os sistemas de compostagem a operar nesse intervalo não devem precisar de manter elevadas as concentrações de oxigênio intersticial para atingir uma degradação rápida do substrato.

### 3.4 Volume de Espaços Vazios

“A matriz de compostagem é uma rede de partículas sólidas que contém espaços e interstícios de tamanho variado.” (Haug, 1993).

A Figura 3.2 representa esquematicamente a matriz de compostagem. Esta figura serve apenas para que seja mais fácil visualizar as diferentes fases existentes.

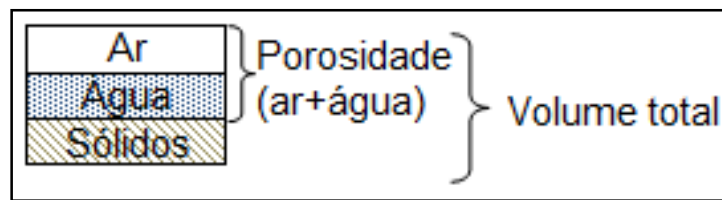


Figura 3.2: Esquema representativo da matriz de compostagem. (Haug, 1993)

Como se pode verificar pela Figura 3.2, o volume total da massa em compostagem corresponde à soma dos volumes das diferentes fases que a constituem. Segundo Haug (1993) é recomendada para a maioria dos substratos e sistemas de compostagem, uma percentagem de volume de espaços vazios de cerca de 30%. Os valores de volume de espaços vazios relatados por Bek (1956), citado por Agnew e Leonard (2003a), encontram-se no intervalo de 30 a 36%. Schulze (1962) propôs que o volume de espaços vazios deveria ser pelo menos 30% e Jeris e Regan (1973) observaram que o consumo máximo de oxigênio se verificava para valores de volume de espaços vazios entre 25 e 30%.

O volume total de uma amostra de composto ou matéria em compostagem é constituído pelas fases sólida (partículas), líquida (água) e gasosa (ar). Os espaços entre as partículas estão preenchidos com ar, água, ou uma mistura de água e ar. Se esses espaços ficarem completamente preenchidos com água, a transferência de oxigênio é muito limitada e a compostagem torna-se impraticável na ausência de revolvimento constante. Se for removida

alguma água, a transferência de oxigênio é facilitada e a compostagem aeróbia torna-se possível. Contudo, se for removida demasiada água, a cinética microbiana abrandará por escassez de humidade e a actividade da compostagem irá diminuir. Uma humidade elevada dificulta ou impede o processo de compostagem porque o excesso de humidade origina compactação e reduz o volume de espaços vazios que impede o movimento de ar adequado em todo o material (Haug, 1993).

A redução do volume de espaços vazios que acompanha um teor crescente de humidade coincide com um aumento na permeabilidade, até estar muito perto da saturação. Esta constatação parece resultar de alterações na granulometria das partículas e distribuição no tamanho dos poros. A granulometria efectiva aumenta dramaticamente perto da saturação, enquanto os poros pequenos enchem devido às forças capilares, de forma a compensar parcialmente o efeito da redução do VEV a níveis elevados de humidade (Richard, *et al.*, 2004).

A compressão afecta o teor em volume de espaços vazios de uma matriz biológica como o composto, reduzindo ou em última análise eliminando os canais de ar entre as partículas sólidas (Richard, *et al.*, 2004).

#### **3.4.1 Definição de Volume de Espaços Vazios**

O volume de espaços vazios (VEV) é um parâmetro que tem sido sugerido para ajudar a compreender os mecanismos de compostagem, uma vez que está relacionado com o teor em humidade e com a estrutura física dos resíduos orgânicos. O conceito de VEV foi adaptado da ciência do solo e relaciona a gravidade específica, massa volúmica, e massa seca do resíduo com os poros cheios de ar, no material. Uma redução na massa volúmica do resíduo tem o efeito de aumentar significativamente o VEV (Jeris e Regan, 1973).

Segundo Rynk (1992), citado por Su, *et al.* (2006), o volume de espaços vazios é uma medida dos espaços vazios que estão cheios de ar numa matriz de composto. É um parâmetro crítico na compostagem aeróbia que afecta o fornecimento de oxigênio para os microrganismos e a ventilação térmica. É difícil de quantificar em grande escala, contudo os

produtores de composto usam frequentemente técnicas simples, tais como a massa volúmica, para estimar o volume de espaços vazios. Essa massa volúmica refere-se à massa do composto num volume específico, no qual a matriz do composto consiste no espaço ocupado por material sólido, água e gás, como se pode ver pela Figura 3.2. A água e o gás ocupam os espaços vazios intra-partículas (dentro de uma partícula sólida) e os inter-partículas (entre as partículas sólidas). Por sua vez os espaços vazios intra-partículas dividem-se em duas categorias, nomeadamente, os poros abertos, que são poros directamente ligados aos espaços vazios inter-partículas, e os poros fechados, que são poros que não estão directamente ligados aos espaços vazios inter-partículas. Uma vez que se espera que os poros fechados tenham pouco efeito no transporte de oxigénio ou ventilação, estes são geralmente excluídos dos modelos teóricos de determinação do volume de espaços vazios (Haug, 1993, Su, *et al.*, 2006).

Su, *et al.* (2006) mencionam a existência de vários métodos de determinação do volume de espaços vazios, nomeadamente o método da Massa Volúmica das Partículas ( $MV_{Particulas}$ ), o método da Massa Volúmica das Partículas Modificado ( $MV_{ParticulasM}$ ), o método do Picnómetro de Ar (PA), o método do Picnómetro de Ar Modificado (PAM) e o método Rápido da TMECC (Thompson, 2001).

O volume de espaços vazios é, resumidamente, a fracção volúmica do ar numa matriz porosa e pode ser apresentado numa base decimal ou em percentagem. Distingue-se da porosidade ou dos espaços de ar total, que inclui tanto as fracções volúmicas de ar como as de água (Richard, *et al.*, 2002).

#### **3.4.2 Importância do Volume de Espaços Vazios no composto**

O volume de espaços vazios é uma medida dos poros que estão cheios de ar e, conseqüentemente, está relacionado com a disponibilidade do oxigénio. A convecção livre ou forçada de ar é muito importante, estes mecanismos dependem da disponibilidade das passagens de ar dentro da matriz, contudo não fornecem uma indicação da continuidade dos poros. Este parâmetro deve fornecer alguma medida da facilidade com que esses mecanismos podem transferir oxigénio através do composto. Porém a transferência de

oxigénio em larga escala, na fase gasosa, pode não ser a adequada. Podendo ser importante para curtas distâncias e amontoados de material e ser crítica à escala da partícula na fase gasosa. (Hamelers, 1992, citado por Agnew e Leonard, 2003a).

O fluxo de ar é essencial nos processos aeróbios, providenciando o fluxo de massa para o reabastecimento de oxigénio e humidade e a remoção do dióxido de carbono servindo também como um fluido de transferência de calor para o controlo da temperatura através da redistribuição de energia e remoção de calor. A transferência de gás neste tipo de sistema é fortemente afectada pelas propriedades físicas do substrato, que determina o tamanho, forma e conexão de uma rede de espaços vazios (poros) (Richard, *et al.*, 2004).

A resistência ao fluxo de ar do composto está intimamente relacionada com a porosidade, o volume de espaços vazios e a massa volúmica da pilha de composto. O teor em ar é tão importante para fornecer um abastecimento de oxigénio como para remover o dióxido de carbono e a humidade em excesso e para limitar a acumulação de excesso de calor (Mohee e Mudhoo, 2005).

Jeris e Regan (1973) verificaram, no seu estudo, que a taxa de consumo de oxigénio aumenta quando se diminui o volume de espaços vazios de 44 para 31%, para teores de humidade de 50 e 65% respectivamente e que a taxa máxima de consumo de oxigénio ocorre entre 32 e 28% de volume de espaços vazios para teores de humidade de 65 e 70% respectivamente. Concluindo que volumes de espaços vazios superiores a 28% foram suficientes para permitir os requisitos de oxigénio no interior do resíduo utilizado no estudo, verificaram ainda que a taxa máxima de consumo de oxigénio foi atingida quando o volume de espaços vazios foi de 30%.

### **3.4.3 Metodologias para a Determinação do Volume de Espaços Vazios**

A literatura consultada sugere que existem vários métodos disponíveis para determinar o volume de espaços vazios no composto. Contudo, não é evidente que métodos medem o VEV ou o volume de espaços de ar total.

Todos os métodos de teste têm elevada precisão, embora o método da Massa Volúmica das Partículas Modificado tenha uma maior variabilidade. Com o objectivo de explicar a diferença entre os métodos da Massa Volúmica das Partículas e os do picnómetro de ar, Su, *et al.* (2006), assumiram que o método do picnómetro de ar excluía os espaços intra-partículas.

Segundo Su, *et al.* (2006), todos os métodos referidos produzem resultados de VEV significativamente diferentes. Este estudo especulou que o método da Massa Volúmica das Partículas atinge os valores mais elevados devido à inclusão dos poros fechados, que são excluídos pelos outros métodos.

#### 3.4.3.1 Método da Massa Volúmica das Partículas ( $MV_{Partículas}$ )

O método da  $MV_{Partículas}$  requer a determinação de três parâmetros que são a massa volúmica do substrato ( $MV_{Substrato}$ ), em base húmida, a humidade da amostra e a  $MV_{Partículas}$  em base seca. É expectável que deste método resulte o valor de volume de espaços vazios total numa amostra, devido à agressividade da determinação da massa volúmica das partículas sólidas que fazem a água entrar em ebulição para remover todo o ar presente nos espaços intra-partículas (Klute, 1986, citado por Su, *et al.*, 2006).

Com uma leve alteração a este método, Eftoda e McCartney (2002), citados por Su, *et al.* (2006) usaram-no para avaliar o VEV.

Weindorf e Wittie (2003), com o objectivo de determinar a massa volúmica das partículas, utilizaram uma técnica de submersão, geralmente utilizada na ciência dos solos. Esta técnica consiste em submergir num volume de água uma massa conhecida de composto, no entanto, foi adaptada pelos autores e a água foi substituída por hexano. Foi utilizado hexano devido à sua baixa massa volúmica ( $660 \text{ kg/m}^3$ ), contudo a permissa do método é válida para qualquer líquido de baixa massa volúmica. A utilização deste tipo de líquidos permite o afundamento das partículas que normalmente flutuam na água, facilitando a medição exacta do volume de sólidos no composto.

### 3.4.3.2 Método do Picnómetro de Ar (PA)

Su, *et al.* (2006) referem que o método do PA se baseia no princípio da Lei dos Gases Ideais, medindo as alterações de pressão do ar e utilizando-as para determinar o volume de ar numa amostra.

O picnómetro de ar modificado foi desenhado por Agnew, *et al.* (2003b) para a determinação de espaços de ar numa amostra de composto. Este picnómetro usa o mesmo princípio que o comercial, diferindo deste devido à sua capacidade de simular cargas de compressão (Su, *et al.* 2006).

### 3.4.3.3 Método Expedito (TMECC 2001)

São apresentados pela TMECC (Thompson, 2001) dois métodos expeditos: um teste à escala da bancada que utiliza uma proveta de dois litros e um teste de campo que utiliza um balde de cerca de 20 litros. Para o primeiro a amostra é saturada com água e depois a água em excesso é drenada, o VEV é estimado com base na diferença da amostra drenada e não drenada. O segundo teste envolve a adição de água num balde que contém a amostra (Su, *et al.*, 2006).

## 3.4.4 Relação do Volume de Espaços Vazios com a humidade

O teor em humidade e o volume de espaços vazios têm-se mostrado interdependentes pelo que níveis óptimos de volume de espaços vazios de 30% a 60% do volume da amostra correspondem a níveis óptimos de humidade de 50% a 60% da massa total da amostra (Mohee e Mudhoo, 2005).

O teor máximo atingível em volume de espaços vazios num composto de mistura é extremamente dependente do material estruturante. Com o aumento do teor em agente estruturante no composto, o teor em volume de espaços vazios no material aproxima-se de um valor máximo que é ditado pelo teor em volume de espaços vazios no agente estruturante. Os substratos extremamente húmidos, tais como os biosólidos, contribuem muito pouco para o volume de espaços vazios globais de uma matéria-prima (Su, *et al.*, 2006).

Encontrar um equilíbrio entre humidade e volume de espaços vazios na mistura inicial não garante que o equilíbrio seja mantido após o início da compostagem. Acredita-se que a humidade óptima para um material específico está relacionada com a manutenção de um certo valor mínimo de VEV. Em geral, materiais mais fibrosos e frágeis conseguem manter humidades mais elevadas enquanto ainda retêm uma percentagem de volume de espaços vazios adequada. Os níveis de humidade devem ser suficientemente elevados para assegurar taxas de estabilização biológica adequadas, contudo não tão elevadas que os espaços vazios sejam eliminados, reduzindo assim a taxa de transferências de oxigénio e sucessivamente a taxa de actividade biológica (Haug, 1993).

Com o aumento do teor em humidade, é espectável que o teor em volume de espaços vazios diminua. No entanto, esta relação não é necessariamente linear. Uma vez que o teor em humidade é medido como uma percentagem da massa de composto enquanto o teor em volume de espaços vazios é medido em percentagem de volume de composto. Alguns autores referem que esta relação é não-linear quando o material está perto da saturação. Numa mistura de composto o volume de espaços vazios tende a diminuir linearmente com o teor em humidade, quando este é determinado em base seca e não-linearmente com o teor em humidade, determinado em base húmida (Agnew e Leonard, 2003a).

#### **3.4.5 Metodologia de Cálculo do Volume de Espaços Vazios**

De acordo com Agnew, *et al.* (2003b) é possível prever o volume de espaços vazios a partir de uma relação linear entre massa volúmica do substrato e volume de espaços vazios (VEV) (Equação 3.1):

$$VEV = 100 - 0,09 * MV_{\text{Substrato}}$$

Equação 3.1

Sendo:

VEV– volume de espaços vazios (%), calculado pela fórmula teórica de Agnew, *et al.* (2003 b);

$MV_{\text{Substrato}}$  – Massa Volúmica do Substrato, em peso húmido ( $\text{kg/m}^3$ ).

Segundo Haug (1993), em compostagem normalmente utilizam-se duas taxas de volume, que são a porosidade e o VEV, sendo a porosidade a taxa de volume de vazios por volume total e o VEV a taxa de volume de ar por volume total, como se pode verificar pelas equações 3.2 e 3.3:

$$n = \frac{V_p}{V_t} = \frac{V_t - V_s}{V_t} = 1 - \frac{V_s}{V_t}$$

Equação 3.2

$$VEV = \frac{V_g}{V_t} = \frac{V_t - V_s - V_a}{V_t}$$

Equação 3.3

Considerando uma unidade de volume, temos as Equações 3.4, 3.5 e 3.6:

$$n = 1 - \frac{MV_{\text{Substrato}} * (1 - H)}{MV_{\text{água}}}$$

Equação 3.4

$$VEV = 100 - \frac{MV_{\text{Substrato}} * (100 - H)}{MV_{\text{partículas}}} - \frac{MV_{\text{Substrato}} * H}{MV_{\text{água}}}$$

Equação 3.5

$$VEV = 100 - MV_{\text{Substrato}} \left( \frac{100 - H}{MV_{\text{partículas}}} + \frac{H}{MV_{\text{água}}} \right)$$

Equação 3.6

Nas equações acima:

H - Teor de humidade (%);

$MV_{\text{água}}$  – Massa Volúmica da Água ( $\text{kg/m}^3$ );

$MV_{\text{Partículas}}$  – Massa Volúmica das Partículas do Composto, em peso seco ( $\text{kg/m}^3$ );

$MV_{\text{Substrato}}$  – Massa Volúmica do Substrato, em peso húmido ( $\text{kg/m}^3$ );

n – Porosidade (%);

VEV – volume de espaços vazios do substrato, em percentagem calculado pela fórmula dada por Haug (1993);

Vg – Volume da fracção gasosa do meio (m<sup>3</sup>);

Vp – Volume de espaço poroso (m<sup>3</sup>);

Vs – Volume da fracção de sólidos do meio (m<sup>3</sup>);

Vt – Volume total do meio poroso (m<sup>3</sup>).

Uma outra forma de calcular o VEV, também denominados de porosidade cheia de ar, utiliza medições de massa volúmica do substrato, humidade e teor em matéria orgânica. Ou seja, podem ser calculados directamente numa base teórica partindo de valores facilmente medidos de matéria seca e matéria orgânica, se as massas volúmicas dos materiais aquosos (MV<sub>Água</sub>), orgânico (MV<sub>SV</sub>) e cinza (MV<sub>Cinzas</sub>) e a massa volúmica do substrato (MV<sub>Substrato</sub>) forem conhecidas, utiliza-se assim a fórmula da Equação 3.7.

$$VEV = 100 * \left( 1 - MV_{Substrato} \left( \frac{H}{MV_{Água}} + \frac{(1-H) * SV}{MV_{SV}} + \frac{(1-H) * (1-SV)}{MV_{Cinzas}} \right) \right)$$

Equação 3.7

Onde:

H - Teor de humidade (v/v)

MV<sub>Água</sub> – Massa volúmica da Água, 1000 kg/m<sup>3</sup>

MV<sub>Cinzas</sub> – Massa Volúmica das Cinzas, 2500 kg/m<sup>3</sup> (Van Ginkel, *et al.*, 1999, Richard, *et al.*, 2002)

MV<sub>SV</sub> – Massa Volúmica dos Sólidos Voláteis, 1600 kg/m<sup>3</sup> (Van Ginkel, *et al.*, 1999, Richard, *et al.*, 2002)

MV<sub>Substrato</sub> – Massa Volúmica do Substrato, em peso húmido (kg/m<sup>3</sup>)

SV – Sólidos Voláteis ou Matéria Orgânica do Substrato, em peso seco (v/v)

VEV – volume de espaços vazios do substrato (%), calculado da forma recomendada por Richard, *et al.* (2004)

(Richard, *et al.*, 2004)

Contudo esta equação indica que existe um efeito significativo do teor de massa seca na relação, que segundo Richard, *et al.* (2004), não é evidente na análise empírica.

O teor em volume de espaços vazios varia ao longo do processo de compostagem, uma vez que com o decorrer do processo, a massa volúmica do substrato e a porosidade são afectadas, entre outras coisas, pelos efeitos combinados de abaixamento e perda de matéria orgânica devido ao processo biológico de degradação e alterações no teor em água devido aos processos de transporte (Van Ginkel, *et al.*, 1999).

Ahn, *et al.* (2008) compararam valores teóricos de VEV, calculados através da Equação 3.7, com os valores medidos no picnómetro de ar, o que mostrou uma relação linear entre os valores, apresentando elevada correlação para os vários materiais analisados ( $r^2=0,99$ ).

A massa volúmica do composto ( $MV_{\text{Substrato}}$ ) é uma medida da massa de material num dado volume, que determina a quantidade de composto que pode ser colocada num dado lugar. Esta característica também influencia as propriedades mecânicas do material, tais como a robustez, porosidade e facilidade de compactação. Os valores de massa volúmica do substrato, determinados em base seca encontram-se no intervalo de 100 a 400 kg/m<sup>3</sup>, enquanto a massa volúmica do substrato, determinada em base húmida, varia geralmente entre 500 e 900 kg/m<sup>3</sup>. Valores mais elevados de massa volúmica do substrato induzem a um aumento na massa e a uma redução na porosidade e volume de espaços vazios no material. Se os valores forem muito reduzidos indicam a possibilidade da existência de arejamento excessivo do substrato e, indirectamente, uma redução da disponibilidade da fracção água (Agnew e Leonard, 2003a).



## Capítulo 4 Metodologia experimental

### 4.1 Recolha das Amostras

De forma a ser possível fornecer resultados analíticos representativos, de acordo com Garvert (1977), citado por FCQAO (1994), o processo de recolha das amostras deve satisfazer três condições, na medida do possível, devendo então:

- Fornecer uma amostra representativa;
- Poder ser realizada com o mínimo esforço;
- Não exigir grandes despesas técnicas.

(FCQAO, 1994)

Nesse sentido foram utilizadas quatro amostras de composto com origens e características diferentes. Uma das amostras (amostra X) era de composto feito a partir de diversos tipos de resíduos biodegradáveis como lamas, resíduos de jardins entre outros; outra (amostra Y) era de composto feito a partir de resíduos biodegradáveis provenientes dos Resíduos Sólidos Urbanos (RSU) e duas eram amostras de composto de lamas de suinicultura tamisadas após digestão anaeróbia, em que numa, as lamas foram compostadas tal e qual (CP) e na outra as lamas foram compostadas com adição de casca de arroz (P8).

As amostras de composto, de lamas de suinicultura, foram recolhidas de pilhas de composto de uma instalação de compostagem à escala de demonstração, no centro experimental de Pegões (Figura 4.1). A amostra CP foi recolhida no dia 10 de Setembro de 2008, e a amostra P8 foi recolhida no dia 10 de Setembro e no dia 20 de Outubro de 2008.

Recolheu-se, então, uma porção de amostra representativa, necessária para a execução dos testes, retirando composto de várias zonas (altura e profundidade) da pilha após o seu revolvimento.



Figura 4.1: a) Fotografia da pilha de composto CP; b) fotografia da colheita das amostras no centro experimental em Pegões.

Foram recebidas no laboratório duas porções da amostra X, em datas diferentes, no dia 15 de Setembro recebeu-se um saco com pequena quantidade de amostra e, no dia 22 de Setembro de 2008 receberam-se dois sacos com um total de 57,10 kg, dos quais foram utilizados aproximadamente 25 kg.

Receberam-se no laboratório 30 kg da amostra Y, no dia 18 de Novembro de 2008.

## 4.2 Estudo da relação da humidade com o Volume de Espaços Vazios

### 4.2.1 Variações de humidade

#### 4.2.1.1 Material utilizado

O material utilizado para se proceder às variações de humidade nas amostras foi:

- Balança de marca AND, modelo GF300 com um erro associado de 0,001 g
- Alguidares
- Colher grande
- Provetas graduadas de diversos volumes
- Luvas resistentes

#### 4.2.1.2 Procedimento experimental

Com o objectivo de se obterem amostras do mesmo tipo, mas com teor em humidade e volume de espaços vazios diferentes, partindo de uma amostra inicial, procedeu-se da seguinte forma para cada uma das quatro amostras estudadas (CP, P8, X e Y):

Secou-se a amostra na estufa a 105°C, durante cerca de 24 horas. De forma a também se verificar a sua humidade, essa porção foi dividida em fracções de aproximadamente 1kg para as subamostras que não seriam sujeitas ao Teste do Auto-Aquecimento e fracções de aproximadamente 5 kg para subamostras que iriam realizar o Teste do Auto-Aquecimento. A cada uma das fracções de composto seco foram adicionados diferentes volumes de água, misturando-se até obter uma massa tão homogénea quanto possível; seguidamente fizeram-se as determinações necessárias para o cumprimento dos objectivos propostos.

#### 4.2.2 Determinação da humidade

##### 4.2.2.1 Material utilizado

O material utilizado para a determinação da humidade das amostras foi:

- Balança analítica da marca AND, modelo GF300 com um erro associado de 0,001 g
- Caixas de alumínio com volume de 1 L ou 1,5 L
- Espátula
- Estufa termostaticamente controlada, com ventilação forçada da marca CASSEL



Figura 4.2: Vista da estufa utilizada na determinação da humidade.

#### 4.2.2.2 Procedimento experimental

A humidade das amostras foi determinada de acordo com a norma EN 12880:2000, procedendo-se da seguinte forma:

- 1) Pesou-se uma caixa de alumínio ( $m_c$ );
- 2) Pesou-se cerca de 100 g de amostra dentro da caixa ( $m_{ah}$ ) (Figura 4.3);



Figura 4.3: Vista das amostras nas caixas de alumínio, para determinação da humidade.

- 3) Colocou-se a caixa com a amostra dentro de uma estufa a  $105 \pm 2^\circ\text{C}$ , até peso constante;
- 4) Retirou-se a caixa com a amostra seca de dentro da estufa e pesou-se ( $m_{cas}$ );
- 5) O resultado em percentagem de humidade foi calculado com base na Equação 4.2:

$$m_{as} = m_{cas} - m_c$$

Equação 4.1

$$H = \frac{m_{ah} - m_{as}}{m_{ah}} \cdot 100$$

Equação 4.2

Onde:

$m_c$  – Massa da caixa de alumínio (g);

$m_{ah}$  – Massa de amostra húmida (g);

$m_{cas}$  – Massa da caixa com a amostra seca (g);

$m_{as}$  – Massa de amostra seca (g);

H – humidade (%)

**Nota:** A determinação da humidade foi realizada através de triplicados ou quadruplicados em cada amostra, de acordo com a quantidade de amostra disponível.

#### 4.2.3 Cálculo do volume de espaços vazios

Consideraram-se três metodologias distintas para o cálculo da estimativa do VEV, utilizando-se as equações apresentadas no subcapítulo 3.4.5, da presente dissertação.

Comparando a Equação 3.1 com as Equações 3.6 e 3.7 verifica-se que:

$$\left( \frac{100 - H}{MV_{\text{partículas}}} + \frac{H}{MV_{\text{água}}} \right) \approx 0,09$$

Equação 4.3

$$\left( \frac{H}{MV_{\text{água}}} + \frac{(1 - H) \cdot SV}{MV_{\text{sv}}} + \frac{(1 - H) \cdot (1 - SV)}{MV_{\text{cinzas}}} \right) * 100 \approx 0,09$$

Equação 4.4

#### 4.2.4 Determinação da Massa Volúmica do Substrato ( $MV_{\text{Substrato}}$ )

A massa volúmica de um composto ( $MV_{\text{Substrato}}$ ) é a medida da massa de material num dado volume, sendo que a massa volúmica determinada em base húmida é a razão da massa de composto húmido, ou composto tal e qual, pelo volume total ocupado, enquanto a massa volúmica determinada em base seca é a massa de composto seco pelo volume total ocupado pelo composto húmido (Mohee e Mudhoo, 2005).

Neste trabalho apenas foi necessário determinar a massa volúmica do substrato, em base húmida, tendo sido determinada experimentalmente de acordo com o documento CEN/TF: 2005, validado para correctivos do solo e suportes de cultura e para resíduos biodegradáveis, e que não é aplicado para matérias com mais de 10% (v/v) de partículas com tamanho superior a 60 mm.

O método recomenda a utilização de uma proveta de 20 L  $\pm$  0,4 L, no entanto, visto que se pretende determinar a massa volúmica para o cálculo de volume de espaços vazios dentro da massa colocada no *Dewar*, optou-se por utilizar provetas com menor volume e com uma altura aproximada à do *Dewar*.

#### 4.2.4.1 Material utilizado

O material utilizado para a determinação da massa volúmica do substrato foi:

- Provetas graduadas de 250 ml  $\pm$  2,0 ml;
- Balança analítica da marca AND, modelo GF300 com um erro associado de 0,001 g
- Espátula

#### 4.2.4.2 Procedimento experimental

O procedimento experimental utilizado não foi exactamente o constante na norma, pelo que se apresenta em seguida o procedimento efectuado:

- 1) Pesou-se a proveta, registando-se a massa  $m_p$ ;
- 2) Com a ajuda de uma espátula introduziu-se o substrato na proveta, até atingir o nível máximo de volume, agitando levemente a proveta, de forma a simular o arranjo natural das partículas e limpam-se os possíveis vestígios de material nas paredes exteriores da proveta;
- 3) Pesou-se a proveta cheia de composto e registou-se a massa,  $m_{pa}$ ;
- 4) Calculou-se a massa volúmica do substrato, em base húmida, utilizando a Equação 4.5:

$$MV_{substrato} = \frac{m_{pa} - m_p}{V_p} \cdot 1000$$

Equação 4.5

Onde:

$MV_{substrato}$  – Massa Volúmica do Substrato, em peso húmido ( $\text{kg/m}^3$ );

$m_p$  – Massa da proveta (g);

$m_{pa}$  – Massa da proveta cheia de composto (g);

$V_p$  – Volume da proveta ( $\text{cm}^3$ ) (250  $\text{cm}^3$ ).

## 4.2.5 Determinação dos Sólidos Voláteis

### 4.2.5.1 Material utilizado

- Balança analítica da marca AND, modelo GF300 com um erro associado de 0,001 g
- Cadinhos de porcelana
- Espátula
- Mufla da marca Carbolite



Figura 4.4: Vista da Mufla utilizada na determinação dos sólidos voláteis.

- Exsicador

### 4.2.5.2 Procedimento experimental

Os sólidos voláteis (matéria orgânica) foram determinados de acordo com a norma EN 12879:2000. Adoptando-se o procedimento seguinte:

- 1) Pesou-se um cadinho de porcelana ( $m_c$ );
- 2) Colocou-se no cadinho, cerca de 5 g da amostra seca ( $m_{as}$ );
- 3) Colocaram-se os cadinhos na mufla a 550°C, até peso constante (cerca de 2 horas);



Figura 4.5: Vista dos cadinhos de porcelana dentro da mufla.

- 4) Cerca de 1 hora após se desligar a mufla, retiraram-se os cadinhos com as cinzas para um Exsicador, onde ficaram até estarem à temperatura ambiente;
- 5) Retiraram-se os cadinhos com as cinzas do Exsicador e pesaram-se ( $m_{ccin}$ );
- 6) Procedeu-se ao cálculo da percentagem de sólidos voláteis, utilizando as Equações 4.6 e 4.7:

$$m_{cin} = m_{ccin} - m_c$$

Equação 4.6

$$SV = \frac{m_{as} - m_{cin}}{m_{as}} \times 100$$

Equação 4.7

Onde:

$m_c$  – Massa do cadinho de porcelana (g)

$m_{as}$  – Massa da amostra seca (g)

$m_{ccin}$  – Massa do cadinho com as cinzas (g)

$m_{cin}$  – Massa das cinzas, em peso seco (g)

$SV$  – Sólidos Voláteis ou Matéria Orgânica do substrato, em peso seco (%)

**Nota:** Fizeram-se triplicados ou quadruplicados para cada amostra, de acordo com a quantidade de amostra disponível.

#### 4.2.6 Determinação da Massa Volúmica das Partículas ( $MV_{Particulas}$ )

##### 4.2.6.1 Material utilizado

- Balança analítica da marca AND, modelo GF300 com um erro associado de 0,001 g
- Pedaco de folha de alumínio
- Espátula
- 10 balões volumétricos de 200 ml  $\pm$  0,30 ml, com tampa

- Copo de precipitação de 250 ml
- Pipeta de Pasteur

#### 4.2.6.2 Procedimento experimental

A metodologia adoptada para a determinação da massa volúmica das partículas teve como base a metodologia proposta pela NP-83 (1965), que foi parcialmente alterada, de acordo com a metodologia utilizada por Mohee e Mudhoo (2005) e Weindorf e Wittie (2003), em que se substitui a água por hexano, por ter uma densidade menor, permitindo que as partículas de composto decantem. Pelo que o procedimento experimental para a determinação da massa volúmica das partículas foi o seguinte:

- 1) Pesou-se o balão tapado e registou-se a massa  $m_b$ ;
- 2) Pesou-se o balão cheio de hexano e tapado e registou-se a massa  $m_{b,h}$ ;
- 3) Num pedaço de folha de alumínio, pesaram-se aproximadamente 10 g da amostra seca na determinação da humidade ( $m_c$ ), como apresentado na Figura 4.6 a);
- 4) Introduziu-se essa massa de composto seco num balão volumétrico (picnómetro de sólidos), com a ajuda de um funil, como apresentado na Figura 4.6 b);
- 5) Colocou-se hexano dentro do balão, com o auxílio de um copo de precipitação, até a amostra estar completamente submersa, como mostra a Figura 4.6 c);
- 6) Fez-se girar o balão, ligeiramente inclinado, de forma a provocar a deslocação das partículas de composto, permitindo que o hexano penetrasse nos espaços vazios, libertando todo o ar que estes continham, como mostra a Figura 4.6 e);
- 7) Encheu-se o balão quase até à marca do volume total, da forma descrita em 5);
- 8) Completou-se o volume de hexano com a ajuda de uma pipeta de Pasteur, como ilustra a Figura 4.6 d);
- 9) Deixou-se repousar até todas as partículas de composto decantarem;
- 10) Repetiram-se os procedimentos dos subcapítulos 6) e 7);

11) Tapou-se o balão para evitar evaporação do hexano e pesou-se o balão tapado com o hexano e a amostra ( $m_{b,h,c}$ );

12) Calculou-se a massa volúmica das partículas ( $MV_{\text{Partículas}}$ ), recorrendo à Equação 4.10:

$$m_h = m_{b,h} - m_b$$

Equação 4.8

$$m_{h,c} = m_{b,h,c} - m_b$$

Equação 4.9

$$MV_{\text{partículas}} = \frac{m_c}{m_c - (m_{c,h} - m_h)} \times MV_{\text{hexano}}$$

Equação 4.10

Onde:

$m_b$  – Massa do balão de 200 ml tapado (g)

$m_c$  – Massa de composto (g)

$m_{b,h}$  – Massa do balão tapado, com 200 ml de hexano (g)

$m_h$  – Massa do hexano (g)

$m_{b,h,c}$  – Massa do balão de 200 ml tapado, com o composto e hexano (g)

$m_{h,c}$  – Massa de hexano mais amostra, num volume de 200 ml (g)



Figura 4.6: Imagens representativas de várias fases da determinação da  $MV_{\text{Partículas}}$ .

**Nota:** Este procedimento repetiu-se 10 vezes para cada amostra, de forma a obterem-se resultados representativos.

### 4.3 Teste do Auto-Aquecimento

O Teste do Auto-Aquecimento foi efectuado de acordo com a Laga Merkblatt 10 (1984), citada no FCQAO (1994), consiste na determinação da actividade biológica aeróbia utilizando o método do auto-aquecimento. Sendo apenas aplicável a composto. Tem como princípio a determinação da capacidade de auto-aquecimento de um composto, num vaso *Dewar* e a medição da temperatura máxima atingida durante os 10 dias do teste, sendo esta um indicador do estado da actividade biológica.

#### 4.3.1 Material utilizado

- Vaso *Dewar*, da marca Dilvac, com as seguintes características,
  - Volume  $\approx$  2 L
  - Diâmetro Interno  $\approx$  10,5 cm
  - Altura interna  $\approx$  25,0 cm
- Sondas de temperatura
- Delta Logger Multi-Canal que regista continuamente a temperatura medida pela sondas, do modelo DeltaT Devices DL2e.
- Crivo com malha de aproximadamente 10 mm.

#### 4.3.2 Procedimento experimental

De acordo com a norma CEN TC 223 WG4 N 174 (2008) o Teste do Auto-Aquecimento deve ser feito o mais rápido possível após a recolha da amostra. Caso não seja possível evitar um atraso no início do teste, deve armazenar-se a amostra no frio a  $5^{\circ}\text{C} \pm 4^{\circ}\text{C}$  por não mais de 3 dias, e deve retirar-se um tempo antes, de forma à amostra estar à temperatura ambiente no início do teste. A norma prevê ainda que a amostra passe por um crivo com malha de 10 mm. Se mais de 30% do material ficar retido na malha, o método não é apropriado.

De acordo com a Laga Merkblatt 10 (1984), citada por FCQAO (1994) a humidade óptima para a realização do teste é de 35%, no entanto, de forma a cumprir o objectivo A proposto na presente dissertação, utilizaram-se diferentes teores de humidade nas amostras usadas na realização do Teste do Auto-Aquecimento.

Após se ajustar a humidade procedeu-se da seguinte forma:

- 1) Encheu-se o *Dewar* com amostra, agitando levemente o vaso *Dewar*, de forma a simular o arranjo natural das partículas;
- 2) Introduziu-se a sonda de temperatura a 1/3 da altura do *Dewar* ( $\approx 8,5$  cm), como está representado no esquema da Figura 4.7 a).

No caso da amostra Y inicial introduziram-se 3 sondas a alturas diferentes, e no caso das respectivas subamostras D e C colocaram-se 2 sondas de temperatura em cada *Dewar*, uma no topo e outra no fundo da massa, da forma ilustrada na Figura 4.7 b).

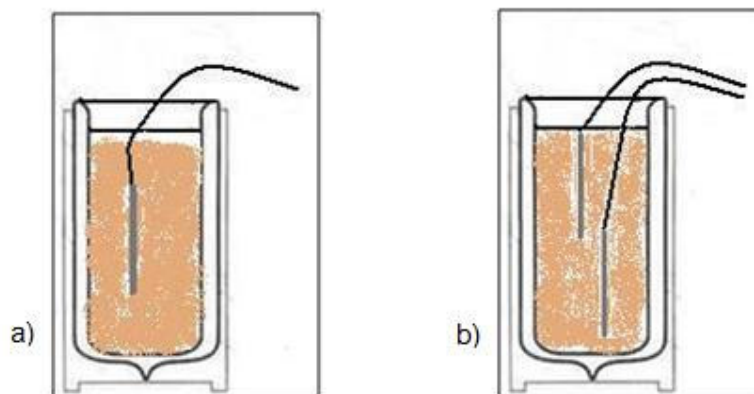


Figura 4.7: Esquema da colocação das sondas no interior da massa, no Dewar. a) Quando se colocou apenas uma sonda. b) Quando se colocaram duas sondas.

Nas Figuras 4.8 e 4.9 pode ver-se os *Dewar* com amostra e a sonda no interior.



Figura 4.8: Vista dos Dewar com amostra e as sondas no interior.



Figura 4.9: Vista de um Dewar com amostra e a sonda de temperatura no interior.

Geralmente a temperatura máxima é atingida de 2 a 5 dias após o início do teste. O teste termina após a temperatura máxima ser atingida e se verificar um decréscimo de temperatura, o que geralmente acontece em 10 dias, pelo que este é o tempo definido na norma, para a realização do teste.

**Nota:** Os testes foram feitos em duplicado para todas as amostras.

A temperatura máxima resultante é expressa em Graus Célsius (°C), com a precisão de uma casa decimal.

#### **4.4 Determinação da Concentração de Oxigénio no interior do *Dewar***

##### **4.4.1 Material utilizado**

- Tubo capilar
- Vareta de vidro com comprimento superior à altura do *Dewar*
- Medidor de Oxigénio: *Oxygen Analyser* da Vórtice – Equipamento Científico, Lda.
- Suporte e garras

Esquema montado da forma ilustrada pela Figura 4.10 a).

##### **4.4.2 Procedimento experimental**

Para a determinação de oxigénio no interior da massa de composto, no *Dewar*, prendeu-se um tubo capilar a uma vareta de vidro, comprida e fina, e ligou-se o mesmo ao analisador de oxigénio. O diâmetro do capilar é mínimo, para que a toma de ar seja mínima, e não afecte o fluxo de ar na massa. Colocou-se então o tubo capilar no interior da massa de composto, com a ajuda da vareta e mediu-se o oxigénio no topo e no fundo da massa, sempre que possível duas vezes por dia, exceptuando os fins-de-semana. Fizeram-se 3 tomas de ar de cada vez, em cada posição, e os resultados obtidos são expressos em percentagem de oxigénio.

Na Figura 4.10 pode ver-se a montagem do medidor de oxigénio ligado ao tubo capilar, que está colocado dentro do *Dewar*.



Figura 4.10: Vista da montagem do medidor de oxigênio em um dos *Dewar*. a) Montagem do medidor de oxigênio e da vareta no interior do *Dewar*; b) Vista de pormenor da vareta introduzida no interior da massa, no *Dewar*, para colheita da amostra de ar.

#### 4.5 Tratamento estatístico dos dados

Uma vez que os valores, apresentados no 0, são resultado de médias (Equação 4.11) efectuadas aos valores obtidos experimentalmente, para cada parâmetro em cada amostra e subamostra, sentiu-se a necessidade de averiguar a existência de valores que fossem significativamente diferentes (superiores ou inferiores) aos outros valores do mesmo parâmetro, para cada subamostra. Nesse sentido, calcularam-se os respectivos desvios-padrão utilizando a Equação 4.12, e verificou-se se todos os valores obtidos experimentalmente se encontravam no intervalo obtido pela Equação 4.13. Caso tal não se verificasse para algum dos valores, então esse valor seria eliminado, e utilizar-se-ia a média dos restantes valores.

$$\bar{x} = \frac{1}{N} \times \sum_{i=1}^N x_i$$

Equação 4.11

$$S_y = \sqrt{\frac{1}{N-1} \times \sum_{i=1}^N (x_i - \bar{x})^2}$$

Equação 4.12

$$\bar{x} - 2.S_y \leq x_i \leq \bar{x} + 2.S_y$$

Equação 4.13

Onde:

$S_y$  – Desvio padrão dos valores encontrados para um dado parâmetro em cada amostra ou subamostra;

$N$  – Número de observações efectuadas para um dado parâmetro em cada amostra ou subamostra;

$\bar{x}$  – Média dos valores determinados para um dado parâmetro em cada amostra ou subamostra;

$x_i$  – Valor, de ordem  $i$ , determinado para um dado parâmetro em cada amostra ou subamostra;

Os resultados obtidos pelo tratamento estatístico dos dados estão apresentados no Anexo A, B, C e D.



## Capítulo 5 Apresentação e Discussão dos Resultados

### 5.1 Características das amostras

Os resultados da determinação dos parâmetros necessários para o cálculo do volume de espaços vazios, pelas equações explicadas no subcapítulo 3.4.5, da presente dissertação, estão apresentados na Tabela 5.1, aos quais está associado o desvio padrão respectivo, visto que os valores expostos na tabela são médias resultantes dos valores obtidos em laboratório (Anexos A, B, C e D).

Tabela 5.1: Características iniciais das amostras, tal como chegaram ao laboratório, apresentadas na forma (média  $\pm$  desvio padrão).

Amostra	Humidade (%)	Sólidos Voláteis (% peso seco)	Massa Volúmica do Substrato (kg/m <sup>3</sup> )	Massa Volúmica das Partículas (kg/m <sup>3</sup> )
CP	40,22 $\pm$ 0,91	68,93 $\pm$ 0,67	402,22 $\pm$ 3,55	1404,26 $\pm$ 26,11
P8 (10 Setembro)	37,17 $\pm$ 0,13	65,40 $\pm$ 1,56	345,64 $\pm$ 5,85	1525,36 $\pm$ 89,38
P8 (20 Setembro)	23,33 $\pm$ 0,26	66,10 $\pm$ 0,26	328,47 $\pm$ 1,06	1525,36 $\pm$ 89,38
X (15 Setembro)	23,49 $\pm$ 0,60	15,82 $\pm$ 0,58	820,36 $\pm$ 15,47	2217,37 $\pm$ 163,70
X (22 Setembro)	17,03 $\pm$ 0,42	16,33 $\pm$ 1,58	850,88 $\pm$ 2,86	2217,37 $\pm$ 163,70
Y	17,13 $\pm$ 0,22	64,29 $\pm$ 2,94	267,17 $\pm$ 15,49	1351,46 $\pm$ 53,77

Observa-se na Tabela 5.1 que a amostra X era a que mais se destacava, tendo um teor em matéria orgânica (sólidos voláteis) muito reduzido (< 30%), o que permite afirmar que é um composto pobre, não sendo adequado para fertilização dos solos, segundo Silveira, *et al.* (2005). Essa amostra tem também valores de massa volúmica do substrato e massa volúmica das partículas superiores aos observados para as outras três amostras, o que se deve à fraca percentagem de sólidos voláteis, que ronda os 17-18% em peso seco, concluindo-se que contém 82-83% de cinzas, cuja massa volúmica é muito elevada ( $MV_{\text{Cinzas}} = 2500 \text{ kg/m}^3$ , de acordo com Van Ginkel, *et al.* (1999)).

A Tabela 5.2 mostra os valores de VEV calculados pelas Equações 3.1, 3.6 e 3.7, através dos valores apresentados na Tabela 5.1:

Tabela 5.2: Volume de espaços vazios para as diferentes amostras.

Amostra	VEV (Equação 3.1) (%)	VEV (Equação 3.6) (%)	VEV (Equação 3.7) (%)
CP	63,80	66,70	70,48
P8 (10 Setembro)	68,89	72,92	75,27
P8 (20 Outubro)	70,44	75,83	78,52
X (15 Setembro)	26,17	52,42	53,39
X (22 Setembro)	23,42	53,67	54,68
Y	75,95	79,04	83,36

Da análise da Tabela 5.2 verifica-se que existem diferenças entre os resultados obtidos pelas diferentes equações, observa-se que os resultados da Equação 3.1 são sempre inferiores aos resultados das restantes equações, essas diferenças devem-se ao facto desta equação apenas ponderar a influência da massa volúmica do substrato, no VEV. Já a Equação 3.7 apresenta sempre resultados superiores aos calculados pelas restantes equações, o que se deve provavelmente ao facto de considerar a massa volúmica das partículas um valor constante, ponderando os valores dados para massa volúmica das cinzas e dos sólidos voláteis.

Comparando os teores de VEV nas diferentes amostras, observa-se que, de uma forma geral, todas tinham um teor, em percentagem, de VEV bastante elevado, o que indica que, teoricamente não teriam limitações de arejamento, já que, de acordo com Mohee e Mudhoo (2005), valores de volume de espaços vazios que estejam dentro do intervalo de 30 a 60% são considerados correspondem a teores de humidade da ordem dos 50 a 60%, e que Haug (1993) e Schulze (1962) referem igualmente que o teor de volume de espaços vazios para a maioria dos substratos não deve ser inferior a 30%, para que haja arejamento da massa de

composto e não ocorra escassez de oxigênio. No entanto, verifica-se que a amostra X, quando calculada pela Equação 3.1 (Equação teórica de Agnew, *et al.* (2003b)), apresenta um valor de VEV inferior a 30%, o que se deve a este composto ter uma estrutura muito fraca ( $MV_{\text{Substrato}} = 850,88 \text{ kg/m}^3$ ) e provavelmente à equação não ser adequada para calcular VEV em compostos dessa gama de  $MV_{\text{Substrato}}$ .

## 5.2 Variações de Humidade

Após se fazer variar a humidade de cada amostra tendo-se obtido algumas subamostras, determinaram-se os parâmetros necessários para o cálculo do volume de espaços vazios (VEV), cujos resultados estão apresentados na Tabela 5.3, aos quais está associado o desvio padrão respectivo, uma vez que os valores apresentados são médias dos valores obtidos experimentalmente (Anexos A, B, C e D).

Tabela 5.3 Características das subamostras após variação de humidade, apresentadas na forma (média  $\pm$  desvio padrão).

Subamostra	Humidade (%)	Sólidos Voláteis (% peso seco)	Massa Volúmica do Substrato (kg/m <sup>3</sup> )	Massa Volúmica das Partículas (kg/m <sup>3</sup> )
<b>Amostra CP</b>				
A	28,58 $\pm$ 0,09	68,93 $\pm$ 0,67	401,31 $\pm$ 7,37	1592,61 $\pm$ 87,71
B	33,86 $\pm$ 0,14		413,37 $\pm$ 2,47	1485,78 $\pm$ 31,39
C	44,43 $\pm$ 0,18		375,42 $\pm$ 5,64	1581,39 $\pm$ 81,98
G	48,24 $\pm$ 0,31		395,39 $\pm$ 15,72	1546,05 $\pm$ 83,20
D	59,29 $\pm$ 0,60		521,03 $\pm$ 35,61	1436,13 $\pm$ 21,61
F	69,04 $\pm$ 0,10		937,31 $\pm$ 29,08	1452,70 $\pm$ 23,91
E	71,03 $\pm$ 1,07		1018,11 $\pm$ 21,54	1605,34 $\pm$ 108,24
<b>Amostra P8</b>				
A	29,32 $\pm$ 0,03	65,66 $\pm$ 0,70	316,17 $\pm$ 6,00	991,00 $\pm$ 59,35
B	32,49 $\pm$ 0,31	67,61 $\pm$ 0,63	299,93 $\pm$ 2,43	988,74 $\pm$ 60,80
C	36,76 $\pm$ 0,55	67,56 $\pm$ 0,95	287,81 $\pm$ 4,67	1041,87 $\pm$ 59,88

Tabela 5.3 Características das subamostras após variação de humidade, apresentadas na forma (média  $\pm$  desvio padrão). (Continuação)

Subamostra	Humidade (%)	Sólidos Voláteis (% peso seco)	Massa Volúmica do Substrato (kg/m <sup>3</sup> )	Massa Volúmica das Partículas (kg/m <sup>3</sup> )
<b>Amostra P8</b>				
D	38,73 $\pm$ 0,37	66,76 $\pm$ 0,36	292,44 $\pm$ 11,04	1023,18 $\pm$ 77,60
E	42,21 $\pm$ 0,20	67,99 $\pm$ 0,40	298,41 $\pm$ 7,67	1026,36 $\pm$ 63,60
F	46,59 $\pm$ 0,16	67,02 $\pm$ 1,51	329,16 $\pm$ 7,12	1027,80 $\pm$ 67,78
G	53,05 $\pm$ 0,10	64,20 $\pm$ 1,63	371,75 $\pm$ 11,16	1023,35 $\pm$ 64,88
H	63,82 $\pm$ 0,36	64,50 $\pm$ 0,23	564,31 $\pm$ 27,14	1006,71 $\pm$ 58,38
<b>Amostra X</b>				
H	23,08 $\pm$ 0,22	18,89 $\pm$ 1,42	867,24 $\pm$ 42,38	2088,67 $\pm$ 152,18
D	26,68 $\pm$ 2,01	17,82 $\pm$ 1,25	789,09 $\pm$ 12,81	1889,64 $\pm$ 26,02
A	27,63 $\pm$ 0,09	17,17 $\pm$ 2,43	761,93 $\pm$ 5,77	2232,44 $\pm$ 163,24
C	28,18 $\pm$ 0,16	16,49 $\pm$ 0,55	739,51 $\pm$ 15,45	2023,92 $\pm$ 138,63
F	29,23 $\pm$ 0,31	17,04 $\pm$ 0,72	914,52 $\pm$ 24,92	1949,57 $\pm$ 7,09
B	31,58 $\pm$ 0,63	17,62 $\pm$ 0,87	1417,63 $\pm$ 20,82	1926,05 $\pm$ 16,45
E	33,33 $\pm$ 0,00	17,53 $\pm$ 0,14	1431,95 $\pm$ 18,50	2077,20 $\pm$ 155,73
G	33,45 $\pm$ 0,18	18,86 $\pm$ 1,26	1335,40 $\pm$ 14,76	1827,67 $\pm$ 25,96
<b>Amostra Y</b>				
A	27,57 $\pm$ 0,20	65,14 $\pm$ 1,99	298,20 $\pm$ 10,81	1540,05 $\pm$ 42,52
B	31,36 $\pm$ 0,46	64,63 $\pm$ 1,91	316,70 $\pm$ 10,66	1480,25 $\pm$ 74,02
D	35,87 $\pm$ 0,60	62,38 $\pm$ 2,05	345,27 $\pm$ 7,74	1461,25 $\pm$ 87,37
C	43,87 $\pm$ 0,57	62,65 $\pm$ 1,26	397,19 $\pm$ 12,01	1562,26 $\pm$ 56,01
E	48,38 $\pm$ 0,54	63,12 $\pm$ 1,71	485,95 $\pm$ 23,07	1461,54 $\pm$ 77,98
F	58,68 $\pm$ 0,66	59,07 $\pm$ 4,62	739,13 $\pm$ 42,58	1470,18 $\pm$ 40,51

A Tabela 5.3 mostra a variabilidade existente entre as amostras analisadas, quanto às suas características. Verificou-se alguma variação de sólidos voláteis e massa volúmica das partículas, o que não era espectável, conclui-se que estas variações se devem à precisão do método utilizado ou provavelmente à má representatividade da amostra utilizada na determinação.

Relativamente à Amostra X, fez-se variar pouco a humidade, não foi possível obter subamostras com humidade superior a 34%, uma vez que esta era uma amostra de composto com fraca estrutura ( $MV_{\text{Substrato}}$  elevada), e que ficava saturada (com aspecto de lama), após adição de pequenos volumes de água, o que dificultava o manuseamento da amostra e conseqüentemente a determinação dos parâmetros, em particular da massa volúmica do substrato.

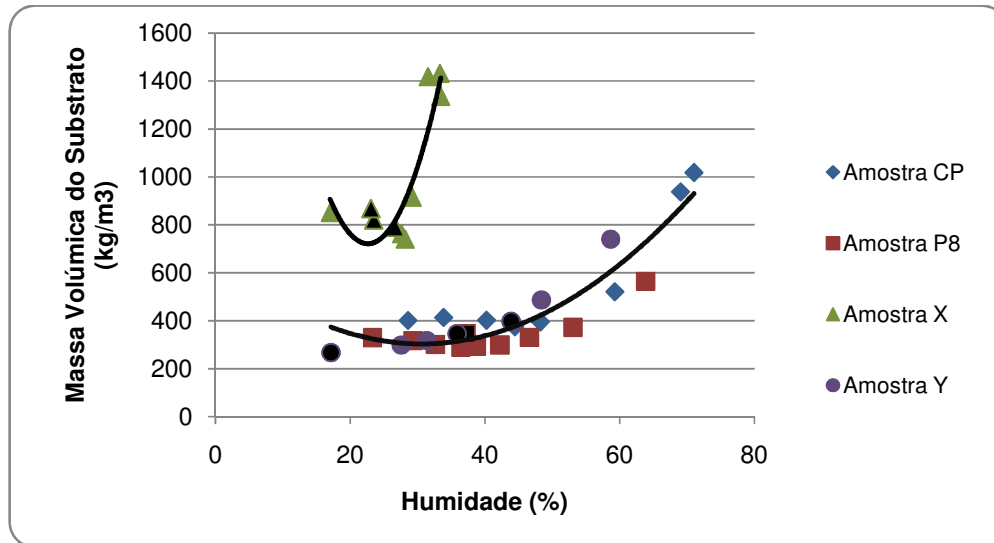


Figura 5.1: Relação da massa volúmica do substrato com a humidade.

A Figura 5.1 mostra a relação existente entre a massa volúmica do substrato ( $MV_{\text{Substrato}}$ ) e a sua humidade, destacando a preto as subamostras utilizadas para realizar o Teste do Auto-Aquecimento.

Na Figura 5.1 é bem visível a existência de dois grupos distintos de compostos, a amostra X e o conjunto dos outros três compostos utilizados. É bem evidente que a  $MV_{\text{Substrato}}$  da amostra X é bastante mais elevada que a  $MV_{\text{Substrato}}$  das restantes amostras, para um mesmo teor de humidade, devido à elevada percentagem de cinzas (Tabela 5.3). É ainda visível que, quando a humidade da amostra X se aproxima de 35%, o composto torna-se muito compacto, com um valor de massa por unidade de volume bastante elevado, o que irá provocar uma diminuição acentuada no seu volume de espaços vazios.

Todos os outros compostos utilizados (CP, P8 e Y) apresentam uma maior uniformidade nos valores de massa volúmica do substrato correspondentes a teores de humidade até

aproximadamente 50%, aumentando mais rapidamente quando a humidade é superior a 60% e o composto se aproxima da sua capacidade de saturação.

Na Tabela 5.4 estão apresentados o teor de VEV determinado para cada subamostra.

Tabela 5.4: volume de espaços vazios, para as diferentes subamostras obtidas da variação de humidade.

Subamostra	VEV (Equação 3.1) (%)	VEV (Equação 3.6) (%)	VEV (Equação 3.7) (%)
<b>Amostra CP</b>			
A	63,88	70,53	72,62
B	62,80	67,60	70,83
C	66,21	70,13	71,74
G	64,41	67,69	69,57
D	53,11	54,34	57,33
F	15,64	15,31	19,18
E	8,37	9,31	11,31
<b>Amostra P8</b>			
A	71,54	68,18	78,49
B	73,01	69,78	79,08
C	74,10	71,95	79,37
D	73,68	71,16	78,81
E	73,14	70,60	77,87
F	70,38	67,56	74,98
G	66,54	63,22	70,78
H	49,21	43,71	52,86
<b>Amostra X</b>			
H	21,95	48,05	50,47
D	28,98	48,33	53,48
A	31,43	54,25	54,76
C	33,44	52,92	55,94
F	17,69	40,07	44,90
B	0,00	4,87	12,59
E	0,00	6,31	10,32
G	0,00	6,71	16,01

Tabela 5.4: volume de espaços vazios, para as diferentes subamostras obtidas da variação de humidade. (Continuação)

Subamostra	VEV (Equação 3.1) (%)	VEV (Equação 3.6) (%)	VEV (Equação 3.7) (%)
Amostra Y			
A	73,16	77,75	79,97
B	71,50	75,38	78,21
D	68,93	72,46	75,65
C	64,25	68,30	70,51
E	56,26	59,33	62,89
F	33,48	35,86	40,35

Pela observação da Tabela 5.4 pode verificar-se, novamente, que existe uma diferença nos teores de VEV calculados através das diferentes equações, pelas razões explicadas no subcapítulo 5.1.

### 5.3 Relação da humidade com o Volume de Espaços Vazios

Com os dados de humidade e volume de espaços vazios (VEV) obtidos nos subcapítulos 5.1 e 5.2, representa-se nas Figuras 5.2, 5.3 e 5.4 a variação do VEV em função do teor em humidade, segundo as Equações 3.1, 3.6 e 3.7, respectivamente.

As Figuras abaixo mostram a influência do teor em humidade, no VEV disponível na massa de composto, e a delimitação das áreas para as quais os teores de humidade e, ou VEV serão considerados limitantes, de acordo com alguns autores referidos na revisão bibliográfica. Deste modo, o valor de humidade abaixo do qual poderá haver limitação de água para os microrganismos é 35%, tendo em conta que o composto está biologicamente inactivo para valores de humidade entre 25% e 35% (CCQC, 2001, Golueke, 1977, Silveira, 1987). Então, a Laga Merkblatt 10 (1984), citada por FCQAO (1994) recomenda um teor de humidade de cerca de 35% na amostra que vai ser sujeita ao Teste do Auto-Aquecimento, pelo que foi este o valor adoptado para a análise. Schulze (1962) recomenda um valor mínimo de 30% de volume de espaços vazios, já Haug (1993) e Jeris e Regan (1973)

consideram 30% um valor óptimo de volume de espaços vazios. Estes últimos autores verificaram que para valores desta ordem, a taxa de consumo de oxigénio foi máxima, pelo que se assumiu que compostos com volume de espaços vazios abaixo deste valor estariam sob condições limitantes para o processo de compostagem e para a realização do Teste do Auto-Aquecimento.

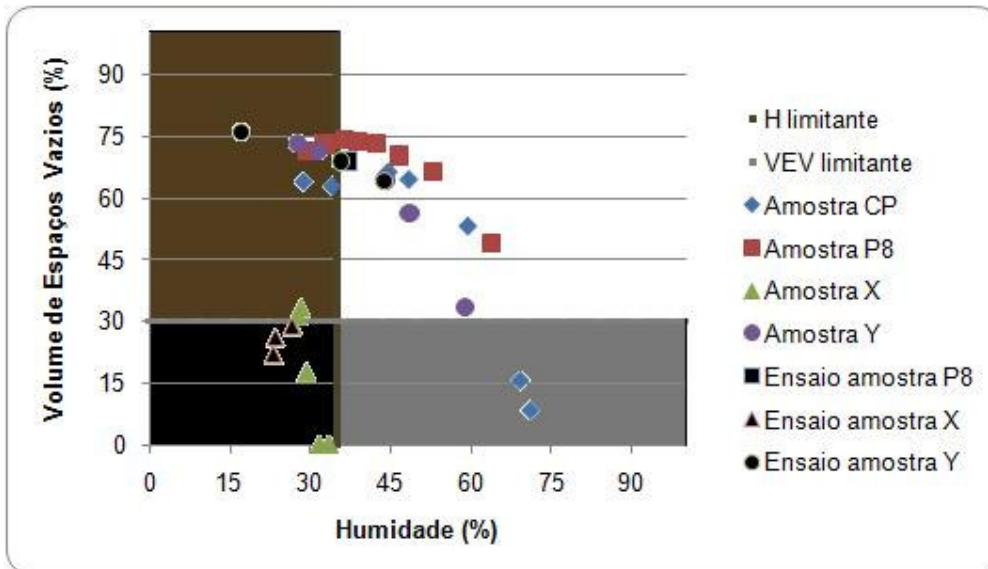


Figura 5.2: Relação entre o volume de espaços vazios e a humidade, segundo a Equação 3.1.

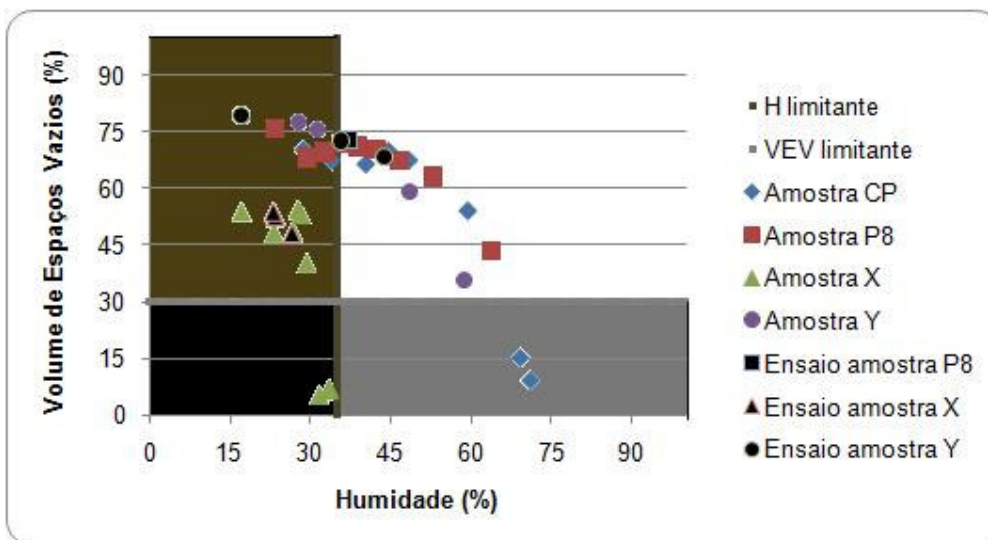


Figura 5.3: Relação entre o volume de espaços vazios e a humidade, segundo a Equação 3.6.

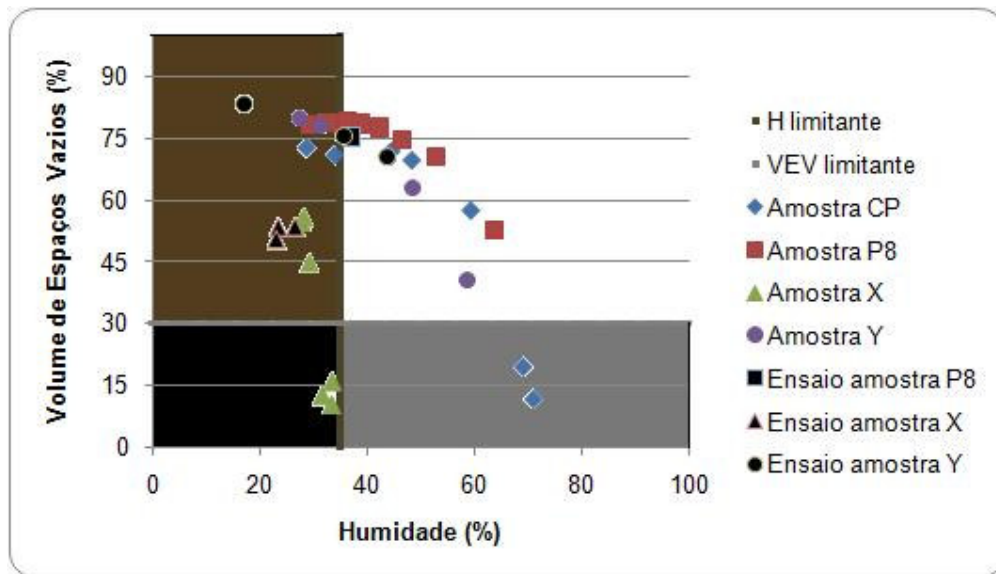


Figura 5.4: Relação entre o volume de espaços vazios e a humidade, segundo a Equação 3.7.

Nas Figuras 5.2, 5.3, 5.4 e 5.5 pode comprovar-se que para a amostra X ( $MV_{\text{Substrato}}$  elevada) quando o valor da humidade é próximo de 35%, o VEV é reduzido drasticamente, o que terá como consequência uma redução na quantidade de oxigénio disponível para os microrganismos.

A observação das Figuras 5.2, 5.3 e 5.4 permite verificar que independentemente da equação utilizada para o cálculo do VEV, as amostras apresentam sempre o mesmo tipo de comportamento, embora os valores obtidos pelas diferentes equações sejam diferentes. Da equação de Agnew, *et al.* (2003b) obtêm-se valores, de um modo geral inferiores aos obtidos pelas restantes equações, e a equação de Richard, *et al.* (2004) dá origem a valores de VEV superiores aos obtidos pelas restantes equações.

Como seria expectável, um aumento no teor em humidade tem como consequência uma redução no VEV. É evidente nas figuras acima que para amostras bem estruturadas, com massa volúmica do substrato entre 400 e 800 kg/m<sup>3</sup>, e teores de humidade acima de 45 – 50%, aproximadamente, o VEV diminui mais bruscamente, o que se deve ao preenchimento dos poros com água, levando a uma maior agregação das partículas sólidas e consequentemente a uma menor percentagem de ar na amostra. No entanto, para

humidades até cerca de 60% este tipo de amostras parece não apresentar limitações de ar na massa de composto, pois apresentam VEV, geralmente, bastante superior a 30%.

Como já foi referido no subcapítulo 5.2, não foi possível produzir a partir da amostra X subamostras com humidade acima de cerca 34%, embora não haja muita variabilidade em termos de humidade, o teor em volume de espaços vazios varia bastante entre as diferentes subamostras, atingindo valores muito baixos, esta condição pode verificar-se observando os valores de VEV apresentados nas Figuras 5.2, 5.3, 5.4 e 5.5. Graficamente, as subamostras obtidas estão sempre na área correspondente a teores de humidade considerados limitantes, contudo, apenas atingem valores de VEV limitantes para humidades superiores a cerca de 30%, quando o VEV é determinado pelas Equações 3.6 e 3.7. Quando o volume de espaços vazios é calculado pela Equação 3.1, os valores resultantes são muito diferentes dos obtidos pelas outras equações, concluindo-se que esta equação não é adequada para calcular VEV em amostras com pouca estrutura ( $MV_{\text{Substrato}} > 800 \text{ kg/m}^3$ ).

#### **5.4 Relação da Massa Volúmica do Substrato com o Volume de Espaços Vazios**

A principal dificuldade encontrada no cumprimento do objectivo A, da presente dissertação foi o cálculo do VEV, por requerer a determinação de parâmetros difíceis de determinar experimentalmente, como é o caso da massa volúmica das partículas ( $MV_{\text{Partículas}}$ ). Então, como se verificou, pelos dados obtidos nos subcapítulos 5.2 e 5.3 da presente dissertação, que o VEV depende grandemente da  $MV_{\text{Substrato}}$ , estudou-se a variação de VEV em função da  $MV_{\text{Substrato}}$ , para cada uma das equações de determinação do VEV, e avaliou-se a relação existente entre estes dois parâmetros (Figura 5.5).

Verificou-se, que os dados apresentavam uma correlação linear, pelo que se testou o ajuste de uma recta de regressão linear, aos resultados obtidos, para todas as amostras em conjunto, para a amostra X e para o conjunto de resultados das restantes amostras de composto. Sabendo que, quanto mais próximo do valor 1 for o  $R^2$  obtido pela recta de regressão linear, maior o ajuste dos dados, observou-se que as rectas que tinham um

comportamento mais parecido, de uma forma geral, eram as correspondentes ao VEV segundo a Equação 3.7, pois apresentavam um  $R^2$  de 0,99, como se pode ver na Tabela 5.5. Pelo que se aceitou esta equação como a mais correcta para determinar o VEV.

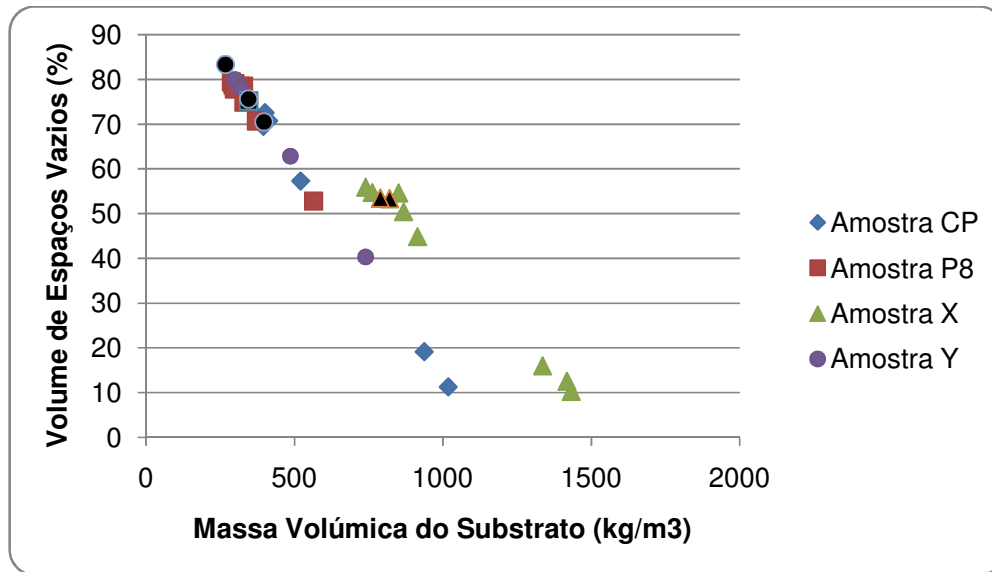


Figura 5.5: Variação do volume de espaços vazios em função da massa volúmica do substrato.

Na Figura 5.5 estão representadas a preto as amostras utilizadas para a realização do Teste do Auto-Aquecimento.

Agnew e Leonard (2003a) afirmam que a massa volúmica do substrato ( $MV_{\text{Substrato}}$ ) influencia a porosidade e a facilidade de compactação, e referem que os valores desse parâmetro, determinado em base húmida, variam geralmente entre 500 e 900  $\text{kg/m}^3$  e que valores mais elevados levam à redução da porosidade e do VEV no composto.

Então, com base na Figura 5.5, obtiveram-se duas equações diferentes para calcular o VEV, apresentadas na Tabela 5.5, uma para compostos bem estruturados (Amostras CP, P8 e Y) e outra para compostos com pouca estrutura (Amostra X). A Tabela 5.5 permite concluir que os resultados obtidos pelas amostras CP, P8 e Y têm um comportamento semelhante.

Então, pode afirmar-se que para o cálculo do VEV de compostos com uma boa estrutura ( $MV_{\text{Substrato}}$  entre 400 e 800  $\text{kg/m}^3$ ) pode utilizar-se a Equação 5.2 e para compostos com estrutura fraca ( $MV_{\text{Substrato}}$  superior a 800  $\text{kg/m}^3$ ) pode utilizar-se a Equação 5.3.

Tabela 5.5: Equações das rectas e coeficientes de correlação da variação do volume de espaços vazios em função da massa volúmica do substrato.

Amostras	Equação da recta	R <sup>2</sup>
Todas as amostras	VEV = 96,25 - 0,06.MV <sub>Substrato</sub> Equação 5.1	0,91
Amostras CP, P8 e Y	<b>VEV = 107,54 - 0,09.MV<sub>Substrato</sub></b> Equação 5.2	<b>0,99</b>
Amostra X	<b>VEV = 108,34 - 0,068.MV<sub>Substrato</sub></b> Equação 5.3	<b>0,99</b>

Então, os VEV que serão apresentados no capítulo referente ao Teste do Auto-Aquecimento são os calculados pela Equação 5.2, no caso dos testes efectuados com as amostras P8 e Y, e pela Equação 5.3, no caso dos testes efectuados com a amostra X.

## 5.5 Testes do Auto-Aquecimento

Simultaneamente às determinações acima apresentadas fizeram-se Testes do Auto-Aquecimento, da forma descrita no subcapítulo 4.3, para algumas das amostras iniciais e subamostras analisadas. Mais concretamente fizeram-se testes do auto-aquecimento para amostra P8, recolhida a 10 Setembro, amostra X recebida a 15 Setembro e subamostras D e H da mesma amostra recebida a 22 de Setembro, amostra Y inicial e subamostras C e D.

### 5.5.1 Resultados do Teste do Auto-Aquecimento

Para cada uma das amostras e subamostras sujeitas ao Teste do Auto-Aquecimento fizeram-se dois testes em simultâneo, ou seja, foram colocadas porções idênticas da mesma amostra ou subamostra em dois *Dewar*, no sentido de minimizar o potencial erro associado ao teste. As temperaturas apresentadas nas figuras são resultantes da média das temperaturas obtidas nesses dois testes.

### 5.5.1.1 Amostra P8

O teste teve a duração de nove dias (214 horas), e os resultados, estão apresentados na Figura 5.6. A Tabela 5.6 mostra as características da amostra no início do teste, em que a equação utilizada para o cálculo do volume de espaços vazios (VEV) foi a Equação 5.2.

Tabela 5.6: Características da amostra P8 no início do teste.

Humidade (%)	Sólidos Voláteis (% peso seco)	Massa Volúmica do Substrato (kg/m <sup>3</sup> )	Massa Volúmica das Partículas (kg/m <sup>3</sup> )	VEV (%)
37,17 ± 0,13	65,40 ± 1,56	345,64 ± 5,85	1525,36 ± 89,38	76,43

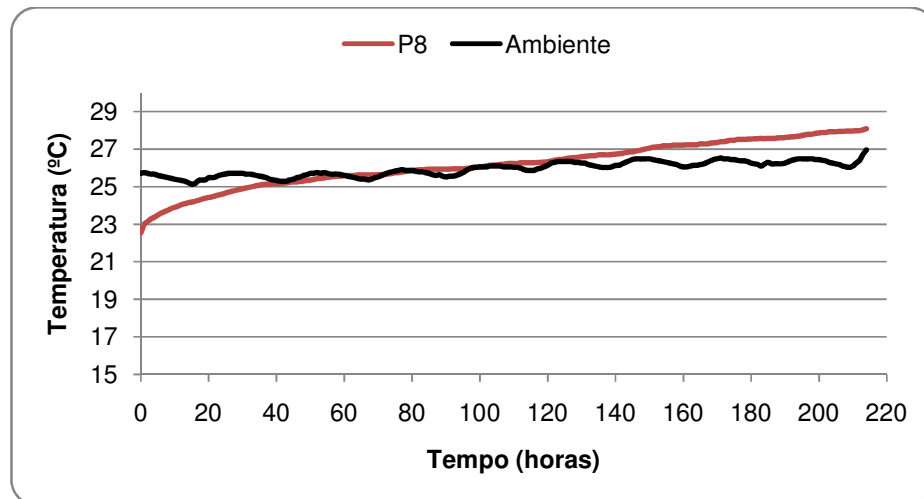


Figura 5.6: Evolução das temperaturas resultantes do teste à amostra P8 inicial.

Como se pode ver na Figura 5.6, houve alguma actividade por parte do composto, atingindo uma temperatura próxima de 29°C, no entanto os valores de temperatura apresentados foram sempre inferiores a 30°C, pelo que se conclui que a amostra é de Classe de estabilidade V, tratando-se portanto de um composto maturado, segundo as classes de estabilidade de composto apresentadas pela APA (2007) e pela Laga-Merkblatt M 10 (1995).

## 5.5.1.1.1 Características das amostras após o teste

Após o Teste do Auto-Aquecimento determinaram-se a humidade e sólidos voláteis da amostra (Anexos A e B) e os resultados dessas determinações apresentam-se na Tabela 5.7.

Tabela 5.7: Características da amostra P8 após o teste.

Humidade (%)	Sólidos Voláteis (% peso seco)
30,34 ± 0,28	69,06 ± 0,65

Houve uma redução de cerca de 7% na humidade da amostra sujeita ao teste, o que se deve ao ligeiro aumento de temperatura verificado.

## 5.5.1.2 Amostra X e subamostras D e H

As subamostras D e H foram obtidas a partir da amostra X recebida no dia 22 de Setembro de 2008, que tinha um teor em humidade de aproximadamente 17%. As características médias da amostra X e das subamostras D e H, no início do teste, são as apresentadas na Tabela 5.8.

O teste da amostra X teve a duração de nove dias (214 horas) (Figura 5.7). O tempo de teste para a subamostra D foi de dez dias (239 horas) e para a subamostra H teve início quatro dias (93 horas) após se ter iniciado o teste para a subamostra D, tendo durado onze dias (266 horas). Os resultados destes dois testes estão apresentados na Figura 5.8.

O VEV para as subamostras da amostra X foi calculado pela Equação 5.3, para compostos com pouca estrutura.

Tabela 5.8: Características da amostra X e respectivas subamostras D e H, no início do teste.

Subamostra	Humidade (%)	Sólidos Voláteis (% peso seco)	Massa Volúmica do Substrato (kg/m <sup>3</sup> )	Massa Volúmica dos Partículas (kg/m <sup>3</sup> )	VEV (%)
Amostra X (15 Setembro)	23,49 ± 0,60	15,82 ± 0,58	820,36 ± 15,47	2217,37 ± 163,70	52,55
D	26,68 ± 2,01	17,82 ± 1,25	789,09 ± 12,81	1889,64 ± 26,02	54,68
H	23,08 ± 0,22	18,89 ± 1,42	867,24 ± 42,38	2088,67 ± 152,18	49,37

A humidade foi inferior ao recomendado para as subamostras da amostra X, uma vez que não foi possível cumprir a condição do teste, que exige um teor em humidade de 35% de acordo com a Laga Merkblatt 10 (1984), devido ao seu elevado teor em cinzas (81-84%), que lhe confere uma massa volúmica do substrato e massa volúmica das partículas bastante elevada e conseqüentemente uma estrutura muito fraca. Nessa condição, é possível que os resultados obtidos pelo Teste do Auto-Aquecimento não reflectam a verdadeira classe de estabilidade do composto. Contudo prevê-se que para este tipo de composto a humidade adequada, para a realização do teste, seja inferior ao valor referido.

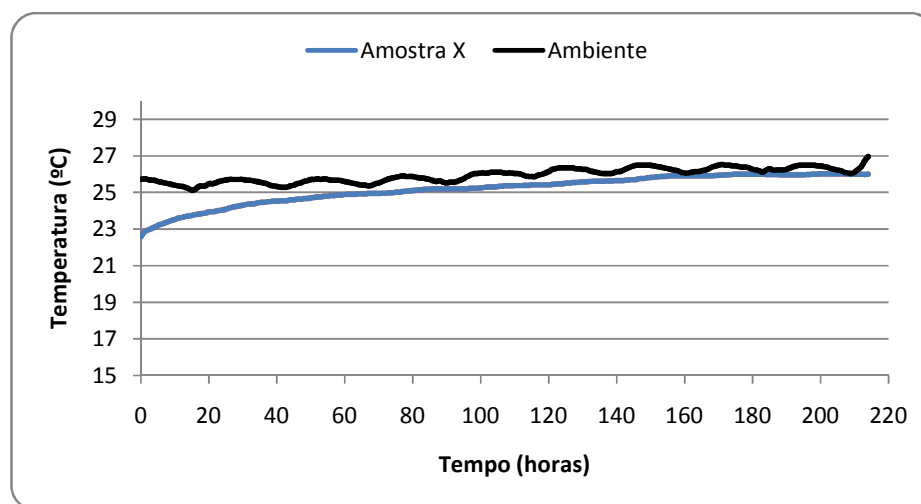


Figura 5.7: Evolução das temperaturas resultantes do teste à amostra X.

Pela Figura 5.7 verifica-se que houve uma ligeira reacção por parte do composto, no entanto a temperatura máxima atingida foi inferior a 30°C, pelo que se conclui que a amostra X é um

composto de Classe de estabilidade V, composto maturado, de acordo com as classes de estabilidade de composto apresentadas pela APA (2007) e com a Laga-Merkblatt M 10 (1995).

Sabendo que as subamostras foram obtidas a partir da amostra X, embora não tenham sido recolhidas exactamente no mesmo dia, espera-se que resultem na mesma classe de estabilidade do composto.

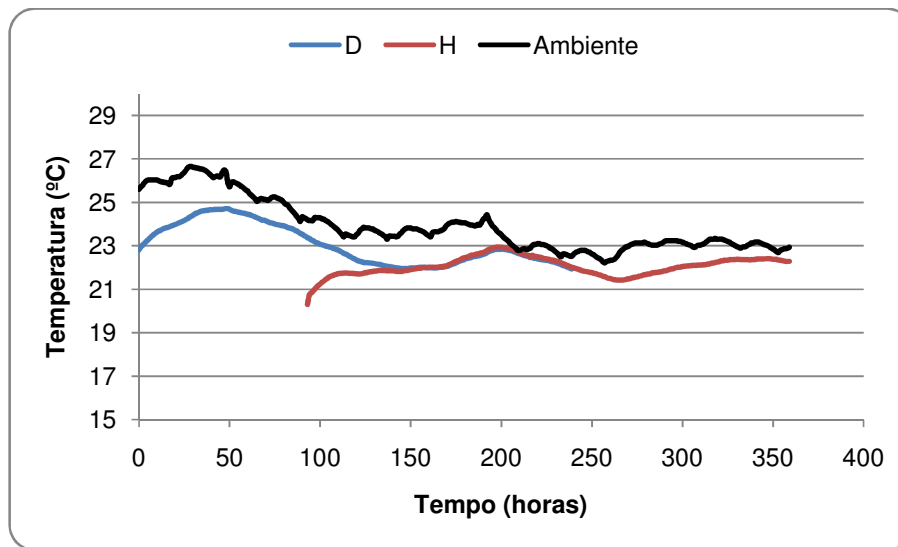


Figura 5.8: Evolução das temperaturas resultantes do teste às subamostras D e H da amostra X.

Da análise da Figura 5.8 verificou-se que a temperatura foi sempre inferior a 30°C, tendo um comportamento semelhante ao da temperatura ambiente, pelo que se conclui que o composto não reagiu e que se confirma que é um composto de Classe de estabilidade V, composto maturado de acordo com a APA (2007) e com a Laga-Merkblatt M 10 (1995).

#### 5.5.1.2.1 Medições de oxigénio

No cumprimento do objectivo C da presente dissertação, fizeram-se medições de oxigénio no interior da massa de composto, no Dewar.

As Figuras seguintes mostram a concentração de oxigénio medida em dois pontos do interior de cada *Dewar*, no fundo e a meia altura.

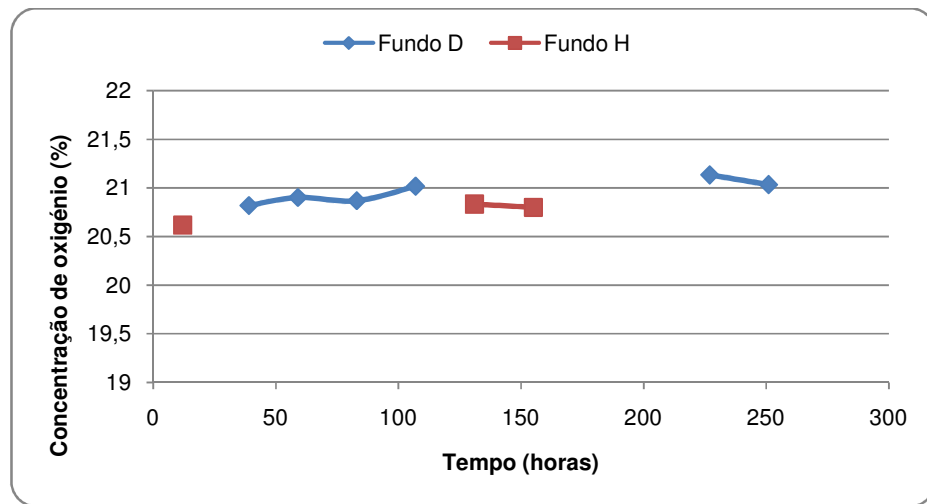


Figura 5.9: Variação da concentração em oxigênio no fundo do *Dewar* durante os testes das Subamostras D e H, da amostra X.

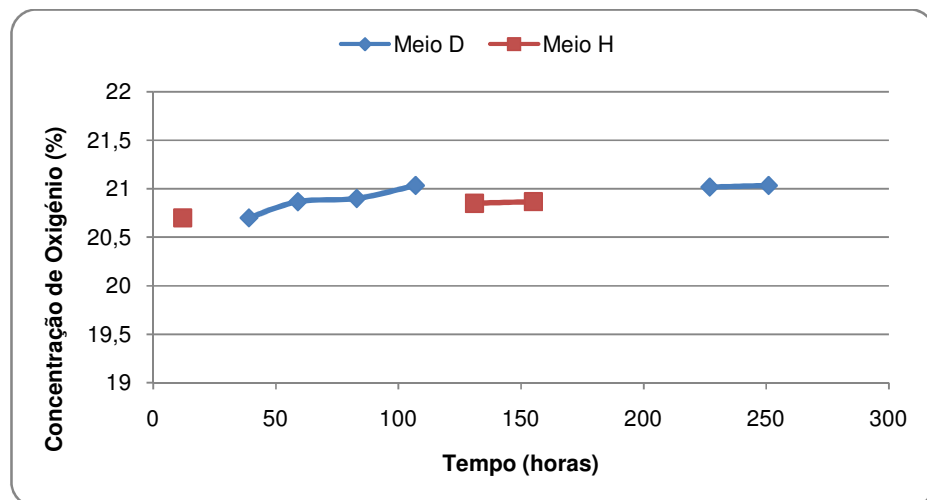


Figura 5.10: Variação da concentração em oxigênio a meio da massa de composto, durante os testes das Subamostras D e H, da amostra X.

As Figuras 5.9 e 5.10 mostram que as concentrações de oxigênio tanto no fundo da massa de composto (fundo do *Dewar*), como a meio da massa de composto (meio do *Dewar*), são muito superiores a 5%, o que leva a concluir que não houve limitações de oxigênio durante os testes destas subamostras, de acordo com Schulze (1962), Haug (1993), Moon (1997), Barrena, *et al.* (2006) e Gil, *et al.* (2008).

## 5.5.1.2.2 Características das amostras após o teste

Após o Teste do Auto-Aquecimento determinaram-se a humidade e os sólidos voláteis das amostras e subamostras (Anexos A e B), cujos valores se apresentam na Tabela 5.9.

Tabela 5.9: Características da amostra X e respectivas subamostras D e H, após o teste.

Subamostras	Humidade (%)	Sólidos Voláteis (% peso seco)
Amostra X (15 Setembro)	18,28 ± 0,32	17,90 ± 0,88
D	26,16 ± 0,42	16,78 ± 0,79
H	21,08 ± 0,44	17,47 ± 0,44

Da análise das Tabelas 5.9 e 5.8 verifica-se uma tendência para a secagem da amostra durante o Teste do Auto-Aquecimento. As subamostras, embora provenham da mesma amostra inicial, têm um comportamento diferente, particularmente no que diz respeito à variação de humidade.

## 5.5.1.3 Amostra Y e subamostras C e D

As características no início do teste da amostra Y e das respectivas subamostras C e D são apresentados na Tabela 5.10. Utilizou-se para o cálculo do volume de espaços vazios (VEV) a Equação 5.2, obtida no subcapítulo 5.4 da presente dissertação, uma vez que se trata de um composto com uma boa estrutura.

Tabela 5.10: Características da amostra Y e respectivas subamostras D e C no início do teste.

Subamostra	Humidade (%)	Sólidos Voláteis (% peso seco)	Massa Volúmica do Substrato (kg/m <sup>3</sup> )	Massa Volúmica das Partículas (kg/m <sup>3</sup> )	VEV (%)
Amostra Y	17,13 ± 0,22	64,29 ± 2,94	267,17 ± 15,49	1351,46 ± 53,77	83,49
D	35,87 ± 0,60	62,38 ± 2,05	345,27 ± 7,74	1461,25 ± 87,37	76,47
C	43,87 ± 0,57	62,65 ± 1,26	397,19 ± 12,01	1562,26 ± 56,01	71,79

De acordo com a literatura consultada a humidade da Amostra inicial será limitante no desenvolvimento do Teste do Auto-Aquecimento, uma vez que é muito inferior a 35%, pelo

que se fez correcção de humidade e se obtiveram as subamostras D e C cuja humidade é adequada, pelo que não se espera que haja limitação nos testes efectuados.

De forma a cumprir-se o objectivo C da presente dissertação, que consiste em verificar a existência de um gradiente vertical de temperatura no interior da massa colocada no *Dewar*, no teste realizado com a amostra Y inicial foram colocadas 3 sondas de temperatura em diferentes posições da massa. Nos testes às subamostras D e C, colocou-se uma sonda no duplicado i da subamostra C, duas no duplicado ii da mesma subamostra e duas em cada duplicado da subamostra D (i e ii), uma vez que as sondas de temperatura disponíveis não eram suficientes para colocar 3 em cada *Dewar*.

A duração do teste da amostra Y inicial foi de 9 dias (218 horas). Os testes das subamostras D e C realizaram-se em simultâneo e tiveram a duração de 13 dias (304 horas). Os resultados obtidos pelos testes efectuados estão apresentados nas Figuras 5.11, 5.12, 5.13, 5.14 e 5.15.

Nas Figuras abaixo, entenda-se Meio como a meia altura no *Dewar* (aproximadamente).

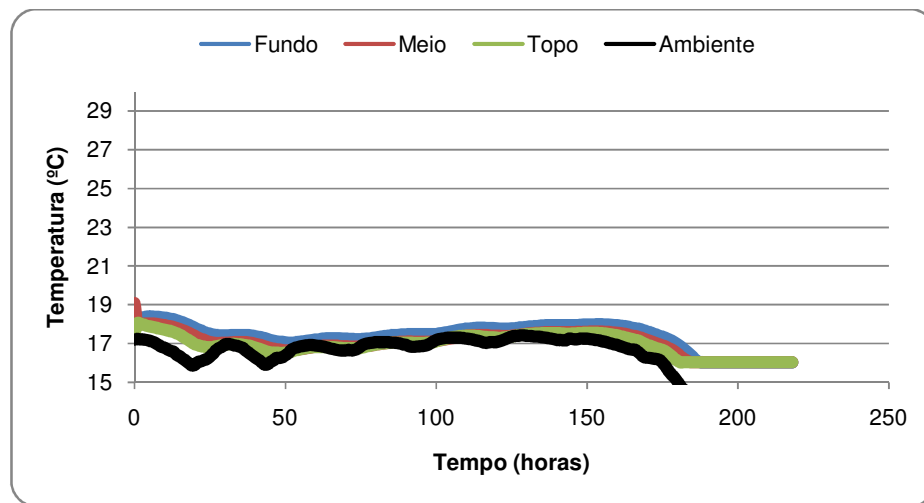


Figura 5.11: Evolução das temperaturas resultantes do teste amostra Y inicial.

Na Figura 5.11, o composto da amostra Y aparenta ser de Classe de estabilidade V, composto maturado, uma vez que a temperatura ao longo do teste foi sempre inferior a 30°C, de acordo com a APA (2007) e com a Laga-Merkblatt M 10 (1995). No entanto, é provável que o teste tenha originado este resultado devido à escassez de humidade, uma vez que baixos teores de humidade levam a que a actividade biológica esteja limitada,

impedindo o aumento da temperatura (CCQC, 2001, Golueke, 1977, citado por Silveira, 1987, Haug, 1993).

Deste modo, foram submetidas ao Teste do Auto-Aquecimento duas subamostras (D e C), com a humidade corrigida para 35,87% e 45,87% respectivamente, cujos resultados se apresentam nas Figuras 5.12, 5.13, 5.14 e 5.15, respectivamente.

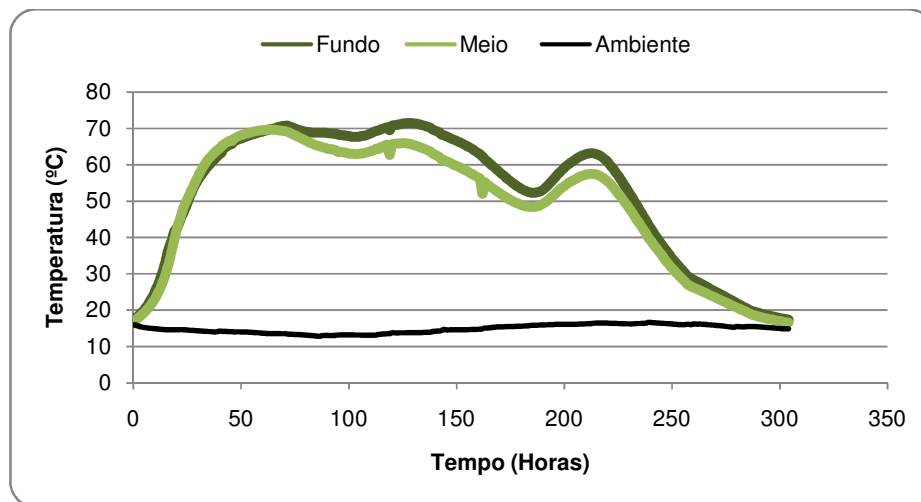


Figura 5.12: Evolução das temperaturas resultantes do teste do duplicado i, da subamostra D.

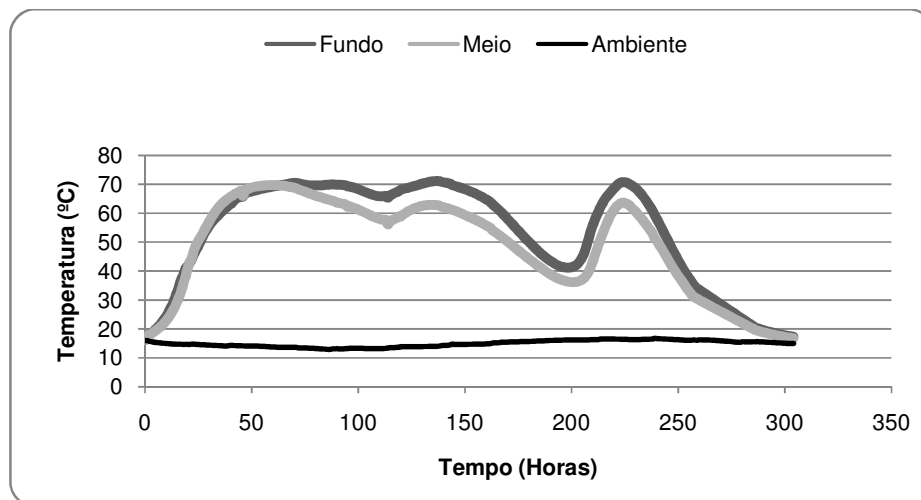


Figura 5.13: Evolução das temperaturas resultantes do teste do duplicado ii, da subamostra D.

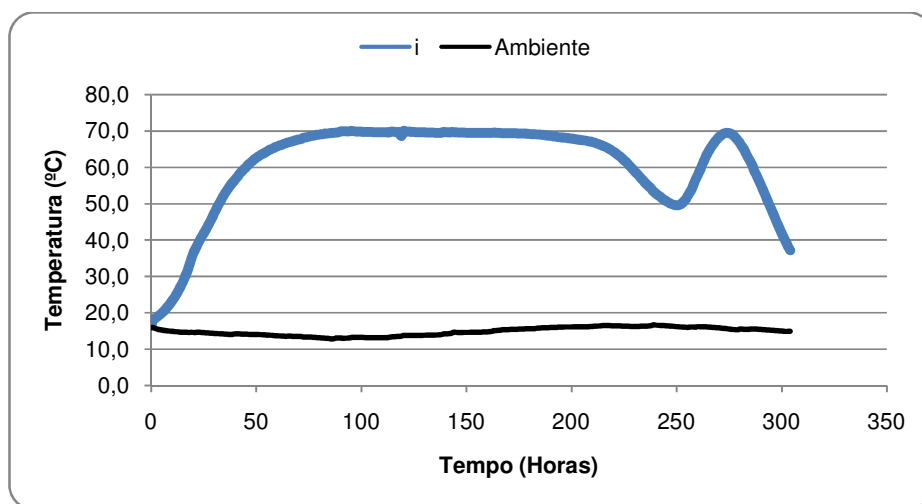


Figura 5.14: Evolução das temperaturas resultantes do teste do duplicado i, da subamostra C.

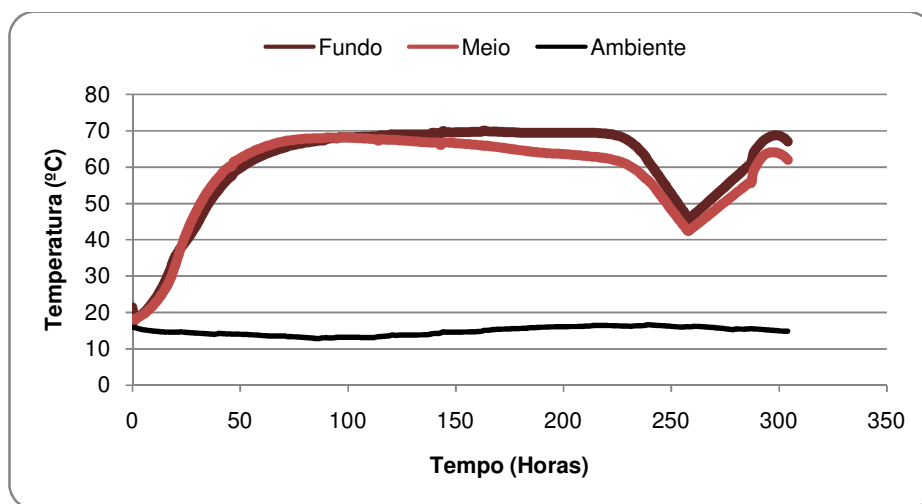


Figura 5.15: Evolução das temperaturas resultantes do teste do duplicado ii, da subamostra C. As temperaturas máximas atingidas em cada teste são apresentadas na Tabela 5.11.

Tabela 5.11: Temperaturas máximas atingidas durante os testes das subamostras D e C, da amostra Y.

Subamostra	Duplicado	Local, relativamente à altura	Temperatura máxima (°C)	Diferença de temperatura (°C)	Tempo (hora)
C	i	Terço inferior	70,00	1,92	95
	ii	Fundo	70,08		163
		Meio	68,16		96
D	i	Fundo	71,44	1,84	127
		Meio	69,60		62

Tabela 5.11: Temperaturas máximas atingidas durante os testes das subamostras D e C, da amostra Y.

Subamostra	Duplicado	Local, relativamente à altura	Temperatura máxima (°C)	Diferença de temperatura (°C)	Tempo (hora)
D	ii	Fundo	71,28	1,52	137
		Meio	69,76		58

Nas Figuras 5.12, 5.13, 5.14 e 5.15 e na Tabela 5.11 é visível que o composto da amostra Y é ainda um composto activo, uma vez que a temperatura dos testes realizados às suas subamostras atingiu valores perto de 70°C. Pode-se afirmar que é um composto de classe I, composto fresco ou material inicial, de acordo com a APA (2007) e com a LAGA-Merkblatt M 10 (1995).

Sabendo que as subamostras D e C foram obtidas a partir de correcções de humidade efectuadas à amostra Y inicial, então, os testes realizados com estas subamostras darão o resultado da classe de estabilidade de composto correspondente à amostra Y.

Visto que o resultado do teste feito à amostra Y inicial, composto maturado, é exactamente oposto ao resultado dos testes efectuados às suas subamostras com humidade corrigida, composto fresco ou material inicial, comprova-se que insuficiente humidade afecta os resultados do Teste do Auto-Aquecimento, e que uma humidade perto de 35% ou ligeiramente superior é adequada para a realização do teste.

Nas Figuras 5.12, 5.13 e 5.15 é visível um ligeiro gradiente vertical de temperatura, em que se verificam temperaturas superiores no fundo do vaso que a meia altura do mesmo. Neste caso concreto este gradiente não afectou os resultados do teste, no entanto é possível que a sonda colocada a meia altura ou mesmo no terço inferior do vaso, como indica FCQAO (1994), não corresponda à temperatura máxima atingida, pelo que se sugere que a sonda seja colocada no fundo do *Dewar*.

## 5.5.1.3.1 Velocidade de reacção

Como é visível nas Figuras 5.12, 5.13, 5.14 e 5.15, todos os substratos começaram a reagir logo após o início dos testes, verificando-se um aumento de temperatura mais acentuado aproximadamente até às 40 ou 50 horas, dependendo do teste, tanto no fundo como no meio da massa. Assim, ensaiou-se o ajuste de uma recta correspondente às primeiras 40 horas de cada teste, a partir das quais se obtiveram as equações das rectas, apresentadas na Tabela 5.12.

Tabela 5.12: Equações e coeficientes de correlação obtidos das rectas ajustadas às Figuras 5.12, 5.13, 5.14 e 5.15, nas 40 primeiras horas dos testes realizados às subamostras D e C da amostra Y.

Subamostra	Duplicado	Equação	Declive médio (°C/hora)	Coefficiente de Correlação (R <sup>2</sup> )	Temperatura para t= 40 horas
Fundo					
D	i	$T = 1,31 \times t + 14,58$	1,32	0,98	T= 66,81°C
	ii	$T = 1,33 \times t + 13,74$		0,99	T=66,86°C
C	i	$T = 1,09 \times t + 14,12$	1,03	0,99	T=57,66°C
	ii	$T = 0,97 \times t + 15,32$		0,99	T=54,02°C
Meio					
D	i	$T = 1,41 \times t + 12,13$	1,43	0,98	T=68,65°C
	ii	$T = 1,44 \times t + 11,54$		0,98	T=69,17°C
C	i	$T = 1,09 \times t + 14,12$	1,11	0,99	T=57,66°C
	ii	$T = 1,13 \times t + 12,63$		0,98	T=57,96°C

T – temperatura (°C)

t – tempo (hora)

A comparação dos declives das rectas, apresentados na Tabela 5.12, permite concluir que, no geral, o teste da subamostra D teve uma reacção mais rápida que o teste da subamostra C. Esse facto pode dever-se à subamostra C ter um teor em humidade, massa volúmica do substrato e massa volúmica das partículas superiores e, conseqüentemente, menor volume de espaços vazios, pelo que se confirma que o teor óptimo em humidade, para este tipo de composto é de cerca de 35%. Verifica-se ainda, pelos dados apresentados nas Tabelas 5.11 e 5.12, que compostos com humidade muito superior a 35% originaram um retardamento na

evolução de temperaturas durante o teste, uma vez que um aumento da humidade, inferior a 10%, já foi suficiente para que a reacção se tornasse mais lenta.

#### 5.5.1.3.2 Medições de oxigénio

Concentrações de oxigénio inferiores a 5%, tornam-se limitantes para o desenvolvimento do processo de compostagem, porque conduzem a uma diminuição da actividade biológica, pelo que será importante controlar a percentagem de oxigénio dentro da massa, ao longo do processo de compostagem (Schulze, 1962, Haug, 1993, Moon, 1997, Barrena, *et al.*, 2006 e Gil, *et al.*, 2008).

Os resultados das medições de oxigénio no interior dos *Dewars* durante os testes são apresentados nas Figuras 5.16 e 5.17.

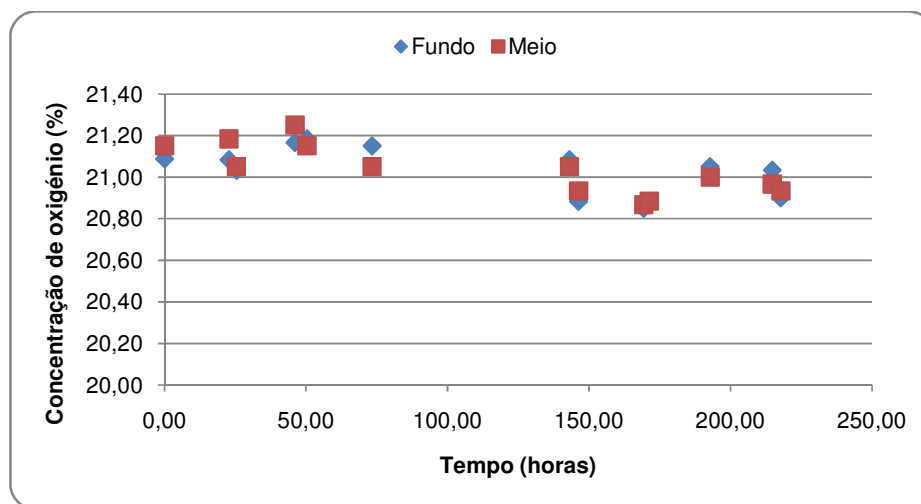


Figura 5.16: Evolução da concentração de oxigénio, no interior da massa, ao longo do teste da amostra Y.

Como se pode ver na Figura 5.16 e sabendo que o oxigénio é limitante a concentrações inferiores a 5%, não houve limitação de oxigénio no interior da massa de composto, durante o teste da amostra Y inicial.

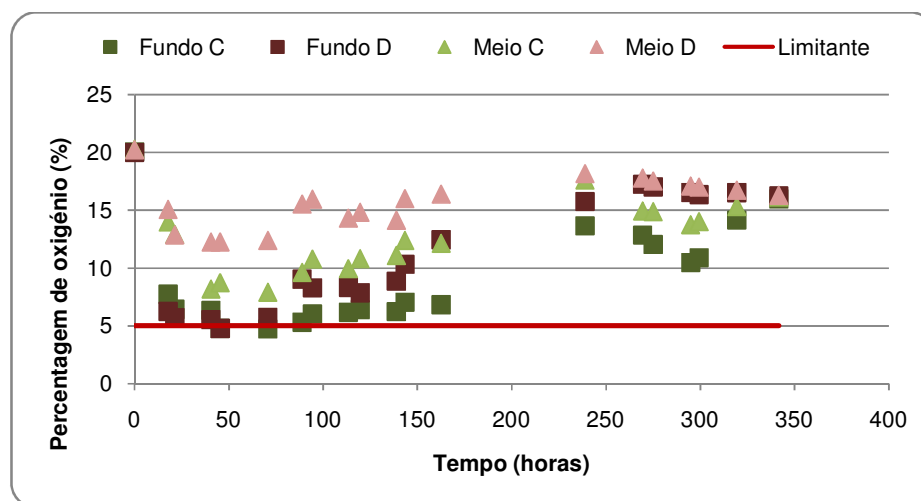


Figura 5.17: Evolução da concentração de oxigênio, no interior da massa, ao longo dos testes das subamostra C e D.

Pela análise da Figura 5.17 pode concluir-se que, houve consumo de oxigênio provavelmente devido à actividade microbiana e o oxigênio atingiu o limite mínimo nos interstícios da massa, de acordo com Schulze (1962), Haug (1993), Moon (1997), Barrena, *et al.* (2006) e Gil, *et al.* (2008). Conclui-se que é necessário monitorizar a concentração de oxigênio no interior da massa, durante o Teste do Auto-Aquecimento.

#### 5.5.1.3.3 Características das amostras após o teste

Após o Teste do Auto-Aquecimento determinaram-se a humidade e sólidos voláteis das amostras e subamostras, cujos resultados se apresentam na Tabela 5.13.

Tabela 5.13: Características das amostras Y inicial e respectivas subamostras D e C.

Subamostras	Humidade (%)	Sólidos Voláteis (% peso seco)
Amostra Y	15,57 ± 0,36	60,79 ± 2,02
D	22,91 ± 0,16	58,54 ± 1,71
C	29,99 ± 0,71	56,88 ± 3,75

É visível na Tabela 5.13 que ocorreram reduções de humidade, nos testes das subamostras D e C, o que se pode dever às elevadas temperaturas atingidas ( $\approx 70^{\circ}\text{C}$ ) durante os respectivos testes. Observam-se ainda reduções de sólidos voláteis possivelmente devido à

degradação da matéria orgânica, que ocorreu durante o teste, uma vez que se tratava de uma amostra ainda em fase activa (composto fresco de classe de estabilidade I) que, a correcção da humidade para valores óptimos, permitiu o arranque do processo de degradação.

## Capítulo 6 Conclusões

Os resultados experimentais obtidos neste trabalho permitem concluir que as condições ideais para a realização do Teste do Auto-Aquecimento, dependem do tipo de substrato com que se realiza o teste, ou seja, para compostos bem estruturados, com massa volúmica do substrato ( $MV_{\text{Substrato}}$ ) entre 400 e 800 kg/m<sup>3</sup>, a humidade adequada para a realização do teste é de 35%. No entanto, mantendo o VEV acima de 30% poderá realizar-se o Teste do Auto-Aquecimento para amostras deste tipo, com humidades entre 35 e 45%.

Compostos com elevadas  $MV_{\text{Substrato}}$  (elevado teor em cinzas), apresentam VEV perto de 0%, para humidades acima de 30%, pelo que se conclui que a condição de humidade definida na LAGA Merkblatt 10 (1984) não é adequada para a realização de Teste do Auto-Aquecimento com este tipo de compostos.

Apesar da pequena quantidade de testes efectuados, os resultados obtidos mostram que houve um gradiente vertical de temperatura, no interior do *Dewar* durante o teste com as subamostras D e C da amostra Y, em que a temperatura no fundo do *Dewar* foi superior à do meio, no entanto a colocação da sonda no fundo do vaso não é aconselhável uma vez que, caso o composto a testar tenha reduzida capacidade de retenção de água, haverá acumulação de água no fundo do vaso, o que impedirá a medição da temperatura real da massa de composto, pelo que a colocação da sonda no terço inferior será a mais adequada.

Quando o Teste do Auto-Aquecimento é realizado com amostras muito activas, pode verificar-se escassez de oxigénio, no fundo do *Dewar*, no entanto esse facto não impede que o teste tenha uma resposta correcta, pelo que não será necessária a medição de oxigénio durante o teste.

Conclui-se, por fim, que se deve considerar a humidade como uma condição para a realização do Teste do Auto-Aquecimento, desde que se verifique se o composto que se está a testar é bem ou mal estruturado ( $MV_{\text{Substrato}}$  entre 400 e 800 kg/m<sup>3</sup>, ou acima deste valor, respectivamente).



## **Capítulo 7 Trabalho Futuro**

Do trabalho desenvolvido na presente dissertação surgiram questões que seria interessante estudar em possíveis trabalhos futuros, pelo que se propõe:

Relacionar o teor em humidade e volume de espaços vazios utilizando o teste do punho para verificação da humidade em simultâneo com a determinação na estufa;

Estudar em compostos estruturados (massa volúmica do substrato entre 400 e 800 kg/m<sup>3</sup>), o efeito de humidades superiores a 50% nos resultados do Teste do Auto-Aquecimento;

Verificar se as equações de VEV obtidas na presente dissertação são adequadas, em particular a obtida para amostras de composto mal estruturado;

Estudar qual será a humidade adequada para a realização do Teste do Auto-Aquecimento com compostos mal estruturados.



## Referências Bibliográficas

ADAS Consulting Limited. (2005). *Assessment of Options and Requirements for Stability and Maturity Testing of Composts*. Banbury: The Waste and Resources Action Programme (WRAP).

Agnew, J. M., & Leonard, J. J. (2003 a). The Physical Properties of Compost. *Compost Science & Utilization* , 11.

Agnew, J. M., Leonard, J. J., Feddes, J., & Feng, Y. (2003 b). A modified air pycnometer for compost air volume and density determination, *Canadian Biosystems Engineering* 45 , 627-635..

Ahn, H. K., Richard, T. L., & Glanville, T. D. (2008). Laboratory determination of compost physical parameters for modeling of airflow characteristics., *Waste Management* 28, pp. 660 - 670.

APA, A. P. (2 October 2007). *Proposta de Especificações Técnicas sobre Qualidade e Utilizações do Composto*, APA.

Barrena, R., Pagans, E., Faltys, G., & Sánchez, A. (2006). Effect of inoculation dosing on the composting of source-selected organic fraction of municipal solid wastes. *Journal of Chemical Technology and Biotechnology* , 81, pp. 420–425.

Brinton Jr., W. F., Evans, E., Droffner, M. L., & Brinton, R. B. (November 1995). A Standardized Dewar Test for Evaluation of Compost Self-Heating. *Biocycle*, 36 .

Brinton, W. F. (2000). *Compost Quality Standards & Guidelines: An international View*. Woods End Research Laboratory, Inc.

Buckley, K. E. (November 2001). Pig Production in Straw Bedded Systems. *Composting Solid Manure* . Manitoba: Agriculture & Agri-Food Canada.

Butler, T. A., Sikora, L. J., Steinhilber, P. M., & Douglas, L. W. (2001). Compost Age and Sample Storage Effects on Maturity Indicators of Biosolids Compost. *Journal of Environmental Quality* , pp. 2141 - 2148.

CCQC, C. C. (2001). *Compost Maturity Index*. Nevada City: California Compost Quality Council.

CEN TC 223 WG4 N 174: 2008, Documentação - Determination of Aerobic biological activity – part 2: self heating test for compost.

CEN/TF: 2005, Documentação - Solid materials – Determination of bulk density.

Cooper, B. J. (2004). *Stability (Biodegradability)*. Reino Unido: Horizontal-7 WPA.

Directiva n.º 1999/31/CE. Do Conselho (1999-04-26). Relativa a deposição de resíduos em aterros.

Eftoda, G., & McCartney, D. (2002). Correlating bench-scale FAS test to full-scale windrow composting performance. *Proceedings of 2002 International Symposium: Composting & Compost Utilization*. OH, U. S.: Columbus.

EN 12879 (2000). *Characterization of Sludges - Determination of the loss on ignition of dry mass*.

EN 12880 (2000). *Characterization of Sludges - Determination of dry residue and water content*.

FCQAO, F. C. (1994). *Methods Book for the Analysis of Compost*. Alemanha: Federal Compost Quality Assurance Organisation (FCQAO); Bundesgütegemeinschaft Kompost e.V. (BGK).

Gea, T., & Richard, T. L. (2008). Evolution of Physical Properties During the Composting Process of Wastes of Different Biodegradable Organic Matter Content and their Influence on Biodegradation Kinetics. *6th International Conference ORBIT 2008 - Moving Organic Waste Recycling Towards Resource Management and Biobased Economy*. Wageningen, The Netherlands.

Gil, M. V., Carballo, M. T., & Calvo, L. F. (2008). Fertilization of maize with compost from cattle manure supplemented with additional mineral nutrients. *Waste Management*, 28, pp. 1432–1440.

Haug, R. T. (1993). *The Practical Handbook of Composting Engineering*. Boca Raton, Florida: Lewis Publishers.

Iannotti, D. A., Pang, T., Toth, B. L., Elwell, D. L., Keener, H. M., & Hoitink, H. A. (1993). A quantitative respirometric method for monitoring compost stability. *Compost Science & Utilization*, 1, pp. 52-65.

Jeris, J. S., & Regan, R. W. (March/April 1973). Controlling Environmental Parameters For Optimum Composting. Part II: Moisture, Free Air Space and Recycle. *Compost Science*, pp. 8-15.

Jourdan, B. (1982). Standardizing Selected Methods for Determining the Degree of Decomposition of Municipal Composts. *Abfall Wirtschaft Forschungsbericht*. Universidade de Estugarda.

Laga Merkblatt 10. (1984). *Länderarbeitsgemeinschaft Abfall, working group 'Compost Quality Criteria', 1984, issued by the German Department of the Environment to clarify compost quality criteria within the Sewage Sludge Order, 1982*.

- Laga-Merkblatt M 10. (1995). Qualitätskriterien und Anwendungsempfehlungen für Kompost. *Müll-Handbuch Lfg. 5/95, Kennziffer 6856*. Berlin: Verlag.
- NP-83: LNEC, Laboratório de Engenharia Civil (1965). Solos - Determinação da densidade das partículas. *Norma Portuguesa Definitiva*, .
- McAdams, M. W., & White, R. K. (23 - 25 October 1996). Compost Stability Determination. *Composting in the Carolinas - Proceedings of the 1996 Conference*, Composting in the Carolinas - Proceedings of the 1996 Conference. Myrtle Beach, Carolina do Sul.
- Mohee, R., & Mudhoo, A. (2005). Analysis of the Physical properties of an in-vessel composting matrix. *Powder Technology*, 155, pp. 92-99.
- Moon, P. (1997). *Basic On-Farm Composting Manual*. Seattle, Washington: The Clean Washington Center.
- PERSU II . (2007). *Plano Estratégico para os Resíduos Sólidos Urbanos*. Ministério do Ambiente, do Ordenamento do Território e do Desenvolvimento Regional.
- Richard, T. L., Hamelers, H. V., Veeken, A., & Silva, T. (Autumn 2002). Moisture Relationships in Composting Processes. *Compost Science & Utilization*, pp. 286-302.
- Richard, T. L., Veeken, A. H., de Wilde, V., & Hamelers, H. V. (2004). Air-Filled Porosity and Permeability Relationships during Solid-State Fermentation. *Biotechnology Progress*, 20, pp. 1372-1381.
- Richard, T. L., Walker, L. P., & Gossett, J. M. (2006). Effects of Oxygen on Aerobic Solid-State Biodegradation Kinetics. *Biotechnology Progress*, 22, pp. 60-69.
- Schulze, K. L. (Spring 1962). Continuous Thermophilic Composting. *Compost Science*.
- Silveira, A. I. (1987). Contribuição para o estudo da influência da relação Carbono / Azoto no processo de compostagem de resíduos sólidos. Lisboa: Universidade Nova de Lisboa.
- Silveira, A. I., Centeno, M., & Queda, A. C. (Março de 2005). Projecto AGRO 70. *Compostagem de Lamas de ETARs de Agro-Indústrias*, 1<sup>a</sup>. Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa.
- Su, D., McCartney, D., & Wang, Q. (Primavera de 2006). Comparison of Free Air Space Test Methods. *Compost Science & Utilization*, pp. 103-113.
- Suler, D. J., & Finstein, M. S. (1977). Effect of Temperature, Aeration, and Moisture on CO<sub>2</sub> Formation in Bench-Scale, Continuously Thermophilic Composting of Solid Waste. *Applied and Environmental Microbiology*, 33.
- Thompson, W. H. (2001). TMECC. *Test Methods for the Examination of Composting and Compost*. Washington, DC: U.S. Gov't Print Office.

Tollner, E. W., Smith, J., & Das, K. C. (s.d.). Development and Preliminary Validation of a Compost Process Simulation Model.

Van Ginkel, J. T., Raats, P. A., & Van Haneghem, I. A. (1999). Bulk density and porosity distributions in a compost pile. *Netherlands Journal of Agriculturaç Science* , 47, pp. 105-121.

Wang, W., Wang, X., Liu, J., Ishii, M., Igarashi, Y., & Cui, Z. (2007). Effect of Oxygen Concentration on the Composting Process and Maturity. *Compost Science & Utilization* , 15, pp. 184-190.

Weindorf, D. C., & Wittie, R. (2003). Determining Particle Density in Dairy Manure Compost. *The Texas Journal of Agriculture and Natural Resource* , 16, pp. 60-63.

Weppen, P. (Inverno de 2002). Determining Compost Maturity: Evaluation Of Analytical Properties. (U. f. Ecosystems, Ed.) *Compost Science & Utilization* , pp. 6-15.

## Anexo A - Tratamento Estatístico dos dados de humidade

### Anexo A.1 - Amostra CP

✓ - Valor de  $x_i$  é aceitável.

✗ - Valor de  $x_i$  não é aceitável.

### A.1 - Amostra CP

Tabela A.1: Resultados de humidade obtidos experimentalmente, para a amostra CP, e respectivo tratamento estatístico.

Subamostra	Humidade (H) ( $x_i$ ) (%)	Média ( $\bar{x}$ ) (%)	Desvio padrão ( $S_y$ ) (%)	$\bar{x} + 2*S_y$	$\bar{x} - 2*S_y$	Resultado
Amostra Inicial	40,25	40,22	0,91	42,04	38,41	✓
	39,93					✓
	40,07					✓
	41,98					✓
	39,52					✓
	39,59					✓
A	28,59	28,58	0,09	28,75	28,41	✓
	28,58					✓
	28,47					✓
	28,68					✓
B	33,70	33,86	0,14	34,15	33,57	✓
	34,05					✓
	33,82					✓
	33,87					✓
C	44,56	44,43	0,18	44,79	44,07	✓
	44,51					✓
	44,16					✓
	44,48					✓
D	58,40	59,29	0,60	60,48	58,10	✓
	59,62					✓
	59,46					✓
	59,66					✓
E	71,94	71,03	1,07	73,17	68,89	✓
	71,87					✓

Tabela A.1: Resultados de humidade obtidos experimentalmente, para a amostra CP, e respectivo tratamento estatístico. (Continuação)

Subamostra	Humidade (H) ( $x_i$ ) (%)	Média ( $\bar{x}$ ) (%)	Desvio padrão ( $S_y$ ) (%)	$\bar{x} + 2 \cdot S_y$	$\bar{x} - 2 \cdot S_y$	Resultado
E	70,57					✓
	69,73					✓
F	69,02	69,04	0,10	69,24	68,85	✓
	68,96					✓
	69,15					✓
G	48,68	48,24	0,31	48,86	47,62	✓
	48,24					✓
	48,01					✓
	48,03					✓

## A.2 - Amostra P8

Tabela A.2: Resultados de humidade obtidos experimentalmente, para a amostra P8, e respectiva análise estatística.

Subamostra	Humidade (H) ( $x_i$ ) (%)	Média ( $\bar{x}$ ) (%)	Desvio padrão ( $S_y$ ) (%)	$\bar{x} + 2*S_y$	$\bar{x} - 2*S_y$	Resultado
Amostra P8 (10 Setembro)	37,05	37,17	0,13	37,43	36,92	✓
	37,23					✓
	37,09					✓
	37,32					✓
Amostra P8 (20 Setembro)	23,31	23,33	0,26	23,85	22,81	✓
	23,08					✓
	23,60					✓
A	29,33	29,32	0,03	29,37	29,26	✓
	29,28					✓
	29,33					✓
B	32,73	32,49	0,31	33,10	31,87	✓
	32,14					✓
	32,59					✓
C	36,42	36,76	0,55	37,86	35,66	✓
	36,46					✓
	37,39					✓
D	38,34	38,73	0,37	39,47	38,00	✓
	38,79					✓
	39,07					✓
E	42,12	42,21	0,20	42,61	41,80	✓
	42,06					✓
	42,44					✓
F	46,43	46,59	0,16	46,91	46,28	✓
	46,60					✓
	46,74					✓
G	53,10	53,05	0,10	53,25	52,84	✓
	52,93					✓
	53,12					✓
H	63,81	63,82	0,36	64,55	63,09	✓
	64,18					✓
	63,46					✓

Tabela A.2: Resultados de humidade obtidos experimentalmente, para a amostra P8, e respectiva análise estatística. (Continuação)

Subamostra	Humidade (H) ( $x_i$ ) (%)	Média ( $\bar{x}$ ) (%)	Desvio padrão ( $S_y$ ) (%)	$\bar{x} + 2*S_y$	$\bar{x} - 2*S_y$	Resultado
Amostra P8 após Teste do Auto- Aquecimento	29,97	30,34	0,28	30,89	29,78	✓
	30,13					✓
	30,71					✓
	30,41					✓
	30,22					✓
	30,57					✓

### A.3 - Amostra X

Tabela A.3: Resultados de humidade obtidos experimentalmente, para a amostra X, e respectiva análise estatística.

Subamostra	Humidade (H) ( $x_i$ ) (%)	Média ( $\bar{x}$ ) (%)	Desvio padrão ( $S_y$ ) (%)	$\bar{x} + 2*S_y$	$\bar{x} - 2*S_y$	Resultado
Amostra X (22 Setembro)	22,84	23,81	0,60	25,01	22,61	✓
	23,60					✓
	24,02					✓
Amostra X (22 Setembro)	16,88	17,03	0,42	17,86	16,20	✓
	17,50					✓
	16,71					✓
A	27,62	27,63	0,09	27,82	27,45	✓
	27,55					✓
	27,73					✓
B	30,88	31,58	0,63	32,85	30,31	✓
	31,73					✓
	32,12					✓
C	28,07	28,18	0,16	28,50	27,87	✓
	28,29					✓
D	27,72	26,68	2,01	30,70	22,67	✓
	27,96					✓
	24,37					✓
E	33,34	33,33	0,00	33,34	33,32	✓
	33,33					✓
	33,33					✓
F	28,88	29,23	0,31	29,86	28,61	✓
	29,34					✓
	29,48					✓
G	33,28	33,45	0,18	33,80	33,09	✓
	33,42					✓
	33,63					✓
H	22,83	23,08	0,22	23,51	22,64	✓
	23,25					✓
	23,14					✓

Tabela A.3: Resultados de humidade obtidos experimentalmente, para a amostra X, e respectiva análise estatística. (Continuação)

Subamostra	Humidade (H) ( $x_i$ ) (%)	Média ( $\bar{x}$ ) (%)	Desvio padrão ( $S_y$ ) (%)	$\bar{x} + 2 \cdot S_y$	$\bar{x} - 2 \cdot S_y$	Resultado
Amostra X após Teste do Auto- Aquecimento	17,95	18,28	0,32	18,91	17,64	✓
	18,36					✓
	18,75					✓
	18,02					✓
	18,07					✓
	18,51					✓
Subamostra D após Teste do Auto- Aquecimento	26,13	26,16	0,42	26,99	25,32	✓
	26,17					✓
	26,85					✓
	25,83					✓
	25,82					✓
Subamostra H após Teste do Auto- Aquecimento	20,51	21,08	0,44	21,96	20,20	✓
	20,99					✓
	21,50					✓
	20,73					✓
	21,10					✓
	21,65					✓

## A.4 - Amostra Y

Tabela A.4: Resultados de humidade obtidos experimentalmente, para a amostra Y, e respectiva análise estatística.

Subamostra	Humidade (H) ( $x_i$ ) (%)	Média ( $\bar{x}$ ) (%)	Desvio padrão ( $S_y$ ) (%)	$\bar{x} + 2*S_y$	$\bar{x} - 2*S_y$	Resultado
Amostra Inicial	16,96	17,13	0,22	17,58	16,69	✓
	17,05					✓
	17,39					✓
A	27,27	27,57	0,20	27,97	27,16	✓
	27,72					✓
	27,65					✓
	27,63					✓
B	31,29	31,36	0,46	32,28	30,45	✓
	30,85					✓
	31,96					✓
	31,34					✓
D	35,37	35,87	0,60	37,07	34,67	✓
	36,53					✓
	35,70					✓
C	43,93	43,87	0,57	45,02	42,73	✓
	43,28					✓
	44,42					✓
E	48,18	48,38	0,54	49,46	47,29	✓
	47,96					✓
	48,99					✓
F	58,11	58,68	0,66	60,00	57,35	✓
	59,41					✓
	58,51					✓

Tabela A.4: Resultados de humidade obtidos experimentalmente, para a amostra Y, e respectiva análise estatística. (Continuação)

Subamostra	Humidade (H) ( $x_i$ ) (%)	Média ( $\bar{x}$ ) (%)	Desvio padrão ( $S_y$ ) (%)	$\bar{x} + 2*S_y$	$\bar{x} - 2*S_y$	Resultado
Amostra Y após Teste do Auto- Aquecimento	15,10	15,57	0,36	16,30	14,84	✓
	15,48					✓
	15,82					✓
	15,27					✓
	16,09					✓
	15,66					✓
Subamostra D após Teste do Auto- Aquecimento	23,16	22,91	0,16	23,24	22,59	✓
	22,90					✓
	22,92					✓
	22,65					✓
	22,94					✓
	22,91					✓
Subamostra C após Teste do Auto- Aquecimento	29,34	29,99	0,71	31,41	28,57	✓
	29,98					✓
	30,30					✓
	30,17					✓
	29,09					✓
	31,07					✓

## Anexo B - Análise Estatística dos Sólidos Voláteis

Legenda:

✓ - Valor de  $x_i$  é aceitável.

✗ - Valor de  $x_i$  não é aceitável.

### B.1 - Amostra CP

Tabela B.1: Resultados de sólidos voláteis obtidos experimentalmente, para a amostra CP, e respectiva análise estatística.

Subamostra	Sólidos Voláteis (SV) ( $x_i$ ) (% peso seco)	Média ( $\bar{x}$ ) (%)	Desvio padrão ( $S_y$ ) (%)	$\bar{x} + 2*S_y$	$\bar{x} - 2*S_y$	Resultado
Amostra Inicial	68,65	68,93	0,66812	70,26254	67,59006	✓
	67,92					✓
	69,44					✓
	68,51					✓
	69,43					✓
	69,61					✓



## B.2 - Amostra P8

Tabela B.2: Resultados de sólidos voláteis obtidos experimentalmente, para a amostra P8, e respectiva análise estatística.

Subamostra	Sólidos Voláteis (SV) ( $x_i$ ) (% peso seco)	Média ( $\bar{x}$ ) (%)	Desvio padrão ( $S_y$ ) (%)	$\bar{x} + 2 \cdot S_y$	$\bar{x} - 2 \cdot S_y$	Resultado
Amostra P8 (10 Setembro)	64,40	65,40	1,41	68,23	62,57	✓
	66,40					✓
Amostra P8 (20 Setembro)	65,79	66,10	0,26	66,62	65,57	✓
	66,24					✓
	66,26					✓
A	65,05	65,66	0,70	67,05	64,27	✓
	65,52					✓
	66,42					✓
B	66,93	67,61	0,63	68,88	66,34	✓
	68,18					✓
	67,73					✓
C	68,62	67,56	0,95	69,45	65,66	✓
	66,80					✓
	67,25					✓
D	66,73	66,76	0,36	67,48	66,05	✓
	67,06					✓
	66,27					✓
	66,99					✓
E	68,41	67,99	0,40	68,78	67,20	✓
	67,62					✓
	67,93					✓
F	67,95	67,02	1,51	70,04	64,00	✓
	65,28					✓
	67,84					✓
G	62,62	64,20	1,63	67,46	60,93	✓
	64,09					✓
	65,88					✓
H	64,68	64,50	0,23	64,96	64,04	✓
	64,24					✓
	64,58					✓

Tabela B.2: Resultados de sólidos voláteis obtidos experimentalmente, para a amostra P8, e respectiva análise estatística. (Continuação)

Subamostra	Sólidos Voláteis (SV) ( $x_i$ ) (% peso seco)	Média ( $\bar{x}$ ) (%)	Desvio padrão ( $S_y$ ) (%)	$\bar{x} + 2 \cdot S_y$	$\bar{x} - 2 \cdot S_y$	Resultado
Amostra P8 após Teste do Auto- Aquecimento	68,49	69,06	0,65	70,37	67,76	✓
	68,66					✓
	68,74					✓
	69,20					✓
	70,29					✓
	68,99					✓

## B.3 - Amostra X

Tabela B.3: Resultados de sólidos voláteis obtidos experimentalmente, para a amostra X, e respectiva análise estatística.

Subamostra	Sólidos Voláteis (SV) ( $x_i$ ) (% peso seco)	Média ( $\bar{x}$ ) (%)	Desvio padrão ( $S_y$ ) (%)	$\bar{x} + 2*S_y$	$\bar{x} - 2*S_y$	Resultado
Amostra X (22 Setembro)	16,01	15,82	0,59	16,99	14,65	✓
	15,17					
	16,53					✓
	15,57					✓
Amostra X (15 Setembro)	16,47	16,33	1,581125	19,48976	13,16526	✓
	16,70					✓
	14,17					✓
	17,97					✓
A	14,40	17,17	2,43	22,02	12,31	✓
	18,92					✓
	18,18					✓
B	17,95	17,62	0,87	19,35	15,88	✓
	16,63					✓
	18,27					✓
C	16,89	16,49	0,55	17,60	15,39	✓
	15,86					✓
	16,73					✓
D	19,10	17,82	1,25	20,32	15,32	✓
	17,76					✓
	16,60					✓
E	17,69	17,53	0,14	17,81	17,26	✓
	17,46					✓
	17,45					✓
F	17,86	17,04	0,72	18,49	15,60	✓
	16,51					✓
	16,76					✓
G	19,03	18,86	1,26	21,39	16,34	✓
	20,04					✓
	17,53					✓
H	19,81	18,89	1,42	21,72	16,05	✓

Tabela B.3: Resultados de sólidos voláteis obtidos experimentalmente, para a amostra X, e respectiva análise estatística. (Continuação)

Subamostra	Sólidos Voláteis (SV) ( $x_i$ ) (% peso seco)	Média ( $\bar{x}$ ) (%)	Desvio padrão ( $S_y$ ) (%)	$\bar{x} + 2 \cdot S_y$	$\bar{x} - 2 \cdot S_y$	Resultado
H	17,25	18,89	1,42	21,72	16,05	✓
	19,60					✓
Amostra X após Teste do Auto-Aquecimento	18,53	17,90	0,88	19,66	16,14	✓
	19,22					✓
	17,54					✓
	18,09					✓
	17,06					✓
	16,96					✓
Subamostra D após Teste do Auto-Aquecimento	16,48	16,78	0,79	18,36	15,20	✓
	16,82					✓
	16,70					✓
	17,41					✓
	15,51					✓
	17,79					✓
Subamostra H após Teste do Auto-Aquecimento	17,43	17,47	0,44	18,35	16,60	✓
	17,05					✓
	17,16					✓
	18,29					✓
	17,52					✓
	17,38					✓

**B.4 - Amostra Y**

Tabela B.4: Resultados de sólidos voláteis obtidos experimentalmente, para a amostra Y, e respectiva análise estatística.

Subamostra	Sólidos Voláteis (SV) ( $x_i$ ) (% peso seco)	Média ( $\bar{x}$ ) (%)	Desvio padrão ( $S_y$ ) (%)	$\bar{x} + 2 \cdot S_y$	$\bar{x} - 2 \cdot S_y$	Resultado
Amostra Inicial	67,65	64,29	2,94	70,18	58,41	✓
	65,68					✓
	62,82					✓
	61,03					✓
A	65,75	65,14	1,99	69,13	61,16	✓
	67,12					✓
	65,33					✓
	62,39					✓
B	64,91	64,63	1,91	68,45	60,81	✓
	62,45					✓
	64,11					✓
	67,05					✓
D	64,85	62,38	2,05	66,49	58,28	✓
	62,81					✓
	59,89					✓
	61,97					✓
C	63,93	62,65	1,26	65,18	60,12	✓
	61,71					✓
	63,53					✓
	61,43					✓
E	64,59	63,12	1,71	66,55	59,70	✓
	63,00					✓
	60,75					✓
	64,13					✓
F	61,32	59,07	4,62	68,31	49,82	✓
	62,19					✓
	60,56					✓
	52,21					✓

Tabela B.4: Resultados de sólidos voláteis obtidos experimentalmente, para a amostra Y, e respectiva análise estatística. (Continuação)

Subamostra	Sólidos Voláteis (SV) ( $x_i$ ) (% peso seco)	Média ( $\bar{x}$ ) (%)	Desvio padrão ( $S_y$ ) (%)	$\bar{x} + 2 \cdot S_y$	$\bar{x} - 2 \cdot S_y$	Resultado
Amostra Y após Teste do Auto- Aquecimento	57,22	60,79	2,02	64,83	56,76	✓
	61,10					✓
	59,76					✓
	61,81					✓
	62,43					✓
	62,43					✓
Subamostra D após Teste do Auto- Aquecimento	60,48	58,54	1,71	61,95	55,12	✓
	61,17					
	56,92					
	58,05					✓
	58,26					✓
	57,20					✓
	56,59					✓
	59,62					✓
Subamostra C após Teste do Auto- Aquecimento	58,36	56,88	3,75	64,37	49,39	✓
	53,75					
	63,64					
	61,09					✓
	55,08					✓
	55,07					✓
	53,99					✓
	54,07					✓

## Anexo C - Análise Estatística da Massa Volúmica do Substrato

Legenda:

✓ - Valor de  $x_i$  é aceitável.

✗ - Valor de  $x_i$  não é aceitável.

### C.1 - Amostra CP

Tabela C.1: Resultados de massa volúmica do substrato obtidos experimentalmente, para a amostra CP, e respectiva análise estatística.

Subamostra	Massa Volúmica do Substrato ( $MV_{\text{Substrato}}$ ) ( $x_i$ ) (%)	Média ( $\bar{x}$ ) (%)	Desvio padrão ( $S_y$ ) (%)	$\bar{x} + 2*S_y$	$\bar{x} - 2*S_y$	Resultado
Amostra Inicial	406,36	402,22	3,55	409,33	395,11	✓
	398,16					✓
	400,72					✓
	403,64					✓
A	398,56	401,31	7,37	416,04	386,58	✓
	394,68					✓
	400,20					✓
	411,80					✓
B	411,96	413,37	2,47	418,32	408,42	✓
	410,76					✓
	416,24					✓
	414,52					✓
C	379,96	375,42	5,64	386,70	364,14	✓
	379,36					✓
	374,60					✓
	367,76					✓
D	470,40	521,03	35,61	592,25	449,81	✓
	551,00					✓
	539,40					✓
	523,32					✓
E	989,88	1018,11	21,54	1061,19	975,03	✓
	1012,72					✓
	1035,48					✓

Tabela C.1: Resultados de massa volúmica do substrato obtidos experimentalmente, para a amostra CP, e respectiva análise estatística. (Continuação)

Subamostra	Massa Volúmica do Substrato ( $MV_{\text{Substrato}}$ ) ( $x_i$ ) (%)	Média ( $\bar{x}$ ) (%)	Desvio padrão ( $S_y$ ) (%)	$\bar{x} + 2 \cdot S_y$	$\bar{x} - 2 \cdot S_y$	Resultado
E	1034,36					✓
F	922,12	937,31	29,08	995,48	879,14	✓
	918,96					✓
	970,84					✓
G	399,52	395,39	15,72	426,84	363,94	✓
	415,88					✓
	382,12					✓
	384,04					✓

## C.2 - Amostra P8

Tabela C.2: Resultados de massa volúmica do substrato obtidos experimentalmente, para a amostra P8, e respectiva análise estatística.

Subamostra	Massa Volúmica do Substrato ( $MV_{\text{Substrato}}$ ) ( $x_i$ ) (%)	Média ( $\bar{x}$ ) (%)	Desvio padrão ( $S_y$ ) (%)	$\bar{x} + 2 \cdot S_y$	$\bar{x} - 2 \cdot S_y$	Resultado
Amostra Inicial	327,76	328,47	1,06	330,58	326,36	✓
	329,68					✓
	327,96					✓
A	311,72	316,17	6,00	328,18	304,17	✓
	323					✓
	313,8					✓
B	298,8	299,93	2,43	304,79	295,08	✓
	298,28					✓
	302,72					✓
C	284,04	287,81	4,67	297,16	278,47	✓
	286,36					✓
	293,04					✓
D	301,56	292,44	11,04	314,53	270,35	✓
	295,60					✓
	280,16					✓
E	304,64	298,41	7,67	313,76	283,07	✓
	300,76					✓
	289,84					✓
F	335,68	329,16	7,12	343,40	314,92	✓
	330,24					✓
	321,56					✓
G	377,52	371,75	11,16	394,07	349,42	✓
	358,88					✓
	378,84					✓
H	554,44	564,31	27,14	618,59	510,03	✓
	595,00					✓
	543,48					✓



## C.3 - Amostra X

Tabela C.3: Resultados de massa volúmica do substrato obtidos experimentalmente, para a amostra X, e respectiva análise estatística.

Subamostra	Massa Volúmica do Substrato ( $MV_{\text{Substrato}} (x_i)$ ) (%)	Média ( $\bar{x}$ ) (%)	Desvio padrão ( $S_y$ ) (%)	$\bar{x} + 2*S_y$	$\bar{x} - 2*S_y$	Resultado
Amostra Inicial	855,08	850,88	2,856758	856,5935	845,1665	✓
	850,24					✓
	849,32					✓
	848,88					✓
A	767,48	761,93	5,77	773,48	750,39	✓
	755,96					✓
	762,36					✓
B	1396,72	1417,63	20,82	1459,27	1375,99	✓
	1438,36					✓
	1417,8					✓
C	725,12	739,51	15,45	770,41	708,60	✓
	755,84					✓
	737,56					✓
D	803,60	789,09	12,81	814,70	763,48	✓
	784,32					✓
	779,36					✓
E	1413,32	1431,95	18,50	1468,95	1394,94	✓
	1432,2					✓
	1450,32					✓
F	885,84	914,52	24,92	964,37	864,67	✓
	930,92					✓
	926,8					✓
G	1335,16	1335,40	14,76	1364,92	1305,88	✓
	1350,28					✓
	1320,76					✓
H	818,88	867,24	42,38	951,99	782,49	✓
	884,96					✓
	897,88					✓



## C.4 - Amostra Y

Tabela C.4: Resultados de massa volúmica do substrato obtidos experimentalmente, para a amostra Y, e respectiva análise estatística.

Subamostra	Massa Volúmica do Substrato ( $MV_{\text{Substrato}}$ ) ( $x_i$ ) (%)	Média ( $\bar{x}$ ) (%)	Desvio padrão ( $S_y$ ) (%)	$\bar{x} + 2*S_y$	$\bar{x} - 2*S_y$	Resultado
Amostra Inicial	283,56	267,17	15,49	298,16	236,18	✓
	265,20					✓
	252,76					✓
A	309,96	298,20	10,81	319,83	276,57	✓
	284,6					✓
	302,72					✓
	295,52					✓
B	307,96	316,70	10,66	338,01	295,39	✓
	318,44					✓
	331,08					✓
	309,32					✓
D	354,16	345,27	7,74	360,74	329,79	✓
	340,08					✓
	341,56					✓
C	400,32	397,19	12,01	421,21	373,17	✓
	407,32					✓
	383,92					✓
E	460,6	485,95	23,07	532,09	439,81	✓
	505,72					✓
	491,52					✓
F	697,88	739,13	42,58	824,29	653,98	✓
	736,6					✓
	782,92					✓



## Anexo D - Análise Estatística à Massa Volúmica das Partículas

✓ - Valor de  $x_i$  é aceitável.

✗ - Valor de  $x_i$  não é aceitável.

### D.1 - Amostra CP

Tabela D.1: Resultados de massa volúmica das partículas obtidos experimentalmente, para a amostra CP, e respectiva análise estatística.

Subamostra	Massa Volúmica das Partículas ( $MV_{\text{Partículas}}$ ) ( $x_i$ ) (%)	Média ( $\bar{x}$ ) (%)	Desvio padrão ( $S_y$ ) (%)	$\bar{x} + 2 \cdot S_y$	$\bar{x} - 2 \cdot S_y$	Resultados
Amostra Inicial	1 420,68	1 404,26	26,11	1 456,49	1 352,04	✓
	1 409,11					✓
	1 428,82					✓
	1 401,13					✓
	1 361,59					✓
A	1 650,81	1 592,61	87,712	1 768,04	1 417,19	✓
	1 568,42					✓
	1 534,01					✓
	1 497,52					✓
	1 712,30					✓
B	1 501,61	1 485,78	31,39	1 548,57	1 423,00	✓
	1 494,23					✓
	1 516,26					✓
	1 482,84					✓
	1 433,99					✓
C	1 618,84	1 581,39	81,98	1 745,35	1 417,44	✓
	1 565,01					✓
	1 547,28					✓
	1 478,46					✓
	1 697,38					✓
D	1 457,50	1 436,13	21,61	1 479,35	1 392,90	✓
	1 455,75					✓
	1 440,00					✓
	1 415,08					✓
	1 412,288					✓

Tabela D.1: Resultados de massa volúmica das partículas obtidos experimentalmente, para a amostra CP, e respectiva análise estatística. (Continuação)

Subamostra	Massa Volúmica das Partículas ( $MV_{\text{Partículas}}$ ) ( $x_i$ ) (%)	Média ( $\bar{x}$ ) (%)	Desvio padrão ( $S_y$ ) (%)	$\bar{x} + 2 \cdot S_y$	$\bar{x} - 2 \cdot S_y$	Resultados
E	1 642,14	1 605,34	108,24	1 821,83	1 388,85	✓
	1 592,94					✓
	1 518,45					✓
	1 502,68					✓
	1 770,48					✓
F	1 480,04	1 452,70	23,91	1 500,52	1 404,88	✓
	1 474,64					✓
	1 442,33					✓
	1 443,05					✓
	1 423,42					✓
G	1 591,32	1 546,05	83,20	1 712,46	1 379,64	✓
	1 530,00					✓
	1 476,39					✓
	1 466,99					✓
	1 665,56					✓

## D.2 - Amostra P8

Tabela D.2: Resultados de massa volúmica das partículas obtidos experimentalmente, para a amostra P8, e respectiva análise estatística.

Subamostra	Massa Volúmica das Partículas ( $MV_{\text{Partículas}}$ ) ( $x_i$ ) (%)	Média ( $\bar{x}$ ) (%)	Desvio padrão ( $S_y$ ) (%)	$\bar{x} + 2*S_y$	$\bar{x} - 2*S_y$	Resultados
Amostra Inicial	1 661,27	1 525,36	89,38	1 704,11	1 346,61	✓
	1 554,00					✓
	1 512,81					✓
	1 481,72					✓
	1 681,35					✓
	1 481,40					✓
	1 449,28					✓
	1 459,70					✓
	1 446,71					✓
A	1 042,90	991,00	59,35	1 109,70	872,31	✓
	1 028,60					✓
	1 011,17					✓
	988,10					✓
	1088,63					✓
	908,49					✓
	978,45					✓
	912,02					✓
	960,69					✓
B	1 047,00	988,74	60,80	1 110,33	867,15	✓
	1 010,81					✓
	1 006,43					✓
	982,75					✓
	1 097,54					✓
	910,71					✓
	973,88					✓
	908,62					✓
	960,94					✓
C	1 092,52	1 041,87	59,88	1 161,64	922,10	✓
	1 053,74					✓
	1 050,84					✓

Tabela D.2: Resultados de massa volúmica das partículas obtidos experimentalmente, para a amostra P8, e respectiva análise estatística. (Continuação)

Subamostra	Massa Volúmica das Partículas ( $MV_{\text{Partículas}} (x_i)$ ) (%)	Média ( $\bar{x}$ ) (%)	Desvio padrão ( $S_y$ ) (%)	$\bar{x} + 2*S_y$	$\bar{x} - 2*S_y$	Resultados
C	1 036,59	1 041,87	59,88	1 161,64	922,10	✓
	1 153,01					✓
	954,38					✓
	1 048,29					✓
	969,35					✓
	1 018,12					✓
D	1 099,64	1 023,18	77,60	1 178,38	867,98	✓
	1 058,90					✓
	918,38					✓
	1 036,56					✓
	1 155,00					✓
	954,14					✓
	1 047,64					✓
	943,52					✓
	994,84					✓
E	1 078,46	1 026,36	63,60	1 153,56	899,15	✓
	1 033,93					✓
	1 035,43					✓
	1 015,08					✓
	1 136,97					✓
	947,00					✓
	1 019,82					✓
	944,15					✓
F	1 081,43	1 027,80	67,78	1 163,36	892,24	✓
	1 056,00					✓
	1 033,35					✓
	1 008,42					✓
	1 144,81					✓
	935,85					✓
	1 049,58					✓
	928,79					✓
	1 012,00					✓

Tabela D.2: Resultados de massa volúmica das partículas obtidos experimentalmente, para a amostra P8, e respectiva análise estatística. (Continuação)

Subamostra	Massa Volúmica das Partículas ( $MV_{\text{Partículas}} (x_i)$ (%))	Média ( $\bar{x}$ ) (%)	Desvio padrão ( $S_y$ ) (%)	$\bar{x} + 2*S_y$	$\bar{x} - 2*S_y$	Resultados
G	1 081,14	1 023,35	64,88	1 153,12	893,58	✓
	1 037,87					✓
	1 043,89					✓
	1 010,69					✓
	1 140,69					✓
	934,15					✓
	1 022,29					✓
	937,55					✓
	1 001,89					✓
H	1 075,40	1 006,71	58,38	1 123,47	889,94	✓
	1 028,14					✓
	1 033,93					✓
	1 004,30					✓
	1 089,64					✓
	924,91					✓
	1007,26					✓
	926,35					✓
	970,42					✓



## D.3 - Amostra X

Tabela D.3: Resultados de massa volúmica das partículas obtidos experimentalmente, para a amostra X, e respectiva análise estatística.

Subamostra	Massa Volúmica das Partículas (MV <sub>Partículas</sub> ) (x <sub>i</sub> ) (%)	Média ( $\bar{x}$ ) (%)	Desvio padrão (S <sub>y</sub> ) (%)	$\bar{x} + 2 \cdot S_y$	$\bar{x} - 2 \cdot S_y$	Resultados
Amostra Inicial	2 284,29	2217,37	162,6952	2542,757	1891,976	✓
	2 160,97					✓
	2 143,98					✓
	2 035,66					✓
	2 461,94					✓
A	2 301,37	2232,44	163,2382	2558,921	1905,968	✓
	2 134,47					✓
	2 189,32					✓
	2 059,04					✓
	2 478,02					✓
B	1 907,06	1926,05	16,45059	1958,951	1893,148	✓
	1 936,24					✓
	1 917,33					✓
	1 948,75					✓
	1 920,87					✓
C	2070,63	2023,92	138,63	2301,184	1746,665	✓
	1987,50					✓
	1943,76					✓
	1879,29					✓
	2238,45					✓
D	1894,22	1889,64	26,01502	1941,672	1837,612	✓
	1896,59					✓
	1918,01					✓
	1892,47					✓
	1846,92					✓
E	2143,95	2077,20	155,7259	2388,656	1765,753	✓
	1996,69					✓
	1981,85					✓
	1943,33					✓
	2320,21					✓

Tabela D.3: Resultados de massa volúmica das partículas obtidos experimentalmente, para a amostra X, e respectiva análise estatística. (Continuação)

Subamostra	Massa Volúmica das Partículas ( $MV_{\text{Partículas}}$ ) ( $x_i$ ) (%)	Média ( $\bar{x}$ ) (%)	Desvio padrão ( $S_y$ ) (%)	$\bar{x} + 2 \cdot S_y$	$\bar{x} - 2 \cdot S_y$	Resultados
F	1942,07	1949,57	7,086488	1963,745	1935,399	✓
	1949,57					✓
	1947,57					✓
	1959,08					✓
G	1846,61	1827,67	25,95535	1879,583	1775,761	✓
	1846,98					✓
	1846,22					✓
	1801,11					✓
	1797,45					✓
H	2098,84	2088,67	152,1795	2393,031	1784,313	✓
	2078,08					✓
	2006,55					✓
	1927,13					✓
	2332,76					✓

## D.4 - Amostra Y

Tabela D.4: Resultados de massa volúmica das partículas obtidos experimentalmente, para a amostra Y, e respectiva análise estatística.

Subamostra	Massa Volúmica das Partículas ( $MV_{\text{Partículas}} (x_i)$ (%))	Média ( $\bar{x}$ ) (%)	Desvio padrão ( $S_y$ ) (%)	$\bar{x} + 2 \cdot S_y$	$\bar{x} - 2 \cdot S_y$	Resultados
Amostra Inicial	1 437,36	1 369,26	75,77	1 520,80	1 217,72	✓
	1 408,26					✓
	1 378,55					✓
	1 369,53					✓
	1 529,52					✗
	1 313,49					✓
	1 357,26					✓
	1 267,46					✓
	1 302,13					✓
	1 329,08					✓
A	1 576,24	1566,59	93,03	1 752,64	1 380,54	✓
	1 600,85					✓
	1 565,40					✓
	1 462,35					✓
	1 805,50					✗
	1 514,37					✓
	1 517,12					✓
	1 573,26					✓
	1 519,70					✓
	1 531,14					✓
B	1 549,70	1 511,14	115,69	1 742,52	1 279,77	✓
	1 541,99					✓
	1 523,08					✓
	1 490,51					✓
	1 758,28					✗
	1 488,51					✓
	1 440,91					✓
	1 488,60					✓
1 318,71	✓					
D	1 558,63	1 461,25	87,37	1 635,99	1 286,51	✓

Tabela D.4: Resultados de massa volúmica das partículas obtidos experimentalmente, para a amostra Y, e respectiva análise estatística. (Continuação)

Subamostra	Massa Volúmica das Partículas ( $MV_{\text{Partículas}} (x_i)$ ) (%)	Média ( $\bar{x}$ ) (%)	Desvio padrão ( $S_y$ ) (%)	$\bar{x} + 2 \cdot S_y$	$\bar{x} - 2 \cdot S_y$	Resultados
D	1 466,02	1 461,25	87,37	1 635,99	1 286,51	✓
	1 492,62					✓
	1 413,68					✓
	1 628,84					✓
	1 392,27					✓
	1 450,34					✓
	1 362,58					✓
	1 386,28					✓
C	1 680,45	1 589,71	97,61	1 784,94	1 394,49	✓
	1 592,51					✓
	1 569,98					✓
	1 565,10					✓
	1 809,34					✗
	1 526,64					✓
	1 530,20					✓
	1 533,09					✓
1 500,13	✓					
E	1 566,34	1 461,54	77,98	1 617,51	1 305,58	✓
	1 504,22					✓
	1 445,51					✓
	1 410,32					✓
	1 603,99					✓
	1 411,59					✓
	1 404,23					✓
	1 393,02					✓
1 414,68	✓					
F	1 560,00	1 488,29	66,23	1 620,75	1 355,82	✓
	1 471,43					✓
	1 484,62					✓
	1 465,71					✓
	1 633,14					✗
	1 442,06					✓

Tabela D.4: Resultados de massa volúmica das partículas obtidos experimentalmente, para a amostra Y, e respectiva análise estatística. (Continuação)

Subamostra	Massa Volúmica das Partículas ( $MV_{\text{Partículas}} (x_i)$ ) (%)	Média ( $\bar{x}$ ) (%)	Desvio padrão ( $S_y$ ) (%)	$\bar{x} + 2 \cdot S_y$	$\bar{x} - 2 \cdot S_y$	Resultados
F	1 431,19	1 488,29	66,23	1 620,75	1 355,82	✓
	1 465,55					✓
	1 440,88					✓