### UNIVERSIDADE TIRADENTES – UNIT

# PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE PROCESSOS - PEP

# SISTEMA DE MONITORAMENTO *ON-LINE* DA GERAÇÃO DE BIOGÁS UTILIZANDO VINHAÇA INOCULADA COM LODO DE ESGOTO

Autor: Luciano de Melo

Orientadores: Prof. Renan Figueiredo Tavares, DSc. Prof. Luíz Fernando Romanholo Ferreira, DSc.

> ARACAJU, SE AGOSTO / 2018

### SISTEMA DE MONITORAMENTO *ON-LINE* DA GERAÇÃO DE BIOGÁS UTILIZANDO VINHAÇA INOCULADA COM LODO DE ESGOTO

Luciano de Melo

### TESE

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Processos – PEP da Universidade Tiradentes – UNIT, como parte dos requisitos para a obtenção do título de Doutor em Engenharia de Processos.

Autor: Luciano de Melo

Orientadores: Prof. Renan Figueiredo Tavares, DSc.

Prof. Luíz Fernando Romanholo Ferreira, DSc.

ARACAJU, SE - BRASIL AGOSTO / 2018

# SISTEMA DE MONITORAMENTO *ON-LINE* DA GERAÇÃO DE BIOGÁS UTILIZANDO VINHAÇA INOCULADA COM LODO DE ESGOTO

### Luciano de Melo

TESE SUBMETIDA AO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE PROCESSOS DA UNIVERSIDADE TIRADENTES COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE DOUTOR EM ENGENHARIA DE PROCESSOS.

Aprovada por:

Renan Figueiredo Tavares, DSc. (Orientador)

Fernando Komanyolo Tonnein hus

Luíz Fernando Romanholo Ferreira, DSc. (Orientador)

KANVeve 110ma

Ranyere Lucena de Souza, DSc. (Membro Interno)

Silvia Maria da Silva Egues, DSc. (Membro Interno)

José Daltro Filho, DSc. (Membro Externo)

fortuise to

Nádia Hortense Torres, DSc. (Membro Externo)

ARACAJU, SE AGOSTO / 2018

### FICHA CATALOGRÁFICA

Melo, Luciano de M528s Sistema de

Sistema de monitoramento on-line da geração de biogás utilizando vinhaça inoculada com lodo de esgoto / Luciano de Melo; orientação [de] Prof.º Dr.º Renan Figueiredo Tavares, Prof.º Dr.º Luíz Fernando Romanholo Ferreira – Aracaju: UNIT, 2018.

146 f. il ; 30 cm

Tese (Doutorado em Engenharia de Processos) - Universidade Tiradentes, 2018 Inclui bibliografia.

1. Vinhaça da cana-de- açúcar. 2. Digestão anaeróbia. 3AnSTBR monitoramento online. 4. Analisador de biogás. 5. Arduino2122. 6. Iodo de esgoto 7. Bioestimulação. I. Melo, Luciano de. II. Tavares, Renan Figueiredo. (orient.). III. Ferreira, Luíz Fernando Romanholo. (orient.) IV. Universidade Tiradentes. V. Título.

CDU: 662.767.2

Aos meus filhos, João Pedro, Maria Clara e Davi Luiz, motivos da minha vida. Dedico.

### **AGRADECIMENTOS**

Agradeço a Deus, pela vida e por ter me conduzido até aqui.

À minha esposa Fernanda, por me apoiar e compreender os momentos de ausência.

Aos meus filhos, por compreenderem que esse foi um momento de construção na vida do papai, porém passageiro. Ao meu pai José Messias (In Memorian); a minha mãe Maria Alves, por serem meu lastro em todos as conquistas. Aos meus irmãos e demais familiares por entenderem e valorizar meu desafio. Vocês me fortalecem!

Aos meus orientadores: Renan Tavares Figueiredo e Luiz Fernando Romanholo Ferreira, pela atenção inquestionável, amizade e pela nobreza ao transmitir seus valiosos conhecimentos, sabendo lidar com um aprendiz (eu).

Aos professores do PEP, que sempre me atenderam com atenção e cordialidade.

Aos amigos que fiz no ITP e na Universidade Tiradentes, em especial no Laboratório de Catálise Energia e Materiais (LCEM), que não ouso citar nomes, sob pena de cometer grave injustiça.

Ao Instituto de Tecnologia e Pesquisa (ITP) pela infraestrutura cedida. Ao SergipeTec por ter cedido equipamentos que contribuíram sobremaneira com minha tese.

Ao Instituto Federal de Sergipe (IFS), colegas e amigos, por me apoiarem nessa jornada. Enfim, a todos que de alguma forma contribuíram para o êxito desse doutoramento. Resumo da Tese apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia de Processos da Universidade Tiradentes como parte dos requisitos necessários para a obtenção do grau de Doutor em Engenharia de Processos.

### SISTEMA DE MONITORAMENTO *ON-LINE* DA GERAÇÃO DE BIOGÁS UTILIZANDO VINHAÇA INOCULADA COM LODO DE ESGOTO

### Luciano de Melo

A grande demanda energética atual, juntamente com a falta de iniciativas que busquem novas fontes energéticas, levou a população do planeta a um momento de alta dependência dos combustíveis fósseis, fato este que potencializa o efeito estufa e requer medidas mitigadoras para barrar o aquecimento global. Nesse sentido, técnicas para geração de energia de origem não fóssil estão sendo estudadas amplamente, o que abre grande espaço para se desenvolver novas tecnologias. Uma das abordagens mais aceitas e praticadas é o uso da biomassa como fonte de energia, a exemplo da geração de biogás. No entanto, apesar desta técnica ser bastante conhecida, algumas dificuldades ainda impedem sua popularização e aplicação em larga escala. Como o processo de produção de biogás é essencialmente biológico e de grande complexidade bioquímica, o acompanhamento de cada etapa é uma tarefa difícil. Por isso, os sistemas de controle e automação já vêm sendo utilizados nas indústrias e buscam minimizar as dificuldades naturais inerentes ao processo. Uma grande vantagem da produção de biogás é o uso de diversos rejeitos, algo bem visto, considerando sua abrangência a outro problema de grande externalidade socioambiental e econômica. Nesse contexto, a presente pesquisa apresenta uma solução tecnológica baseada na plataforma Arduino<sup>™</sup>, ao desenvolver um sistema de baixo custo e de monitoramento on-line, que opera com um AnSTBR (Anaerobic Stirred Tank Batch Reactor) para geração de biogás, utilizando vinhaça da cana-de-açúcar inoculada com lodo de esgoto. Isto posto, o foco da pesquisa é a fase gasosa do processo de digestão anaeróbia que ocorre em condições mesofílicas (38 °C) e pH na faixa de 6,5-7,5 seguindo um modelo operacional de três estágios distintos, sendo o primeiro de adaptação (168 horas), o segundo de mistura completa (168 horas) e o terceiro de bioestimulação com glicerina (192 horas). Assim, o Módulo Analisador de Biogás (MAB) desenvolvido neste trabalho é utilizado para traçar o perfil temporal da geração de biogás durante o processo, sendo registrado após 528 horas de processamento em batelada, um volume total de biogás da ordem de 8.719,86 cm<sup>3</sup> e concentração típica de biometano de 95,79 % (vol.), com remoção de 90,8 % (vol.) de dióxido de carbono (CO<sub>2</sub>) e 65,2 % (vol.) de sulfeto de hidrogênio (H<sub>2</sub>S). Por fim, os resultados foram satisfatórios, pois asseguraram excelente acurácia e desempenho ao sistema, mediante comparações com o padrão existente, utilizando métodos cromatográfico e colorimétrico, bem como a redução de custo, sendo possível produzir um equipamento quatro vezes mais barato que o ofertado no mercado.

**Palavras-chave:** vinhaça da cana-de-açúcar, digestão anaeróbia, AnSTBR monitoramento *online*, analisador de biogás, Arduino<sup>TM</sup>, lodo de esgoto, bioestimulação. Abstract of Dissertation presented to the Process Engineering Graduate Program of Universidade Tiradentes as a partial fulfillment of the requirements for the degree of Doctor of Science (D.Sc)

# ON-LINE MONITORING SYSTEM OF BIOGAS GENERATION USING VINASSE INOCULATED WITH SEWAGE SLUDGE

#### Luciano de Melo

The current high energetic demand coupled with the lack of initiatives seeking new energy sources have led the planet's population to a time of high dependence on fossil fuels. This enhances the greenhouse gas emission and requires mitigating measures to stop global warming. In this way, non-fossil energy generation techniques are being studied extensively which opens up a large space for developing technologies. One of the most accepted and practiced approaches is the use of biomass as an energy source, like the biogas generation as an example. Although this technique is well known, there still are some difficulties that prevent its popularization and large-scale application. As the biogas production process is essentially biological and of great biochemical complexity, monitoring each stage is a difficult task. Therefore, control and automation systems have already been used in industries and seek to minimize the natural difficulties inherent to the process. Another great advantage of biogas production is the use of waste, something well seen, considering its scope to another problem of great social-environmental and economic externality. In this context, this research presents a technological solution based on the Arduino TM platform by developing a low-cost on-line monitoring system, which operates with an AnSTBR (Anaerobic Stirred Tank Batch Reactor) for biogas generation using sugarcane vinasse inoculated with sewage sludge. Hence, the research focus is the gas phase of the anaerobic digestion processed in mesophilic conditions  $(38 \,^{\circ}\text{C})$  and a pH range of 6,5 - 7,5 following a three-stage operational model being the first for an adaptation (168 hours), the second for complete mixing (168 hours) and the third for biostimulation with glycerin (192 hours). Then, the biogas analyzer module (BAM), developed in this work, was used to trace the produced biogas profile, registering, after 528 hours of batch processing, a total biogas volume of 8.719,86 cm<sup>3</sup> and biomethane concentration of 95,79 % (vol.), removing 90,8% (vol) of carbon dioxide (CO<sub>2</sub>) and 65,2% (vol) of hydrogen sulphide (H<sub>2</sub>S). Finally, the results were satisfactory, as it ensured excellent accuracy and performance to the system, by means of comparisons with the existing standard, using chromatographic and colorimetric methods, as well as the cost reduction, being possible to produce equipment four times cheaper than the one offered in the market.

**Keywords:** sugarcane vinasse, anaerobic digestion, AnSTBR, online monitoring, biogas analyzer, Arduino <sup>™</sup>, sewage sludge, biostimulation.

# SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO	1
2.	OBJETIVOS	3
	2.1 OBJETIVO GERAL	3
	2.2 Objetivos Específicos	3
3.	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	5
	3.1 VINHACA DA CANA-DE-ACÚCAR	5
	3.2 Lodo de Esgoto Sanitário	6
	3.3 DIGESTÃO ANAERÓBIA E GERAÇÃO DE BIOGÁS	8
	3.3.1 Fase Sólida	10
	3.3.2 Fase Líquida	11
	3.3.3 Fase Gasosa	12
	3.4 DIGESTORES ANAERÓBIOS (BIORREATORES)	12
	3.4.1 Reator Anaeróbio de Manta de Lodo com Fluxo Ascendente (UASB)	14
	3.4.2 Reator Anaeróbio em Batelada Sequencial (AnSBR)	15
	3.5 Uso do Biogás	16
	3.6 Instrumentação, Automação e Aquisição de Dados	18
	3.6.1 Sensores e Atuadores nos Sistemas Automatizados	19
	3.6.2 Software e Hardware na Aquisição de Dados	22
4.	MATERIAIS E MÉTODOS EXPERIMENTAIS	26
	4.1 MONTAGEM DO BIORREATOR TEC-BIO 7.51.	26
	4.2 INÓCULO E SUBSTRATO (FELUENTES)	20
	4 3 CONSTRUÇÃO DO SISTEMA ANSTBR	29
	4 3 1 Definição do Processo de Monitoramento e Automação	30
	4 3 2 Sistema de Melhoramento e Purificação do Biogás	33
	4.3.3 Monitoramento do Volume do Biogás Gerado	
	4.3.4 Construção do Módulo Analisador de Biogás (MAB) em Plataforma Arduino™.	
	4.3.5 Instalação e Calibração dos Sensores no MAB.	
	4.3.6 Integração e Desenvolvimento do Hardware	46
	4.3.7 Integração e Desenvolvimento do Software	54
	4.4 Adaptação da Microbiota ao Substrato	57
	4.5 PROTOCOLO DE PROCESSAMENTO DAS BATELADAS (PADRÃO)	58
	4.6 PARÂMETROS DE AVALIAÇÃO E MONITORAMENTO DO ANSTBR	61
	4.6.1 Determinação de DOO	61
	4.6.2 Controle do pH	62
	4.6.3 Controle da Agitação	62
	4.6.4 Controle de Nutrição	62
	4.6.5 Controle da Temperatura	63
	4.6.6 Análise Térmica na Fase Gasosa	63
	4.6.7 Análise Volumétrica do Biogás Gerado	63
	4.6.8 Análise da Umidade na Fase Gasosa	63
	4.6.9 Determinação da Concentração de Gás Metano ( $CH_4$ ) e Dióxido de Carbono ( $CO_2$ )	64
	4.6.10 Determinação da Concentração de Gás Amoníaco (NH <sub>3</sub> ), Gás Sulfídrico (H <sub>2</sub> S), Dióxido de	
	Carbono (CO <sub>2</sub> ) e Metano (CH <sub>4</sub> ) (AlfaKit Embrapa)	64
	4.6.11 Determinação da Concentração de Oxigênio Dissolvido (O <sub>2</sub> )	65
	4.6.12 Determinação de Solidos	63
	4.0.15 Analise Microbiologica	66
	4.0.14 Determinação de Valores Tipicos	0/
	4.7 VERIFICAÇÃO ALTERNATIVA DAS ESPECIES DO BIOGAS	0/ 47
	4.7.1 Melouo Cromalografico	0/ 67
	Análisa da CO2 a CH2 am Datactor FID	/ U ()
	Anuise de CO2 e CH4 em Delecior FID	09 70

4.8 Aparato para Coleta de Amostras	
4.8.1 Coletor para o Biogás	
4.8.2 Coletor para o Substrato (Digestato)	71
5. RESULTADOS E DISCUSSÕES	72
5.1 Construção do Sistema AnSTBR	73
5.2 Sistema de Purificação e Melhoramento do Biogás	74
5.3 PADRÃO DE PROCESSAMENTO ANAERÓBIO (BRANCO)	77
5.3.1 Composição Característica do Biogás Padrão (Espécies Gasosas)	77
5.3.2 Influência dos Sólidos (ST e STV), Demanda Química de Oxigênio (DQO) e População de	
Microrganismos (PMO) sobre a Geração de Biogás (Branco).	
5.3.3 Volume de Biogás Acumulado e Concentração de Biometano (CH4) (Branco)	
5.3.4 Resumo dos Dados do Padrão de Referência (Branco)	
5.4 PROCESSAMENTO DA VINHAÇA DA CANA-DE-AÇUCAR	
5.4.1 Volume de Blogas Acumulado e Concentração de Blometano (CH4) (Vinnaça)	
5.4.2 Composição Característica do Biogas da Vinnaça (Especies Gasosas)	83
5.4.5 Influencia dos solidos (SI e SIV), Demanda Química de Oxígenio (DQO) e População de Microrganismos (PMO) sobre a Caração da Riogás da Vinhaça	87
5 4 4 Resumo dos Dados do Processamento da Vinhaça	
5 5 AVALIAÇÃO DO SISTEMA ANSTRR	
5.6 ASPECTO ECONÔMICO: CUSTO DO SISTEMA ANSTBR	
6. CONCLUSÕES E PERSPECTIVAS	98
	00
6.1 CONCLUSOES GERAIS	
6 3 POTENCIAL IDADE REGIONAL DE SUBSTRATOS	100
7 DEEEDÊNCIAS	100
/. <i>KEFEKE</i> / <i>VCIAS</i>	102
APENDICE A	120
APENDICE B	121
APÊNDICE C	123

# LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1: REPRESENTAÇÃO ESQUEMÁTICA DO PROCESSO DE DIGESTÃO ANAERÓBIA	10
FIGURA 2: ESQUEMA DO REATOR ANAERÓBIO DE MANTA DE LODO COM FLUXO ASCENDENTE (UASB).	2 14
FIGURA 3: ESQUEMA DO REATOR ANAERÓBIO EM BATELADA SEQUENCIAL (ANSBR)	15
FIGURA 4: DIAGRAMA DE BLOCOS DO MICROCONTROLADOR ATMEGA2560	23
FIGURA 5: BIORREATOR TEC-BIO 7,5L MONTADO	27
FIGURA 6: MÓDULOS CPU-ARDUINO E ANALISADOR DE BIOGÁS (MAB)	30
FIGURA 7: ESQUEMA DO PROCESSO DE GERAÇÃO DE BIOGÁS, AUTOMAÇÃO E CONTROLE	32
<b>FIGURA 8:</b> CONJUNTO FILTRO PURIFICADOR-BIOGÁS. SOLUÇÃO NAOH (A) E COLUNA DE PURIFICAÇÃO (B)	33
FIGURA 9: APARATO EXPERIMENTAL PARA MEDIÇÃO DO VOLUME DE BIOGÁS	35
FIGURA 10: FRASCO DE MARIOTTE COMERCIAL (A) E CONFECCIONADO EM PVC (B)	36
FIGURA 11: COLUNA DE MEDIÇÃO DO BIOGÁS (A) E CÉLULA DE CARGA EM BALANÇA COMUM	(B). 38
FIGURA 12: PONTOS DE COLETA DO BIOGÁS (A) E COLETA DO SUBSTRATO (B)	38
FIGURA 13: ESQUEMA DA DISPOSIÇÃO E FUNCIONAMENTO DO ANALISADOR DE BIOGÁS (MAB COM SEUS COMPONENTES.	?) 41
FIGURA 14: EQUIPAMENTO ANALISADOR DE BIOGÁS (MAB), CONSTRUÍDO NA TESE	42
FIGURA 15: CONEXÕES DO ANALISADOR DE BIOGÁS COM A CPU-ARDUINO	43
FIGURA 16: MODELO DE REGRESSÃO LINEAR DA CURVA DE CALIBRAÇÃO PARA CO2	44
FIGURA 17: MODELO DE REGRESSÃO LINEAR DA CURVA DE CALIBRAÇÃO PARA CH4	44
FIGURA 18: MODELO DE REGRESSÃO LINEAR DA CURVA DE CALIBRAÇÃO DA CÉLULA DE CAR	GA. 45
FIGURA 19: MÓDULO CONTROLADOR LÓGICO (CPU – ARDUINO), CONSTRUÍDO NA TESE	47
FIGURA 20: PLACA ARDUINO MEGA (ATMEGA 2560) E SUAS CARACTERÍSTICAS	48
FIGURA 21: ESQUEMA E CARACTERÍSTICAS DO SENSOR DE PRESSÃO (MPX5050DP)	49
FIGURA 22: ESPECIFICAÇÕES TÉCNICAS DO SENSOR DE TEMPERATURA E UMIDADE (DHT22)	49
FIGURA 23: SENSORES DE CO <sub>2</sub> (A) E CH <sub>4</sub> (B) E NANOSHIELD ADC 4-20 (C)	50
FIGURA 24: ESPECIFICAÇÕES TÉCNICAS DO SENSOR DE GÁS SULFÍDRICO (MQ-136)	51
FIGURA 25: PARÂMETROS TÉCNICOS DO SENSOR DE MICROFLUXO (F1012)	52

FIGURA 26: ESPECIFICAÇÕES E ESQUEMA ELÉTRICO DA CÉLULA DE CARGA (SPLT)	53
FIGURA 27: BALANÇA, CÉLULA DE CARGA (A) E NANOSHIELD LOAD CELL ADS1230 (B)	53
FIGURA 28: PARÂMETROS ELETRÔNICOS DO SENSOR DE DISTÂNCIA (HC-SR04)	54
FIGURA 29: TELA DO SOFTWARE UTILITÁRIO PLX-DAQ	55
FIGURA 30: IMAGEM DA JANELA PRINCIPAL DA IDE DO ARDUINO™	56
FIGURA 31: IMAGEM DA JANELA DO EXCEL™ RECEBENDO DADOS DO SISTEMA ANSTBR	57
FIGURA 32: CONTROLE E ESTABILIZAÇÃO DA TEMPERATURA NO ANSTBR	61
FIGURA 33: CONTROLE E ESTABILIZAÇÃO DO PH NO ANSTBR	61
FIGURA 34: ESPECIFICAÇÕES TÉCNICAS DOS MÉTODOS DE ANÁLISE DE NH3 E H2S	64
<b>FIGURA 35:</b> PLACAS DE PETRI COM AMOSTRAS DE ANÁLISES MICROBIOLÓGICAS DE DILUIÇÃO SERIADA	67
FIGURA 36: MODELO DE REGRESSÃO LINEAR DA CURVA DE CALIBRAÇÃO CROMATOGRÁFICA (	68
FIGURA 37: CILINDRO ADAPTADO E ACESSÓRIOS USADOS COMO GARRAFA DE GÁS PADRÃO	70
FIGURA 38: DISPOSITIVOS DE COLETA: (A) TEDLAR® GAS SAMPLING BAGS (B) SACO DE BIOGÁS.	71
FIGURA 39: ADAPTADOR PARA CONEXÃO DO COLETOR DE BIOGÁS	71
FIGURA 40: ADAPTADOR PARA COLETA DO SUBSTRATO	71
<b>FIGURA 41:</b> PERFIL TEMPORAL OBTIDO AO LONGO DA OPERAÇÃO DO ANSTBR PARA A CONCENTRAÇÃO DE CH4, CO2 E OUTROS GASES DURANTE O PROCESSAMENTO DAS BATELADAS ADP_L30-A70-SN E ADP_L30-A70-NG (BRANCO DE REFERÊNCIA)	78
<b>FIGURA 42:</b> EVOLUÇÃO DA CONCENTRAÇÃO DE ST E STV NO ANSTBR PELO PROCESSAMENTO DA BATELADAS ADP_L30-A70-SN E ADP_L30-A70-NG (BRANCO DE REFERÊNCIA)	S 79
<b>FIGURA 43:</b> EVOLUÇÃO DA CONCENTRAÇÃO DE ST E PMO NO ANSTBR PELO PROCESSAMENTO DAS BATELADAS ADP_L30-A70-SN E ADP_L30-A70-NG (BRANCO DE REFERÊNCIA)	7 <b>9</b>
<b>FIGURA 44:</b> PERFIL TEMPORAL OBTIDO AO LONGO DA OPERAÇÃO DO ANSTBR PARA A DQO E A TAXA DE PRODUÇÃO DE BIOGÁS PRODUZIDO DURANTE O PROCESSAMENTO DAS BATELADAS ADP_L30-A70-SN E ADP_L30-A70-NG (BRANCO DE REFERÊNCIA)	80
FIGURA 45: PERFIL TEMPORAL OBTIDO AO LONGO DA OPERAÇÃO DO ANSTBR PARA A PMO E A TAXA DE PRODUÇÃO DE BIOGÁS PRODUZIDO DURANTE O PROCESSAMENTO DAS BATELADAS ADP_L30-A70-SN E ADP_L30-A70-NG (BRANCO DE REFERÊNCIA)	81
<b>FIGURA 46:</b> PERFIL TEMPORAL OBTIDO AO LONGO DA OPERAÇÃO DO ANSTBR PARA A CONCENTRAÇÃO DE CH₄ E VOLUME DE BIOGÁS PRODUZIDO ACUMULADO DURANTE O PROCESSAMENTO DAS BATELADAS ADP_L30-A70-SN E ADP_L30-A70-NG (BRANCO DE REFERÊNCIA	1). 82
<b>FIGURA 47:</b> PERFIL TEMPORAL OBTIDO AO LONGO DA OPERAÇÃO DO ANSTBR PARA OS VOLUME ACUMULADOS DE BIOGÁS E TAXA DE PRODUÇÃO DURANTE O PROCESSAMENTO DAS BATELADAS ADP_L30-A70-SN - ADP_L30-A70-NG (BRANCO DE REFERÊNCIA) COMPARADA COM ADP_L30-V70-SI - ADP_L30-V70-NG (VINHAÇA)	S S N 84

<b>FIGURA 48:</b> PERFIL TEMPORAL OBTIDO AO LONGO DA OPERAÇÃO DO ANSTBR PARA A CONCENTRAÇÃO DE CH4 E VOLUME DE BIOGÁS PRODUZIDO, ACUMULADO DURANTE O PROCESSAMENTO DA BATELADA ADP_L30-V70-SN - ADP_L30-V70-NG (VINHAÇA)
<b>FIGURA 49:</b> PERFIL TEMPORAL OBTIDO AO LONGO DA OPERAÇÃO DO ANSTBR PARA A CONCENTRAÇÃO DE CH4, CO2 E OUTROS GASES DURANTE O PROCESSAMENTO DA BATELADA ADP_L30-V70-SN - ADP_L30-V70-NG (VINHAÇA)
<b>FIGURA 50:</b> PERFIL TEMPORAL OBTIDO AO LONGO DA OPERAÇÃO DO ANSTBR PARA AS CONCENTRAÇÕES DE CH4 DURANTE O PROCESSAMENTO DAS BATELADAS ADP_L30-A70-SN - ADP_L30-A70-NG (BRANCO DE REFERÊNCIA) COMPARADA COM ADP_L30-V70-SN - ADP_L30-V70-NG (VINHAÇA)
FIGURA 51: PERFIL TEMPORAL OBTIDO AO LONGO DA OPERAÇÃO DO ANSTBR PARA A DQO E A TAXA DE PRODUÇÃO DE BIOGÁS DURANTE O PROCESSAMENTO DA BATELADA ADP_L30-V70-SN - ADP_L30-V70-NG (VINHAÇA)
FIGURA 52: PERFIL TEMPORAL OBTIDO AO LONGO DA OPERAÇÃO DO ANSTBR PARA OS ST, STV E A TAXA DE PRODUÇÃO DE BIOGÁS DURANTE O PROCESSAMENTO DA BATELADA ADP_L30-V70-SN - ADP_L30-V70-NG (VINHAÇA)
FIGURA 53: PERFIL TEMPORAL OBTIDO AO LONGO DA OPERAÇÃO DO ANSTBR PARA A PMO E A TAXA DE PRODUÇÃO DE BIOGÁS DURANTE O PROCESSAMENTO DA BATELADA ADP_L30-V70-SN - ADP_L30-V70-NG (VINHAÇA)
FIGURA 54: PERFIL TEMPORAL OBTIDO AO LONGO DA OPERAÇÃO DO ANSTBR PARA A PMO E OS STV DURANTE O PROCESSAMENTO DA BATELADA ADP_L30-V70-SN - ADP_L30-V70-NG (VINHAÇA). 91
FIGURA 55: COMPARAÇÃO DAS CONCENTRAÇÕES DOS VALORES TÍPICOS OBTIDOS NA OPERAÇÃO DO ANSTBR PARA OS COMPONENTES DO BIOGÁS DURANTE O PROCESSAMENTO DAS BATELADAS ADP_L30-A70-NG (BRANCO) E ADP_L30-V70-NG (VINHAÇA) EM ESTÁGIO DE NUTRIÇÃO
<b>FIGURA 56:</b> COMPARAÇÃO DOS VOLUMES DE BIOGÁS PRODUZIDOS NA OPERAÇÃO DO ANSTBR DURANTE O PROCESSAMENTO DAS BATELADAS ADP_L30-A70-SN - ADP_L30-A70-NG (BRANCO) E ADP_L30-V70-SN - ADP_L30-V70-NG (VINHAÇA)
<b>FIGURA 57:</b> COMPARAÇÃO DOS VALORES TÍPICOS OBTIDOS NA OPERAÇÃO DO ANSTBR PARA AS TAXAS DE PRODUÇÃO DO BIOGÁS DURANTE O PROCESSAMENTO DAS BATELADAS ADP_L30-A70- NG (BRANCO) E ADP_L30-V70-NG (VINHAÇA) EM ESTÁGIO DE NUTRIÇÃO
FIGURA 58: COMPARAÇÃO DOS VALORES TÍPICOS OBTIDOS NA OPERAÇÃO DO ANSTBR PARA ST - STV E DQO DURANTE O PROCESSAMENTO DAS BATELADAS ADP_L30-A70-NG (BRANCO) E ADP_L30- V70-NG (VINHAÇA) EM ESTÁGIO DE NUTRIÇÃO

# LISTA DE TABELAS

<b>TABELA 1:</b> COMPOSIÇÃO DA VINHAÇA DE ACORDO COM O TIPO DE PROCESSAMENTO     6
TABELA 2: COMPOSIÇÃO TÍPICA DO BIOGÁS GERADO EM DIFERENTES CONDIÇÕES16
<b>TABELA 3:</b> IMPUREZAS DO BIOGÁS E SEUS IMPACTOS.   17
TABELA 4: CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA DO LODO INOCULANTE.   27
TABELA 5: CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA DA VINHAÇA DA CANA-DE-AÇÚCAR IN NATURA 28
<b>TABELA 6:</b> CONCENTRAÇÕES DE CH4 E CO2 COM RESPECTIVAS CORRENTES ELÉTRICA.   43
<b>TABELA 7:</b> PESOS PADRONIZADOS E RESPECTIVAS RESPOSTAS DA CÉLULA DE CARGA.     45
<b>TABELA 8:</b> NOMENCLATURA DAS BATELADAS EXECUTADAS NO ANSTBR.   58
TABELA 9: PARÂMETROS E VARIÁVEIS FIXADAS NO PROCESSO ANSTBR
<b>TABELA 10:</b> CONCENTRAÇÕES DE CH4 E RESPECTIVAS ÁREAS CROMATOGRÁFICAS (CROMATÓGRAFO TRACE GC 2000)
<b>TABELA 11:</b> CONCENTRAÇÕES DAS ESPÉCIES APROPRIADAS PELO MÓDULO ANALISADOR DE BIOGÁS (MAB) NA DEPURAÇÃO DO BIOGÁS (ADP_L30-V70-SN - ADP_L30-V70-NG)
<b>TABELA 12:</b> DADOS EXTRAÍDOS DO PROCESSAMENTO DO PADRÃO DE REFERÊNCIA
TABELA 13: DADOS EXTRAÍDOS DO PROCESSAMENTO DO PADRÃO DE REFERÊNCIA
TABELA 14: COMPARAÇÃO DOS VALORES DE DQO POR SUBSTRATO PROCESSADO NO ANSTBR 89
TABELA 15: COMPARAÇÃO DOS VALORES DE STV POR SUBSTRATO PROCESSADO NO ANSTBR 90
<b>TABELA 16:</b> DADOS EXTRAÍDOS DO PROCESSAMENTO DA VINHAÇA (ADP_L30-V70-SN - ADP_L30- V70-NG) COM PARÂMETROS DA FASE GASOSA
<b>TABELA 17:</b> DADOS EXTRAÍDOS DO PROCESSAMENTO DA VINHAÇA (ADP_L30-V70-SN - ADP_L30- V70-NG) COM PARÂMETROS DA FASE SÓLIDA93
TABELA 18: CUSTO DO SISTEMA AUTOMATIZADO (PURIFICADOR - CPU - MAB - VOLUMETRIA) 96
<b>TABELA 19:</b> CUSTO DO SISTEMA NATIVO TECNAL (TEC-BIO 7,5L)
<b>TABELA 20:</b> CUSTO DO ANALISADOR DE GASES GAS3200L (ENGEZER).   97

# LISTA DE SIGLAS e SÍMBOLOS

IEA	A Agência Internacional de Energia ( <i>International Energy Agency</i> )			
CLP	Controlador Lógico Programável			
CO <sub>2</sub> Dióxido de Carbono				
CH <sub>4</sub> Metano				
H <sub>2</sub> S Sulfeto de Hidrogênio				
AnSTBR	Reator Anaeróbico com Tanque Agitado Operado em Batelada (Anaerobic			
	Stirred Tank Batch Reactor)			
AnSBR	Reator Anaeróbico Operado em Batelada Sequencial (Anaerobic Sequencing			
	Batch Reactors)			
MAB	Módulo Analisador de Biogás			
рН	Potencial Hidrogeniônico			
C:N	Relação Carbono-Nitrogênio			
ЕТЕ	Estação de Tratamento de Esgoto			
DQO	Demanda Química de Oxigênio			
DBO Demanda Bioquímica de Oxigênio				
ST Sólidos Totais				
STV	STV Sólidos Totais Voláteis			
SV Sólidos Voláteis				
РМО	População de Microrganismos			
UFC	Unidade Formadora de Colônia			
NH <sub>3</sub>	Amônia			
K	Potássio			
N <sub>2</sub> O	Óxido Nitroso			
CH <sub>3</sub> CO <sub>2</sub> H Ácido Acético				
Ca	Cálcio			
NaCl	Cloreto de Sódio			
C3H5O(OH)3	Glicerina			
SO <sub>2</sub>	Dióxido de Enxofre			
Mg	Mg Magnésio			
СО	CO Monóxido de Carbono			
Р	P Fósforo			

Mn	Manganês			
Ν	Nitrogênio			
Ca(OH)2	Hidróxido de Cálcio			
CaCO <sub>3</sub>	Carbonato de Cálcio			
CaS	Sulfeto de Cálcio			
С	Carbono			
0	Oxigênio			
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Óxido de Ferro			
Fe(OH)3	Hidróxido de Ferro			
ZnO	Óxido de Zinco			
NaOH	Hidróxido de Sódio			
C <sub>20</sub> H <sub>14</sub> O <sub>4</sub>	Fenolftaleína			
ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas			
LE Lodo de Esgoto				
USEPA	Agência Norte Americana de Proteção Ambiental (United States			
	Environmental Protection Agency)			
TRH	Tempo de Retenção Hidráulica			
°C	Graus Célsius			
UASB	Reator Anaeróbico de Manta de Lodo com Fluxo Ascendente (Upflow			
	Anaerobic Sludge Blanket)			
SCCM	Centímetro Cúbico por Minuto (standard-state cubic centimeter per minute)			
GLP	Gás Liquefeito de Petróleo			
NDIR	Infravermelho Não Dispersivo (Non-Dispersive InfraRed)			
ROM	Memória Somente de Leitura (Read-Only Memory)			
RAM	Memória de Acesso Randômico (Random Access Memory)			
SRAM	Memória Estática de Acesso Randômico (Static Random Access Memory)			
EEPROM	Memória Programável por Eletricidade (Electrically-Erasable Programmable			
	Read-Only Memory)			
PWM	Modulação por Pulso (Pulse Width Modulation)			
ADC	Conversor Analógico Digital (Analog Digital Converter)			
RTC	Relógio de Tempo Real (Real Time Clock)			
USB	Barramento Serial Universal (Universal Serial Bus)			
CPU	Unidade Central de Processamento (Center Processing United)			

РС	Computador Pessoal (Personal Computer)			
GND	Aterramento (Ground)			
VIN	Entrada de Tensão (Voltage In)			
LCD	Visor de Cristal Líquido (Liquid Cristal Display)			
FTDI	Dispositivo de Compatibilização Tecnológica (Future Technology Devices)			
LCEM	Laboratórios de Catálise Energia e Materiais			
LEA	Laboratórios de Estudos Ambientais			
LTRE	Laboratórios de Tratamento de Efluentes			
NUESC	Núcleo de Estudos em Sistemas Coloidais			
MAB	Módulo Analisador de Biogás			
PVC	Cloreto de Polivinila			
CV	Coeficiente de Variação			
ICSP	Circuito de Entrada da Programação Serial (In-Circuit Serial Programming)			
AC Corrente Alternada ( <i>Alternating Current</i> )				
DC Corrente Contínua (Direct Current)				
IDE	Ambiente Integrado de Desenvolvimento (Integrated Development			
	Environment)			
PID	Proporcional Integrativo Derivativo (Proportional Integral Derivative)			
FID	Detector por Ionização de Chama (Flame Ionization Detector)			
AME	Atividade Metanogênica Específica			
GNV	Gás Natural Veicular			

# LISTA DE EQUAÇÕES

EQUAÇÃO (1): RESOLUÇÃO DA CONVERSÃO ANALÓGICA (ARDUINO™)	
EQUAÇÃO (2): REAÇÃO DE PURIFICAÇÃO DO BIOGÁS EM FASE LÍQUIDA	
EQUAÇÃO (3): REAÇÃO DE PURIFICAÇÃO DO BIOGÁS EM FASE LÍQUIDA	
EQUAÇÃO (4): REAÇÃO DE PURIFICAÇÃO DO BIOGÁS EM FASE LÍQUIDA	
EQUAÇÃO (5): REAÇÃO DE PURIFICAÇÃO DO BIOGÁS EM FASE LÍQUIDA	
EQUAÇÃO (6): REAÇÃO DE PURIFICAÇÃO DO BIOGÁS EM FASE LÍQUIDA	
EQUAÇÃO (7): REAÇÃO DE PURIFICAÇÃO DO BIOGÁS EM FASE SÓLIDA	
EQUAÇÃO (8): REAÇÃO DE PURIFICAÇÃO DO BIOGÁS EM FASE SÓLIDA	
EQUAÇÃO (9): REAÇÃO DE PURIFICAÇÃO DO BIOGÁS EM FASE SÓLIDA	
EQUAÇÃO (10): REAÇÃO DE PURIFICAÇÃO DO BIOGÁS EM FASE SÓLIDA	
EQUAÇÃO (11): REAÇÃO DE PURIFICAÇÃO DO BIOGÁS EM FASE SÓLIDA	
EQUAÇÃO (12): VOLUME DO BIOGÁS EM FUNÇÃO DA MASSA	
EQUAÇÃO (13): REGRESSÃO LINEAR PARA CALIBRAÇÃO DA CELULA DE CARGA	
EQUAÇÃO (14): CÁLCULO DA DEMANDA QUÍMICA DE OXIGÊNIO (DQO)	
EQUAÇÃO (15): CÁLCULO DOS SOLIDOS TOTAIS (ST) EM MEIO LÍQUIDO	
EQUAÇÃO (16): CÁLCULO DOS SOLIDOS TOTAIS VOLÁTEIS (STV) EM MEIO LÍQUIDO	66
EQUAÇÃO (17): REGRESSÃO LINEAR PARA CALIBRAÇÃO CROMATOGRÁFICA	

# **Capítulo 1**

### 1. INTRODUÇÃO

O crescimento da população mundial no último século trouxe certamente um aumento da urbanização e industrialização em todo o planeta, o que resultou em grande demanda energética. Atualmente, segundo a Agência Internacional de Energia (IEA), aproximadamente 86 % do suprimento global de energia provêm de combustíveis fósseis. Isso evidencia a alta dependência de uma matriz energética que tem, como cerne, tecnologias ligadas ao petróleo, ao gás natural e ao carvão mineral, que potencializam o efeito estufa no planeta (IEA, 2017).

Neste contexto, ações ligadas ao gerenciamento de resíduos e geração de energias alternativas são apontadas como mitigadoras do problema do aquecimento global. Adicionalmente, técnicas de economia e geração de energia de origem não fóssil estão sendo estudadas amplamente (KAYAKUTLU *et al.*, 2017; FUENTES *et al.*, 2014; ZEAITER *et al.*, 2015).

A problemática que envolve o uso da energia oriunda dos combustíveis fósseis e a necessidade de substituí-la por energia renovável é abrangente e complexa, principalmente do ponto de vista tecnológico, o que inviabiliza propor uma solução completa que atenda toda essa extensão. Todavia, uma das vertentes mais aceitas e praticadas pela comunidade científica é o uso da biomassa como fonte de energia, a exemplo da geração de biogás (NOGUEIRA *et al.*, 2015; HEIDENREICH & FOSCOLO, 2014).

Chernicharo (2007) ressalta que a matéria orgânica proveniente de resíduos e efluentes pode ser facilmente degradada pela ação de microrganismos e que o uso do tratamento anaeróbio é amplamente indicado para os resíduos industriais que possuam alta carga orgânica, principalmente quando se pretende produzir biogás. Neste caso, a digestão anaeróbia é a mais recomendada também por melhorar o problema da gestão destes efluentes, produzindo energia renovável e fertilizantes (GRANDO *et al.*, 2017; DENG *et al.*, 2017). Notadamente os rejeitos agroindustriais, em especial a vinhaça proveniente do setor sucroenergético, fazem parte desta problemática podendo aumentar custos operacionais e causar danos, sobretudo ambientais, sociais e econômicos.

A técnica de geração de biogás já está consolidada cientificamente, no entanto requer controle e acompanhamento constantes, pois disso dependem a eficiência, a produtividade e a qualidade do produto (SINISCALCHI, 2016). Porém, as produções científicas voltadas para a instrumentação e automação de biorreatores anaeróbios ainda são escassas. O processo de produção do biogás é essencialmente biológico, se inicia com a fermentação e termina com a metanogênese. Contudo, acompanhar cada etapa desse processo é uma tarefa difícil, devido à velocidade na troca entre as fases, além de envolver grande complexidade bioquímica (CHERNICHARO, 2007; MORAES *et al.*, 2015).

Nessa linha de pesquisa, alguns trabalhos vêm sendo desenvolvidos, mas com diferentes intuitos. Sahu *et al.* (2017) desenvolveram um sistema automatizado para operar em biorreatores, no entanto, este foi voltado apenas para melhorar a eficiência da segurança em plantas de biogás. Semelhantemente, Gillanders *et al.* (2017) utilizaram a plataforma Arduino<sup>™</sup> para desenvolver um equipamento portátil, atuando com sensor de vapor explosivo, a fim de tornar mais seguros os ambientes de trabalho que possuem gases.

Por outro lado, Yu *et al.* (2015) realizaram o monitoramento do volume de biogás produzido e o controle do pH, mas utilizando um Controlador Lógico Programável (CLP), dispositivo que eleva os custos de construção, operação e manutenção do sistema. Já Ahmed *et al.* (2017) desenvolveram um sistema eletrônico utilizando a plataforma Arduino<sup>™</sup> para quantificar apenas a produção de metano, o que não atende completamente ao objetivo desta pesquisa que analisará outros parâmetros (pH, temperatura, CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>S, agitação, produção de biogás) além da concentração de CH<sub>4</sub>.

Dessa forma, buscando preencher esta lacuna, o presente trabalho tem seu interesse voltado para o desenvolvimento de um sistema automatizado que comporte processar de modo anaeróbio a vinhaça da cana de açúcar (substrato) juntamente com o lodo de esgoto (inóculo), monitorando de forma *on-line* os parâmetros de reação. É mister afirmar que a digestão anaeróbia da vinhaça e do lodo já foram estudadas em diversas publicações científicas (FUESS *et al.*, 2017; BARROS *et al.*, 2017; KOCH *et al.*, 2017; RAPOSO *et al.*, 2012).

Por fim, esta pesquisa procura contribuir com uma solução tecnológica de baixo custo, criando um equipamento alternativo, baseado na plataforma Arduino<sup>™</sup>, que possa analisar a fase gasosa do processo de digestão anaeróbia da vinhaça inoculada com lodo de esgoto, que gera biogás. Este sistema promoverá pleno acompanhamento *on-line*, possibilitando principalmente monitorar e, se necessário, manipular as principais variáveis deste processo. Como consequência, isso causará maior eficiência na geração do produto de interesse energético; nesse caso, o gás metano (CH<sub>4</sub>), oriundo da biomassa residuária, alavancando a química verde e a simbiose industrial.

# Capítulo 2

### 2. OBJETIVOS

### 2.1 Objetivo Geral

Construir um sistema de monitoramento *on-line*, de baixo custo, baseado na plataforma Arduino<sup>™</sup>, operando em um *AnSTBR* (*Anaerobic Stirred Tank Batch Reactor*) para geração de biogás, utilizando vinhaça de cana-de-açúcar inoculada com lodo de esgoto.

### 2.2 Objetivos Específicos

 Estudar o processo de digestão anaeróbia com foco na geração de biogás, aplicado experimentalmente em um biorreator de bancada, explorando técnicas de instrumentação e automação;

 Instalar, adaptar e calibrar o biorreator de bancada Tecnal (TEC-BIO 7,5L) para trabalhar em modo anaeróbio, processando vinhaça como substrato, de modo que este controle suas variáveis (pH, agitação, temperatura) na fase líquida, produzindo dados característicos do processo;

 Digerir a vinhaça inoculada com lodo de estação de tratamento de esgoto (ETE) no *AnSTBR*, devidamente instrumentado e automatizado, a fim de se registrar dados específicos;

 Estabelecer um padrão de digestão anaeróbia (branco), processado com glicerina (C<sub>3</sub>H<sub>5</sub>O(OH)<sub>3</sub>), que possibilite sua comparação com as demais bateladas operadas com vinhaça;

Adaptar a microbiota do lodo de ETE, em temperatura mesofílica (38°C) e pH neutro (7), ao substrato (vinhaça), com a finalidade de viabilizar a fase metanogênica na digestão anaeróbia;

 Monitorar a DQO (Demanda Química de Oxigênio), os STVs (Sólidos Totais Voláteis) e a PMO (População de Microrganismos), como parâmetros centrais no processo de produção do biogás;  Construir um equipamento analisador de gases, baseado na plataforma Arduino<sup>™</sup>, capaz de monitorar e registrar automaticamente junto ao *AnSTBR*, as variáveis (pressão, volume, temperatura, umidade, CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>S, CH<sub>4</sub>) da fase gasosa, na geração do biogás;

Construir um sistema de purificação de biogás capaz de minimizar a presença do
CO<sub>2</sub> e H<sub>2</sub>S, maximizando a permanência do CH<sub>4</sub>;

Construir um *firmware* em linguagem C, para ser embarcado no Arduino<sup>™</sup> atrelado ao analisador de gases, capaz de gerenciar o processo, adquirir dados e registrá-los em planilha de cálculo, de modo *on-line*;

• Analisar e comparar os dados oriundos do *AnSTBR*, originados em diferentes etapas do processo, de modo que se possa avaliar o desempenho, a eficácia e confiabilidade do sistema, permitindo conclusões acerca da produção do metano (CH<sub>4</sub>).

# Capítulo 3

# 3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 3.1 Vinhaça da Cana-de-Açúcar

No Brasil, a cana-de-açúcar é a principal matéria-prima das destilarias, embora outros materiais alternativos, como sorgo sacarino e milho, tenham ganhado interesse através de estudos (MARTINS *et al.*, 2017). Pesquisas recentes também têm considerado a utilização de algumas variedades da cana para diversificar o uso e aplicação dessa espécie vegetal. Atualmente, o principal produto gerado da cana-de-açúcar é o etanol. Independentemente do tipo de matéria-prima processada, duas etapas são as principais: fermentação da fonte de açúcar e destilação da solução alcoólica produzida pela fermentação. Após se extrair o caldo, também denominado de mosto, este pode ser diretamente levado às dornas de fermentação. As destilarias podem utilizar tanto o caldo de cana, como sua mistura com o melaço, gerado em consequência da concentração dos açúcares presentes (CHIEPPE JÚNIOR, 2012).

Após a fermentação do mosto e destilação, ao final do processamento da cana-de-açúcar, resta um resíduo líquido denominado vinhaça, que também é conhecido regionalmente como vinhoto, tiborna ou restilo, oriundo da fabricação do álcool (KUMAR *et al.*, 1998; FREIRE & CORTEZ, 2000).

Geralmente, a vinhaça é dotada de alta concentração de matéria orgânica decorrente da presença de açúcares não transformados na etapa de fermentação, compostos orgânicos formados em metabolismos paralelos na etapa de fermentação e de resíduos de etanol não recuperado pela destilação. Sob o ponto de vista biológico, a vinhaça é considerada como um agente poluidor, caso seja dispensada livremente sobre o solo, em virtude de ser recalcitrante, fitotóxica, e possuir propriedades antibactericidas e antioxidantes; dessa forma, se não for tratada, causará danos à fauna e à flora (WILKIE *et al.*, 2000; ESPAÑA-GAMBOA *et al.*, 2011).

A vinhaça possui aproximadamente entre 2 e 6 % de sólidos, sendo composta basicamente por matéria orgânica, tendo como base os ácidos orgânicos e também potássio (K), cálcio (Ca), magnésio (Mg), fósforo (P), manganês (Mn) e nitrogênio (N) (ALMEIDA *et al.*, 2007). Sua composição pode ser visualizada na Tabela 1.

PARÂMETRO	MELAÇO	CALDO	MISTO	
pH	4,2 - 5,0	3,7 - 4,6	4,4-4,6	
Temperatura (°C)	80 - 100	80 - 100	80 - 100	
DBO (mg O <sub>2</sub> L <sup>-1</sup> )	25.000	6.000 - 16.500	19.800	
DQO (mg O <sub>2</sub> L <sup>-1</sup> )	65.000	15.000 - 33.000	45.000	
Sólidos totais (mg L <sup>-1</sup> )	81.500	23.700	52.700	
Sólidos voláteis (mg L <sup>-1</sup> )	60.000	20.000	40.000	
Sólidos fixos (mg L <sup>-1</sup> )	21.500	3.700	12.700	
Nitrogênio (mg N L <sup>-1</sup> )	450 - 1.610	150 - 700	480 - 710	
Fósforo (mg P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> L <sup>-1</sup> )	100 - 290	10 - 210	9 - 200	
Potássio (mg K <sub>2</sub> O L <sup>-1</sup> )	3.740 - 7.830	1.200 - 2.100	3.340 - 4.600	
Cálcio (mg CaO L <sup>-1</sup> )	450 - 5.180	130 - 1.540	1.330 - 4.570	
Magnésio (mg MgO L <sup>-1</sup> )	420 - 1.520	200 - 490	580 - 700	
Sulfato (mg SO <sub>4</sub> L <sup>-1</sup> )	6.400	600 - 760	3.700 - 3.730	
Carbono (mg C L <sup>-1</sup> )	11.200 - 22.900	5.700 - 13.400	8.700 - 12.100	
Relação C:N	16 - 16,27	19,7 - 21,07	16,4 - 16,43	
Matéria orgânica (mg L <sup>-1</sup> )	63.400	19.500	3.800	
Subst. redutoras (mg L <sup>-1</sup> )	9.500	7.900	8.300	

Tabela 1: Composição da vinhaça de acordo com o tipo de processamento.

Fonte: Adaptado de Marques, 2006.

Os registros de literatura científica apontam algumas opções para o uso alternativo da vinhaça, que nem sempre se confirmam como boas práticas, visto que elas englobam o descarte em corpos hídricos, a produção de concentrados de vinhaça e a incineração, entre outros. No Brasil, o setor sucroalcooleiro praticamente gera toda vinhaça em suas destilarias que é destinada à fertirrigação do cultivo da própria cana-de-açúcar. Essa prática é justificada pela busca do reciclo de água e aproveitamento dos nutrientes contidos na vinhaça; embora vise à obtenção de benefícios, pode trazer sérios danos. A aplicação continuada deste resíduo na lavoura tende a gerar inúmeros impactos no solo e recursos hídricos (WILLINGTON & MARTEN, 1982; NANDY et al., 2002; CRUZ et al., 2013; AKRAM et al., 2015).

#### 3.2 Lodo de Esgoto Sanitário

Lodo de esgoto sanitário é um subproduto que se apresenta em forma de semissólidos, tem composição inorgânica e orgânica, proveniente dos sólidos do esgoto, dispondo-se como uma mistura residual pastosa, de origem tanto biológica como mineral, oriunda de águas residuárias em Estações de Tratamento de Esgoto (ETE). As ETEs fornecem importante serviço ambiental à sociedade, processando o esgoto diariamente e evitando que uma elevada carga orgânica chegue aos corpos hídricos. Desse modo, após o tratamento, a água retorna à natureza, permanecendo nas estações apenas os resíduos sólidos. Suas características físico-químicas e microbiológicas dependem do perfil da população que gera o esgoto (EDWARDS *et al.*, 2017; von SPERLING, 2005).

No Brasil, apenas 49,8% dos esgotos são coletados, sendo tratados 70,9% (SNSA, 2016). Mesmo em regiões com melhores condições de saneamento, persiste o problema da eliminação final do resíduo do tratamento, o denominado Lodo de Esgoto (LE). Normalmente, o esgoto é constituído de 99,9 % de água e 0,1 % de sólidos totais (incluindo os microrganismos). Devido a este 0,1 % de sólidos presentes no esgoto, é necessário tratá-lo. Para a Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT), o lodo de ETE é definido como sendo uma suspensão aquosa de substâncias minerais e orgânicas separadas no processo de tratamento, conhecido como "processo unitário" (NBR 12209: 2011, BRASIL, 2016).

A eliminação dos resíduos do processo de tratamento de esgoto como lixo também pode causar vários impactos ambientais negativos, como a contaminação do solo e lençol freático por microrganismos patogênicos, além de metais pesados. Nesse sentido, o estudo de alternativas para destinação desse resíduo torna-se de grande importância social, ambiental e econômica (WHITE *et al.*, 2011).

O lodo *in natura* oferece perigo ao ser humano, portanto deve-se evitar o uso indevido. Pode estar contaminado com organismos patogênicos e metais pesados, o que compromete a salubridade ambiental e a segurança pública. Vários países estabeleceram diretrizes que orientam o uso adequado do LE, principalmente na agricultura, a exemplo do Brasil, por meio da Resolução CONAMA no 375/06 (BRASIL, 2006), dos Estados Unidos, com a Agência de Proteção Ambiental (USEPA, 2003), e dos países da União Europeia, com as diretrizes do 86/278/EEC (FYTILI & ZABANIOTOU, 2008).

O aspecto biológico é de grande relevância quando se lida com LE. Os lodos de esgoto certamente são contaminados com patógenos humanos, a exemplo de coliformes fecais, salmonela, helmintos, platelmintos e protozoários. De modo especial, o lodo gerado em ambiente anaeróbio possui uma microbiota que coincide com as diversas fases desta digestão. Existem dois grupos de microrganismos presentes no lodo proveniente do processo anaeróbio, compreendido pelas bactérias acetogênicas e as metanogênicas. As bactérias acetogênicas geram ácidos responsáveis pela quebra dos compostos orgânicos, sejam proteínas, celulose, lignina e lipídeos. As metanogênicas convertem os mesmos ácidos em CH<sub>4</sub> e CO<sub>2</sub> (CHEN *et al.*, 2014; TAMKIN *et al.*, 2015).

### 3.3 Digestão Anaeróbia e Geração de Biogás

A biogeoquímica acolhe em seus fundamentos a ideia de que os elementos naturais sofrem transformações cíclicas e contínuas da matéria através de cadeia trófica, e há um contínuo intercâmbio de elementos químicos entre o meio biótico e o abiótico. Estas transformações da matéria, por sua vez, ocorrem basicamente devido à realização dos processos de síntese e decomposição de materiais orgânicos, através dos organismos autótrofos fotossintetizantes, organismos heterótrofos, consumidores ou decompositores, respectivamente (MOTA, 1997).

Neste sentido, se permite afirmar que os processos de decomposição de materiais orgânicos são naturais; assim, esses ciclos bioquímicos têm caráter espontâneo, e há uma transformação das substâncias orgânicas em compostos simples, através da ação combinada de diferentes microrganismos (BUEKENS, 2005).

A digestão anaeróbia é um processo de biodegradação, entendida comumente como um processo biológico em que algumas espécies de microrganismos, bactérias em sua maioria, vivem em ambiente anóxico, no qual a fração orgânica do substrato é convertida em uma mistura gasosa a partir da atividade sintrófica de diversas populações microbianas. Essa mistura gasosa, conhecida como biogás, é formada por diversas espécies químicas: metano (CH4) e dióxido de carbono (CO<sub>2</sub>), em maior proporção, e pequenas frações de hidrogênio (H<sub>2</sub>), nitrogênio (N<sub>2</sub>), sulfeto de hidrogênio (H<sub>2</sub>S), entre outros (VENKITESHWARAN *et al.*, 2015).

O processo de digestão anaeróbia ocorre em diversos meios, chamados de substratos, e em espaços controlados, comumente denominados de biodigestores ou biorreatores, sendo estes aplicáveis em vários segmentos, tais como resíduos rurais, agroindustriais, domésticos e comunitários (CHERNICHARO, 1997; MALAJOVICH, 2012).

Na primeira fase da digestão anaeróbia, instala-se a hidrólise, quando a matéria orgânica é convertida em moléculas menores pela ação de enzimas e bactérias hidrolíticas. Essa matéria orgânica apenas pode ser convertida se estiver na forma solúvel, daí a ação da protease, amilase e lipase, enzimas que, juntamente com microrganismos, transformam proteínas em peptídeos e aminoácidos, polissacarídeos em monossacarídeos e gorduras em ácidos graxos. Dessa forma, quebram-se as macromoléculas orgânicas (DENNIS & WANG, 2016).

Diferentes compostos têm diferentes taxas de hidrólise. No geral, a hidrólise de carboidratos leva poucas horas para acontecer, mas a hidrólise de proteínas e lipídios requer alguns dias. No entanto, se houver uma desintegração física como parte do pré-tratamento, o

processo pode ser acelerado, melhorando ainda mais se o substrato estiver liquefeito (ZHANG *et al.*, 2014).

Em suma, sabe-se que a matéria orgânica é transformada em compostos voláteis (ácidos graxos, glucose e aminoácidos) e são incorporados ao meio (substrato). Essa é a fermentação, fase decisiva no processo de biodigestão anaeróbia, devido ao fato de as enzimas produzidas (hidrolíticas) serem adsorvidas à superfície dos sólidos (ZHANG *et al.*, 2014).

Em seguida, vem a fase acidogênica, quando são degradados os compostos oriundos da etapa anterior (hidrólise). A formação de ácidos depende diretamente da quantidade de hidrogênio presente no processo: se for elevada, interfere negativamente, causando excesso de ácidos orgânicos que podem inibir a ação dos microrganismos (HAO *et al.*, 2017, PULLAMMANAPPALLIL *et al.*, 2011).

Na acetogênese, que é a fase seguinte, os compostos produzidos anteriormente (acidogênese) são convertidos gerando acetato, hidrogênio e gás carbônico. Nesta fase, atuam as bactérias facultativas, elas podem trabalhar em meio aeróbio e anaeróbio. O oxigênio necessário para efetuar essas transformações é retirado dos compostos que constituem o material orgânico, não necessitando estar em contato com o ar. As bactérias acetogênicas transformam os produtos gerados na primeira fase (ácido propiônico e butírico) em ácido acético (CH<sub>3</sub>COOH), hidrogênio (H<sub>2</sub>) e dióxido de carbono (CO<sub>2</sub>) (OHKUMA *et al.*, 2015). Esse processo é tão rápido, que, algumas vezes, a acidogênese será confundida com a acetogênese, por estarem essas duas fases intimamente ligadas (DENNIS & WANG, 2016).

Por último, ocorre a metanogênese, que é realizada por dois grupos de microrganismos, os metanogênicos aceticlásticos (que transformam o acetato em metano e dióxido de carbono) e os metanogênicos utilizadores de hidrogênio (que usam o H<sub>2</sub> como doador de elétrons e o CO<sub>2</sub> como aceptor de elétrons para produzir metano). Nesta fase, ocorre a produção de metano (CH<sub>4</sub>) e do gás carbônico (CO<sub>2</sub>) (ZANETTE, 2009; LIU *et al.*, 2012).

Nesta etapa, as bactérias responsáveis pela produção do metano são extremamente sensíveis a mudanças no meio, como pH e temperatura. A melhor faixa de pH para se manter a atividade metanogênica é entre 6,5 e 7,5; fora dela, a geração de metano (CH<sub>4</sub>) será abrandada ou inibida (STANBURY *et al.*, 2016). Em condições moderadas de temperatura, 70% do metano é formado pela clivagem do acetato, enquanto os 30% restantes são derivado dos H<sub>2</sub> +  $CO_2$ . Em altas temperaturas (60 - 70 °C), mais metano é formado por H<sub>2</sub> +  $CO_2$  porque, sobre altas temperaturas o acetato se oxida anaerobicamente (DENNIS & WANG, 2016; CHERNICHARO, 2007; CHANDRA *et al.*, 2012a).

9

Todo este processo está esquematizado e pode ser visualizado na Figura 1.



Figura 1: Representação esquemática do processo de digestão anaeróbia. Fonte: Adaptado de Amaya *et al.*, 2013.

Nesse contexto, o processo de digestão anaeróbia com geração de biogás não seria possível sem a atuação da microbiota específica. Entretanto, é importante ressaltar que a digestão anaeróbia é um processo trifásico, composto pelas fases sólida, líquida e gasosa, em que cada fase está intimamente relacionada às outras duas. Todavia, cada uma dessas fases possui características próprias e corrobora a geração do biogás (BORJA & RINCÓN, 2017).

### 3.3.1 Fase Sólida

Esta fase é basicamente composta de sólidos orgânicos e inorgânicos. Estes podem ser descritos respectivamente, como sendo sólidos com origem em células ativas e sólidos mineralizados. A quantificação destas células e seu *status* metabólico são parâmetros muito importantes, definindo as estratégias de controle que podem ser realizadas no processo de digestão para geração de biogás. A concentração de Sólidos Totais (ST) não é um bom parâmetro para estimar a População de Microrganismos (PMO) ativos, sendo mais aconselhável utilizar os Sólidos Voláteis (SV) como parâmetro, quando o meio assim possibilitar. Apesar dessas dificuldades, na prática, medir os sólidos é comum como opção de parâmetro para caracterização da biomassa microbiana. Quanto ao *status* metabólico, este requer maior esforço

para determiná-lo, devido à complexidade laboratorial envolvida (SWITZENBAUM *et al.*, 1990).

#### 3.3.2 Fase Líquida

Os parâmetros utilizados para caracterizar o estado químico da biomassa estão na fase líquida e são os mais utilizados. Ressalta-se também que as variações nas características desta fase são consequência dos desequilíbrios que ocorrem no processo de digestão anaeróbia, o que deve ser evitado (SWITZENBAUM *et al.*, 1990). As condições de operação da fase líquida devem ser controladas e monitoradas de modo mais frequente, se possível, on-line (AHMED *et al.*, 2017).

O pH é um dos principais parâmetros no monitoramento e controle da digestão anaeróbia; sua importância se dá devido a seus efeitos inibitórios. Essa variação reflete sobre as atividades da microbiota. Os digestores anaeróbios operam otimamente na faixa entre 6,6 e 7,8. Valores inferiores a 6,2 inibem consideravelmente a atividade metanogênica, consequentemente afetam a produção de biogás. Manter o pH com tendência acima de 6,0 favorece a maior concentração de ácidos graxos voláteis e dissolve a Demanda Química de Oxigênio (DQO) (JIANG *et al.*, 2013; BORJA & RINCÓN, 2017).

Adicionalmente, a taxa de hidrólise, que também é influenciada pelo pH, afeta a toxicidade por amônia. Essa toxicidade ocorre devido ao aumento da concentração de amônia livre, que uma vez controlada, pode servir como um método eficaz para atingir o melhor crescimento da microbiota (MAO *et al.*, 2015).

Em um sistema de digestão anaeróbia, a temperatura tem efeito importante sobre as propriedades físico-químicas dos elementos encontrados na fase líquida. Ela influencia a taxa de crescimento e os metabolismos dos microrganismos, portanto, toda sua dinâmica. Nesse contexto, pode-se afirmar que a elevação da temperatura em sistemas anaeróbios tem vários benefícios, incluindo o aumento da solubilidade dos compostos orgânicos, das taxas de reações biológica e química e uma crescente produção de biogás (APPELS *et al.*, 2008).

Outro ponto de grande relevância nessa fase é a relação carbono-nitrogênio (C:N) que dá uma ideia do conteúdo de nutrientes em um substrato. Quando esta relação é muito alta, indica nitrogênio insuficiente para manter a biomassa celular. Neste caso, está existindo uma degradação rápida do nitrogênio pela população microbiana, resultando em pouca produção de biogás. Por outro lado, um baixo indicador desta relação aumenta o risco de inibição por amônia, sendo o ideal manter a proporção no mínimo em 20 e máximo de 35, sendo 25 a mais comumente usada (HASSAN et al., 2016; MAO *et al.*, 2015).

### 3.3.3 Fase Gasosa

Para fins de estudo da produção de biogás, essa fase é considerada a mais importante, nela estando contida uma mistura de gases. É chamada atmosfera do reator. A taxa de produção de gases e, especificamente, o rendimento de metano, podem ser os potenciais indicadores do estado metabólico do processo de digestão anaeróbia. Uma análise válida consiste na comparação da taxa de produção de metano com a taxa de matéria orgânica afluente; caso a de metano seja menor, é um alerta sobre a presença de ácidos solúveis acumulados na fase líquida (ZHANG *et al.*, 2014; BORJA & RINCÓN, 2017).

A atmosfera de um biorreator anaeróbio, comumente é formada por hidrogênio (H<sub>2</sub>), monóxido de carbono (CO), nitrogênio (N<sub>2</sub>), oxigênio (O<sub>2</sub>), amoníaco (NH<sub>3</sub>) e sulfídrico (H<sub>2</sub>S). Identificar e quantificar esses gases pode ser uma boa metodologia para conhecer o processo que ocorre na digestão anaeróbia. A proporção de cada uma destas espécies gasosas no biogás depende da composição inicial dos substratos digeridos. Porém, as variações nestas proporções são típicas de cada digestão e podem mostrar desequilíbrio (BORJA & RINCÓN, 2017).

Nesse contexto, tem-se atenção especial para o gás sulfidrico (H<sub>2</sub>S), que é corrosivo e pode afetar condutos e peças do sistema, pois, a depender da quantidade de enxofre do substrato processado no biorreator, o biogás gerado requer aplicação de uma técnica de limpeza antes de seu uso. Além do H<sub>2</sub>S, tem-se também um problema ligado ao sulfeto de amônia (NH<sub>3</sub>), que também é corrosivo e depõe contra o valor energético pretendido, portanto, deve-se ter cuidado com substratos ricos em ureia (SWITZENBAUM *et al.*, 1990; STANBURY *et al.*, 2016).

#### 3.4 Digestores Anaeróbios (Biorreatores)

Atualmente o método anaeróbio é um dos mais empregados no tratamento de águas residuárias industriais e de esgoto sanitário. Este processo não só remove poluentes, mas também produz metano, que é utilizado na geração de energia (LUO *et al.*, 2014; JANG *et al.*, 2015).

Há muito tempo, o processo anaeróbio é usado no tratamento de águas residuárias, entretanto, somente a partir da crise energética na década de 1970 verificou-se grande avanço tecnológico no setor. Nesse tempo, notou-se a implantação de inúmeras plantas de tratamento em escala global, visando processar os mais variados tipos de resíduos. Acrescenta-se ainda que os efluentes ora processados por intermédio da fermentação anaeróbia, além de neutralizarem os resíduos, permitem valorizá-los energeticamente e ainda produzir fertilizante (van LIER *et al.*, 2015).

O interesse pelo processo de tratamento anaeróbio advém do potencial de uso do metano a ser gerado e pelo poder de degradação dos compostos orgânicos. Em definição, o biorreator anaeróbio é um equipamento capaz de receber e processar um substrato, normalmente com alta carga orgânica. Esse substrato provém de efluentes da indústria, podendo também ter origem agrícola ou doméstica. As reações predominantes nesste tipo de reator são bioquímicas, metabolizadas por enzimas ou células vivas, catalisadas por agentes biológicos em ambiente anóxico (SMITH, 2004; XU FU HUANG *et al.*, 2013).

Convencionalmente, o tipo de reator empregado nos processos de fermentação anaeróbia é o de fase aquosa. Embora esse tipo de reator apresente benefícios com relação ao controle das condições de operação, também se apresentam certas desvantagens que podem torná-lo mais dispendioso que os do tipo sólido e semissólido (SCHMIDELL, 2001; LUO *et al.*, 2016).

Por outro lado, existem vários modelos de reator direcionados aos tipos de materiai a ser digerido. Nesse contexto, os reatores que trabalham em modo batelada são os mais simples. Estes são preenchidos com o substrato a ser digerido, deixando-o por um período que é considerado o tempo de retenção hidráulica (TRH), após o qual os reatores são esvaziados, e o processo é considerado concluído. Neste tipo de reator, é comum a inoculação de agentes degradadores, geralmente biológicos, com a finalidade de iniciar e desenvolver o processamento do substrato (NAIN & JAWED, 2006; WARD *et al.*, 2008).

Outro modo de operação dos reatores é o continuamente alimentado, operado em estágio único. Neste modo, todas as reações bioquímicas ocorrem em um só ambiente, atuando em regime contínuo não sequencial. Existe também o sistema continuamente alimentado, em dois ou mais estágios, em que as etapas de hidrólise-acidogênese e acetogênese-metanogênese são separadas. Este último reator é denominado contínuo sequencial (MUSSOLINE *et al.*, 2012).

Atualmente, novos modelos de reator estão sendo desenvolvidos e aperfeiçoados. Esses modelos, em sua maioria, preveem a retenção dos microrganismos no interior do equipamento, ou mesmo quando estes sejam dispersados, podem ser reinseridos por recirculação. Desse modo, se a retenção microbiana, geralmente bactérias, for desacoplada da retenção da fase líquida (substrato efluente) se pode alcançar alta concentração no interior do vaso de reação. As bactérias são mantidas nos biorreatores por vários métodos básicos: separação física por sedimentação ou filtração da biomassa, sempre recirculando. Este tipo de biorreator é conhecido como reator de contato. Há também o reator de leito empacotado, quando, em sua operação, se promove internamente a ligação dos microrganismos a um suporte (WHEATLEY, 1990; BORJA & RINCÓN, 2017; SANT'ANNA JUNIOR, 2010).

### 3.4.1 Reator Anaeróbio de Manta de Lodo com Fluxo Ascendente (UASB)

Um dos tipos de reator anaeróbio que apresenta maior eficiência na degradação da matéria orgânica é o de manta de lodo com fluxo ascendente ou reator UASB (*Upflow Anaerobic Sludge Blanket*). Este reator forma uma floculação de bactérias anaeróbias ao longo de seu fluxo ascendente, garantindo contato imediato entre o substrato novo com a manta de lodo amadurecido, estratégia que o faz render o suficiente para ser classificado como de alta taxa, sendo considerado o mais robusto além de possuir baixo custo operacional. Por esses motivos, o reator UASB serve de base para diversas variantes operacionais (CHONG *et al.*, 2012; LU *et al.*, 2015; WATARI *et al.*, 2017; ELANGOVAN & SEKAR, 2012).

A floculação origina a formação natural de grânulos, que ocorre devido à combinação da morfologia microbiana, da natureza do substrato, do acúmulo de sais inorgânicos, do cálcio, do fósforo, do alumínio e do silício (LI *et al.*, 2014; SANJEEVI *et al.*, 2013). Este tipo de equipamento é largamente aplicado no tratamento de esgotos domésticos (RIZVI *et al.*, 2015; ELANGOVAN & SEKAR, 2012).

Graças à zona de clarificação suplementada com um separador de gás-líquido-sólido, o reator UASB facilita seu uso na produção de biogás (Figura 2). A velocidade do líquido dentro do reator fica geralmente na faixa de 0,5 - 1,0 mh<sup>-1</sup>. Portanto, os reatores UASB são baseados no desenvolvimento de grânulos densos (1 - 4 mm) formados pela autoimobilização dos microrganismos anaeróbios (CHERNICHARO, 2007).



Figura 2: Esquema do reator anaeróbio de manta de lodo com fluxo ascendente (UASB). Fonte: Adaptado de Borja & Rincón, 2017.

### 3.4.2 Reator Anaeróbio em Batelada Sequencial (AnSBR)

O AnSBR (*Anaerobic Sequencing Batch Reactors*) é uma variação do reator UASB operado em batelada. Neste caso, um único reator é usado para avolumar, reagir, sedimentar e decantar o substrato. Neste caso, seu volume é maior que o de um sistema de fluxo contínuo, mas não clarifica nem separa os resíduos tratados, sendo necessária uma etapa exclusiva fora do processo. O volume e o tempo necessários para as diferentes etapas de reação dependem das características do afluente, da concentração de biomassa, da qualidade requerida na saída e da temperatura em que o substrato é processado (BORJA & RINCÓN, 2017).

Este reator é capaz de alcançar ótima eficiência no tratamento de águas residuais se submetido à temperatura ideal (25-35 °C). Neste tipo de equipamento, os microrganismos são expostos a concentrações variáveis do substrato ao longo do ciclo, resultando em altas taxas de conversão de biomassa e boa eficiência na floculação e sedimentação. Uma elevada concentração, no início do ciclo, resulta em alta atividade metabólica na remoção da carga desse substrato. Todavia, as baixas concentrações de substrato ao final do ciclo resultam em baixa produção de biogás e permitem uma boa sedimentação do lodo. Nesse sentido, os ciclos devem ser frequentes o suficiente para possibilitar a completa execução de cada uma das quatro etapas (hidrólise, acidogênese, acetogênese, metanogênese) (AKIL & JAYANTHI, 2012).

O reator AnSBR é o tipo que dará sustentação aos experimentos realizados nesta pesquisa, sendo apenas reconfigurado, implementando-se um controle de agitação confinado em um tanque. A esta variante do reator anaeróbio em batelada sequencial se dá o nome de AnSTBR (*Anaerobic Stirred Tank Batch Reactor*), similarmente demonstrado de acordo com a Figura 3.



**Figura 3:** Esquema do reator anaeróbio em batelada sequencial (AnSBR). **Fonte:** Adaptado de Borja & Rincón, 2017.

### 3.5 Uso do Biogás

O biogás é uma mistura gasosa formada por diversas espécies, o metano (CH<sub>4</sub>) e dióxido de carbono (CO<sub>2</sub>), em maior proporção, e pequenas frações de hidrogênio (H<sub>2</sub>), nitrogênio (N<sub>2</sub>), sulfeto de hidrogênio (H<sub>2</sub>S), entre outros. A composição desta mistura pode variar de acordo com as diferentes composições do substrato digerido sob diferentes condições. Distintos substratos produzem biogás com características variadas, o que pode ser constatado observando a Tabela 2 (ROSA *et al.*, 2016; MADSEN *et al.*, 2011).

		Composição volumétrica do biogás		
Parâmetros	Unid.	Reatores anaeróbios esgoto doméstico	Aterro sanitário	Digestores de lodo
Metano (CH <sub>4</sub> )	%	60 a 85	45 a 50	60 a 70
Dióxido de Carbono (CO <sub>2</sub> )	%	5 a 15	30 a 40	20 a 40
Monóxido de Carbono (CO)	%	0 a 0,3	0 a 0,2	-
Nitrogênio (N <sub>2</sub> )	%	10 a 25	0 a 15	< 2
Hidrogênio (H <sub>2</sub> )	%	0 a 3	0 a 1	-
Sulfeto de Hidrogênio (H <sub>2</sub> S)	ppmv	1000 a 2000	10 a 200	até 1000
Oxigênio (O <sub>2</sub> )	%	traços	0,8	-

Tabela 2: Composição típica do biogás gerado em diferentes condições.

Fonte: Adaptado de Rosa (2016).

Como o biogás é rico em metano e pode ser usado como fonte de energia, é possível ser produzido em grande escala e usado em centrais de calefação e produção de energia. Também pode substituir o gás natural no abastecimento de veículos, ou no uso doméstico. Além disso, pode ser produzido em pequena escala a partir de microdigestores. Nesse contexto, o uso de biogás, produzido por digestores em escala doméstica, está se tornando comum e já faz parte da vida de mais de 44 milhões de famílias, globalmente. A tendência é que alguns governos promovam programas para estimular seu uso. Somente a China possui aproximadamente 41,83% de residências rurais que usam esse combustível (TRAUTMANN & BLOTTNITZ, 2013; CHEN & LIU, 2017).

Apesar de o biogás ser responsável pela provisão de energia tanto quanto o gás natural, os aparelhos são comumente projetados para funcionar com gás padrão, podendo não funcionar de forma satisfatória quando alimentados com biogás. Os equipamentos que o utilizam exigem dele certo padrão de pureza e uniformidade em sua composição. Este é um dos principais motivos para investir em seu melhoramento. Motores, caldeiras, células a combustível e veículos fazem parte das aplicações básicas deste composto gasoso (APPELS *et al.*, 2008; WARD *et al.*, 2008; TRAUTMANN & BLOTTNITZ, 2013).

Algumas das espécies encontradas originalmente no biogás cru são consideradas como impurezas. Diante desse fato, faz-se necessário remover os componentes indesejáveis comumente presentes na mistura. Essas impurezas podem ser identificadas na Tabela 3.

Impureza	Impacto
Água	Corrosão, condensação, acumulação nos condutos
Poeira	Entupimento
Sulfeto de Hidrogênio (H <sub>2</sub> S)	Corrosão, toxicidade
Dióxido de Carbono (CO <sub>2</sub> )	Baixo poder calorífico
Amônia (NH <sub>3</sub> )	Corrosão
Oxigênio (O <sub>2</sub> )	Explosão

Tabela 3: Impurezas do biogás e seus impactos.

Fonte: Adaptado de Ryckebosch (2011).

Existem diferentes métodos de depuração do biogás, dos quais os mais comumente utilizados são absorção e adsorção. O dióxido de carbono (CO<sub>2</sub>) e o sulfeto de hidrogênio (H<sub>2</sub>S) são simultaneamente removidos em processo de absorção devido à diferença entre as forças de ligação molecular: o CO<sub>2</sub> e o H<sub>2</sub>S são polares; e o CH<sub>4</sub>, apolar. Uma técnica normalmente empregada é utilizar água como solvente para a lavagem em contracorrente do fluido gasoso pré-comprimido (5 a 7 bar). Após a lavagem do CO<sub>2</sub> e do H<sub>2</sub>S, esses compostos são liberados em um tanque de contato, em que a pressão é reduzida e a temperatura, elevada. Dessa forma, a absorção pode ser quase completa se ao final for usada uma solução de Ca(OH)<sub>2</sub> nesse processo, resultando na formação de CaCO<sub>3</sub> e CaS, insolúveis (MUÑOZ *et al.*, 2015).

No processo de purificação do biogás, um dos compostos mais indesejáveis é o sulfeto de hidrogênio (H<sub>2</sub>S), ou simplesmente gás sulfidrico. A maioria das tecnologias físico-químicas disponíveis hoje em dia para a dessulfuração tem base em operações unitárias convencionais, adaptadas da engenharia química, que também apoiam a remoção de outros contaminantes do biogás, como mercaptanos (MUÑOZ *et al.*, 2015).

Uma operação unitária de adsorção clássica é baseada em dois agentes adsorventes paralelos, módulos empacotados com Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe(OH)<sub>3</sub>, ZnO ou carvão ativado, operados em uma configuração de adsorção-regeneração. Todavia, a adsorção química do H<sub>2</sub>S com Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe(OH)<sub>3</sub> e filtros à base de ZnO tornou-se uma tecnologia popular baseada em sua simplicidade, alta eficiência e rapidez de oxidação (RYCKEBOSCH *et al.*, 2011).

Outra forma de remoção do  $CO_2$  e do  $H_2S$  é usar solventes orgânicos tais como polietileno glicol e alcanolaminas, que são mais solúveis do que o CH<sub>4</sub>, sendo possível realizar a operação em baixa pressão, com redução de CO<sub>2</sub> para 0,5 - 1% (ANDRIANI *et al.*, 2014).

Também é possível remover o CO<sub>2</sub> por adsorção, submetendo o biogás ao contato com sólido, sob pressão. Estes sólidos podem ser o carvão ativado ou peneiras moleculares com seletividade em diferentes tamanhos de malhas. A adsorção é geralmente realizada a altas temperaturas e pressão. Esse processo precisa ser realizado com o biogás seco, daí a necessidade de remover o vapor de água aplicando-se um pré-tratamento (ANDRIANI *et al.*, 2014).

O biogás será gerado originalmente saturado com vapor de água, assim que sai do biodigestor, o que depõe contra seu poder de combustão. Essa água é removida com uso de tecnologias físico-químicas por meio da adsorção, absorção ou condensação (MUÑOZ *et al.*, 2015). Um método bastante utilizado é a refrigeração com uso de tubulação sensível, que é um método aplicado para condensar a água contida na mistura. Esse método tem o objetivo de atingir o ponto de orvalho da água, adicionando-se sílica gel ou óxido de alumínio quando se pretende alcançar pontos de orvalho muito baixos (APPELS *et al.*, 2008; MUÑOZ *et al.*, 2015). Outro método opcional de secagem pode ser a absorção em glicol ou sais higroscópicos, que podem ser recuperados a temperaturas elevadas (MILTNER *et al.*, 2017).

Quando se trata da utilização do biogás, constata-se que ele tem menor qualidade em estado bruto, comparado aos gases tipicamente fornecidos, incluindo gás natural e Gás Liquefeito de Petróleo (GLP), para o qual os aparelhos domésticos a gás são projetados. No entanto, ele se semelha ao gás natural, que é composto principalmente de metano (CH<sub>4</sub>). A diferença com o gás natural é que este se compõe de 83 - 98% de metano, enquanto o biogás contém muito mais gases inertes, principalmente o dióxido de carbono (CO<sub>2</sub>), e é composto tipicamente por 55 - 70% de metano (TRAUTMANN & BLOTTNITZ, 2013).

#### 3.6 Instrumentação, Automação e Aquisição de Dados

Instrumentação é um termo normalmente empregado para se referir a dispositivos e equipamentos utilizados para observar, medir, registrar, controlar, converter, transmitir
variáveis e atuar em fenômenos, visando avaliar e otimizar a eficiência nos processos. A instrumentação preocupa-se com o estudo, o desenvolvimento, a aplicação e a operação dos equipamentos inerentes aos processos.

Implementar um dispositivo de controle, medição e monitoramento não é uma atividade simples, visto que é preciso garantir condições de precisão, confiabilidade e repetibilidade. Essas condições são aplicadas em diversos dispositivos como, *e. g.* termostatizadores, agitadores, bombas, prensas, fornos, refrigeradores, motores diversos, compressores de ar e em vários outros equipamentos. O objetivo da instrumentação é sempre a obtenção de informações acerca de grandezas físicas ou químicas. Tradicionalmente, os instrumentos utilizados para as análises quantitativas e qualitativas devem ter um grau de precisão que imponha credibilidade aos resultados, garantindo fidelidade aos dados coletados. A coleta de dados é uma fase secundária, mas de grande relevância para qualquer experimento, entretanto, esta depende da qualidade da instrumentação utilizada e da metodologia de registro desses dados (NORTHROP, 2014; ALCIATORE & HISTAND, 2012).

A leitura dos dados em forma de grandeza é realizada por dispositivos denominados sensores, que as transformam em variáveis apropriadas ao processo, que geralmente são eletroeletrônicas, associando essa grandeza medida a uma tensão ou corrente elétrica. Alguns sensores relacionam a amplitude do sinal elétrico de saída com a amplitude do sinal de entrada, estes dispositivos são denominados de sensores analógicos. Outros dispositivos codificam a saída de forma binária para posteriormente ser interpretada e aplicada, estes são chamados sensores digitais (MORAES & CASTRUCCI, 2007).

#### 3.6.1 Sensores e Atuadores nos Sistemas Automatizados

A obtenção de variáveis do ambiente monitorado se faz por meio da técnica de sensoriamento. Os sensores são dispositivos indispensáveis em um ambiente monitorizado, responsáveis por detectar mudanças físicas e transformá-las em sinais elétricos, passíveis de serem processados. A depender de sua natureza, existem sensores apropriados para cada tipo de situação. Estes ainda podem ser chamados de transdutores, pois convertem um tipo de energia em outra. Em muitos casos, a energia mecânica é convertida em elétrica (FRENZEL, 2018).

Um exemplo emblemático é o caso da indústria automobilística, os controles são complexos e não permitem leitura diretamente do sinal em um sistema. A causa principal desta impossibilidade é que o sinal produzido tem uma intensidade muito baixa, sendo necessária sua amplificação (THOMAZINI & ALBUQUERQUE, 2011).

Na prática, a maioria dos sistemas dotados de instrumentação necessitam de algum tipo de adequação do sinal, seja analógico ou digital, entre a entrada no transdutor e o sistema de processamento e armazenamento dos dados. Uma das forma mais comuns de adequação do sinal, e que atende à maioria dos casos, é a amplificação da tensão, o que provoca uma alteração no nível do sinal de entrada (NORTHROP, 2014).

Um dos principais objetivos do uso de sensores e transdutores é obter controle sobre os ambientes automatizados. Em paralelo ao processamento das informações captadas no sistema, algumas ações são necessárias para ajustar o ambiente que está sendo monitorado e será controlado. Estas ações são executadas pelos atuadores, elementos responsáveis pela liberação de energias mecânica, térmica ou química, objetivando o ajuste do processo, interferindo especificamente no ambiente controlado, visando manter determinadas variáveis em níveis preestabelecidos.

Adicionalmente, destacam-se alguns tipos de sensores. Estes são pertencentes a esta pesquisa, e um deles é o termopar tipo K. Este termopar é coaxial, trabalha com contato de aproximadamente 2 mm, mostra-se robusto e possui boa velocidade de resposta, segundo estudos previamente realizados com água em temperatura na faixa de 49 a 100 °C. Estes testes também avaliaram a medição do ponto de estagnação, obtendo excelente resultado (DESIKAN *et al.*, 2016).

Nesta mesma linha, além do termopar, existe o termistor, outro sensor frequentemente aplicado para medir temperatura em ambiente atmosférico. O uso do termistor tem uma vantagem sobre os termopares, que é a não necessidade de utilização do sinal de referência (zero). Por outro lado, sua precisão é menor devido ao fato de que sua resposta é não linear, e com isso os modelos de calibração sempre deixam falhas. Entretanto, a precisão de um termistor traz grande vantagem e chega a ser menor que 1,0 mK. Ele se destaca também por sua sensibilidade, que chega a ser dez vezes maior que a de um termômetro de resistência de platina e sofre menor influência de choques mecânicos e vibrações em pequena escala (RUDTSCH & von ROHDEN, 2015; BÉGIN-DROLET *et al.*, 2013).

Outra variável necessariamente controlada nesta pesquisa é o Potencial Hidrogeniônico (pH), em que ela foi automatizada e controlada para melhor produzir biogás em um processo de digestão anaeróbia. O sensor de pH modelo E201-C, fabricado pela Leici Instrument Incorporated, semelhante ao utilizado nesta pesquisa, foi avaliado durante um processo de metanogênese, onde o pH diminuía para 7,4 e aumentava gradualmente até 8,1 no fim do ciclo, demonstrando boa eficiência no controle (YU *et al.*, 2015).

O medidor de vazão também é utilizado neste trabalho; desse modo, cabe salientar os que usam o princípio magnético, o de relutância variável ou de efeito Hall. Semelhantemente, destaca-se o medidor de ar baseado no sensor de fluxo térmico para uso na indústria automobilística. Este sensor consegue determinar a quantidade de ar que é admitida nos motores a combustão interna, e, com base nisso, é possível estimar a quantidade correta de combustível injetado (SAZHIN, 2014).

Mais um tipo de medidor de vazão a ser considerado é o tipo turbina. Sua escolha geralmente é feita por causa da relação entre baixo custo e acuracidade. Além disso, este dispositivo se destaca pela facilidade de adaptação ao uso em diferentes fluidos com variadas viscosidades, necessitando somente ajustar o fator de multiplicação, que pode ser obtido através da calibração. Este medidor foi testado com uma mistura de água e óleo, registrando um erro relativo na faixa de  $\pm$  5%, apenas (KOLHARE & THORAT, 2013; DONG-HUI & JING-YU, 2009).

Outra situação típica aplicada à automação de digestores anaeróbios é a detecção da pressão em um ambiente fechado, preenchido por um fluido, formando uma atmosfera específica. Através de um sensor de resposta elétrica, geralmente utiliza-se uma célula piezoelétrica, que funciona com base em um cristal. Este cristal é comprimido por uma agulha que absorve o esforço e se deforma, gerando uma tensão elétrica que se manifesta na saída, que, na maioria das vezes, é amplificada. Essa tensão é proporcional à pressão da agulha sobre o elemento sensor, respondendo com um sinal elétrico. Nesta mesma linha, foi desenvolvido um sensor de pressão para ambientes agressivos, capaz de monitorar a pressão dinâmica e estática simultaneamente. Este sensor utiliza monocristais piezoelétricos e é capaz de realizar medições estáveis e precisas (ZARFL *et al.*, 2016).

Por outro lado, além de detectar a pressão diferencial na atmosfera do biodigestor, é necessário também conhecer as concentrações das espécies gasosas nessa mesma atmosfera. Uma das maiores dificuldades enfrentadas na indústria e em laboratórios científicos é desenvolver sensores seletivos que possam medir a concentração de diferentes gases. A tecnologia que melhor apresenta resposta a esta situação é a NDIR (*non-dispersive infrared*), comumente utilizada para analisar a composição do biogás, que é composto em sua maior parte de CO<sub>2</sub> e CH<sub>4</sub>. Nesta tecnologia, a intensidade de luz aplicada na amostra em um determinado *range* do espectro absorve energia e é comparada com outro comprimento de onda padrão. Assim, determinando-se a razão entre as radiações transmitidas em dois comprimentos de onda, é possível obter a densidade de moléculas da espécie gasosa em estudo. Isso foi testado com

três gases (CH<sub>4</sub>, CO e CO<sub>2</sub>) simultaneamente, encontrando-se boa condição de aplicabilidade (TRIEU, 2016; TAN *et al.*, 2015).

#### 3.6.2 Software e Hardware na Aquisição de Dados

É importante indicar que alguns equipamentos utilizados nesta pesquisa possuem tecnologia proprietária (fechada), enquanto outros são *open source* (aberta), tanto para o *hardware* quanto para o *software*. No primeiro caso, mais práticos e demandantes de menor mão de obra, os equipamentos são desenhados para uma condição específica de funcionamento. Para o segundo caso, a plataforma é aberta, e pode-se modificar ou adaptar livremente a qualquer tipo de processo ou experimento. No entanto, é necessário customizá-lo, o que demanda maior esforço (KOENKA *et al.*, 2014; MARABA & BULUR, 2017).

Com o desenvolvimento tecnológico, tornou-se possível a criação de sistemas automatizados de aquisição de dados que dispensam a interferência humana nas medições, melhorando sobremaneira a eficiência dos processos e das pesquisas, sendo a precisão, a taxa de amostragem e a fidelidade dos dados os principais benefícios.

O projeto de *hardware* livre mais conhecido e difundido no meio científico é o Arduino<sup>™</sup>, que consiste em uma placa eletrônica destinada à construção de protótipos eletrônicos, dotada de entradas e saídas digitais e analógicas para se comunicar externamente (MARABA & BULUR, 2017; PEARCE, 2012).

Composto por duas partes, *hardware* e *software*, o Arduino<sup>™</sup> possui uma grande comunidade de usuários, mundialmente ativa. Existem várias razões para essa grande aceitação, entre elas o seu baixo custo, a sua capacidade de interação com diversas plataformas, como o Windows, o Linux e o Macintosh e sua simplicidade (ARDUINO, 2016; FISHER & GOULD, 2012; ALI *et al.*, 2016).

Em termos de hardware, existem dois tipos de núcleos principais disponíveis eletronicamente, o microcontrolador e o microprocessador. O Arduino<sup>™</sup> é construído com base em um microcontrolador que garante todas as suas funcionalidades. Um microcontrolador é praticamente um computador encapsulado em um chip. Este chip contém todos os itens como processador, memória ROM, memória RAM, portas de entrada e saída, conversor analógico/digital etc. Ele também pode ser programado para diversas funções, mas faz apenas aquilo que está em seu programa; para executar outras funções, ele tem que ser reprogramado (TANENBAUM, 2005; D'AUSILIO, 2012).

Um microprocessador é composto por um circuito integrado capaz de executar instruções de acordo com seu tempo de *clock*. O tempo de *clock* é descrito por uma frequência de operação.

A capacidade de processamento do microprocessador sofre influência de algumas características, por exemplo, sua arquitetura, tipos de instrução capaz de efetuar, número de bits que processa, etc (TANENBAUM, 2005; D'AUSILIO, 2012).

Já o microcontrolador é construído de modo a integrar todos os componentes exteriores em um só circuito integrado, desta maneira, mais adequado à perspectiva do Arduino<sup>™</sup>. A Figura 4 apresenta o diagrama de bloco do microcontrolador ATMega2560, nomeando seus componentes. Este modelo de microcontrolador foi utilizado na construção do módulo CPU – ARDUINO, objeto deste trabalho (D'AUSILIO, 2012; ARDUINO, 2016).

A análise pormenorizada do microcontrolador ATMega2560 pode ser feita através do diagrama exposto na Figura 4, possibilitando explorar a arquitetura eletrônica da placa Arduino<sup>™</sup>, necessário ao estudo e compreensão do seu funcionamento.



Figura 4: Diagrama de blocos do microcontrolador ATMega2560. Fonte: ALLDATASHEET, 2016.

Um dos principais elementos de hardware do Arduino<sup>™</sup> é a memória. São três os tipos de memória e cada uma tem função distinta. A memória flash permite o armazenamento do *bootloader* e da execução do *sketch*, sendo capaz de guardar os dados carregados por muito tempo, sem alimentação elétrica. Outra memória igualmente importante é a SRAM (*Static Random Access Memory*), que é utilizada pelo programa para armazenar e modificar os valores das variáveis em tempo de execução, e é limpa sempre junto com a inicialização do dispositivo. Esta memória se assemelha à memória RAM (*Random Access Memory*) dos computadores. A memória EEPROM (*Electrically-Erasable Programmable Read-Only Memory*) é utilizada para armazenar pequeno volume de dados que devem ser salvos mesmo quando sem alimentação de energia. Esta memória é dita como sendo uma memória não volátil (TANENBAUM, 2005; D'AUSILIO, 2012; ARDUINO, 2016).

Outro elemento importante no esquema de funcionamento do Arduino<sup>TM</sup> é o *pinout*, que no modelo ATMega2560, disponibiliza 54 pinos digitais de entrada ou saída, dos quais 14 são habilitados para funcionar como saídas PWM (*Pulse Width Modulation*). Os pinos atuam com tensão de 5,0 V e podem fornecer ou receber corrente de, no máximo, 40 mA e possuem resistência entre 20 e 50 K $\Omega$ . Além disso, ainda são disponibilizados 16 pinos para entradas analógicas. Nesse caso, o microcontrolador usa um conversor ADC (*Analog Digital Converter*) interno de 10 bits, que define a combinação de 2<sup>10</sup> = 1024 para uma tensão máxima de 5,0V, gerando uma resolução de 5,0 mV de acordo com a Equação (1).

$$\frac{t}{bit} = rs$$
<sup>(1)</sup>

Onde:

t = tensão(V) bit = número de bits do conversor rs = resolução(mV)

De acordo com o exposto, as variações somente são detectadas a partir de 5,0 mV. Isso significa que os valores lidos pelo Arduino<sup>™</sup> se alteram a cada 5,0 mV de variação do sinal analógico (IGOE, 2007; D'AUSILIO, 2012; ARDUINO, 2016).

A alimentação do Arduino<sup>™</sup> é fornecida diretamente através da porta USB (*Universal* Serial Bus) proveniente de um PC (*Personal Computer*), ou por uma fonte externa. Esta alimentação é selecionada automaticamente, e a própria placa faz o controle quando é alimentada simultaneamente por duas fontes. Adicionalmente, a placa pode ser alimentada por intermédio de baterias externas ligadas aos terminais GND e VIN da placa do Arduino<sup>TM</sup>. A alimentação externa deverá ter uma tensão entre 6,0V - 20,0V DC, sendo aconselhável uma tensão mínima de 7,0V e máxima de 12,0V DC, evitando, assim, instabilidade e superaquecimento do regulador de tensão. O pino VIN libera a mesma tensão da entrada de alimentação externa, todavia, o valor de 5,0V fornecido pela alimentação USB continuam disponíveis. A placa Arduino<sup>TM</sup> possui nativamente alimentação regulada de 5,0V disponível para dispositivos externos. A mesma placa disponibiliza também uma tensão de 3,3V gerada pelo circuito integrado FTDI (*Future Technology Devices*), que é o conversor de RS232 para USB. É importante saber que a corrente máxima que o circuito pode suportar é 50 mA. Os pinos GND (negativo) são "terra" e estão disponíveis comumente em todo o circuito (D'AUSILIO, 2012; ARDUINO, 2016; IGOE, 2007).

Para fazer com que todos esses componentes tenham funcionalidade, é necessário carregar as instruções lógicas em memória e fazê-las rodar. O conjunto dessas instruções é denominado de software. Para facilitar a operação do usuário, foi criada uma interface de desenvolvimento que torna o ambiente de escrita do software mais amigável. Este ambiente é denominado ambiente de desenvolvimento integrado (IDE), também conhecido como *Sketch*, disponível para *download* no site do fabricante (ARDUINO, 2016).

# **Capítulo 4**

# 4. MATERIAIS E MÉTODOS EXPERIMENTAIS

Neste capítulo, estão descritos os procedimentos experimentais adotados em cada fase da pesquisa, bem como toda a metodologia utilizada.

Adicionalmente, são abordados os métodos e técnicas empregados para caracterização e avaliação do substrato utilizado na pesquisa. Também estão descritas as configurações e implementações feitas no biorreator e suas condições de operação. Assim, torna-se possível aferir o desempenho do sistema de monitoramento, considerando cada etapa do processo de geração de biogás.

#### 4.1 Montagem do Biorreator TEC-BIO 7,5L

O biorreator anaeróbio usado na fase experimental da pesquisa foi o TEC-BIO 7,5L -Vidro-Inox. Este equipamento fabricado pela Tecnal Ltda é composto por um módulo de aeração (TEC-BIO-A), bombas peristálticas (TEC-BIO-B), dispositivo de medição e atuação (TEC-BIO-C), banho termostatizado (TEC-BIO-T), suporte para vaso de reação (TEC-BIO-V), câmara de vidro, tampa de aço inox, motor agitador, acessórios, mangueiras, conectores e *software* de controle. Este conjunto funciona de modo integrado e possui interface com um PC (*Personal Computer*) munido de porta serial RS232C, operando com sistema operacional Windows 7. O biorreator foi montado e colocado em operação no Laboratório de Catálise Energia e Materiais (LCEM), podendo ser visualizado através da Figura 5.

Este modelo de equipamento é equipado com uma camisa de aço inox que permite o controle da temperatura no vaso de reação. Adicionalmente, algumas variáveis também foram controladas durante o processo: agitação, pH e nutrição dos microrganismos. Outras variáveis apenas foram monitoradas – oxigênio dissolvido e pressão interna na câmara. Todo conjunto é automatizado e registra os dados em arquivo eletrônico (*log*) do PC (TECNAL, 2016).



Figura 5: Biorreator TEC-BIO 7,5L montado.

# 4.2 Inóculo e Substrato (Efluentes)

O inóculo utilizado foi extraído de Lodo de Esgoto (LE) e foi coletado na Estação de Tratamento de Esgoto (ETE - Barra dos Coqueiros) (10°55'0.955"S; 37°1'56.172"W), da Companhia de Saneamento de Sergipe (DESO). O tratamento funciona com tecnologia UASB (*Upflow Anaerobic Sludge Blanket*), e sua caracterização inicial pode ser visualizada na Tabela 4.

<b>ΒΑΒÂΜΕΤΡΟ</b> Σ	INOCULAN	Diferença	
TARAMETROS	In natura	Digestato	(%)
pH	6,6	6,8	3
Carbono Total (mg CL <sup>-1</sup> )	325.000	1.351	
DQO (mg O <sub>2</sub> L- <sup>1</sup> )	5.125	6.424	25
DBO (mg $O_2L^{-1}$ )	7.400	4.470	40
Nitrogênio Total (mg NL <sup>-1</sup> )	60.800	28,45	
Fósforo Total (mg PL <sup>-1</sup> )	21.000	42,55	
Sólidos Totais (mgL <sup>-1</sup> )	58.015	9.056	84
Sólidos Voláteis (mgL <sup>-1</sup> )	15.250	6.158	60
Sulfatos (mgSO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> L <sup>-1</sup> )	50	1.031	

Tabela 4: Caracterização físico-química do lodo inoculante.

O procedimento de extração do inóculo consistiu em submeter o lodo à filtração (vácuo) com membrana de porosidade igual a 40  $\mu$ m, permitindo, assim, a passagem das bactérias oriundas desse lodo, incluindo as metanogênicas, retendo-se apenas os sólidos de maior granulometria. Este processo garantiu a separação entre as fases sólida e líquida com a finalidade de fazer da fase líquida uma fonte biológica (*pool*), já que os microrganismos são provenientes do tratamento anaeróbio da ETE – Barra dos Coqueiros.

Por outro lado, o substrato utilizado foi a vinhaça de cana-de-açúcar, coletada na Usina Iolando Leite Ltda, localizada na zona rural do município de Capela/SE (10°30'32.915"S; 36°58'27.8"W). Este substrato foi caracterizado no Instituto de Tecnologia do Estado de Sergipe (ITPS). A Tabela 5 possibilita comparar resultado dessa caracterização com o digestato do processo.

DADÂMETDOS	VINE	Diferença	
FARANIE I KUS	In natura	Digestato	(%)
pН	3,7	6,8	84
Carbono Total (mg C L <sup>-1</sup> )	4.223	1.351	68
DQO (mg O <sub>2</sub> L- <sup>1</sup> )	11.076	6.424	42
DBO (mg $O_2 L^{-1}$ )	8.600	4.470	48
Fenóis Totais (mg L <sup>-1</sup> )	8,41	7,06	16
Nitrogênio Total (mg N L <sup>-1</sup> )	101,6	28,45	72
Fósforo Total (mg P L <sup>-1</sup> )	63,5	42,55	33
Potássio (mg K L <sup>-1</sup> )	40,25	19,72	51
Sólidos Totais (mg L <sup>-1</sup> )	16.041	9.056	44
Sólidos Voláteis (mg L <sup>-1</sup> )	12.377	6.158	39
Sulfatos (mg SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> L <sup>-1</sup> )	1.945	1.031	47

Tabela 5: Caracterização físico-química da vinhaça da cana-de-açúcar in natura.

As demais análises relacionadas ao substrato e ao inóculo, realizadas durante a fase experimental, foram executadas nos Laboratórios de Catálise Energia e Materiais (LCEM), de Estudos Ambientais (LEA) e de Tratamento de Efluentes (LTRE), no ITP/UNIT. Estas análises objetivaram acompanhar, avaliar e fornecer dados experimentais do processo.

#### 4.3 Construção do Sistema AnSTBR

O principal objetivo apontado por esse trabalho foi construir um sistema analisador de gases, de baixo custo, em comparação aos convencionais, capaz de monitorar *on-line* os parâmetros da digestão anaeróbia em um AnSTBR (*Anaerobic Stirred Tank Batch Reactor*), na geração de biogás utilizando vinhaça de cana-de-açúcar inoculada com lodo de esgoto. Nesse contexto, após ser produzido, o biogás foi submetido a um tratamento com a finalidade de estabelecer boas condições de uso, extraindo-se o biometano ao final do processo.

Para atingir esse objetivo, foi necessário promover um ambiente adequado ao desenvolvimento do processo de digestão anaeróbia. Portanto, foram realizadas algumas adaptações no biodigestor original (TEC-BIO 7,5L). Tais adaptações visaram fornecer condições de controle e monitoramento dos parâmetros de processamento do substrato (vinhaça).

A primeira adaptação foi realizada para viabilizar o desenvolvimento da atmosfera interna do biorreator. Esta etapa foi essencial à formação do biogás, uma vez que a configuração original do TEC-BIO 7,5L não permitia acumulação da mistura gasosa gerada durante a digestão anaeróbia. Por conseguinte, aplicou-se uma válvula solenoide para fazer o controle de saída dos gases gerados no interior do vaso de reação (biogás).

O monitoramento da pressão interna da câmara de reação foi determinado mediante a adequação do limite máximo (*set point*), que tanto forneceu mais segurança ao sistema como controlou a liberação do biogás para medição volumétrica.

Assim, iniciou-se o desenho do processo com aplicação do aparato instrumental complementar ao biorreator original (TEC-BIO 7,5L). Isso visou melhorar as condições de estudo da geração do biogás através da digestão anaeróbia, mediante a vinhaça da cana-de-açúcar inoculada com lodo de esgoto.

O sistema automatizado foi montado em dois módulos distintos, porém interligados: a CPU – ARDUINO e o Módulo Analisador de Biogás (MAB), ambos integrados por um *software* de gerenciamento. Assim, foi adquirido um gabinete adequado para cada equipamento, e, em seguida, foram instaladas as placas eletrônicas, os sensores e atuadores. A estrutura para fixação dos componentes foi confeccionada manualmente utilizando ferramentas específicas, e, para o processo de soldagem e conexão de condutores, utilizou-se uma estação de solda adequada. Esses módulos podem ser vistos conforme ilustrado na Figura 6.



Figura 6: Módulos CPU-ARDUINO e Analisador de Biogás (MAB).

#### 4.3.1 Definição do Processo de Monitoramento e Automação

Já existe no mercado um grande número de sistemas automatizados e semiautomatizados que podem ir desde instrumentos de medição portáteis até os sistemas integrados inteligentes, usados de acordo com a especificidade de cada caso e de acordo com a disponibilidade econômica de cada projeto. Nesta pesquisa, o processo foi desenvolvido em escala de bancada e possui caráter experimental próprio, buscando-se construir um sistema em que os custos foram reduzidos em relação aos convencionais.

Para criar e automatizar o sistema, foi utilizado um biorreator anaeróbio (AnSTBR) devidamente configurado com instrumentação adequada, como mencionado na introdução desta seção e ilustrado na Figura 6. O processo foi dotado de um aparato instrumental auxiliar, com desenvolvimento próprio, e foi integrado ao sistema nativo, funcionando em regime de batelada.

A entrada do processamento segue um protocolo único, concebido com base em estudos científicos realizados, e visa a adaptação da microbiota do lodo ao substrato. Tal protocolo define o papel do inóculo aplicado ao substrato a partir do estudo da produção de metano com maior rendimento (KOCH *et al.*, 2017; RAPOSO *et al.*, 2012).

Antes de ser conduzido para a etapa de purificação, o biogás (bruto) passou por um registro de três vias, que coletava uma amostra para ser caracterizada quanto ao teor de seus componentes mais indesejáveis (CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>S, H<sub>2</sub>O). Após isso, o fluxo foi liberado normalmente.

Em sequência, foi construído um módulo filtro purificador de biogás, que fica responsável pela retirada de componentes classificados como contaminantes (ANDRIANI *et al.*, 2014;

MUÑOZ *et al.*, 2015; RYCKEBOSCH *et al.*, 2011). Para tal, a mistura gasosa bruta (biogás) é submetida primeiramente a uma solução de hidróxido de sódio (NaOH) (fase líquida), depois passa por duas colunas (A e B) (fase sólida), o que pode-se observar na Figura 7. Todavia, esse processo de purificação será mais bem detalhado e explicado na seção 4.3.2.

Após ser purificado, o biogás segue para o Módulo Analisador (MAB). Nesta etapa, é realizado o monitoramento dos parâmetros de reação em fase gasosa, os quais são registrados através da CPU–ARDUINO em um PC.

Em última etapa, após ser analisado, o biogás gerado é liberado para a coluna de medição-Mariotte. Esta coluna, além de medir o volume de gás produzido, ajuda no processo de secagem, pois está preenchida com GLICERINA P.A. (99,5%) (C<sub>3</sub>H<sub>5</sub>O(OH)<sub>3</sub>), fabricada pela Dinâmica Química Contemporânea Ltda, substância com propriedade higroscópica (MILTNER *et al.*, 2017).

O fluxograma esquemático deste processo, no que se refere à construção e funcionamento do AnSTBR, pode ser acompanhado detalhadamente através da Figura 7.



Figura 7: Esquema do processo de geração de biogás, automação e controle.

#### 4.3.2 Sistema de Melhoramento e Purificação do Biogás

O sistema de purificação de biogás consiste em submeter o biogás bruto a um circuito cujo objetivo é livrá-lo das impurezas, que também são geradas no momento de sua produção, a depender da natureza do substrato e da forma de processamento. Este circuito é operado em fase líquida e fase sólida, podendo ser visualizado na Figura 8.

Após ser produzido no biodigestor, o biogás pode ser direcionado tanto ao vaso de reação como para o sistema depurador como para o Módulo Analisador (MAB). Esse procedimento visou obter dados de comparação entre o biogás bruto e o purificado. Tal comparação demonstra a eficiência do circuito de depuração.

Primeiramente, o gás bruto entra em contato com uma solução aquosa de hidróxido de sódio (0,1 mol L<sup>-1</sup>) (NaOH), quando se inicia o processo de purificação (TIPPAYAWONG & THANOMPONGCHART, 2010). Este sistema foi disposto de tal modo que promova a dispersão do gás no interior da solução, formando pequenas bolhas para criar maior área de contato e facilitar a absorção química. A solução de NaOH recebeu fenolftaleína (1%)  $(C_{20}H_{14}O_4)$ , cuja função é colorir e servir como indicador de saturação, pois o CO<sub>2</sub> (ácido), quando dissolvido na solução NaOH (base), torná-la-á ácida, tornando o meio aquoso incolor. A solução de hidróxido de sódio com fenolftaleína, juntamente com o dispersor de gás foram condicionados de acordo com a ilustração da Figura 8(a).



Figura 8: Conjunto Filtro Purificador-Biogás. Solução NaOH (a) e Coluna de Purificação (b).

O dióxido de carbono é uma espécie gasosa mais solúvel que o metano, estando em meio líquido e temperatura ambiente; assim, quando o biogás bruto estabelece contato com a solução aquosa em contrafluxo, o  $CO_2$  solubiliza primeiro, deixando apenas o  $CH_4$  completar o percurso. Este método possibilita excelente eficiência tanto para absorção química do  $CO_2$  (93%) como do H<sub>2</sub>S (100%) (TIPPAYAWONG & THANOMPONGCHART, 2010).

O hidróxido de sódio em solução aquosa, quando em contato com o dióxido de carbono e sulfeto de hidrogênio, reage e transforma-se em carbonato de sódio e sulfato de sódio, respectivamente, conforme as Equações de (2) a (6).

Reação de CO<sub>2</sub> e H<sub>2</sub>S mediante H<sub>2</sub>O e NaOH (fase líquida):

$$H_2O + CO_2 \rightarrow H_2CO_3$$
 (2)

$$2 \operatorname{NaOH} + \operatorname{H}_2 \operatorname{CO}_3 \to \operatorname{Na}_2 \operatorname{CO}_3 + 2 \operatorname{H}_2 \operatorname{O}$$
(3)

$$2 \operatorname{NaOH} + \operatorname{CO}_2 \to \operatorname{Na}_2 \operatorname{CO}_3 + \operatorname{H}_2 \operatorname{O}$$
<sup>(4)</sup>

$$2 \operatorname{H}_{2}\mathrm{O} + \operatorname{H}_{2}\mathrm{S} \to 3 \operatorname{H}_{2} + \operatorname{SO}_{2}$$
<sup>(5)</sup>

$$2 \operatorname{NaOH} + \operatorname{H}_2 S \to \operatorname{Na}_2 S + 2 \operatorname{H}_2 O \tag{6}$$

Logo após essa etapa, o biogás já pré-tratado é conduzido para as colunas de purificação (Figura 7). Ao chegar a esta etapa (fase sólida), o biogás entra em contato com a SÍLICA GEL P.A. (SiO<sub>2</sub>) (Synth Ltda), o CARVÃO ATIVADO (Synth Ltda), o HIDRÓXIDO DE CÁLCIO (95%) (Ca(OH)<sub>2</sub>) (Dinâmica Química Contemporânea Ltda) e o FERRO (Fe), todos em fase estacionária no interior das colunas A e B, objetivando secar e depurar traços indesejáveis.

O hidróxido de cálcio, bem como o ferro, em contato com o sulfeto de hidrogênio e óxido ferroso, reagem e transformam-se em sulfeto de cálcio e sulfeto de ferro, respectivamente, gerando sempre água ao final da reação, o que ajudará na oxidação do ferro, que será útil na reação seguinte.

Já com relação ao dióxido de carbono, quando em contato com hidróxido de cálcio, transforma-se em carbonato de cálcio. Todas as reações podem ser constatadas pelas Equações de (7) a (11).

Reação de CO<sub>2</sub> e H<sub>2</sub>S mediante Ca(OH)<sub>2</sub> e Fe (fase sólida):

$$Ca(OH)_2 + H_2S \rightarrow CaS + 2H_2O \tag{7}$$

$$Ca(OH)_2 + CO_2 \rightarrow CaCO_3 + H_2O$$
(8)

$$Fe + H_2 S \rightarrow Fe_2 S_3 + H_2 \tag{9}$$

$$Fe + CO_2 \rightarrow CO + Fe_2O_3 \tag{10}$$

$$Fe_2O_3 + H_2O + 3H_2S \rightarrow Fe_2S_3 + 4H_2O$$
(11)

#### 4.3.3 Monitoramento do Volume do Biogás Gerado

A implementação dos dispositivos de monitoramento e automação do AnSTBR iniciouse com a construção do aparato de medição do volume de biogás, gerado no processo de digestão anaeróbia da vinhaça da cana-de-açúcar inoculada com lodo de esgoto.

Assim, procurou-se vedar todas as saídas do biorreator TEC-BIO 7,5L a fim de favorecer o desenvolvimento da atmosfera gasosa no interior do vaso de reação. A mistura gasosa formada no processo de digestão foi direcionada para o condensador, só então canalizada para o dispositivo de medição. Este dispositivo funcionou com base no princípio de correlação de volumes gás-líquido, testado em outros trabalhos científicos para determinar atividade metanogênica em lodos anaeróbios (AQUINO *et al.*, 2007). O esquema de funcionamento completo do dispositivo pode ser visualizado através da Figura 9.



**Figura 9:** Aparato experimental para medição do volume de biogás. **Fonte:** AQUINO, 2007.

Para realizar a medição do volume de biogás, foi construído um recipiente alternativo semelhante ao frasco de Mariotte, utilizando-se peças de conexões hidráulicas em cloreto de

polivinila (PVC), disponíveis comercialmente. Isso contribuiu consideravelmente para a diminuição do custo de construção do equipamento.

Depois de acoplado ao sistema, o frasco de Mariotte (recipiente alternativo) funcionou como um reservatório de fluido (2.200 cm<sup>3</sup>), usado como vaso comunicante com o biorreator para que o volume gerado de biogás fosse transferido para este mesmo frasco, deslocando o fluido que o preenchia. O volume deslocado possibilitou a medição da quantidade de gás produzido, de modo equivalente.

O fluido escolhido para preencher o recipiente foi a glicerina (C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>O<sub>3</sub>), por possuir propriedades adequadas ao funcionamento do aparato. A densidade da GLICERINA P.A. é 1,26 g cm<sup>-3</sup> e oferece resistência ao escoamento em condutos. Ela também é higroscópica e não perde volume por evaporação ou volatilização. O fato de a glicerina ser higroscópica também oferece vantagem, pois absorve a água contida no biogás, o que é altamente desejável do ponto de vista do seu melhoramento. Esse aparato pode ser visto na Figura 10 bem como comparado com sua versão comercial.



Figura 10: Frasco de Mariotte comercial (a) e confeccionado em PVC (b).

Atrelado ao sistema automatizado, foi construída uma coluna de medição com a função de receber o volume do fluido deslocado do frasco. Esse volume equivale ao biogás produzido no reator. Esta coluna foi construída em PVC (75 mm) e possui sua geometria conhecida; portanto, medindo-se a altura da coluna que o fluido atingiu, foi possível determinar o volume de biogás gerado na batelada.

Porém, para medir essa altura em que o fluido atingiu, fez-se uso de um sensor ultrassônico no topo da coluna, como se pode ver na Figura 11(a). Consequentemente, ao se apropriar os valores fornecidos por este sensor, não se percebeu confiabilidade, devido à instabilidade em sua leitura, comprometendo assim a precisão da medição. Então, esse sensor foi redirecionado para outra função. Esta nova função visou apenas evitar o transbordamento da coluna, indicando o limite máximo de preenchimento possível.

Em decorrência desse problema, alternativamente ao sensor ultrassônico, optou-se por instalar uma célula de carga para cumprir a função de monitorar o preenchimento da coluna, medindo a variação de sua massa, pois, acompanhando esta variação, é possível determinar o volume de biogás gerado, uma vez que a densidade da glicerina é conhecida.

Para calcular o volume ocupado dentro da coluna, utilizou-se a Equação (12), encontrando o volume correlato ao biogás gerado em função da massa encontrada.

$$V = \frac{m}{d} \tag{12}$$

Onde:

 $V = volume(cm^{3})$ m = massa(g) d = densidade(g cm<sup>-3</sup>)

Sequencialmente, há uma válvula solenoide no fim do circuito, que permanece fechada na maior parte do tempo. Ela impede que o gás escape para a atmosfera e se perca, abrindo somente ao cabo da medição (fim da batelada) ou, eventualmente, por medida de segurança, em caso de sobrecarga na pressão interna do sistema.

Tanto o frasco de Mariotte, como a coluna de medição foram revestidos com material antitérmico, de modo que evitasse grande variação da temperatura interna do sistema, em que se encontra a glicerina. O aparato está recoberto com fita reflexiva para evitar absorção ou perda de calor. A coluna possui um sinalizador externo de nível para controle visual como se observa na Figura 11(a).



Figura 11: Coluna de medição do biogás (a) e célula de carga em balança comum (b).

A implantação de uma célula de carga resolve o problema de instabilidade na leitura, desse modo, optou-se definitivamente por este recurso. O dispositivo pode ser percebido na Figura 11(b).

Também foram necessárias outras adaptações: instalar pontos de coleta para amostras do biogás produzido, tanto no interior do vaso (biogás bruto), quanto após o sistema de purificação (biogás depurado) e ponto de coleta do substrato durante o processo de digestão. As adaptações citadas foram realizadas com a utilização de material hospitalar de baixo custo (conexões e registros). Essas adaptações podem ser vistas na Figura 12.



Figura 12: Pontos de coleta do biogás (a) e coleta do substrato (b).

As funções de controle estão programadas no *firmware* que foi construído nessa pesquisa, e é parte integrante desse sistema, executado na plataforma Arduino<sup>™</sup>, o que será melhor explanado durante o discorrer deste trabalho.

No entanto, criar um sistema automatizado é um grande desafio, sobretudo imprescindível para atingir o objetivo desta pesquisa. Então, além de promover a instrumentação do sistema, foi necessário criar recursos que atendessem à expectativa de autonomia na aquisição dos dados.

#### 4.3.4 Construção do Módulo Analisador de Biogás (MAB) em Plataforma Arduino™

Para atender ao objetivo geral desta pesquisa, procedeu-se à construção de um equipamento com capacidade para analisar o biogás produzido na digestão anaeróbia da vinhaça da cana-de-açúcar. Este equipamento é capaz de monitorar os parâmetros da fase gasosa do processo, quais sejam: volume de biogás produzido, pressão, temperatura, umidade, concentrações de  $CO_2$ ,  $CH_4$  e de  $H_2S$ .

Assim, foi desenvolvido um equipamento de baixo custo, comparado aos convencionais, que utilizou a plataforma eletrônica Arduino<sup>™</sup>. Essa plataforma é especialmente desenvolvida para executar, de forma facilitada, experimentos científicos em bancada de laboratório. Com esse equipamento, é possível analisar os componentes gasosos mais importantes presentes no biogás, permitindo acompanhar e avaliar o processo de decomposição da matéria orgânica presente no substrato, além de facilitar tomadas de decisão no que se refere aos fatores que influenciam a digestão anaeróbia.

O módulo analisador (MAB) foi equipado com vários sensores, a maioria de baixo custo. Contudo os principais sensores foram os de dióxido de carbono (CO<sub>2</sub>) e metano (CH<sub>4</sub>). Esses sensores são altamente seletivos e se baseiam na tecnologia de NDIR (*non-dispersive infrared*).

A técnica NDIR para medição de gás utiliza a absorção no comprimento de onda do espectro infravermelho como forma de identificar gases específicos. Essa técnica é acessível e tem boa resposta à detecção de dióxido de carbono (CO<sub>2</sub>) e metano (CH<sub>4</sub>), além de outros gases como, por exemplo, dióxido de enxofre (SO<sub>2</sub>), óxidos de nitrogênio (NOx), óxido nitroso (N<sub>2</sub>O), amônia (NH<sub>3</sub>), cloreto de hidrogênio (HCl) etc. Um sensor NDIR típico é composto de uma fonte de luz, uma câmara de gás e um detector (TRIEU, 2016).

Todavia, outros sensores e atuadores também fizeram parte desse equipamento (MAB), o que pode ser visualizado na Figura 13. Para o funcionamento correto do equipamento, a linha de biogás é conectada na entrada, fazendo com que o gás seguisse livremente para a saída, pois a válvula solenoide 1 (normalmente aberta) estaria livre (Figura 13). Desse modo, o fluxo é medido em F1012 e a pressão detectada em MPX5050DP. Ciclicamente, no tempo determinado (15 min), ocorre a aquisição de dados em todos os sensores envolvidos na operação. Nesse momento, a válvula solenoide 1 se fecha, enquanto as válvulas solenoides 2 e 5 (normalmente fechadas) se abrem, permitindo o fluxo espontâneo do biogás na direção da coluna de medição (seção 4.3.3). Em seguida, a bomba de vácuo com diafragma é acionada, e as válvulas solenoides 3 e 4 (normalmente fechadas) permanecem estáticas. Para melhor compreensão do processo, a localização de cada componente pode ser constatada na Figura 13.

A cada ciclo de funcionamento, é formado um novo fluxo de gás a ser analisado, promovendo nova amostra do biogás em contato com os sensores CO<sub>2</sub>, CH<sub>4</sub>, MQ-136 e DHT22.

Logo após, de maneira concomitante, as válvulas 2 e 5 se fecham e a bomba é desligada, possibilitando então aguardar o tempo de estabilização dos sensores em contato com a amostra gasosa. Só então a leitura dos valores é completada.



Figura 13: Esquema da disposição e funcionamento do analisador de biogás (MAB) com seus componentes.

O tempo de estabilização dos sensores de CO<sub>2</sub> e CH<sub>4</sub> é de 20 segundos, sendo determinado em função das especificações técnicas dos fabricantes dos sensores. Essas leituras são armazenadas na memória da placa lógica e registradas em sequência no PC (*Personal Computer*). Após esse processo, houve a transmissão dos valores adquiridos para uma planilha Excel<sup>TM</sup>, aberta no PC (*on-line*). Em seguida, ocorre a purga do biogás no ambiente dos sensores, procedimento necessário para livrar os sensores de impurezas do biogás bruto (CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>S, H<sub>2</sub>O).

No processo de limpeza, as válvulas solenoides 3 e 4 se abrem, e a bomba de ar será acionada, renovando a atmosfera interna do analisador a fim de minimizar os efeitos nocivos dos gases ao equipamento (corrosão e incrustação). A localização de cada válvula e dos sensores pode ser visualizada de acordo com o esquema na Figura 13 e o equipamento construído na Figura 14.



Figura 14: Equipamento analisador de biogás (MAB), construído na tese.

#### 4.3.5 Instalação e Calibração dos Sensores no MAB

Os sensores do módulo analisador de biogás estão conectados à CPU–ARDUINO através de cabos blindados e conectores específicos (engate multivias). Na Figura 14, é possível observar essas conexões interligando cada sensor, conforme descrito na seção 4.3.1. Os cabos estão presos através de um dispositivo do tipo "prensa cabo" que impede a entrada de líquidos, garantindo impermeabilidade ao interior do aparelho.

O MAB é provido de vários sensores, conforme descrito na seção 4.3.6, que foram calibrados durante esta pesquisa; outros deles já são devidamente calibrados no momento de

sua fabricação. Para os sensores que foram calibrados após sua instalação, o procedimento será detalhado ainda nesta sessão.



Figura 15: Conexões do analisador de biogás com a CPU-ARDUINO.

Para os sensores de CO<sub>2</sub> e CH<sub>4</sub> a calibração foi realizada utilizando um padrão de gás *pro analyse* (99,98%) fornecido pela White Martins; condicionados nas garrafas de gás padrão (baixo custo), desenvolvidas nessa pesquisa, conforme Figura 37. Desse modo, construiu-se a curva de calibração, em que as amostras de gás foram injetadas em triplicata com diluições prédefinidas. Obteve-se o valor de saída para cada sensor, respectivamente, a saber, de acordo com a Tabela 6. Estatisticamente admitiu-se uma discrepância de, no máximo, 5% representada pelo Coeficiente de Variação (CV), acima disso, os valores foram descartados e o procedimento refeito. Após plotar os valores, montou-se uma curva linear de dispersão, como se pode ver na Figura 16 e na Figura 17.

As curvas de calibração desses sensores foram construídas pelo método multipontual, em que os pontos foram apropriados dentro da faixa de calibração desejada para cada situação.

METANO (CH4)		DIÓXIDO DE CARBONO (CO <sub>2</sub> )	
Concentração (% v/v)	Corrente (mA)	Concentração (% v/v)	Corrente (mA)
0	4,03	0	4,01
10	5,81	10	5,24
50	12,13	50	12,45
80	16,24	80	16,66
99,98	20,06	99,98	20,04

Tabela 6: Concentrações de CH4 e CO2 com respectivas correntes elétrica.



Figura 16: Modelo de regressão linear da curva de calibração para CO<sub>2</sub>.

## y = 6,3664x - 26,198

Eq. (7)

Onde:

 $y = concentração de CO_2 (%VOL)$ x = corrente (mA)



Figura 17: Modelo de regressão linear da curva de calibração para CH<sub>4</sub>.

y = 6,1471x - 24,049

Onde:

$$y = concentração de CH_4 (%VOL)$$
  
 $x = corrente (mA)$ 

Eq. (8)

Estas curvas serão aplicadas através do *firmware* desenvolvido e gravado na placa eletrônica do MAB, que converte os valores obtidos pelos sensores através das Equações 7 e 8, transformando-os em concentração (% v/v) para qualquer leitura no intervalo de 4-20 mA.

Outro sensor que necessitou de calibração foi a célula de carga, um sensor de massa, calibrado com utilização de pesos padronizados, os mesmos usados para aferir balanças em laboratório (padrão ITP/UNIT). Os valores de saída em milivolts foram obtido para cada ponto, a saber de acordo com a Tabela 7. Estatisticamente admitiu-se uma discrepância de, no máximo, 5% representada pelo Coeficiente de Variação (CV), acima disso os valores foram descartados e o procedimento refeito. A partir desses valores, montou-se a curva de calibração, por um gráfico de dispersão, como se pode ver na Figura 18.

PESO PADRÃO (g)	TENSÃO (mV)
32	22,6
74	51,9
1.013	711,1
3.095	2.172,9
3.918	2.748,9
4.932	3.462,0

Tabela 7: Pesos padronizados e respectivas respostas da célula de carga.



Figura 18: Modelo de regressão linear da curva de calibração da célula de carga.

$$y = 1,4248x$$

Onde:

 $y = massa \ determinada \ (g)$  $x = tensão \ (mV)$ 

A Equação (13), que representa a curva de calibração da célula de carga, foi aplicada no processo de pesagem da coluna de Mariotte através do *firmware*, que converterá valores obtidos pelo sensor, transformando-os em massa e posteriormente em volume (cm<sup>3</sup>).

#### 4.3.6 Integração e Desenvolvimento do Hardware

Para desenvolver o Módulo Analisador de Biogás (MAB), foi necessário adotar e conhecer uma plataforma de *hardware* adequada. Desse modo, elegeu-se a plataforma Arduino<sup>™</sup> por suas inúmeras facilidades, além de ter baixo custo relativo. Sua principal qualidade é a simplicidade que oferece para construir um protótipo, podendo-se ainda integrar os dados gerados no processo com um PC (*Personal Computer*) comum.

Segundo David Mellis, criador da plataforma Arduino<sup>™</sup>, sua placa eletrônica contém várias entradas e saídas, analógicas e digitais, além de interface serial via conexão USB (*Universal Serial Bus*) para comunicação com o computador. O elemento inteligente desta placa é um microcontrolador da família AVR que permite milhares de gravações e regravações em sua memória de programa, onde fica armazenado o *firmware*.

Existem diversos modelos oficiais e não oficiais da placa eletrônica do Arduino<sup>™</sup>, porém todos atendem às mesmas expectativas, diferenciando-se apenas pelo incremento de capacidade entre as versões (ARDUINO, 2016). O Arduino<sup>™</sup> é classificado como um dispositivo de baixo custo e multiuso para ser usado em laboratórios (D'AUSILIO, 2012).

Para controlar o processo pelo equipamento idealizado, foi necessário conhecer todos os sensores e suas formas de conexão com a placa da Unidade Central de Processamento (CPU), que, nesse caso, é o Arduino<sup>™</sup>. Existem também placas auxiliares, chamadas de *shields*, cuja função é adaptar as condições de funcionamento do Arduino<sup>™</sup> aos diversos sensores e periféricos em um projeto específico.

Alguns sensores podem ser ligados diretamente à placa Arduino<sup>™</sup>, outros necessitam obrigatoriamente desses adaptadores transdutores. O Arduino<sup>™</sup> é um equipamento de baixo custo e apropriado para auxiliar experimentos em laboratórios, inclusive para ser aplicado educacionalmente (KALÚZ *et al.*, 2014).

O equipamento CPU, também desenvolvido nesta tese com a finalidade de executar o controle da automatização na aquisição de dados e acionamento dos atuadores, está interligado com o Módulo Analisador de Biogás (MAB) e com a coluna de medição. Desse modo, os dados são colhidos e transferidos ciclicamente a cada 15 minutos via porta USB, sendo gravados de modo *on-line* conforme descrito na seção 4.3.3. O *software* utilitário juntamente com todo processo de aquisição e registro dos dados serão detalhados no discorrer deste trabalho.

Consequentemente, todos os demais sensores estão conectados à CPU–ARDUINO, que é dotada de uma placa lógica Arduino<sup>™</sup>, uma placa *Buzzer* (sinal sonoro), uma placa RTC (*Real Time Clock*) e um mostrador LCD (*Liquid Cristal Display*). Esses dispositivos podem ser visualizados na Figura 19, juntamente com as placas de suporte aos sensores. A disposição desse *hardware*, dentro do projeto, pode ser visto na Figura 7.



Figura 19: Módulo controlador lógico (CPU - ARDUINO), construído na tese.

Para construção do módulo controlador lógico desse sistema foi utilizada uma placa Arduino Mega<sup>™</sup> com as seguintes características: comunicação Universal Serial Bus (USB), microcontrolador ATmega 2560, 54 pinos de entradas/saídas digitais, 16 entradas analógicas, 4 UARTs (portas seriais de *hardware*), um oscilador de cristal de 16 MHz, uma entrada de alimentação, uma conexão ICSP e um botão de reset (ARDUINO, 2016; FAUGEL & BOBKOV, 2013). A placa Arduino Mega<sup>™</sup> pode ser visualizada na Figura 20 juntamente com suas características.



# Características

/licrocontrolador	ATmega2560
/oltagem de alimentação	5V
/oltagem de entrada (recomendada)	7-12V
/oltagem de entrada (limites)	6-20V
Pinos digitais I/O	54 (dos quais 14 podem ser saídas PWM)
Pinos de entrada analógica	16
Corrente contínua por pino I/O	40 mA
Corrente contínua para o pino 3.3V	50 mA
/lemória Flash	256 KB of which 4 KB used by bootloader
SRAM	8 KB
EPROM	4 KB
/elocidade de Clock	16 MHz

Figura 20: Placa Arduino Mega (ATmega 2560) e suas características. Fonte: Adaptado de ARDUINO, 2016.

É imperativo afirmar que todas as funções lógicas do analisador de biogás desenvolvido nesta pesquisa são executadas pela CPU–ARDUINO (Figura 19). Este dispositivo controlador do sistema automatizado, objeto desta tese, foi construído com base no modelo de *hardware* mencionado no início da seção (Arduino<sup>TM</sup>). Além de receber as informações dos sensores e processá-las, a CPU–ARDUINO foi responsável pelo controle de todo o processo de análise e registro de dados.

Os sensores que compõem o sistema automatizado foram responsáveis pela aquisição dos dados e estabelecem contato com o ambiente de interesse para captarem as informações desejadas, transmitindo-as para um dispositivo transdutor ou diretamente para o próprio Arduino<sup>™</sup>. De acordo com a Figura 7 e Figura 13, são observados doze sensores, dos quais três estão ligados ao controlador TEC-BIO-C, e nove estão vinculados ao Módulo Analisador de Biogás (MAB).

O sensor de pressão foi montado de modo a se interligar diretamente na linha por onde passa o biogás gerado. Ele é o sensor MPX5050DP (Motorola) do tipo diferencial, com capacidade de até 0,5 bar e sinal de saída na faixa de 0,2 a 4,7 volts (ALLDATASHEET, 2016). A calibração desse sensor é padronizada no processo de fabricação. Suas características podem ser melhor observadas na Figura 21.



Figura 21: Esquema e características do sensor de pressão (MPX5050DP). Fonte: Adaptado de ALLDATASHEET, 2016.

A temperatura e umidade são medidos por um mesmo sensor que está integrado em único encapsulamento e foi montado no módulo analisador de biogás (MAB), inserido em um bulbo de vidro (câmara) conectado diretamente à linha por onde passa o biogás (Figura 13 e Figura 14). É um sensor DHT22 (SparkFun) do tipo capacitivo, podendo medir temperatura na faixa de -40°C a 80°C e umidade relativa entre 0 e 100% (SPARKFUN, 2016). A calibração deste sensor é padronizada no processo de sua fabricação; suas características estão ilustradas na Figura 22.

Model	DHT22
Power supply	3.3-6V DC
Output signal	digital signal via single-bus
Sensing element	Polymer capacitor
Operating range	humidity 0-100%RH; temperature -40~80Celsius
Accuracy	humidity +-2%RH(Max +-5%RH); temperature <+-0.5Celsius
Resolution or sensitivity	humidity 0.1%RH; temperature 0.1Celsius
Repeatability	humidity +-1%RH; temperature +-0.2Celsius
Humidity hysteresis	+-0.3%RH
Long-term Stability	+-0.5%RH/year
Sensing period	Average: 2s
Interchangeability	fully interchangeable
Dimensions	small size 14*18*5.5mm; big size 22*28*5mm

#### **Technical Specification:**

**Figura 22:** Especificações técnicas do sensor de Temperatura e Umidade (DHT22). **Fonte:** Adaptado de SPARKFUN, 2016.

Os sensores de dióxido de carbono (CO<sub>2</sub>) e metano (CH<sub>4</sub>) estão presentes na montagem do analisador de biogás e possuem estruturas semelhantes na forma de confinar o gás para realizar leitura e detecção. Estão conectados à linha por onde passa o biogás gerado; suas referências de modelo são CO<sub>2</sub>/GP-40-100 e CH<sub>4</sub>/G-100. Estes sensores são do tipo NDIR (*non-dispersive infrared*), tecnologia que possibilita sua seletividade aos gases específicos. Os sensores foram fabricados pela GRI Instrument, que especifica sua faixa de medição de concentrações entre 0 e 100% vol. (GRI, 2016). A disposição desses sensores no analisador de biogás pode ser observada na Figura 23.



Figura 23: Sensores de CO<sub>2</sub> (a) e CH<sub>4</sub> (b) e Nanoshield ADC 4-20 (c).

O sinal de resposta (saída) desses sensores situa-se na faixa de 4 a 20 mA, e sua alimentação é de 12 volts (DC); portanto, para que eles funcionassem satisfatoriamente, foi preciso alimentá-los através de uma fonte externa, uma vez que o Arduino<sup>™</sup> só possui 5 volts na saída. Ainda assim, para que a placa lógica recebesse o sinal de resposta do sensor, foi necessário instalar um transdutor 4-20 mA (NanoShield) capaz de converter esse sinal de modo que a placa conseguisse processar o sinal e transformá-lo em dado (CIRCUITAR, 2016).

O sensor de gás sulfidrico (H<sub>2</sub>S) foi montado internamente no Módulo Analisador de Biogás (MAB), na mesma câmara em que foi instalado o sensor DHT22. O modelo do sensor que detecta o gás sulfidrico é o MQ-136 (Hanwei) do tipo eletroquímico, podendo detectar concentrações de gás na faixa de 1 a 100 ppm (HANWEI, 2016). Suas características podem ser visualizadas na Figura 24.

SPECIFICA					
Stand	lard work condition				
Symbol	Parameter name		Technical condition	Remarks	7
Vc	Circuit voltage		5V± 0.1	AC OR DC	
V <sub>H</sub>	Heating voltage		5V± 0.1	ACOR DC	
R <sub>L</sub>	Load resistance		can adjust		
R <sub>H</sub>	Heater resistance		$31 \Omega \pm 5\%$	Room Tem	
P <sub>H</sub>	Heating consumption		less than 800mw		
Sensit	ivity characteristic			•	
Symbol	Parameter name	Technical parameter		Ramark 2	
Rs	Sensing Resistance	30K Ω -200K Ω (10ppm H <sub>2</sub> S)		Detecting concentration scope: 1-100ppm H <sub>2</sub> S	
α (20/5) H <sub>2</sub> S	Concentration Slope rate	≤0.65			· · · · ·
Standard Detecting Condition	Temp: 20°C: Humidity: 65%	= 2°C Vc:5V± 0.1 ± 5% Vh: 5V± 0.1			×.
Preheat time		Over 24 hor	ur		

SPECIFICATIONS

**Figura 24:** Especificações técnicas do sensor de gás sulfídrico (MQ-136). **Fonte:** Adaptado de HANWEI, 2016.

O fluxo de gás foi medido pelo sensor de microfluxo montado internamente no módulo analisador de biogás (MAB), instalado na linha por onde passa o gás gerado no processo. Ele é um sensor F1012 (Winsen) do tipo termodinâmico com determinação de fluxo mássico por variação de temperatura, podendo detectar fluxo de até 200 sccm (*standard-state cubic centimeter per minute*) para o gás específico (WINSEN, 2016). A calibração desse sensor é padronizada no processo de fabricação. Suas características podem ser mais bem observadas na Figura 25.

Model	F1012					
Measuring Range $^{(1)}$	20, 30	20, 30, 50, 100, 200, 500, 1000, 1200, 2000sccm <sup>②</sup>		N-	OUT!	
	Min	Typical	Max	Unit		
Full Scale Output	4.90	5.00	5.10	V	E10	12 Winsen
Zero Output	0.96	1.00	1.04	V	0-100	0mL 3J28F004
Output Impedance	-	200	-	Ω	A CONTRACTOR OF	
Working Voltage	7.0	10.0	14.0	V		
Working Current	15	25	30	mA		
Accuracy	-	±1.5	±2.5	%F.S		
Repeatability	-	±0.3	±0.5	%F.S	Pin	Function
Annual Drift <sup>③</sup>	-	±0.1	±0.5	%F.S	1	Null
Pressure Loss			1200	Pa <sub>@1000sccm</sub>	2	OUT
Pressure range <sup>(4)</sup>	-	-	200	kPa	3	VCC
December 7	-	10	45		4	GND
Response Time	5	10	15	ms	5	Null
Working Temp. <sup>⑤</sup>	-25	-	65	°C	6	Null

#### **Technical Parameters**

**Figura 25:** Parâmetros técnicos do sensor de microfluxo (F1012). **Fonte:** Adaptado de WINSEN, 2016.

Outro sensor importante nesse processo está posicionado sob a coluna de medição de biogás: é a célula de carga, que acompanha o enchimento dessa coluna e informa a massa instantânea da coluna. Esse sensor é o SPLT (Aeph) do tipo resistivo por deformação, sensível por *strain gage*, podendo medir massas entre 0 e 5 Kg (AEPH, 2016). Suas características podem ser observadas na Figura 26.

O sinal de resposta (saída) desse sensor está na faixa de 0 a 351  $\Omega$ , e sua alimentação é de 10 volts (DC); portanto, foi necessário alimentar o *strain gage* através de uma fonte externa. Ainda assim, para que a placa lógica Arduino<sup>TM</sup> recebesse o sinal de resposta do sensor, foi necessário instalar um transdutor Load Cell ADS1230 (NanoShield) capaz de converter o sinal de modo que a placa conseguisse processar essa informação (CIRCUITAR, 2016). Esse módulo e a balança utilizada para acompanhar a variação da massa da coluna de medição de biogás podem ser vistos na Figura 27.

#### Especificações

	S.	
Capacidades	Características	
Material	Alumínio Anodizado	E in the
Sensibilidade	2,00 mV/V +/- 10%	
Não Linearidade	< 0,02% FSO	
Histerese	< 0,02% FSO	
Faixa de Temperatura Operacional	10°C a +60°C	
Faixa de Temperatura Nominal (Compensada)	-5ºC a +50ºC	Esquema Elétrico
Efeito da Temperatura na Calibração	0,025% FSO	
Sobrecarga Segura (Sem Ruptura)	150 % FSO	(+E) ENTRADA POSITI
Sobrecarga de Ruptura	300 % FSO	(+I) SAÍDA POSITIVA
Tensão Recomendada	10 V	
Tensão Máxima de Excitação VDC Ou VCA	15 V	(-E) ENTRADA NEGATI
Resistência Elétrica Entrada	410 Ω +/- 30 Ω	(-I) SAÍDA NEGATIVA
Resistência Elétrica Saída	351 Ω +/- 3 Ω	(BLD) BLINDAGEM ≟
	2/2	

Figura 26: Especificações e esquema elétrico da célula de carga (SPLT). Fonte: Adaptado de AEPH, 2016.



Figura 27: Balança, célula de carga (a) e Nanoshield Load Cell ADS1230 (b).

No sistema de medição de biogás, o sensor que mede a distância do líquido até o topo da coluna, no momento em que o biogás gerado é transferido, trabalha conjuntamente no papel de monitorar o nível de fluido que preenche o interior da coluna. Ele está posicionado no topo e garante que a coluna não transborde quando o líquido chegar ao nível máximo. Essa é uma medida de segurança implementada através do sensor HC-SR04 (Elecfreaks) do tipo ultrassônico, que pode medir distâncias entre 2 e 400 cm (ALLDATASHEET, 2016).

A calibração desse sensor é padronizada no processo de fabricação; suas características estão ilustradas na Figura 28.

Working Voltage	DC 5 V	
Working Current	15mA	
Working Frequency	40Hz	
Max Range	4m	and the second sec
Min Range	2cm	
MeasuringAngle	15 degree	
Trigger Input Signal	10uS TTL pulse	
Echo Output Signal	Input TTL lever proportion	
Dimension	45*20*15mm	

# **Electric Parameter**

**Figura 28:** Parâmetros eletrônicos do sensor de distância (HC-SR04). **Fonte:** Adaptado de ALLDATASHEET, 2016.

### 4.3.7 Integração e Desenvolvimento do Software

O quesito *software* nesta pesquisa possui dois aspectos principais, o primeiro é a utilização de um *plug-in* denominado PLX-DAQ (*Open Source*) que funciona atrelado à planilha de cálculo Excel<sup>TM</sup>. Este *software* foi responsável pela comunicação de dados.

Por causa da necessidade de contar com um dispositivo automatizado de registro das informações geradas no processo, buscou-se integrar o ambiente experimental ao sistema computacional, visando também minimizar o custo de implantação e operação. O programa PLX-DAQ, desenvolvido pela empresa PARALLAX, é distribuído gratuitamente. Esse *software* integra-se ao utilitário Microsoft Excel<sup>TM</sup> e atua como ferramenta que viabiliza a leitura dos dados enviados pela placa Arduino<sup>TM</sup>, via USB, emulando uma porta serial RS232C. A tela do programa está ilustrada na Figura 29. O programa PLX-DAQ pode ler até 26 canais de dados simultaneamente em tempo real, através de uma taxa de até 128 kbps (CAVALCANTE *et al.*, 2014).

Esse programa, quando em operação, faz que os dados recebidos do Arduino<sup>™</sup> sejam registrados em células diretamente na planilha do Excel<sup>™</sup> e funciona de modo *add-in* (SILVA, 2014).


Figura 29: Tela do Software utilitário PLX-DAQ.

Já o segundo aspecto deste quesito é a programação diretamente aplicada ao Arduino<sup>™</sup>. Para que este dispositivo funcione é necessário criar um conjunto de instruções embarcadas (*firmware*) que atenda às expectativas do projeto.

Existe um ambiente específico para implementar a programação do Arduino<sup>™</sup>, que é denominado IDE (*Integrated Development Environment*). Este ambiente é uma ferramenta escrita em linguagem Java<sup>™</sup> e derivada dos projetos *Processing e Wiring*. A ferramenta inclui um editor de códigos com recursos de realce de sintaxe, parênteses correspondentes, identação automática e é possível compilar e carregar o código para a placa eletrônica (ARDUINO, 2016).

O procedimento para criação da programação no IDE do Arduino<sup>™</sup> segue determinado método. Para a construção de um programa nesse ambiente, algumas regras devem ser obedecidas. Inicialmente devem ser declaradas as variáveis globais utilizadas no programa, e, em seguida, deve-se definir as portas (analógica ou digital) para que receba dados através de qualquer um dos pinos da placa lógica. Logo após, é efetuado o ciclo de configurações obrigatoriamente incluído no bloco do *setup*; a principal configuração deste ciclo é a inicialização da comunicação da porta serial.

O ciclo seguinte é o *loop*, que possui o maior número de instruções, funções, bibliotecas e interrupções de execução. Este bloco evidencia a escrita do código em linguagem C, utilizando algumas funções programadas de modo nativo na memória do Arduino<sup>™</sup>. O código gerado deve ser compilado e enviado ao microcontrolador.

Para operacionalizar o desenvolvimento, foi necessário proceder à instalação da plataforma Java<sup>™</sup>, uma linguagem em que a IDE (*Integrated Development Environment*) do Arduino<sup>™</sup> é executada (Figura 30). Em seguida, toda criação, compilação e *upload* do código gerado em linguagem C foi aplicado.



Figura 30: Imagem da janela principal da IDE do Arduino<sup>TM</sup>.

Assim que todo código de programação foi escrito, procedeu-se o *upload*, que é a transmissão do código para a memória da placa lógica. O código compilado chama-se *firmware* e conterá todas as instruções necessárias ao funcionamento e integração entre os módulos do sistema proposto.

O *software* desenvolvido não apresenta interface de interação com o usuário, exceto a visualização em LCD, visto que se trata de um *firmware*. Entretanto, os dados coletados podem ser visualizados em planilha Excel<sup>TM</sup>. A Figura 31 apresenta a planilha sendo alimentada com os dados coletados diretamente do AnSTBR. Já o código fonte está disposto no Apêndice A.

ARQU	IVO PÁGI	INA INICIAL	INSERIR L	AYOUT DA I	PÁGINA	FÓRMULAS	DADOS	REVISÃO EXIBIÇ	ΑÕ									Entrar
	<b>*</b>	Arial	- 10	• A A	= = =	≫- ₽0	Quebrar Texto	Automaticamente	Geral	*				ŧ	🖹 🎽	Σ-	AZY I	
C	olar 💉	N I	<u>s</u> -   = -   <u>-</u>	<u>• A</u> •		€ → 🗄 M	Aesclar e Cer	itralizar 👻	<b>₽</b> • % ∞	00, 0, <b>♦</b> 0, <b>♦</b> 00, 0	Formatação Condicional	Formatar co Tabela •	omo Estilos de Célula •	Inserir *	Excluir Formata	r 🦉 - C	Classificar Lo e Filtrar • Sele	calizar e ecionar *
Área de	Transferênci	ia ᢑ	Fonte	5		Alinh	namento	5	Númer	о Г <u>а</u>		Estilo			Células		Edição	^
T25		- : ×	√ fx															~
	C	D	F	F	G	н	l r	Ĭr	K	й ь.	М	N	0	P	0	R	S	Т
1	Data	Temp(C)	Limid(%)	CH4(%	0 0020%)	Outros(%)		J	K	-	IVI	IN	0	F	v	IN	3	
2 1	Data	7 27 80	67.60	73.66	12 00	13 44			_			_						
2 1	7 06 2017	7 27,00	67,60	73,00	12,90	13,44	100,00											
3 4	7.00.2017	7 27,00	67,60	73,50	12,09	13,55												
5 1	7 06 2017	7 27,90	67.60	73,50	12,50	12,50	90,00											
6 1	7 06 2017	7 27,90	67.50	73,51	12,90	13,39									-			-
7 0	7 06 2017	7 20,90	67,00	70,40	11.07	0.02	80.00											-
0	7 06 2017	7 30,00	66.00	79,01	11,97	9,02	00,00										Tomn/C)	
0 0	7.00.2017	7 30,60	66,90	70,00	11,97	9,17	70.00										remp(c)	1
9 1	7.00.2017	7 30,80	66,90	78,71	11,97	9,32	70,00											
10 0	7.06.2017	7 30,80	67,00	78,62	11,98	9,40											Imid(%)	
10	7.00.2017	7 30,90	66,90	70,01	10.00	9,42	60,00										onna(),o)	
12 1	7.00.2017	7 32,50	00,00	79,70	10,99	9,31												
13 0	07.06.2017	7 32,50	66,60	79,72	10,99	9,29	50,00										CH4(%)	
14 0	07.06.2017	7 32,50	66,60	79,70	10,99	9,31												
15 0	07.06.2017	7 32,50	66,60	79,75	10,99	9,26	40,00											_
16 0	07.06.2017	7 32,50	66,60	79,85	10,99	9,16											CO2(%)	
1/ 0	07.06.201	7 32,50	66,60	79,95	10,99	9,06	30.00											
18 (	07.06.201	7 33,30	66,50	86,11	9,99	3,90												
19 (	07.06.2017	/ 33,30	66,50	86,07	9,96	3,97	20.00									(	Outros(%)	
20 (	07.06.2017	7 33,30	66,50	86,11	9,94	3,95	20,00											
21 (	07.06.2017	7 33,30	66,50	86,15	9,94	3,91												
22 (	07.06.2017	7 33,30	66,50	86,26	9,95	3,79	10,00					-						-
23 (	07.06.2017	7 33,30	66,50	86,31	9,95	3,74												
24 (	07.06.2017	7 33,30	66,50	86,37	9,95	3,68	0,00 +	1	1		1 1		1					
25							0	50	100 15	0 2	200 250	300	350	400	450	500		
26							-			1								
27			C 1.0	1.1.01								_						
4	> S	imple Data	a Simple Da	ata with Plo	ots Int	eractive Bar G	araph Pi	ressao (+)										► I
PRON																🛄 – -		+ 100%
-		_														_		

Figura 31: Imagem da janela do Excel<sup>TM</sup> recebendo dados do sistema AnSTBR.

#### 4.4 Adaptação da Microbiota ao Substrato

Para garantir bom desempenho na sobrevivência dos microrganismos oriundos do lodo de esgoto junto ao substrato (vinhaça), estabeleceu-se um modo de mistura específico. Dessa forma, o substrato deve ser adicionado gradativamente, a fim de impactar minimamente a biota contida no reator, considerando que o ambiente natural do inóculo, na Estação de Tratamento de Esgoto (ETE), é distinto do substrato trabalhado.

A adição é realizada ao longo de 168 horas, introduzindo-se através de bomba peristáltica, 27 mL de substrato a cada hora. Esse procedimento deve ser executado para cada batelada, pois os microrganismos necessitariam de adaptação gradativa. Ao final de cada adaptação, é retirado do biorreator 1,0 L da mistura (substrato com inóculo). Assim, os microrganismos adaptados são estocados para outras bateladas futuras.

As bateladas das misturas são postas no biorreator e processadas com e sem nutrição, desse modo, seu desempenho pode ser comparado, tanto na produção de biogás quanto na degradação do efluente.

Estudos foram realizados para determinar as melhores condições de adaptação do inóculo ao substrato, relacionados à produção de biogás. Nesse contexto, observou-se que, no período inicial, em torno de 300 horas, a produção de metano se tornou estável e que a melhor proporção de mistura foi de 1:2, aproximadamente 30% de inóculo mais 70% de substrato (KOCH *et al.*, 2017). Nesse sentido, ficou convencionado que todas as bateladas de adaptação e produção inicial de biogás teriam duração de 336 horas, com mais 192 horas de bioestimulação por

nutrição, perfazendo 528 horas. Esse período foi suficiente para avaliar o funcionamento do sistema, objeto desta pesquisa.

De acordo com a seção 4.2, o inóculo aplicado foi extraído do lodo de esgoto sanitário da ETE - Barra dos Coqueiros, que trabalha em regime anaeróbio. Este lodo foi coletado e depois conservado em temperatura de 4ºC. É mister afirmar que o inóculo não é composto de um microrganismo específico e sim de um *pool* deles, originários do lodo anaeróbio, considerado um dos melhores para geração de biogás (KOCH *et al.*, 2017; RAPOSO *et al.*, 2012).

Na prática, inicialmente são introduzidos no biorreator 1.950 mL do inóculo, equivalente a 30% de sua capacidade efetiva. Em sequência, para adaptar os microrganismos ao substrato, foram introduzidos no biorreator 4.550 mL da vinhaça *in natura*, equivalentes a 70% de sua capacidade, totalizando 6.500 mL. Entretanto, para oferecer condições de adaptação da biota contida na mistura ao meio, programou-se o AnSTBR para manter fixos a temperatura, o pH, a agitação e o volume inoculado, seguindo o estabelecido na seção 4.5 - protocolo de processamento das bateladas.

#### 4.5 Protocolo de Processamento das Bateladas (Padrão)

Para facilitar o entendimento do trabalho, foi proposta a padronização das nomenclaturas com as identificações das bateladas conforme descrito na Tabela 8.

NOMECLATURA	INÓCULO	SUBSTRATO	NUTRIÇÃO	
ADP_L30-A70-NG	30 % de microbiota	70% de <b>água destilada</b>	20/ do gligoring (NG)	
(Branco)	do lodo (L30)	(A70)	5% de glicerina (NO)	
ADP_L30-A70-SN	30 % de microbiota	70% de <b>água destilada</b>	Sem nutrição (SN)	
(Branco)	do lodo (L30)	(A70)		
ADP_L30-V70-NG	30 % de microbiota	70% de <b>vinhaça</b> da	3% de glicerina (NG)	
(Vinhaça)	do lodo (L30)	cana-de-açúcar (V70)		
ADP_L30-V70-SN	30 % de microbiota	70% de <b>vinhaça</b> da	Sem nutrição (SN)	
(Vinhaça)	do lodo (L30)	cana-de-açúcar (V70)		

Tabela 8: Nomenclatura das bateladas executadas no AnSTBR.

De acordo com a seção 4.4 – Adaptação da Microbiota ao Substrato, cada batelada deve ser processada em três estágios, os dois primeiros somam 336 horas, e um terceiro com 192 horas. O primeiro estágio tem a finalidade de adaptação inicial da microbiota ao substrato; o segundo, de promover contato completo, estabelecendo o metabolismo e a cinética das reações na mistura. O terceiro objetiva bioestimular o processo por meio da nutrição do ambiente microbiano. Ao final de 528 horas, obteve-se o perfil completo da geração de biogás para as condições delimitadas nesta pesquisa, servindo como padrão de processamento.

Alguns parâmetros de controle foram fixados nesta pesquisa com o objetivo de melhor permitir a observação do fenômeno através do método científico. Este fenômeno está restrito à produção de biogás e ao tratamento do efluente processado no biorreator AnSTBR. Os parâmetros monitorados são fixados através das variáveis: temperatura, pH, nutrição, agitação e volume inoculado, todos em fase líquida. A Tabela 9 ilustra os parâmetros que foram fixados para operar no processo AnSTBR.

VARIÁVEL	VALOR	PARÂMETRO/CONTROLE				
Temperatura (°C)	38	Temperatura controlada no vaso de reação (banho termostatizado)				
рН	6,5 - 7,5	pH controlado no vaso de reacão (HCl e NaOH).				
Nutrição (mL d <sup>-1</sup> )	27,86	3% de glicerina (C <sub>3</sub> H <sub>8</sub> O <sub>3</sub> ) do total processado, acrescentado gradativamente (diário).				
Agitação (rpm)	60	Agitação controlada continuamente.				
Inóculo (mL)	1.950	30% do volume total processado.				

Tabela 9: Parâmetros e variáveis fixadas no processo AnSTBR.

A temperatura fixada para o experimento foi de 38 °C. Abaixo de 15 °C, a atividade bacteriana é praticamente nula, assim como, acima de 55 °C, muitas delas podem morrer (KHALID *et al.*, 2011). A adaptação da comunidade microbiana à condição de temperatura de fermentação deve ser adequada de acordo com a carga orgânica do substrato, e assim se obtêm ganhos operacionais para o reator que opera em anaerobiose permanente (ZHU *et al.*, 2017). Este parâmetro foi estabelecido entre as condições mais favoráveis em que as bactérias anaeróbias transformam matéria orgânica em gás (STANBURY *et al.*, 2016). Em estudo cinético realizado, foi avaliada a digestão anaeróbia em duas situações mesofílicas, 28 e 38 °C, concluindo-se que a geração de metano é mais proveitosa em 38 °C (GUO *et al.*,2013).

O pH do processo definido para esta pesquisa foi mantido em 7, com tolerância de  $\pm$  0,5, A oscilação brusca do pH pode ocasionar problemas à digestão anaeróbia, principalmente se o sistema estiver sobrecarregado e o pH abaixo de 6, pode inibir o desenvolvimento das bactérias metanogênicas (DENNIS & WANG, 2016). Estudos sobre a digestão anaeróbia em resíduos sólidos orgânicos constataram que as colônias de microrganismos melhor se desenvolvem em pH acima de 7,0 e abaixo de 7,5 (KHALID *et al.*, 2011). A faixa ideal de pH para um reator AnSTBR está entre 6,0 e 8,5, pois fora dessa faixa o processo pode ser severamente afetado caso não se mantenha o controle (BASSANI *et al.*, 2015). Os experimentos realizados objetivando melhorar a produção de biogás disponíveis na literatura, em sua maioria, foram realizados utilizando meios sintéticos como fonte de nutrição microbiológica (KOUGIAS *et al.*, 2017; DÍAZ *et al.*, 2015).

Testes realizados avaliando o desempenho da digestão anaeróbia de dejetos suínos associados com glicerina bruta, determinaram uma proporção otimizada em função dos sólidos totais e da produção de biogás. Esses testes apontaram, como adição ideal, proporções de 3 e 5 %, sendo este último o ideal (SCHWINGEL *et al.*, 2016). Já a avaliação em lodo de uma estação de tratamento de efluente, com adição de glicerina como nutriente no processo de produção de biogás, encontrou o valor de 3 % como sendo a adição ideal (KONRAD *et al.*, 2010, LOVATO *et al.*, 2016). Desse modo, considerando as avaliações citadas, determinou-se como sendo 3 % o valor fixo da variável nutrição aplicado a esta pesquisa.

Em estudos relacionados à adição fracionada de vinhaça na produção de biogás por digestão anaeróbia, foi realizada uma avaliação da agitação contínua como variável no desempenho de um reator, fixando esta rotação em 60 rpm (ASTALS *et al.*, 2013; UENO *et al.*, 2013). Este tipo de agitação requer pouca energia, pois não há necessidade de transferência entre as fases líquida e gasosa, devido à natureza do processo, sendo necessária apenas para evitar formação de biofilme nas paredes do vaso de reação e para que a biomassa não se acomode no fundo (SMITH, 2004). Seguindo este princípio, a agitação do experimento foi fixada em 60 rpm (rotações por minuto), mantendo-se o padrão e evitando cisalhamento no substrato.

No estudo do inóculo em um sistema de digestão anaeróbio, é essencial saber que sua adaptação ao substrato é extremamente benéfica para uma digestão rápida e produtiva: em uma avaliação do rendimento da produção de metano aplicam-se três inóculos, um oriundo de uma estação de tratamento de esgoto sanitário, outro de uma planta que trata esterco animal e resíduos agrícolas e outro ainda de uma usina de tratamento de resíduos biológicos, destacando-se a melhor proporção de mistura: 70% de substrato e 30% de inóculo (2:1) (KOCH *et al.*, 2017). Desse modo, ficou determinada para esta variável idêntica proporção para trabalhar no AnSTBR, testada no experimento desta pesquisa.

Todas essas variáveis foram controladas pelo sistema nativo TEC-BIO 7,5L da Tecnal Ltda e apresentaram comportamento característico de um controle Proporcional Integrativo Derivativo (PID) (ASRAF, *et al.*, 2017). De acordo com os valores apropriados, utilizando-se esta técnica, tanto a temperatura quanto o pH se ajustam ao *set point* em aproximadamente oito horas e meia, conforme se pode observar na Figura 32 e na Figura 33



Figura 32: Controle e estabilização da temperatura no AnSTBR.



Figura 33: Controle e estabilização do pH no AnSTBR.

#### 4.6 Parâmetros de Avaliação e Monitoramento do AnSTBR

# 4.6.1 Determinação de DQO

Para determinar a Demanda Química de Oxigênio (DQO), foi utilizado o método descrito pela Apha (2012). No procedimento foram adicionados 1,5 mL da solução digestora ao tubo de DQO, 2,5 mL da amostra (pura ou diluída) e 3,5 mL de solução catalisadora. A mistura foi homogeneizada e aquecida a 150°C por 120 minutos; após esse tempo, ficou protegida da luz enquanto resfriava, e, ao término do processo, procedeu-se à leitura em espectrofotômetro UV/VIS - Hach<sup>™</sup> DR5000, para registrar a absorbância. Essa absorbância foi aplicada na curva de calibração previamente montada, vinculada às soluções digestora e catalizadora, obtendo-se

assim o valor da DQO que se multiplica pelo fator de diluição, caso haja necessidade. Para determinação final da DQO, aplica-se a Equação (14).

$$DQO = (Fator_{C})(Ab)(Fator_{D})$$
(14)

Onde:

 $DQO = Demanda Química de Oxigênio (mg O_2 L^{-1})$  Ab = Absorbância lida no espectrofotômetro a 600 nm  $Fator_c = Fator de correção da curva de calibração$  $Fator_D = Fator de diluição$ 

#### 4.6.2 Controle do pH

O controle do Potencial Hidrogeniônico (pH) foi realizado pelo sistema TEC-BIO 7,5L, apresentado na seção 4.1. Este sistema realiza o controle adicionando soluções ácida ou base para ajustar o pH na faixa desejada (*set point*). As soluções normalmente são NaOH 1,0 molar (base) e HCl 1,0 molar (ácido). O controle depende da alcalinidade, ou mesmo de reações adversas do substrato.

Ao iniciar cada batelada, o eletrodo de pH (Mettler Toledo) posicionado diretamente em contato com o substrato, foi lavado e recalibrado, mantendo-se a curva de calibração gravada na memória do sistema. É possível ter acesso aos valores do pH ao longo do tempo através do arquivo digital gravado pelo sistema.

# 4.6.3 Controle da Agitação

O controle de agitação do substrato no interior do biorreator TEC-BIO 7,5L também foi realizado pelo sistema nativo TECNAL. Este controle foi realizado através do *software* supervisório que integra o biorreator. A agitação foi mantida em 60 rpm com impulsor axial do tipo "palhetas" para evitar acomodação da biomassa e formação de biofilme em excesso.

#### 4.6.4 Controle de Nutrição

A nutrição do substrato processado foi realizada através do biorreator TEC-BIO 7,5L. Esta nutrição ocorreu em bateladas específicas, de modo a ser comparada com bateladas não nutridas, o que será discutido no discorrer deste trabalho. A aplicação da nutrição foi realizada através de bombas peristálticas que dosaram de acordo com o protocolo especificado e justificado na seção 4.5. A dosagem padrão foi de 27,86 mL de Glicerina PA (*pro analyse*) a cada 24 horas. Esse reagente foi fornecido pelo laboratório Dinâmica Ltda.

# 4.6.5 Controle da Temperatura

A temperatura em todas as bateladas foi mantida a 38°C (mesofílica), justificada na seção 4.5. Esse controle foi realizado por um banho termostatizado TEC-BIO-T, conforme apresentado na seção 4.1. Além do banho com capacidade de aquecer e resfriar o fluido que circula na camisa do vaso, existe um sensor PT100, em contato indireto com a mistura que está sendo processada no AnSTBR. Esse contato indireto é feito por um conduto metálico preenchido com 3,0 mL de glicerina, para facilitar a transferência de calor entre o metal e o sensor PT100.

Todos os dados, tanto de temperatura quanto das demais variáveis ativas no processo, são armazenados em arquivo digital e podem ser acessados ao final de cada batelada, o que contribuirá sobremaneira na fase de discussões dos resultados.

## 4.6.6 Análise Térmica na Fase Gasosa

O registro da temperatura na fase gasosa (biogás) foi realizado ciclicamente durante toda a batelada, conforme definição explanada na seção 4.3.1. Essa informação foi recuperada do sistema através do analisador de biogás desenvolvido nesta pesquisa. Ela foi lida através do sensor DHT22.

#### 4.6.7 Análise Volumétrica do Biogás Gerado

O registro do volume de biogás foi realizado por metodologia própria anteriormente explanada na seção 4.3.3 – monitoramento do volume de biogás gerado, instalado e adaptado ao biorreator TEC-BIO 7,5L. Essa análise volumétrica, assim como outras variáveis do sistema, serão registradas em planilha Excel<sup>TM</sup>, conforme já foi explicitado na seção 4.3.7.

#### 4.6.8 Análise da Umidade na Fase Gasosa

A determinação da umidade do biogás foi realizada pelo mesmo sensor de temperatura nesta fase e será enviada para registro através do sistema automatizado. O valor dessa variável também foi coletado do sistema do AnSTBR através do analisador de biogás desenvolvido nesta pesquisa, de acordo com a seção 4.3.4. A Umidade Relativa (UR%) foi lida através do sensor DHT22.

# 4.6.9 Determinação da Concentração de Gás Metano (CH4) e Dióxido de Carbono (CO2)

As concentrações de CH<sub>4</sub> e CO<sub>2</sub> foram lidas periodicamente pelo analisador de biogás, através dos sensores NDIR, já descritos neste trabalho (seção 4.3.4). Esses sensores são seletivos e suas leituras são independentes, não havendo cruzamento de informações, mesmo que eles estejam apropriando valores no mesmo ambiente sobre espécies gasosas diferentes. Essas informações também foram gerenciadas pelo sistema automatizado sob o comando da CPU-ARDUINO.

4.6.10 Determinação da Concentração de Gás Amoníaco (NH<sub>3</sub>), Gás Sulfídrico (H<sub>2</sub>S), Dióxido de Carbono (CO<sub>2</sub>) e Metano (CH<sub>4</sub>) (AlfaKit Embrapa)

As concentrações de NH<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>S, CH<sub>4</sub> e CO<sub>2</sub> foram obtidas periodicamente através da metodologia AlfaKit (2016). Essa metodologia foi desenvolvida em parceria com a Embrapa Suínos e Aves. A técnica de análise de NH<sub>3</sub> e H<sub>2</sub>S consiste em promover o contato desses gases separadamente com uma solução padrão e, logo após, colorimetricamente, realizar a leitura determinando as concentrações dessas espécies gasosas. Entretanto, a determinação de CH<sub>4</sub> e CO<sub>2</sub> foi obtida por volumetria, onde a amostra é medida em uma seringa graduada, logo após se admite uma solução padrão, que reage com o CO<sub>2</sub>, e, por diferença de volume, determinam-se as concentrações dos gases.

Esta metodologia é patenteada, portanto só pode ser realizada mediante a aquisição do Kit biogás AlfaKit. Esses ensaios são realizados manualmente e não está no escopo do sistema automatizado, mas foi de grande valia para o AnSTBR. A Figura 34 mostra algumas informações técnicas disponibilizadas pelo fabricante.

PARÂMETROS	MÉTODO	INFORMAÇÃO
Amônia	Azul de Indofenol	Cartela de 15 a 1310 ppmV em 2 faixas:
		- Faixa 1 entre 0,0-15-45-85-175-350-525 ppmV NH <sub>3</sub>
		- Faixa 2 entre 0,0-45-110-220-435-875-1310 ppmV NH <sub>3</sub>
Gás sulfídrico	Azul de Metileno	Cartela de 20 a 1020 ppmV em 2 faixas:
		-Faixa 1 entre 20-40-75-152-230-305-460-610 ppmV H <sub>2</sub> S
		-Faixa 2 entre 30-65-130-255-380-510-765-1020 ppmV
		H <sub>2</sub> S
Gás carbônico	Orsat	0 – 100% resolução 2,5%
Metano	Orsat	0 – 100% resolução 2,5%

Ficha Técnica

Figura 34: Especificações técnicas dos métodos de análise de NH3 e H2S.

## 4.6.11 Determinação da Concentração de Oxigênio Dissolvido (O<sub>2</sub>)

A concentração de Oxigênio Dissolvido (OD) na fase líquida foi realizada pelo sistema nativo TECNAL. Este sistema utiliza um eletrodo (Mettler Toledo) e está em contato direto com o substrato inoculado.

Antes de iniciar cada batelada, o eletrodo foi lavado e recalibrado, ficando a curva de calibração gravada na memória do sistema. Para conhecer os dados da evolução do OD ao longo do tempo, relativos a cada batelada, acessou-se, ao fim do processo, o arquivo digital gravado pelo sistema TECNAL.

#### 4.6.12 Determinação de Sólidos

Sólidos Totais (ST)

Os Sólidos Totais (ST) foram determinados de acordo com a metodologia apresentada pela Apha (2012). O método prevê que a amostra seja submetida a secagem em uma estufa com temperatura entre 103 e 105 °C até massa constante. Inicialmente, uma cápsula de porcelana deverá ser preparada, lavando-a com água destilada, calcinando em forno mufla a 550-600 °C e pesando-a em balança analítica. A amostra homogeneizada deverá ser introduzida na cápsula, sofrendo em seguida uma evaporação em banho-maria e uma secagem final na estufa. Por fim é feito o cálculo para identificar através da massa do material que não evaporou, a fração de Sólidos Totais (ST) da amostra. Essa determinação é feita com a aplicação da Equação (15).

$$ST = \frac{(M_1) - (M_0) * 1000}{Vol_{Am}}$$
(15)

Onde:

ST = Sólidos Totais (mg L<sup>-1</sup>)  $M_0 = Massa da c$ ápsula precalcinada (g)  $M_1 = Massa da c$ ápsula com amostra seca (g)  $Vol_{Am} = Volume da Amostra (L)$ 

Sólidos Totais Voláteis (STV)

Os Sólidos Totais Voláteis (STV) foram determinados de acordo com a metodologia apresentada pela Apha (2012). O método prevê que a amostra utilizada para determinação dos Sólidos Totais (ST) seja submetida ao forno mufla a 550-600 °C por 15 minutos, para que a amostra seja totalmente calcinada. Ao fim desse tempo, desligar a mufla, esperar a temperatura

baixar até 150 °C, em seguida, transferir as amostras para a estufa a 105 °C e esperar baixar mais ainda a temperatura até que se possa manipular e colocá-las no dissecador para posterior pesagem em balança analítica. Por fim, é feito o cálculo para identificar, através da diferença das massas do material que se volatilizou na calcinação, a fração de Sólidos Totais Voláteis (STV) da amostra. Essa determinação é feita com a aplicação da Equação (16).

$$STV = \frac{(M_1) - (M_2) * 1000}{Vol_{Am}}$$
(16)

Onde:

STV = Sólidos Totais (mg L<sup>-1</sup>)  $M_2 = Massa da c$ ápsula mais amostra calcinaa (g)  $M_1 = Massa da c$ ápsula mais amostra seca (g)  $Vol_{Am} = Volume da Amostra (L)$ 

# 4.6.13 Análise Microbiológica

Inicialmente foi preparada uma solução de NaCl (0,85% p/v) com volume suficiente para preencher 8 tubos de 9,0 mL para cada amostra analisada. Tanto as amostras quanto o aparato envolvido foram esterilizados em autoclave por 15 minutos a 121 °C. Após esse procedimento, no interior de uma câmara de fluxo devidamente esterilizada, procedeu-se à retirada da alíquota de 1,0 mL da amostra coletada do biorreator e se avolumou um dos tubos com 9,0 mL completando-se os 10,0 mL, obtendo diluição de 10<sup>-1</sup>. Dessa mesma forma, repetiu-se o procedimento até o oitavo tubo. Para cada transferência, uma nova ponteira foi utilizada para evitar contaminações.

Entre uma e outra transferência das alíquotas, procedeu-se à agitação manual do tubo a fim de proporcionar uma homogeneização adequada entre a alíquota e o diluente. Em seguida, alíquotas de 0,1 mL foram inoculadas em placas de Petri contendo meio ágar sangue usando-se o método de espalhamento em superfície com alça de Drigalski.

As placas foram colocadas em uma jarra de anaerobiose e incubadas a 38 °C durante 24 horas em estufa. Após esse período, as placas foram comparadas a fim de determinar qual a maior diluição em que os microrganismos apareceram, registrando-se então o valor correspondente (PELCZAR, 1981; BRASIL, 2016). Algumas das placas de Petri podem ser vistas na Figura 35 em escala crescente de unidade formadora de colônia (UFC mL<sup>-1</sup>).



Figura 35: Placas de Petri com amostras de análises microbiológicas de diluição seriada.

## 4.6.14 Determinação de Valores Típicos

Considerando que os estágios de cada batelada processada nesta pesquisa estão em condições diferentes, e que, será necessário estabelecer parâmetros de comparação entre os padrões de processamento, faz-se necessário estabelecer um valor típico para aferir estas comparações. Assim, convencionou-se que esses valores serão oriundos da média do estágio de nutrição, quando seus valores atingirem estabilidade.

#### 4.7 Verificação Alternativa das Espécies do Biogás

Para determinar as concentrações das espécies gasosas, de interesse desta pesquisa, contidas no biogás gerado, foi utilizado o método cromatográfico. A cromatografia é praticada amplamente em pesquisas científicas e serviu de suporte para verificar e validar os dados gerados pelo módulo analisador de biogás (MAB), criado e desenvolvido nesta pesquisa.

# 4.7.1 Método Cromatográfico

#### Calibração para Espécies Gasosas

Para realizar as análises que determinam as concentrações das espécies gasosas e montar a curva de calibração representativa à mistura CO<sub>2</sub>-CH<sub>4</sub>, utilizou-se o cromatógrafo Trace GC 2000 (*Termo Quest CE Instruments*) do LCEM, equipado com detector FID e coluna PORAPAK N 80-100 mesh (1,6 m), com injeções de 40  $\mu$ L em triplicata, não se admitindo discrepância maior que 5%, representada pelo Coeficiente de Variação (CV), acima disso, os valores foram descartados e o procedimento refeito. As áreas dos picos foram encontradas conforme se observa na Tabela 10. Esta mistura foi preparada em uma célula de alta pressão com capacidade para realizar diversas proporções diferentes, quais sejam: 5% - 25% - 40% -60% - 75% - 95% - 100%. Após plotadas, essas áreas deram origem a um gráfico de dispersão, em que se obteve uma equação linear, com coeficiente de correlação ( $\mathbb{R}^2$ ) o mais próximo de 1, como se pode ver na Figura 36.

CONCENT	RAÇÕES (%)	ÁREAS CROMATOGRÁFICAS				
Nominal	Aferida (IR)					
5	2,71	8544844				
25	26,34	27027843				
40	39,24	39852990				
60	63,47	58588103				
75	76,45	65570997				
95	90,72	78256937				
100	99,98	84733367				

Tabela 10: Concentrações de CH<sub>4</sub> e respectivas áreas cromatográficas (Cromatógrafo Trace GC 2000).

Essa curva foi criada a partir da diluição do CH<sub>4</sub> em presença de CO<sub>2</sub>. Tal diluição foi possível pela a utilização do analisador Antaris MX da Thermo Scientific, responsável por uma análise espectral que aferiu os valores das concentrações pretendidas, através de uma sonda de infravermelho próximo. Esse processo foi realizado em colaboração com o Núcleo de Estudos em Sistemas Coloidais - NUESC/UNIT.



Figura 36: Modelo de regressão linear da curva de calibração cromatográfica.

A curva de calibração encontrada foi aplicada nas análises cromatográficas realizadas com o biogás gerado no processo, considerando que as concentrações das espécies de interesse (CO<sub>2</sub> e CH<sub>4</sub>) foram determinadas no intervalo de 0 a 100% com a aplicação da Equação (17).

$$y = 1E - 08x$$

Onde:

 $y = concentração de CH_4$  (%) x = área cromatográfica

# Análise de CO2 e CH4 em Detector FID

O detector cromatográfico por ionização de chama, conhecido como FID (*Flame Ionization Detector*), é ideal para detectar gás metano em uma mistura gasosa, no caso o biogás. Entretanto, esse detector não é capaz de ser sensibilizado com dióxido de carbono, mas existe um recurso que possibilita ao detector FID identificar metano e dióxido de carbono: é o metanador, dispositivo auxiliar acoplado ao FID. O metanador é uma instância em que o CO<sub>2</sub> é transformado em CH<sub>4</sub> com auxílio de um catalisador específico, possibilitando que o detector FID atue com êxito porém, no tempo do CO<sub>2</sub>, simulando assim a presença dos dois gases. Este recurso está disponível no cromatógrafo Trace GC 2000 no LCEM/ITP.

Nesse contexto, o biogás foi analisado cromatograficamente tendo em vista a determinação dos dois gases de maior interesse na mistura (CO<sub>2</sub> e CH<sub>4</sub>), por serem de volume significante em termos proporcionais. Geralmente, a soma dessas duas espécies chega a 98% (v/v), dependendo da situação. Isso posto, o biogás gerado e purificado foi injetado no cromatógrafo Trace GC 2000 (*Termo Quest CE Instruments*) do LCEM, equipado com coluna PORAPAK N 80-100 mesh (1,6 m), objetivando primeiramente confrontar sua análise com os resultados produzidos no analisador (MAB), desenvolvido nesta pesquisa.

Por outro lado, buscando minimizar o custo operacional da pesquisa, optou-se por desenvolver recipientes alternativos que melhorassem a condição de aquisição e manejo dos padrões de gases. Os padrões comumente comercializados são fornecidos em garrafas específicas, com gás puro ou misturas predefinidas. A aquisição desses padrões de gases elevaria sobremaneira o custo da pesquisa.

A solução para esse problema foi adquirir cilindros usados originalmente em lançadores de *paintball*, sendo estes adaptados em tornearia. Eles oferecem boas condições de segurança, suportando até 206 bar de pressão, porém são de menor custo que os comercializados para fins específicos de calibração de gás. Estes cilindros substituíram as garrafas de gás padrão, viabilizando assim a calibração *in situ* dos equipamentos. A Figura 37 ilustra esses equipamentos já adaptados.



Figura 37: Cilindro adaptado e acessórios usados como garrafa de gás padrão.

# 4.7.2 Método Colorimétrico

As determinações de NH<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>S, CO<sub>2</sub> e CH<sub>4</sub> pelo método colorimétrico foram realizadas de acordo com o procedimento descrito na seção 4.6.10. Essa determinação, foi realizada por meio do AlfaKit Embrapa e visou unicamente confrontar os valores apropriados neste método com os resultados produzidos no analisador (MAB). Através dessa comparação pode-se verificar a acurácia do sistema.

# 4.8 Aparato para Coleta de Amostras

Apesar da existência de recipientes adequados comercialmente disponíveis, optou-se por construir dispositivos que diminuíssem os custos desta pesquisa. Esses dispositivos foram utilizados para realizar as coletas de biogás e substrato. A coleta das amostras e o transporte de material para ser analisado em laboratório foram essenciais para realizar estudos junto ao processo de biodigestão e geração de biogás.

# 4.8.1 Coletor para o Biogás

O sistema de coleta para biogás, denominado *"Tedlar*® *Gas Sampling Bags"*, é composto por sacos apropriados para coleta, transporte e manipulação de amostras de gás, mas com custo relativamente elevado, considerando a quantidade de amostras analisadas durante todo o experimento. Desse modo, optou-se por desenvolver um dispositivo particular para coletar e manipular o biogás gerado. O dispositivo alternativo foi confeccionado em material plástico

laminar reforçado e soldado com seladora a quente. Os sacos coletores foram fechados e neles instaladas válvulas de entrada e saída. Para garantir a estanqueidade, os sacos passaram por testes com ar comprimido e, em seguida, imersos em tanque com água.

O custo desse dispositivo foi reduzido em 95%. A Figura 38 ilustra tais dispositivos, ora denominados simplesmente de sacos de gás.



**Figura 38:** Dispositivos de coleta: (a) Tedlar® Gas Sampling Bags (b) Saco de Biogás. **Fonte:** (a) CLEAN, 2017.

Os sacos de gás foram providos de uma conexão adequada para capturar o biogás no local em que este foi gerado (vaso de reação). A conexão foi realizada por um conector apropriado, construído a partir de uma válvula de pito de bicicleta, conforme ilustrado na Figura 39. Esse acessório contribuiu para diminuir o custo operacional da pesquisa.



Figura 39: Adaptador para conexão do coletor de biogás.

# 4.8.2 Coletor para o Substrato (Digestato)

Para coletar o substrato (fase líquida), foi necessário adaptar um registro com encaixe específico para uma seringa rosqueada de 60 mL. Esta seringa teve a função de sugar a amostra do interior do vaso de reação e dispensá-la em frascos para análise. O registro serviu para controlar a abertura do conduto por onde a amostra foi retirada sem deixar o biogás escapar. A Figura 40 ilustra este registro adaptador.



Figura 40: Adaptador para coleta do substrato.

# **Capítulo 5**

# **5. RESULTADOS E DISCUSSÕES**

Nesta seção, estão presentes os resultados obtidos ao longo do trabalho, considerando as hipóteses e os objetivos definidos. Esses resultados também são analisados à luz dos conceitos explanados na revisão da literatura, realizada no discorrer da pesquisa.

Primeiramente, apresentam-se aspectos referentes à construção de um sistema AnSTBR automatizado que visa monitorar a geração de biogás proveniente da vinhaça de cana-de-açúcar inoculada com lodo de esgoto, aspectos esses consoantes com o objetivo geral da tese.

Nesse sentido, mostram-se os componentes dos subsistemas (Purificação – Análise dos Gases – Volumetria), que é uma forma de evidenciar a eficiência e confiabilidade dos equipamentos produzidos nesta pesquisa. Vale ressaltar que o monitoramento e automação da fase gasosa foram executados na plataforma Arduino<sup>™</sup>.

Em segundo lugar, serão apresentados os resultados da adaptação da microbiota presente no inóculo utilizado, buscando relacionar o desempenho do *pool* de bactérias metanogênicas à produção de biogás. Essas bactérias são responsáveis pela conversão e/ou remoção da matéria orgânica presente na vinhaça de cana-de-açúcar (substrato). A eficiência desse processo foi avaliada por meio de diversos parâmetros, de acordo com a seção 4.6, neste trabalho.

Em terceiro, procedeu-se à comparação dos valores obtidos pelo sistema AnSTBR com métodos tradicionais (cromatografia – colorimetria), a fim de verificar a aceitação dos resultados encontrados, bem como sua acurácia.

Ao longo de toda a pesquisa, procurou-se seguir um critério de confiabilidade para a obtenção e uso dos dados. De acordo com a classificação sugerida por Gomes (1990), para experimentos de campo, Coeficientes de Variação (CV) são considerados baixos quando são inferiores a 10%; médios, quando estão entre 10 e 20%; altos, quando estão entre 20 e 30%, e muito altos, quando são superiores a 30%. Esse coeficiente é dado pela razão entre o desvio padrão e a média, expresso em percentual (%).

Por fim, considerando o caráter único desta pesquisa, criou-se um padrão de referência (branco) para servir como modelo de análise e comparação. Essa comparação será discutida mediante diferentes estudos encontrados na literatura científica no que diz respeito à construção de sistemas automatizados, geração e purificação de biogás.

# 5.1 Construção do Sistema AnSTBR

Uma vez desenhado o processo, foram realizadas a adaptação e união do sistema nativo (TEC-BIO 7,5L) com o sistema automatizado criado a partir desta pesquisa, o AnSTBR, que, por sua vez, contou com o biorreator fabricado pela Tecnal Ltda. e com o aparato instrumental inteiramente desenvolvido e testado nesta pesquisa. Todos os detalhes da construção estão dispostos na seção 4.3 deste trabalho.

Essa construção mostrou-se inédita com relação a seu objeto (Seção 2.1), contudo, outros trabalhos científicos citados no discorrer deste trabalho, podem apresentar semelhanças, mas com distintas características por ser uma área ainda pouco explorada. Nesse sentido, há uma lacuna nas produções científicas voltadas para instrumentação e automação de baixo custo de biorreatores anaeróbios que operem com geração de biogás. Um bom exemplo disso foi a pesquisa realizada por Cerda *et al.* (2017), que conceberam e aplicaram um sistema de aquisição de dados ao controle de oxigenação na obtenção de celulase em reator de fermentação em estado sólido, operado em batelada sequenciada. Nesse caso, a automação do sistema limitou-se à aquisição de dados de fluxo, concentração de oxigênio (O<sub>2</sub>) e temperatura, o que não atende inteiramente às perspectivas deste trabalho, que foi além.

Recentemente, Ahmed *et al.* (2017) desenvolveram um sistema eletrônico utilizando a plataforma Arduino<sup>™</sup> para quantificar apenas a produção de metano, o que não contempla completamente o objetivo dessa pesquisa, que analisará outros parâmetros (pH, temperatura, CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>S, agitação, produção de biogás) além da concentração de CH<sub>4</sub>. Sahu *et al.* (2017); também desenvolveram um sistema automatizado para operar em plantas de biogás, no entanto, visaram apenas melhorar a eficiência da segurança.

Já Yu *et al.* (2015) realizaram o controle do pH e temperatura, mediram a taxa de carga orgânica (OLR) e a concentração de CH<sub>4</sub> em um reator anaeróbio de membrana (AnMBR), mas utilizando um Controlador Lógico Programável (CLP), o que elevou o custo do projeto.

Uma aplicação relacionada com o tema foi realizada por Kamogawa & Miranda (2013), que aplicaram a plataforma Arduino<sup>™</sup> para acionamento de dispositivo solenoide em sistemas de análises em fluxo, função esta que atenderia apenas parcialmente à instrumentação pretendida nesta pesquisa.

Em suma, a pesquisa ocupou uma lacuna até agora não preenchida, que é a elaboração de um sistema de baixo custo, em relação aos sistemas convencionais, que processa, controla e monitora substratos através dos quais o biogás é produzido pela ação dos microrganismos.

### 5.2 Sistema de Purificação e Melhoramento do Biogás

Após ser produzido no interior da câmara de reação do sistema nativo (TEC-BIO 7,5L), o biogás é direcionado para um registro de três vias. Esse dispositivo faculta ao operador encaminhar o gás diretamente para ser analisado no MAB ou purificá-lo. Vale salientar que o sistema de depuração foi desenvolvido nesta pesquisa e está detalhado por completo na seção 4.3.2 deste trabalho.

A purificação consiste em submeter o biogás bruto a um circuito cuja finalidade é depurálo do que é considerado impureza (CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>S, H<sub>2</sub>O). Assim que o composto gasoso é gerado, ele se encontra em estado bruto, também chamado de gás cru, com várias impurezas; portanto, faz-se necessário remover algumas espécies indesejáveis que compõem a mistura, ora denominada biogás. Uma das espécies mais volumosas dessa mistura é o CO<sub>2</sub>, que depõe contra o poder calorífico do biogás, pois prejudica sua combustão (MAMUN & TORII, 2015).

Na visão de Muñoz *et al.* (2015), uma das rotas bem utilizadas para retirar o CO<sub>2</sub> do biogás passa pela aplicação de tecnologias que utilizam processos físico-químicos; todavia, esta sempre é confrontada por processos bioquímicos, que possibilitam a vantagem de converter o CO<sub>2</sub> em produtos comerciais valiosos. Nesse contexto, o processo físico-químico libera o CO<sub>2</sub> para a atmosfera e retém o CH<sub>4</sub>, o que causaria prejuízo ambiental. O processo bioquímico ainda tem a vantagem de demandar menor quantidade de energia, todavia, é complexo e delicado, motivo pelo qual não é explorado aqui.

Uma técnica pouco comum, mas que também pode ser utilizada na separação do CH4 do CO<sub>2</sub>, é a separação "criogênica". Essa técnica é focada no ponto de ebulição da espécie que se deseja separar. Sabe-se que o CH4 tem o ponto de ebulição a -160 °C a 1 atm, enquanto o CO<sub>2</sub> tem o ponto de ebulição a -78 °C. Desse modo, o CO<sub>2</sub> pode ser removido como líquido, resfriando-se a mistura de biogás a pressão elevada. Nesse caso, os custos para efetivação da técnica são elevados, o que limita sua aplicação. Portanto, esta tecnologia ainda não é comercializada de forma confiável, representando apenas 0,4% de aplicação em nível global (BAUER et al., 2013; THRÄN, 2014).

Outra substância indesejável na mistura do biogás é a água. Muñoz *et al.* (2015) estudaram o biogás e afirmam que ele está saturado com vapor de água assim que sai do digestor. Atualmente, a água é removida do biogás com uso de tecnologias físico-químicas, por meio da adsorção, absorção ou condensação. A secagem geralmente é necessária ou

aconselhável, pois sua umidade depõe contra o poder de combustão do biogás. Um método bastante utilizado é a refrigeração com uso de tubulação sensível, que é um método aplicado para condensar a água contida na mistura. Esse método tem o objetivo de atingir o ponto de orvalho da água (APPELS *et al.*, 2008; MUÑOZ *et al.*, 2015). Uma forma de adsorção válida é com sílica gel (SiO<sub>2</sub>) ou óxido de alumínio (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), método que se aplica quando é necessário atingir pontos de orvalho muito baixos. Miltner *et al.* (2017) afirmam que o biogás pode ser secado por absorção em glicol ou sais higroscópicos, que podem ser recuperados a temperaturas elevadas.

Segundo Montebello *et al.* (2014), alguns microrganismos podem atuar reduzindo os níveis de sulfetos (H<sub>2</sub>S) do biogás, oxidando-os. Estes são pertencentes aos gêneros *Thiobacillus*, *Paracoccus*, *Thiomonas*, *Acidithiobacillus*, *Halothiobacillus* ou *Sulfurimonas*, estritamente aeróbios ou anaeróbios facultativos e são capazes de realizar essa bioconversão.

Já para Estrada *et al.* (2012), o método mais simples para dessulfuração é adicionar oxigênio ou ar diretamente na câmara de digestão. Com esse método, o nível de H<sub>2</sub>S pode ser reduzido em até 95%. No entanto, ao adicionar ar no biogás, as medidas de segurança precisam ser observadas, pois o metano é explosivo na faixa de 5 a 15% no ar.

Outro método correlato é a separação por membrana, que é baseado na permeabilidade seletiva para H<sub>2</sub>S e a retenção de CH<sub>4</sub>. Membranas gás - líquido também são aplicáveis e oferecem excelente rendimento. Entre elas destacam-se as membranas hidrofóbicas, que podem suportar operação de remoção de H<sub>2</sub>S de até 98% (RYCKEBOSCH *et al.*, 2011).

Uma vez o biogás produzido e analisado nos dois estados, impuro (entrada) e puro (saída), pôde-se determinar a eficiência do processo de purificação. Estatisticamente, admitiu-se uma discrepância de no máximo 5% representada pelo Coeficiente de Variação (CV); acima desse, os valores foram descartados. Nesse sentido, os dados da Tabela 11 permitem avaliar o desempenho na remoção e melhoramento do biogás.

75

Impurezas	Concentra (%	ções aferidas v/v)	Eficiência	Sensor utilizado		
(Especies)	Anterior* Posterior*		(%)	(IVIAB)		
CO <sub>2</sub>	9,11	0,84	-90,8 (Remoção)	NDIR		
$H_2S$	1,55	0,54	-65,2 (Remoção)	MQ-136		
H <sub>2</sub> O (umidade)	67,9	23,7	-65,1 (Remoção)	DHT22		
CH4	85,03	98,16	+15,4 (Melhoramento)	NDIR		

 Tabela 11: Concentrações das espécies apropriadas pelo módulo analisador de biogás (MAB) na depuração do biogás (ADP L30-V70-SN - ADP L30-V70-NG).

\*Valores médios obtidos ao longo de 72h de operação do AnSTBR no terceiro estágio (nutrição).

Após comprovar ser possível purificar o biogás, eliminando suas impurezas, resta proceder ao melhoramento. Para tal, deve-se condicioná-lo de modo que viabilize seu uso e aplicação. Geralmente, o biogás é destinado à queima em motores de combustão interna, visando geração de energia elétrica ou força motriz, na maioria das vezes abastecendo automóveis e substituindo os combustíveis fósseis (TRAUTMANN & BLOTTNITZ, 2013).

O biogás é considerado fonte de energia renovável e está ganhando espaço no uso como combustível em sistemas de transporte municipal, pois as administrações municipais o produzem a partir de produtos orgânicos provenientes de materiais como o lixo orgânico municipal. Ele faz parte de um sistemas atrelado ao setor público, tornando o gerenciamento desse biogás um caso de integração de políticas públicas. Um exemplo é o da Suécia que seguindo essa tendência, aumentou a produção de biogás nos últimos anos, e, especialmente na região de Estocolmo, tem crescido o interesse na produção destinada a veículos, tendo início próximo dos anos 2000 (HJALMARSSON, 2015).

De acordo com Nadaletti et al. (2015), os estados brasileiros têm grande demanda de abastecimento dos ônibus que atendem ao atual transporte urbano. Nesse caso, o uso do biogás traria grandes benefícios ambientais, econômicos e sociais. Esse estudo aponta que o Brasil gera cerca de 16.131.857,0 Nm<sup>3</sup> h<sup>-1</sup>de biogás, o que poderia atender toda sua frota de ônibus, estimada em 107 mil veículos. O uso de biometano derivado de aterros sanitários para substituir o diesel garante a minimização dos impactos ambientais proporcionando uma redução significativa na emissão de gases de efeito estufa (ROSE, *et al.*, (2012).

Segundo Chen & Liu (2017), alguns governos promoveram programas para estimular o uso de biogás. Um dado interessante é a China, que se destaca mundialmente com cerca de 41.83% de residências rurais fazendo uso desse combustível. Isso posto, é mister destacar a importância de inovações nessa área de conhecimento, auxiliando na resolução de problemas tecnológicos e de cunho econômico, para o que esta pesquisa busca contribuir.

#### 5.3 Padrão de Processamento Anaeróbio (Branco)

Para se estabelecer a avaliação do processo decorrente da pesquisa, considerando que seu foco está na construção de um AnSTBR e na acurácia do sistema, foi necessário determinar um padrão comparativo na geração de biogás e no processamento dos efluentes submetidos (vinhaça e lodo). A necessidade de estabelecer esse método resultou da dificuldade de encontrar, na literatura científica, formas de comparação e avaliação de desempenho do sistema construído (AnSTBR). Desse modo, o padrão desenvolvido gerou parâmetros de comparação que permitem aferir o sistema em seu desempenho fase a fase. As bateladas que identificaram esta etapa são ADP\_L30-A70-SN e ADP\_L30-A70-NG, de acordo com a Tabela 8, na seção 4.5.

A condição de referência foi determinada pelo processamento da microbiota extraída do lodo de esgoto e aplicada no sistema AnSTBR, usando como substrato apenas água destilada (branco). O processo foi executado de acordo com as condições estabelecidas na seção 4.5, com e sem nutrição, em conformidade com a Tabela 8 e a Tabela 9. Dessa maneira, o padrão mencionado serviu como um branco, tratado de modo análogo às amostras utilizadas em exames analíticos.

O tempo de processamento da batelada está dividido em três estágios, o primeiro que durou 168 horas e foi caracterizado pela adição gradativa do substrato ao inóculo, promovendo a adaptação desse ao substrato (água). O segundo estágio durou mais 168 horas, tempo necessário ao processo de mistura completa, permanecendo em pleno contato e conservando as condições fixadas inicialmente (Seção 4.4 e Seção 4.5). E, por fim, mais 192 horas, período em que o digestato recebe estímulo nutricional, totalizando 528 horas.

# 5.3.1 Composição Característica do Biogás Padrão (Espécies Gasosas)

O AnSTBR foi preparado para atender a todos os parâmetros fixos já mencionados na seção 4.5 e seguiu o modo padrão estabelecido na seção 4.4. Primeiramente, foram introduzidos 1.950 mL do inóculo (microbiota), em seguida, foi avolumado até que atingisse 6.500 mL, só então submetido ao processamento no AnSTBR, totalizando 528 horas. Na sequência, os dados foram registros e comparados, como se pode observar no decorrer desta seção.

Becker *et al.* (2017) avaliaram um biorreator anaeróbio operado em batelada alimentada sequencial com biomassa imobilizada aplicado à codigestão de vinhaça e glicerina, estudando seus efeitos sobre a produção de metano (CH<sub>4</sub>), quando foi possível observar remoção de matéria orgânica, estabilidade do processo e boa geração de gás, atingindo concentração de 82 % do volume de biogás. Esse valor pode ser comparado com o padrão de referência (branco) ilustrado na Figura 41 e mostra-se compatível com o resultado desta pesquisa (86,24%). Lovato *et al.*, (2016), também realizaram estudos aplicando glicerina, mas em soro do laticínio.



**Figura 41:** Perfil temporal obtido ao longo da operação do *AnSTBR* para a concentração de CH<sub>4</sub>, CO<sub>2</sub> e outros gases durante o processamento das bateladas ADP L30-A70-SN e ADP L30-A70-NG (branco de referência).

5.3.2 Influência dos Sólidos (ST e STV), Demanda Química de Oxigênio (DQO) e População de Microrganismos (PMO) sobre a Geração de Biogás (Branco).

Os Sólidos Totais (ST) e Sólidos Totais Voláteis (STV) foram determinados de acordo com o procedimento descrito na seção 4.6.12, e seus valores estão ilustrados na Figura 42.

Ohemeng-Ntiamoah & Datta (2018) realizaram a caracterização de compostos orgânicos contidos em vários substratos, *i. e.,* lipídios, proteínas e carboidratos. Estes representam a maioria dos sólidos voláteis e servirão como parâmetros de análise mais à frente neste trabalho. O substrato em que esses elementos (ST, STV) estavam contidos foi submetido a digestão anaeróbia, e seus efeitos sobre o rendimento na produção de biogás foram avaliados. Comumente, amostras ricas em sólidos voláteis, formados por compostos orgânicos, produzem maior quantidade de biogás e mais rapidamente, afirmam Ohemeng-Ntiamoah & Datta (2018).



Figura 42: Evolução da concentração de ST e STV no *AnSTBR* pelo processamento das bateladas ADP\_L30-A70-SN e ADP\_L30-A70-NG (branco de referência).

Pode-se observar através da Figura 43 que no primeiro e no segundo estágios, a concentração de sólidos é baixa e se mantém estável ( $ST_{médio} = 552,86 \text{ mg } \text{L}^{-1}$ ), isso provavelmente ocorre devido a adição de água e a pequena População de Microrganismos ( $PMO_{média} = 3,00E+05 \text{ UFC } \text{mL}^{-1}$ ) presentes no digestato (água com inóculo).



**Figura 43:** Evolução da concentração de ST e PMO no *AnSTBR* pelo processamento das bateladas ADP\_L30-A70-SN e ADP\_L30-A70-NG (branco de referência).

Ainda de acordo com a Figura 43, percebe-se que o sistema inicia na fase "lag", permanecendo em latência nos primeiro e segundo estágios, passa pela fase "log", onde promove aumento significativo da população microbiana durante a "nutrição", e logo após, passa para a fase "estacionária", atingindo o equilíbrio e plena produção de biogás (TORTORA, 2010).

A Demanda Química de Oxigênio (DQO<sub>média</sub> = 163,60 mg O<sub>2</sub> L<sup>-1</sup>) inicial, vista na Figura 44, também corrobora esta hipótese, uma vez que a água funciona como diluente. Já no estágio de nutrição, essa demanda aumenta significativamente, pois a bioestimulação por nutrição (glicerina) fez a carga orgânica se elevar e a PMO aumentar. Esse raciocínio segue o que preconizam Tortora *et al.* (2010) sobre o crescimento dos microrganismos.



Figura 44: Perfil temporal obtido ao longo da operação do *AnSTBR* para a DQO e a taxa de produção de biogás produzido durante o processamento das bateladas ADP\_L30-A70-SN e ADP\_L30-A70-NG (branco de referência).

A Demanda Química de Oxigênio (DQO) e a População de Microrganismos (PMO) foram determinadas de acordo com o procedimento descrito na seção 4.6.1 e seção 4.6.13, respectivamente. Seus valores estão ilustrados na Figura 43 e Figura 44.

Lobato *et al.* (2013) descrevem uma relação direta entre a produção de biogás e a DQO em digestão anaeróbia. Esta hipótese pode ser fortemente confirmada pela interpretação do gráfico da Figura 45, que mostra uma elevação da DQO com reflexo imediato no aumento da taxa de produção de biogás.

Traversi *et al.* (2015) estudaram a relação entre a produção de biogás por digestão anaeróbia e as comunidades microbianas metanogênicas, propondo ser possível estabelecer um indicador de desempenho para a geração de biogás, muito útil para simplificar a compreensão e aplicação dos dados coletados nesta pesquisa. Para isso, esses autores consideram a existência de uma relação direta entre as variáveis envolvidas (comunidades microbianas e produção de biogás), facilitando a avaliação do funcionamento do sistema proposto. Foi também muito útil na aplicação dos dados obtidos nesta pesquisa.

Ainda a partir da observação da Figura 44 e da Figura 45, é possível perceber que a bioestimulação por nutrição elevou os níveis de DQO para a média de 754,84 mg O<sub>2</sub> L<sup>-1</sup>, a PMO para a média de 3,41E+06 UFC mL<sup>-1</sup>, e a produção de biogás se estabilizou em uma taxa típica de 27,07 cm<sup>3</sup> h<sup>-1</sup>. Esse fato será melhor explorado quando o padrão de referência (branco) for comparado com o substrato (vinhaça) processado no AnSTBR.



**Figura 45:** Perfil temporal obtido ao longo da operação do *AnSTBR* para a PMO e a taxa de produção de biogás produzido durante o processamento das bateladas ADP\_L30-A70-SN e ADP\_L30-A70-NG (branco de referência).

# 5.3.3 Volume de Biogás Acumulado e Concentração de Biometano (CH4) (Branco)

O volume de biogás acumulado produzido e a concentração de CH<sub>4</sub> foram monitorados pelo sistema automatizado AnSTBR de acordo com as condições estabelecidas na seção 4.5. Os valores obtidos estão ilustrados na Figura 46, que mostra o perfil da geração de biogás na batelada ADP\_L30-A70-SN e ADP\_L30-A70-NG. É importante destacar que, ao final da batelada, o volume acumulado de biogás foi de 5.330,64 cm<sup>3</sup>. A concentração de CH<sub>4</sub>, após o processo de melhoramento (biometano), chegou ao pico de 95,59 % (v/v), sendo atingida no estágio de bioestimulação por nutrição e logo depois se estabilizou em média de 85,58 % (v/v).



**Figura 46:** Perfil temporal obtido ao longo da operação do *AnSTBR* para a concentração de CH<sub>4</sub> e volume de biogás produzido acumulado durante o processamento das bateladas ADP\_L30-A70-SN e ADP\_L30-A70-NG (branco de referência).

Os resultados apresentados até o momento nesta seção não puderam ser diretamente referenciados em comparação com outras produções científicas, pois, devido ao caráter único desta pesquisa, não foi encontrado na literatura registro com metodologia similar. Entretanto, esses valores servirão como referência quando o substrato proposto (vinhaça) também for processado no sistema AnSTBR e puder ser confrontado com esse padrão (branco).

# 5.3.4 Resumo dos Dados do Padrão de Referência (Branco)

A Tabela 12 e a Tabela 13 mostram resumidamente os valores em destaque, obtidos no processamento do padrão de referência (branco), os quais servirão como parâmetros na comparação com o processamento da vinhaça da cana-de-açúcar em iguais condições. Tal procedimento visa avaliar o desempenho do sistema AnSTBR na geração de biogás, referente a sua capacidade de aquisição de dados, estabelecendo os perfis de processamento ao longo do tempo estipulado pelas bateladas ADP L30-A70-SN e ADP L30-A70-NG.

Parâmetro	Valores apropriados na batelada						
(Fase Gasosa)	Típico*	Máximo	Médio	Mínimo			
CH <sub>4</sub> (% vol.) (Concentração)	86,24 CV 4,5	95,59	40,23	0,32			
CO <sub>2</sub> (% vol.) (Concentração)	11,97 CV 3,2	27,27	15,59	1,65			
Outros Gases (% vol.) (H <sub>2</sub> S-N <sub>2</sub> -H <sub>2</sub> -NH <sub>3</sub> -O <sub>2</sub> )	2,13 CV 3,6	23,00	5,00	1,00			
Biogás (cm <sup>3</sup> h <sup>-1</sup> ) (Taxa de produção)	30,01 CV 2,5	31,21	10,09	0,03			
Biogás (cm <sup>3</sup> ) (Volume acumulado)	_	5.330,64	_	_			

**Tabela 12:** Dados extraídos do processamento do padrão de referência(ADP\_L30-A70-SN e ADP\_L30-A70-NG) com parâmetros da fase gasosa.

CV=Coeficiente de Variação (%) \*Valores após observar estabilidade no estágio de nutrição

Valores apropriados (média) Batelada Parâmetro (Fase Sólida) Típico\* 1º Estágio 2º Estágio Nutrição 754,84 DQO (mg  $O_2 L^{-1}$ ) 187,37 139,83 669,10 (Consumo) CV 2,1 ST (mg  $L^{-1}$ ) 4.651,11 489.05 616,67 3.195,42 (Concentração) CV 1,2 STV (mg  $L^{-1}$ ) 1.918.33 224,29 1.497,08 140,71 CV 1,2 (Concentração) PMO (UFC mL<sup>-1</sup>) 3,84E+06 4,89E+05 1,11E+05 3,41E+06 CV 53 (Concentração)

 Tabela 13: Dados extraídos do processamento do padrão de referência

 (ADP L30-A70-SN e ADP L30-A70-NG) com parâmetros da fase sólida.

CV=Coeficiente de Variação (%) \*Valores após observar estabilidade no estágio de nutrição

# 5.4 Processamento da Vinhaça da Cana-de-Açúcar

A vinhaça da cana-de-açúcar foi introduzida no sistema AnSTBR e inoculada com lodo de esgoto, conforme condições da ADP\_L30-V70-SN e ADP\_L30-V70-NG mostradas na Tabela 8. Nessa fase da pesquisa, os resultados são confrontados com o padrão de referência descrito na seção 5.3, e tem a finalidade de obter evidências do desempenho do inóculo junto a este substrato, bem como aferir a capacidade do sistema (AnSTBR) de levantar o perfil temporal durante o processamento. Esse sistema produziu biogás por digestão anaeróbia e, de modo automático, monitorou os parâmetros gasosos comparando-os com a literatura científica atual, quando houve possibilidade.

#### 5.4.1 Volume de Biogás Acumulado e Concentração de Biometano (CH4) (Vinhaça)

Na Figura 47, pode-se comparar os resultados do processamento da ADP\_L30-V70-SN - ADP\_L30-V70-NG (vinhaça) com a ADP\_L30-A70-SN - ADP\_L30-A70-NG (branco de referência), percebendo que os dados registrados pelo sistema automatizado foram satisfatórios e possibilitaram retratar o perfil temporal da geração de biogás na digestão anaeróbia. Esse perfil tanto determina a taxa de produção do biogás, quanto seu volume acumulado ao final da batelada.



**Figura 47:** Perfil temporal obtido ao longo da operação do AnSTBR para os volumes acumulados de biogás e taxa de produção durante o processamento das bateladas ADP\_L30-A70-SN - ADP\_L30-A70-NG (branco de referência) comparada com ADP\_L30-V70-SN - ADP\_L30-V70-NG (vinhaça).

Observando o perfil temporal obtido ao longo da operação do AnSTBR através da Figura 47, nota-se que a produção de biogás proveniente da vinhaça de cana-de-açúcar é superior à do padrão de referência. Ao final de 528 horas, o sistema registrou uma taxa máxima de 37,54 cm<sup>3</sup> h<sup>-1</sup> e um volume total acumulado de 8.719,86 cm<sup>3</sup>. Por outro lado, o padrão de referência gerou apenas 5.330,64 cm<sup>3</sup> no total de volume, com uma taxa máxima de 31,21 cm<sup>3</sup> h<sup>-1</sup>. Portanto, atribui-se ao inóculo proveniente da microbiota do lodo excelente capacidade metanogênica, tanto para o padrão de referência (branco), como para o substrato (vinhaça).

A constatação de que o inóculo tem capacidade para gerar biogás com substrato baseado em água (seção 4.4 e seção 4.5), sobretudo quando bioestimulado com glicerina, infere boa potencialidade metanogênica da microbiota contida nele. Ressalta-se também a eficiência do sistema AnSTBR para controlar e monitorar automaticamente toda a operação (seção 4.5). Nesse caso, as condições fixadas no biorreator (Tabela 9) fizeram prosperar os microrganismos oriundas do lodo, enquanto o esforço de readaptação metabólica desses foi minimizado. Já o desempenho superior da vinhaça da cana-de-açúcar como substrato, provavelmente se deu devido a sua carga orgânica (DQO=11.076 mg O<sub>2</sub> L<sup>-1</sup>) e à relação C:N elevadas (> 20), de acordo com a Tabela 5 e a seção 3.3.2. Na Figura 48 é possível observar a melhor concentração de metano na fase de nutrição, em média 90,93 % (v/v).



**Figura 48:** Perfil temporal obtido ao longo da operação do *AnSTBR* para a concentração de CH<sub>4</sub> e volume de biogás produzido, acumulado durante o processamento da batelada ADP\_L30-V70-SN - ADP\_L30-V70-NG (vinhaça).

Estudos realizados por Konrad *et al.* (2010), avaliando adição de glicerina como nutriente no processo de produção de biogás com lodo de uma estação de tratamento de efluente, serviram de suporte para esta pesquisa, uma vez que se utilizou o mesmo processo de bioestimulação (glicerina), produzindo excelente resultado tanto na concentração do CH4 como no volume total produzido (BECKER *et al.*, 2017). Esse resultado pode ser visto na Figura 48.

# 5.4.2 Composição Característica do Biogás da Vinhaça (Espécies Gasosas)

A Figura 49 permite visualizar a composição característica do biogás produzido no sistema AnSTBR a partir da vinhaça da cana-de-açúcar.

A concentração máxima de metano foi de 97,82 % (v/v), sendo atingida no estágio de bioestimulação por nutrição e logo após se estabilizou. Esses números mostram o bom desempenho do sistema na geração de biogás, principalmente quando nutrido. Rosa *et al.* (2016) apropriaram valores de concentração de CH<sub>4</sub> no biogás produzido em uma estação de tratamento de esgoto, em escala real, e encontrou uma média de 78,2 % (v/v), valor inferior ao produzido pela vinhaça no AnSTBR. Essa diferença provavelmente ocorreu devido ao bom desempenho no controle da operação e alta qualidade nutricional fornecida à comunidade

microbiana, o que geralmente não ocorre nos sistemas em escala real (ROSA *et al.*, 2017). Ressalta-se a boa qualidade do substrato (vinhaça) que possui equilíbrio em sua composição (Tabela 5 na seção 4.2)

Um aspecto importante é que o sistema AnSTBR possibilitou avaliar a qualidade do biogás no que se refere à presença das espécies gasosas em sua composição. As apropriações quantitativas dessas espécies foram realizadas pelo sistema automatizado, dotado de sensores que funcionam com tecnologia NDIR para CH<sub>4</sub> e CO<sub>2</sub>, e eletroquímica para H<sub>2</sub>S.

O perfil temporal caracteriza quantitativamente o biogás, explanado na Figura 49, valida a eficiência de funcionamento dos sensores NDIR (CH<sub>4</sub>, CO<sub>2</sub>) e dos demais gases. Os valores obtidos foram confirmados por método cromatográfico e colorimétrico, de acordo com a seção 4.7.1 e seção 4.7.2, respectivamente. O Coeficiente de Variação (CV) determinado na análise cromatográfica foi de 2,75%, já para a colorimétrica foi 7,82%. Esses valores são aceitos por Gomes (1990), que considera baixos os valores inferiores a 10%, o que indica boa coesão dos resultados.

Janke *et al.* (2016) levantaram dados de concentração de CH<sub>4</sub>, CO<sub>2</sub> e O<sub>2</sub> contidos no biogás proveniente da digestão anaeróbia de vinhaça, encontrando simetria similar aos obtidos na presente pesquisa, o que pode ser observado na Figura 49. Essa simetria foi comparada com os dados mostrados no perfil da mistura processada nesta pesquisa, confirmando a similaridade das concentrações, diferenciando-se apenas no tempo.

Dinh *et al.* (2016) produziram uma revisão acerca dos sensores NDIR, apontando possíveis interferências na leitura e suas correções, o que é positivo. Todavia a confirmação dos dados por cromatografia e colorimetria validou os resultados plotados no gráfico da Figura 49.

Tan *et al.* (2015) afirmam que a tecnologia NDIR é seletiva e testaram esse tipo de sensor em três gases simultaneamente, *i. e.*, CO<sub>2</sub>, CH<sub>4</sub> e CO, indicando boa aplicabilidade para esses sensores, o que atribui confiabilidade ao objeto da pesquisa.



**Figura 49:** Perfil temporal obtido ao longo da operação do *AnSTBR* para a concentração de CH<sub>4</sub>, CO<sub>2</sub> e outros gases durante o processamento da batelada ADP\_L30-V70-SN - ADP\_L30-V70-NG (vinhaça).

5.4.3 Influência dos Sólidos (ST e STV), Demanda Química de Oxigênio (DQO) e População de Microrganismos (PMO) sobre a Geração de Biogás da Vinhaça

Comparando os perfis da geração de biogás proveniente do processamento da vinhaça de cana-de-açúcar com o padrão de referência (branco), nota-se que a produção de CH<sub>4</sub> ocorre de modo mais acentuado durante o segundo estágio e a nutrição. Esse perfil pode ser visto na Figura 50.



**Figura 50:** Perfil temporal obtido ao longo da operação do AnSTBR para as concentrações de CH<sub>4</sub> durante o processamento das bateladas ADP\_L30-A70-SN - ADP\_L30-A70-NG (branco de referência) comparada com ADP\_L30-V70-SN - ADP\_L30-V70-NG (vinhaça).

A maior concentração de metano na batelada ADP\_L30-V70-SN - ADP\_L30-V70-NG (vinhaça) provavelmente aconteceu devido a interferência da carga orgânica do substrato, diferentemente do que acontece na batelada ADP\_L30-A70-SN - ADP\_L30-A70-NG (branco de referência), em que essa carga se acentua na fase de bioestimulação por nutrição. Esse fato é comprovado pelo aumento dos valores da DQO, que atingiu valor máximo de 16.013,83 mg  $O_2 L^{-1}$  (Figura 51). Ohemeng-Ntiamoah & Datta (2018) também confirmam esse fato, inclusive discretizam a fração orgânica, explanando as diversas funções dos lipídios, glicídios e proteínas, dentro do processo anaeróbio de geração de biogás.

A vinhaça da cana-de-açúcar possui carbono ( $C_{Total} = 4.223 \text{ mg C } L^{-1}$ ), fósforo ( $P = 63,5 \text{ mg C } L^{-1}$ ) e nitrogênio ( $N = 101,6 \text{ mg N } L^{-1}$ ), necessários ao desenvolvimento dos organismos vivos, isso justifica o bom desempenho na produção de biogás (TORTORA et al., 2010). Sua composição pode ser visualizada na Tabela 5.



**Figura 51:** Perfil temporal obtido ao longo da operação do *AnSTBR* para a DQO e a taxa de produção de biogás durante o processamento da batelada ADP\_L30-V70-SN - ADP\_L30-V70-NG (vinhaça).

Relativamente à dinâmica dos valores de DQO apresentados na Tabela 14, observa-se que os da vinhaça são sempre superiores ao branco de referência; isso acontece devido a sua carga orgânica ser sempre superior. Com relação à proximidade entre os valores máximos e mínimos no primeiro estágio e na nutrição, as explicações são distintas. No primeiro estágio, este fato ocorre devido à diluição (30% inóculo com 70% substrato), o que não acontece no segundo estágio. Na fase de nutrição, o equilíbrio prevalece devido à influência da carga orgânica do nutriente (glicerina).

	Demanda Química de Oxigênio (mg O <sub>2</sub> L <sup>-1</sup> )							
SUBSTRATO	1º Es	tágio	2º Es	tágio	Nutrição			
	Max	Min	Max	Max Min		Min		
Vinhaça	642,11	428,32	8.090,78	5.474,84	16.013,83	15.044,53		
Branco de referência	238,30	141,80	307,23	61,05	783,82	734,59		

Tabela 14: Comparação dos valores de DQO por substrato processado no AnSTBR.

Ainda observando a Tabela 14 em conjunto com a Figura 51, nota-se que, no segundo estágio, após 168 horas de iniciado o processo, o sistema já estava adaptado às condições previamente fixadas na seção 4.4 e seção 4.5, quando a carga orgânica começa a ser metabolizada e consumida pelas *archaea* metanogênicas, pronunciando a geração de biogás. Nesse estágio, isso também é confirmado devido ao crescimento acentuado da taxa de geração de biogás (Figura 51). Todavia, no estágio em que há a bioestimulação por nutrição, a adição da glicerina eleva a DQO e a produção de biogás cresce para níveis ainda maiores, mantendo-se estável em seguida.

Lobato *et al.* (2013), em trabalho sobre o uso do biogás para geração de calor e eletricidade, estudaram a relação entre metano, biogás e produção de energia, encontrando uma relação unitária entre a Demanda Química de Oxigênio (DQO) e esses elementos. Os autores confirmam essa hipótese, relacionando DQO com a produção de biogás.

Outro aspecto relevante a ser abordado é a retenção ou eliminação de sólidos no sistema AnSTBR. Na Figura 52, está apresentado o perfil temporal das concentrações de ST e STV ao longo do processamento da vinhaça, bem como a taxa de geração de biogás, originários da digestão anaeróbia. Analisando o gráfico mencionado, inicialmente destacam-se, no primeiro estágio, as baixas concentrações de STV do substrato – máximo de 2.627,39 mg L<sup>-1</sup>, se comparadas aos sólidos da vinhaça *in natura* (12.377,33 mg L<sup>-1</sup>), registrada na Tabela 5 na seção 4.2. A mistura com o inóculo ocorre gradativamente e seu processamento segue o protocolo de adaptação dos microrganismos à vinhaça, explanado na seção 4.4. A baixa concentração de sólidos no início se deve ao fato de haver uma diluição da vinhaça que está sendo introduzida no reator, o que dificulta a estabilização do processo, pois nesse estágio o objetivo é tão somente adaptar os microrganismos ao ambiente interno do biorreator. Adicionalmente, percebe-se também o crescimento gradativo da concentração de sólidos e da produção de biogás.



**Figura 52:** Perfil temporal obtido ao longo da operação do *AnSTBR* para os ST, STV e a taxa de produção de biogás durante o processamento da batelada ADP\_L30-V70-SN - ADP\_L30-V70-NG (vinhaça).

	Sólidos Totais Voláteis (mg L <sup>-1</sup> )							
SUBSTRATO	1º Estágio		2º Es	tágio	Nutrição			
	Max	Min	Max	Min	Max	Min		
Vinhaça	2.627,39	378,33	6.948,47	3.096,37	6.893,33	6.149,73		
Branco de referência	283,33	166,67	203,33	106,67	2.093,33	203,33		

Tabela 15: Comparação dos valores de STV por substrato processado no AnSTBR.

A capacidade do sistema automatizado para monitorar a geração de biogás durante todo o tempo de processamento do substrato inoculado (digestato) foi demonstrada pelas evidências apresentadas neste trabalho.

Nessa linha, Ohemeng-Ntiamoah & Datta (2018) realizaram a caracterização de diversos compostos orgânicos contidos em substratos que se configuram como sendo sólidos voláteis, concluindo que estes influenciam diretamente na produção de biogás.

Pela Figura 53, nota-se que, após 168 horas (1º Estágio) de processamento do substrato no biorreator, há um crescimento continuado da fração de sólidos, e o distanciamento entre os ST e STV é acentuado, entretanto a produção de biogás tende a se estabilizar. Provavelmente isto ocorre devido ao fato de que, no segundo estágio (336 horas), a diluição cessou e o processo tendeu à estabilidade, em que os microrganismos metabolizam e consomem os sólidos voláteis, que representam a carga orgânica da mistura processada, justificando a diferença entre as frações de ST e STV. Essa hipótese é validada de acordo com a visão de Tortora *et al.* (2010) em seu compêndio acerca do crescimento microbiano.
Através da observação do comportamento dos Sólidos Voláteis (STV) e da População de Microrganismos (PMO) com relação à taxa de produção de biogás (Figura 53 e Figura 54), é possível confirmar a presença de material orgânico como agente potencializador dessa produção. Nota-se que quanto maiores as concentrações da PMO e sólidos, maior é a geração de biogás. Nesse contexto, cabe também afirmar a boa adaptação da microbiota contida no inóculo extraído do lodo de esgoto.



**Figura 53:** Perfil temporal obtido ao longo da operação do *AnSTBR* para a PMO e a taxa de produção de biogás durante o processamento da batelada ADP\_L30-V70-SN - ADP\_L30-V70-NG (vinhaça).



Figura 54: Perfil temporal obtido ao longo da operação do *AnSTBR* para a PMO e os STV durante o processamento da batelada ADP\_L30-V70-SN - ADP\_L30-V70-NG (vinhaça).

Retomando a discussão com relação ao sistema automatizado AnSTBR, criado através desta pesquisa, destaca-se sua atuação no processo, devido à possibilidade de suportar as interpretações apresentadas. Esse sistema, devidamente explanado na seção 4.3, é considerado o principal objeto deste trabalho, e se incumbiu de monitorar, controlar e registrar automaticamente as principais variáveis de interesse da pesquisa, a fim de apoiar as conclusões. Embora não se tenha encontrado farta literatura específica sobre a construção de um sistema similar – automação e instrumentação de baixo custo para biorreator com produção de biogás, foi possível extrapolar e correlacioná-lo com outros trabalhos similares, mas de natureza desigual.

Fuentes *et al.* (2014) desenvolveram um sistema de registro de dados e monitoramento fotovoltaico de baixo custo, também baseado na plataforma Arduino<sup>™</sup>, conseguindo obter um sistema confiável que pode ser utilizado para viabilizar o uso desta tecnologia em países em vias de desenvolvimento. Nesse caso, o sistema AnSTBR também pode ser aplicado de modo semelhante, mas para geração de energia proveniente de biomassa.

Barnert *et al.* (2014) desenvolveram um simulador para planta de biogás agrícola, minimizando custos e riscos de implantação, operação e gerenciamento, áreas em que o AnSTBR também pode contribuir.

Um ponto importante que deve ser evidenciado no sistema AnSTBR é sua capacidade de se acoplar aos sistemas que já se encontram em funcionamento, *e. g.* o TEC-BIO 7,5L. Sua modularidade possibilita conectar novos sensores, e a plataforma *open source* facilita adequações de modo rápido e seguro.

### 5.4.4 Resumo dos Dados do Processamento da Vinhaça

A Tabela 16 e a Tabela 17 mostram resumidamente os valores em destaque, obtidos no processamento da vinhaça da cana-de-açúcar, cujo objetivo é gerar biogás em condições específicas. Tal procedimento visa avaliar o desempenho do sistema AnSTBR referente a sua capacidade de aquisição de dados, estabelecendo os perfis de processamento ao longo do tempo estipulado pelas bateladas ADP L30-V70-SN - ADP L30-V70-NG.

Parâmetro	Valores apropriados no AnSTBR				
(Fase Gasosa)	Típico*	Máximo	Médio	Mínimo	
CH4 (% vol.) (Concentração)	95,79 CV 1,2	98,16	75,45	10,32	
CO <sub>2</sub> (% vol.) (Concentração)	2,73 CV 44	29,58	14,81	0,84	
Outros Gases (% vol.) (H <sub>2</sub> S-N <sub>2</sub> -H <sub>2</sub> -NH <sub>3</sub> -O <sub>2</sub> )	1,00 CV 0	18,65	5,10	1,00	
Biogás (cm <sup>3</sup> h <sup>-1</sup> ) (Taxa de produção)	35,21 CV 2,8	37,54	16,51	0,07	
Biogás (cm <sup>3</sup> ) (Volume acumulado)	_	8.719,86	_	_	

Tabela 16: Dados extraídos do processamento da vinhaça (ADP\_L30-V70-SN - ADP\_L30-V70-NG) comparâmetros da fase gasosa.

CV=Coeficiente de Variação (%) \*Valores após observar estabilidade no estágio de nutrição

Tabela 17: Dados extraídos do processamento da vinhaça (ADP\_L30-V70-SN - ADP\_L30-V70-NG) comparâmetros da fase sólida.

Parâmetro	Batelada	Valores apropriados no AnSTBR			
(Fase Sólida)	Típico*	1º Estágio	2º Estágio	Nutrição	
DQO (mg O <sub>2</sub> L <sup>-1</sup> ) (Consumo)	15.185,20 CV 3,7	544,04	7.308,78	15.385,20	
ST (mg L <sup>-1</sup> ) (Concentração)	9.366,16 CV 3,2	3.554,07	8.767,39	9.756,98	
STV (mg L <sup>-1</sup> ) (Concentração)	6.578,87 CV 4,7	1.866,98	4.858,11	6.532,68	
PMO (UFC mL <sup>-1</sup> ) (Concentração)	6,45E+07 CV 9,0	1,22E+07	1,11E+07	5,16E+07	

CV=Coeficiente de Variação (%) \*Valores após observar estabilidade no estágio de nutrição

## 5.5 Avaliação do Sistema AnSTBR

Nesta seção, os resultados do padrão de referência são comparados com os do processamento da vinhaça. Esses dados são chamados de significativos para esse caso. A comparação visa facilitar a avaliação do desempenho do sistema AnSTBR mediante os principais parâmetros do processo de digestão anaeróbia, tanto na fase gasosa como na fase sólida.

Sabe-se que a avaliação de rendimento do biogás é feita por meio da concentração de seus compostos e do volume produzido. Quando se determina quantitativamente as espécies gasosas do biogás, pode-se, consequentemente, definir as principais aplicações e seus possíveis produtos de interesse (cozimento de alimentos, abastecimento veicular, etc.). Nesse sentido, é possível avaliar a capacidade do sistema AnSTBR para determinar a qualidade de biogás

produzido, bem como sua eficiência na purificação e melhoramento. De acordo com a Figura 55, é possível constatar que, comparando-se o processamento do padrão com o da vinhaça, para o metano (CH<sub>4</sub>), ocorreu um ganho de 11,07 %; já para o dióxido de carbono (CO<sub>2</sub>) e sulfeto de hidrogênio (H<sub>2</sub>S) somados a outros gases, o desempenho foi de 77 % e 53 %, respectivamente, o que demonstra uma excelente eficiência na operação do sistema.



Concentrações Típicas do Biogás

Figura 55: Comparação das concentrações dos valores típicos obtidos na operação do *AnSTBR* para os componentes do biogás durante o processamento das bateladas ADP\_L30-A70-NG (branco) e ADP\_L30-V70-NG (vinhaça) em estágio de nutrição.

Comparando as produções volumétricas das duas etapas da pesquisa, padrão de referência e processamento da vinhaça, de acordo com a Figura 56, observa-se que houve um aumento de produção da ordem de 63,58 %.



Volume Acumulado do Biogás

Figura 56: Comparação dos volumes de biogás produzidos na operação do *AnSTBR* durante o processamento das bateladas ADP\_L30-A70-SN - ADP\_L30-A70-NG (branco) e ADP\_L30-V70-SN - ADP\_L30-V70-NG (vinhaça).

Durante o processamento dos efluentes no sistema AnSTBR, a geração do biogás variou, contudo, foi possível acompanhar essa variação e estabelecer os valores típicos de produção

para cada etapa do processo. Essa geração de biogás foi medida através da taxa de produção que pode ser visualizada na Figura 57. Nota-se que o processamento da vinhaça apresentou um ganho de 17,33 % em relação ao padrão de referência.



Figura 57: Comparação dos valores típicos obtidos na operação do *AnSTBR* para as taxas de produção do biogás durante o processamento das bateladas ADP\_L30-A70-NG (branco) e ADP\_L30-V70-NG (vinhaça) em estágio de nutrição.

Cabe observar, através das Figura 58(A) e Figura 58(B), os níveis de Sólidos Totais (ST), Sólidos Totais Voláteis (STV) e da Demanda Química de Oxigênio (DQO), os quais estão intimamente ligados à produção de biogás, podendo-se estabelecer um indicador específico capaz de estimar a produção de biogás, que nesse caso é  $TX_{biogás}=2,32E-03(DQO)$  (LOBATO, 2013). Para Ohemeng-Ntiamoah & Datta (2018), substratos ricos em sólidos voláteis produzem maior quantidade de biogás e mais rapidamente. Assim, será possível determinar que  $TX_{biogás}=5,35E-03(STV)$ .



Figura 58: Comparação dos valores típicos obtidos na operação do *AnSTBR* para ST - STV e DQO durante o processamento das bateladas ADP\_L30-A70-NG (branco) e ADP\_L30-V70-NG (vinhaça) em estágio de nutrição.

# 5.6 Aspecto Econômico: Custo do Sistema AnSTBR

Nesta seção pretende-se expor os custos de aquisição do sistema construído nesta pesquisa (AnSTBR) e de sistemas similares ofertados no mercado. Será atribuída maior ênfase ao valor dos equipamentos, de modo a não considerar custos operacionais, insumos e implantação. Os valores apresentados são referentes ao mês de dezembro de 2017.

Equipamento	Descrição do Item	Valor (R\$)	Fornecedor
Módulo de	Registro (3 vias)	60,00	INCOMEX
purificação do	Frasco lavador de gás com tampa	160,00	VIDROLAB
Biogás -	Colunas de purificação (A e B)	80,00	
PURIFICADOR	Reagentes	200,00	DINÂMICA
	Mão de obra	300,00	
<b>Total do PURIFIC</b>		800,00	
	Válvulas solenoide (2 vias)	180,00	INTEC
	Micro válvulas solenoide (2 vias)	400,00	SIER
	Relé eletromagnético (SRC-05VDC-SLC)	120,00	USINAINFO
	Sensor de pressão (MPX 5050DP)	100,00	USINAINFO
	Sensor de temperatura e Umidade (DHT22)	50,00	USINAINFO
	Sensor de H2S (MQ-136)	240,00	USINAINFO
	Bomba de vácuo (diafragma)	136,00	USINAINFO
Módulo Analisador	Sensor CO <sub>2</sub> (NDIR)	1.500,00	GRI
ue blogas - MAB	Sensor CH <sub>4</sub> (NDIR)	1.500,00	GRI
	Gabinete em ABS	60,00	LEGRAND
	Conectores multivias (elétrico)	90,00	NACIONAL
	Conexões para gás	120,00	INCOMEX
	Mangueiras PU (4mm)	10,00	INCOMEX
	Mangueiras de silicone (6mm)	40,00	CIT FARMA
	Mão de obra	800,00	
Total do MAB		5.736,00	
	Placa Arduino Mega	75,00	USINAINFO
	Transdutor ADC 4-20	110,00	NANOSHIELD
Módulo Unidade	Transdutor Load Cell ADS 1230	110,00	NANOSHIELD
Central de	Real Time Clock (RTC DS3231)	35,00	USINAINFO
Processamento -	Display Cristal Líquido (LDC 4x16)	85,00	USINAINFO
CPU	Gabinete em ABS	30,00	LEGRAND
	Conectores multivias (elétrico)	60,00	NACIONAL
	Cabos e terminações (elétrico)	25,00	NACIONAL
	Mão de obra	600,00	
Total da CPU			1.130,00
Módulo de Medição de Volume - VOLUMETRIA	Válvula solenoide (2 vias)	90,00	INTEC
	Célula de carga (5.000 g)	58,00	INTEC
	Sensor ultrassônico (HC-SR04)	40,00	USINAINFO
	Mangueiras PU e Conexões (12mm)	68,00	INCOMEX
	Conectores multivias (elétrico)	24,00	NACIONAL
	Cabos e terminações (elétrico)	38,00	NACIONAL
	Mão de obra	200,00	
Total de VOLUM		518,00	
Total do SISTEM	8 184 00		

 Tabela 18: Custo do sistema automatizado (PURIFICADOR - CPU - MAB - VOLUMETRIA).

Equipamento	Descrição do Item	Valor (R\$)	Fornecedor
Biorreator Tecnal – (TEC-BIO 7,5L)	Módulo de bombas peristálticas TEC-BIO - B		TECNAL
	Controlador CPU - TEC-BIO - C		TECNAL
	Banho termostatizado - TEC-BIO - T		TECNAL
	Vaso de reação - TEC-BIO - V		TECNAL
	Motor agitador e trap de espuma		TECNAL
	Compressor de ar		TECNAL
	Software de controle		TECNAL
Total do BIORREATOR			98.000,00*

Tabela 19: Custo do sistema nativo Tecnal (TEC-BIO 7,5L).

\* Valor baseado em preços de aquisição do equipamento fornecido ao SegipeTec (TECNAL, 2016).

Equipamento	Descrição do Item	Valor (R\$)	Fornecedor
Analisador de Biogás Gás – Portátil	Módulo analisador GAS3200L	28.800,00	ENGEZER
	Treinamento para uso (2 dias)	4.000,00	ENGEZER
Total do BIORREATOR			32.800,00*

Tabela 20: Custo do analisador de gases GAS3200L (ENGEZER).

\* Valor baseado em cotação emitida pela Engezer

Na Tabela 18, é possível notar o custo detalhado de cada componente do purificador, da unidade central de processamento, analisador de biogás e do medidor de volume. Observa-se que, se confrontado com o módulo analisador portátil de biogás fabricado pela Engezer (Tabela 20), este custa aproximadamente quatro vezes mais, o que confere grande vantagem ao equipamento desenvolvido nesta pesquisa: sendo R\$ 8.184,00 para o sistema aqui desenvolvido, contra R\$ 32.800,00 do equipamento Engezer. Entretanto, percebe-se a elevação do custo final, devido ao fato de toda a geração do biogás ser dependente do equipamento TEC-BIO 7,5L, que possui o custo de R\$ 98.000,00 (Tabela 19).

Vale ressaltar que a comparação é feita entre os equipamentos analisadores de biogás, desconsiderando onde esse gás é produzido, o que torna a comparação direta, facilitando identificar o objeto comparado. Todavia, o sistema AnSTBR, objeto desta pesquisa, não é apenas um analisador e sim um conjunto de módulos: purificador, analisador de compostos do biogás, unidade central de processamento e medidor de volume. Isso coloca o sistema criado à frente pelo número de funcionalidades, conferindo-lhe maior vantagem, além do quesito somente economicidade.

# **Capítulo 6**

# 6. CONCLUSÕES E PERSPECTIVAS

### 6.1 Conclusões Gerais

• O principal objetivo deste trabalho foi construir um sistema de monitoramento on-line, de baixo custo, operando em um AnSTBR (*Anaerobic Stirred Tank Batch Reactor*) para geração de biogás, utilizando vinhaça de cana-de-açúcar inoculada com lodo de esgoto. Esse sistema foi projetado, estudado, adaptado e, finalmente construído, sendo testado nas suas diferentes funções, apresentando boa eficiência na produção e análise do biogás.

Foi montado com sucesso um AnSTBR em bancada, automatizado e instrumentado, possibilitando processar o substrato e realizar aquisição dos dados do processo. Esse sistema obteve êxito, tendo como principal resultado o acompanhamento, em tempo real, do seu desempenho na fase gasosa, determinando a quantidade e qualidade do biogás produzido, resultando na determinação de seu perfil de concentração relativo ao CH4, atingindo valor típico de 95,79 % (v/v), após bioestimulação, sendo este o gás mais desejado por seu elevado potencial energético.

 O biorreator TEC-BIO 7,5L foi utilizado como base na concepção do sistema, que, uma vez instalado e adaptado adequadamente, possibilitou a construção do AnSTBR, processando vinhaça de cana-de-açúcar inoculada com microrganismos extraídos do lodo de esgoto. Após 528 horas, constatou-se a produção de biogás de modo satisfatório, registrando uma taxa típica de 35,21 cm<sup>3</sup> h<sup>-1</sup> e um volume total de 8.719,86 cm<sup>3</sup>.

Considerando a necessidade de validar os resultados, bem como aferir a acurácia do equipamento, os dados obtidos na fase gasosa foram confirmados por método cromatográfico e colorimétrico, o que apresentou boa consistência (CV de 2,75% para cromatografia e 7,82% para colorimetria). Nesse mesmo sentido, estabeleceu-se a construção de um padrão de referência que possibilitou comparar os perfis temporais entre as bateladas, conferindo assertividade à estratégia e excelente grau de coerência dos dados obtidos (seção 5.5).

 Através do sistema nativo do biorreator TEC-BIO 7,5L, foi possível controlar e monitorar com sucesso o pH, a temperatura, a agitação e a bioestimulação (nutrição), possibilitando que essas variáveis fossem fixadas como parâmetros de operação. Essas condições foram ajustadas ao longo da operação pelo bom funcionamento do sistema que utilizou o modelo Proporcional Integrativo Derivativo (PID), obtendo total controle.

 O acompanhamento das variáveis da fase gasosa do sistema AnSTBR, pressão, volume de biogás gerado, temperatura, concentrações de metano, dióxido de carbono e sulfeto de hidrogênio, foram monitoradas *on-line* e enviadas automaticamente para uma planilha Excel<sup>TM</sup>, o que possibilitou avaliar o desempenho do sistema.

Foi possível adaptar a microbiota extraída do lodo de esgoto (inóculo) ao substrato inserido no vaso de reação, dentro das condições pré-estabelecidas, neste caso a vinhaça da cana-de-açúcar. Tal afirmação é válida devido às análises realizadas, tendo como parâmetros o padrão de referência (branco) e a mistura processada (digestato), resultando na observação de incremento na produção de biogás seguindo modelos de digestão anaeróbia preconizados na literatura científica.

 O sistema de purificação e melhoramento do biogás implementado por meio da pesquisa, foi aplicado com sucesso, pois mostrou-se eficiente na remoção de espécies gasosas indesejáveis e maximizou a permanência do biometano (Tabela 11).

 Resultados de *software* e *hardware* também foram alcançados satisfatoriamente utilizando a plataforma Arduino<sup>™</sup> para monitorar o sistema e registrar dados obtidos durante o processo. O *software* desenvolvido neste trabalho foi escrito em linguagem C e implementado em forma de *firmware, i. e.,* gravado em memória EEPROM.

 A construção do sistema de monitoramento mostrou-se muito vantajosa no que diz respeito ao custo de aquisição, pois apresentou preço quatro vezes menor que o convencional ofertado no mercado (R\$ 8.184,00 vs. R\$ 32.800,00).

• A bioestimulação por nutrição com glicerina proporcionou um crescimento considerável da microbiota, atingindo valor típico de 6,45E+06 UFC mL<sup>-1</sup>, acompanhado pelo aumento do nível de DQO (15.185,20 mg O<sub>2</sub> L<sup>-1</sup>), bem como dos sólidos voláteis (6.578,87 mg L<sup>-1</sup>). Isso fez com que a produção de biogás fosse aumentada significativamente.

A inovação nas estratégias e o desenvolvimento de novas tecnologias podem ser utilizados para ajudar a resolver a questão que envolve os resíduos industriais e doméstico-urbanos, a exemplo do gerenciamento compartilhado, que, nesse caso, pode viabilizar a simbiose industrial, termo usado por Song et al. (2017) para descrever uma associação entre duas ou mais instalações industriais ou instituições, em que os resíduos ou subprodutos de uma tornam-se materiais úteis para outra.

Todavia, se faz necessário dar continuidade às análises e avançar no processo, mantendo o método empregado, a fim de conseguir produzir biogás com alta concentração de metano e aproveitamento energético, substituindo gradativamente as fontes mais agressivas ao meio ambiente, promovendo também universalização das energias em benefício da sociedade, tornando essas tecnologias mais acessíveis à população.

### 6.2 Perspectivas de Futuros Trabalhos

• O processamento da vinhaça se deu em curto espaço de tempo, suficiente apenas para avaliar a capacidade do sistema AnSTBR construído na pesquisa. Desse modo, há necessidade de estender o período, visando obter maior série de dados. O acréscimo de tempo nas bateladas possibilitará uma análise mais adequada no que se refere às condições ideais para a produção de biogás, tanto em quantidade como em qualidade.

 Vale salientar a necessidade de avaliar a eficiência do sistema AnSTBR no tratamento da vinhaça, assim como testar a capacidade do biofertilizante (digestato) produzido pelo processamento do substrato. Esses testes devem priorizar as culturas vegetais da região, examinando, inclusive, sua toxicidade e nível de contaminação.

• Uma das principais aplicações do biometano é a geração de energia elétrica; nesse sentido, seria importante gerar eletricidade de modo que se possa avaliar o desempenho do sistema AnSTBR nesse aspecto. Adicionalmente, poderiam ser feitos testes do biometano no abastecimento de veículos, viabilizando a substituição do GNV. Nesse contexto, identificar a Atividade Metanogênica Eespecífica (AME) torna-se um excelente indicador.

• Como o sistema AnSTBR não está fixado a um único substrato, outros substratos podem ser experimentados, e. g. efluente lácteo, manipueira, efluente de matadouro, etc.

 Considerando que o sistema de monitoramento e controle funciona acoplado ao biorreator TEC-BIO 7,5L, o que eleva seu custo de aquisição, é possível desenvolver um módulo de digestão anaeróbia de baixo custo, baseado na plataforma Arduino<sup>™</sup>, considerando *software* e *hardware*.

# 6.3 Potencialidade Regional de Substratos

O resíduo utilizado como substrato nesta pesquisa foi a vinhaça que é produzida em abundância pela indústria sucroalcooleira no Brasil e em Sergipe. Na safra de 2017/2018, até o momento, o Brasil produziu aproximadamente 646,34 milhões de toneladas de cana-de-açúcar, tendo o Estado de Sergipe obtido a sétima maior produção da região Nordeste, com cerca de

1,8 milhões de toneladas. A produção de vinhaça pode ser calculada na proporção de cerca de 18 litros para cada litro de etanol, e o desafio é promover a destinação final adequada de boa parte do montante da vinhaça gerada. Mediante tais números, nota-se que qualquer solução tecnológica que viabilize o uso da vinhaça, sobretudo com ganho socioambiental, certamente terá a atenção de quem produz (CONAB, 2017a; SEIXAS *et al.*, 2016).

A manipueira também poderá ser utilizada como substrato para geração de biogás. Ela é fruto do processo de lavagem e prensagem da mandioca processada na indústria farinheira/feculeira. Segundo a Fundação IBGE (2017), a produção nacional em 2016 foi superior a mais de 21 milhões de toneladas de mandioca. Essa produção é distribuída por todo país e gera resíduos sólidos e líquidos, quase sempre descartados ao ar livre, ocasionando danos ambientais. A região Nordeste é uma das principais produtoras de farinha de mandioca, e Sergipe respondeu por 295,5 mil toneladas nessa mesma safra. A produção desse resíduo (manipueira) pode chegar a 3 mil litros para cada tonelada de mandioca (DANTAS et al., 2017; SANTANA NETO et al., 2017, FERREIRA et al., 2001).

O AnSTBR poderá receber o efluente lácteo, que é um resíduo proveniente da indústria de laticínios. Essa indústria fabrica uma variedade de produtos, tais como iogurtes, manteigas, queijos, leites e outros. Segundo Ferreira (2012), a cadeia agroindustrial do leite se faz presente em todo o território nacional e é considerada uma das mais importantes do setor, cumprindo papel de destaque no suprimento de alimentos e geração de empregos. O Brasil é o quarto maior produtor de leite do mundo com cerca de 35 bilhões de litros em 2016 (CONAB, 2017b). O resíduo do processamento do leite possui alta carga orgânica e, se dispensado aleatoriamente na natureza, pode contaminar o solo e corpos hídricos, todavia, como contém matéria orgânica, é potencial gerador de biogás, se submetido a digestão anaeróbia. A indústria de laticínio gera em média 6 litros de efluente para cada litro de leite processado (HUERTAS & MONTIEL, 2014; MAGANHA, 2006).

# **Capítulo 7**

# 7. REFERÊNCIAS

ABNT - Associação Brasileira de Normas e Técnicas - NBR 12209/2011; Elaboração de Projetos Hidráulico-Sanitários de Estações de Tratamento de Esgotos Sanitários. Rio de Janeiro - RJ: ABNT, 2011.

AEPH do Brasil Indústria e Comércio Ltda. Soluções inteligentes em pesagem industrial. Tatuapé / São Paulo – SP. Disponível em: <a href="http://aephdobrasil.com.br/index.php?">http://aephdobrasil.com.br/index.php?</a> \_acao=produto&id=27>. Acesso em: Acesso em: jan. de 2016.

AHMED, W. A.; AGGOUR, M.; NACIRI, M. Biogas Control: Methane Production Monitoring Using Arduino. *International Journal of Biotechnology and Bioengineering*, v. 11, n. 2, p. 130–133, 2017.

AKIL, K.; JAYANTHI, S. Anaerobic sequencing batch reactors and its influencing factors : an overview. *Journal of Environmental Science and Engineering*, v. 54, n. 2, p. 317–322, 2012.

AKRAM, M.; TAN, C. K.; GARWOOD, R.; THAI, S. M. Vinasse - a potential biofuel - cofiring with coal in a fluidized combustor. *Fuel*, v. 158, p. 1006–1015, 2015.

ALCIATORE, DAVID G., HISTAND, M. B., *Introduction to Mechatronics and Measurement Systems*, 4th ed., New York: Mc Graw Hill, 2012.

ALFAKIT. Alfakit. Disponível em: https://alfakit.ind.br/. Acesso em: jan. de 2016. Florianópolis/SC.

ALI, A. S.; ZANZINGER, Z.; DEBOSE, D.; STEPHENS, B. Open Source Building Science Sensors (OSBSS): A low-cost Arduino-based platform for long-term indoor environmental data collection. *Building and Environment*, v. 100, p. 114–126, 2016.

ALLDATASHEET. Alldatasheet. Disponível em: <a href="http://www.alldatasheet.com/">http://www.alldatasheet.com/</a>. Acesso em: jan. de 2016.

ALMEIDA, B. A. D. L.; BARRETO, G. F. B.; GONÇALVES, C. M. N. Resíduos da agroindústria canavieira no Estado de Minas Gerais: usos e conservação ambiental. *Informe Agropecuário*, v. 28, n. 28, p. 96-100, 2007.

AMAYA, O.M.; BARRAGÁN, M. T. C.; TAPIA, F. J. A. Microbial Biomass in Batch and Continuous System. InTech: 2013 under CC BY 3.0 license.

ANDRIANI, D.; WRESTA, A.; ATMAJA, T. D.; SAEPUDIN, A. A review on optimization production and upgrading biogás through CO<sub>2</sub> removal using various techniques. *Applied Biochemistry and Biotechnology*, v. 172(4), p. 1909–1928, 2014.

APHA, AWWA, WEF. Standard methods for the examination of water and wastewater. 22 ed. Washington: American Public Health Association, 2012.

APPELS, L.; BAEYENS, J.; DEGRÈVE, J.; DEWIL, R. Principles and potential of the anaerobic digestion of waste-activated sludge. *Progress in Energy and Combustion Science*, v. 34, p. 755-781, 2008.

AQUINO, S.; CHERNICHARO, C.A.L.; FORESTI, E. FLORÊNCIO, M.; MONTEGGIA, L.O. Metodologias para determinação da atividade metanogênica específica (AME) em lodos anaeróbios. *Eng. Sanit. Ambient*, v. 12, n. 2, p. 192-201, 2007.

ARDUINO. What is Arduino? - Arduino Board - Arduino Software. Disponível em: <a href="http://www.arduino.cc/">http://www.arduino.cc/</a>. Acessado em: jan. de 2016.

ASRAF, H. M.; NUR DALILA, K. A.; HAKIM, A. W. M.; FAIZZUAN HON, R. H. M. Development of Experimental Simulator via Arduino-based PID Temperature Control System using LabVIEW. *Journal of Telecommunication Electronic and Computer Engineering (JTEC)*. vol. 9 no. 1–5 pp. 53-57, 2017.

ASTALS, S.; NOLLA-ARDÈVOL, V.; MATA-ALVAREZ, J. Thermophilic co-digestion of pig manure and crude glycerol: process performance and digestate stability. *Journal of Biotechnology*, v. 166, n. 3, p. 97-104, 2013.

BARNERT, T.; PIESIK, E.; ŚLIWIŃSKI, M. Real-time simulator of agricultural biogasplant. *Comput. Electron. Agric.*, v. 108, p. 1–11, 2014.

BARROS, V.G.; DUDA, R.M.; SILVA VANTINI, J.; OMORI, W.P.; FERRO, M.I.T.; OLIVEIRA, R.A. Improved methane production from sugarcane vinasse with filter cake in thermophilic UASB reactors, with predominance of Methanothermobacter and Methanosarcina archaea and Thermotogae bacteria. *Bioresource Technology*, v. 244, p. 371-381, 2017.

BASSANI, I.; KOUGIAS, P. G.; TREU, L.; ANGELIDAKI, I. Biogas upgrading via hydrogenotrophic methanogenesis in two-stage continuous stirred tank reactors at mesophilic and thermophilic conditions. *Environ. Sci. Technol.*, v. 49 (20), p. 12585–93, 2015.

BAUER, F.; PERSSON, T.; HULTEBERG, C.; TAMM, D. Biogas upgrading – Technology overview, comparison and perspectives for the future. *Biofuels, Bioproducts & Biorefining*, v. 7, p. 499–511, 2013.

BECKER, A. L. S.; VIDAL, M. F. G.; PEZINI, ALBUQUERQUE, J. N.; LOVATO, G.; ALBANEZ1, R.; RATUSZNEI. S. M.; RODRIGUES, J. A. D. AnSTBr Aplicado à Co-Digestão Vinhaça-Glicerina: Efeito da Composição Afluente sobre a Produção de Metano. XXI Simpósio Nacional de Bioprocessos. Aracaju-SE: 2017.

BÉGIN-DROLET, A.; RUEL, J.; LEMAY, J. Novel meteorological sensor for anemometer heating control purposes: Part B — Integration into a single sensor. *Cold Regions Science and Technology*, v. 96, p. 53–68, 2013.

BORJA, R.; RINCÓN, B. Biogas Production. Reference Module in Life Sciences, Elsevier: 2017.

BRASIL. Ministério das Cidades. Secretaria Nacional de Saneamento Ambiental-SNSA. Sistema nacional de informações sobre saneamento: Diagnóstico dos Serviços de Água e Esgotos. Brasília: SNSA/MCIDADES, 2016. 212 p.

BRASIL. CONAMA - Conselho Nacional do Meio Ambiente. Resolução nº 375/2006, de 29/8/2006. Disponível em: <a href="http://www.mma.gov.br/port/conama/legiano/">http://www.mma.gov.br/port/conama/legiano/</a>. Acessado em: 12 de Fevereiro, 2014.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Secretaria de Defesa Agropecuária (Dispoa). Instrução Normativa nº 62, de 26 de agosto de 2003. Disponível em: <a href="http://www.agricultura.gov.br/">http://www.agricultura.gov.br/</a>. Acessado em: 02 de Março, 2016.

BUEKENS, A. Energy recovery from residual waste by means of anaerobic digestion Technologies. In: *Conference "the future of residual waste management in Europe*", Luxembourg, 2005.

CAVALCANTE, M.M; SILVA, J. L. S.; CABRAL, E. V.; DANTAS, J. R. A. (2014) Plataforma Arduino pra fins didáticos: Estudo de caso com recolhimento de dados a partir do PLXDAQ, In: *Congresso da Sociedade Brasileira de Computação*, p.1655-1664, Brasília, 2014.

CERDA, A.; GEA, T.; VARGAS-GARCÍA, M.; SÁNCHEz, A. Towards a competitive solid state fermentation: cellulases production from coffee husk by sequential batch operation and role of microbial diversity. *Sci. Total Environ.*, v. 589, p. 56–65, 2017.

CHANDRA, R.; TAKEUCHI, H.; HASEGAWA, T. Methane production from lignocellulosic agricultural crop wastes: A review in context to second generation of biofuel production. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, v. 16, n. 3, p. 1462–1476, 2012a.

CHEN, J. L.; ORTIZ, R.; STEELE, T. W.; STUCKEY, D. C. Toxicants inhibiting anaerobic digestion: a review. *Bio-technology advances*, v. 32, n. 8, p. 1523-1534, 2014.

CHEN, Q.; LIU, T. Biogas system in rural China: Upgrading from decentralized to centralized? *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, v. 78, p. 933-944, 2017.

CHERNICHARO, C. A. de L. Reatores anaeróbios. 2 ed. v. 5. Belo Horizonte: Departamento de Engenharia Sanitária e Ambiental - UFMG, 2007. 380 p.

CHERNICHARO, C. A. de L. Princípios do tratamento biológico de águas residuárias: reatores anaeróbios. 2 ed. v. 5. Belo Horizonte: DESA/UFMG, 1997. 245p.

CHIEPPE JÚNIOR, J. B. (2012). *Tecnologia e fabricação do álcool*. Instituto Federal de Goiás. Inhumas - Goiás.

CHONG, S.; SEN, T. K.; KAYAALP, A. N.G.; H.M. The performance enhancements of upflow anaerobic sludge blanket (UASB) reactors for domestic sludge treatment – A state-of-the-artre view. *Water Research* 46(11), 2012. 3434–3470.

CIRCUITAR. Circuitar. Disponível em: <a href="https://www.circuitar.com.br/">https://www.circuitar.com.br/</a>. Acesso em: jan. 2016.

CLEAN. Clean Enviroment Brasil. Disponível em: http://loja.clean.com.br/pd-4851ff-tedlarbag-kit-com-10-unidades.html?ct=&p=1&s=1. Acesso em: 10 out. de 2017.

CONAB. COMPANHIA NACIONAL DE ABASTECIMENTO. Acompanhamento da safra brasileira da cana-de-açúcar: Primeiro levantamento da safra 2017/2018. Brasília, v.4, 2017a. Disponível em: <a href="https://www.conab.gov.br/>br/>https://www.conab.gov.br/>https://wwww.conab.gov.br/>https://wwww.conab.gov.br/>https://

CONAB. COMPANHIA NACIONAL DE ABASTECIMENTO. Relatório de Conjuntura Mensal Especial-Abril/2017, 2017b. Disponível em: < http://www.conab.gov.br/Olala CMS/uploads/arquivos/17\_05\_15\_14\_13\_38\_leite\_abril\_2017.pdf>. Acesso em: 18 de out. 2017.

CRUZ, L. F. L. S.; DUARTE, C. G.; MALHEIROS, T. F.; PIRES, E. C. Análise da viabilidade técnica, econômica e ambiental das atuais formas de aproveitamento da vinhaça: fertirrigação, concentração e biodigestão. *RBCIAMB*, v. 29, p. 111–127, 2013.

DANTAS, M. S. M.; ROLIM, M. M.; PEDROSA, E. M. R.; SILVA, M. M.; DANTAS, D. C. Growth and Seed Yield of Sunflower on Soil Fertilized with Cassava Wastewater. *Rev. Caatinga [online]*, v.30, n.4, pp.963-970. 2017.

D'AUSILIO, A. Arduino: a low-cost multipurpose lab equipment. *Behavior Research Methods*, v. 44, n. 2, p. 305–313, 2012.

DENG, L.; LIU, Y.; ZHENG, D.; WANG, L.; PU, X.; SONG, L.; WANG, Z.; LEI, Y.; CHEN, Z.; LONG, Y. Application and development of biogas technology for the treatment of waste in China. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, v. 70, n. February, p. 845–851, 2017.

DENNIS, Y. C. Leung; WANG, Jing. An overview on biogas generation from anaerobic digestion of food waste. *International Journal of Green Energy*, v. 13:2, p. 119-131, 2016.

DESIKAN, S. L. N.; SURECH, K.; SRINIVASAN, K.; RAVEENDRAN, P. G. Fast response co-axial thermocouple for short duration impulse facilities. *Applied Thermal Engineering*, v. 96, p. 48–56, 5 mar, 2016.

DÍAZ, I.; PÉREZ, C.; ALFARO, N.; FDZ-POLANCO, F. A feasibility study on the bioconversion of CO<sub>2</sub> and H<sub>2</sub> to biomethane by gas sparging through polymeric membranes. *Bioresour. Technol.*, v. 185, p.246–253, 2015.

DINH, T. -V.; CHOI, I. -Y.; SON, Y. -S.; KIM, J. -C. A review on non-dispersive infrared gas sensors: improvement of sensor detection limit and interference correction, *Sens. Actuators B: Chem.*, v. 231, p. 529–538, 2016.

DONG-HUI, LI; JING-YU, XU. Investigation of the mixture flow rates of oil-water two-phase flow using the turbine flow meter. *Journal of Physics: Conference Series*, v. 147, number 1, 2009.

EDWARDS, J.; OTHMAN, M.; CROSSIN, E.; BURN, S. Anaerobic co-digestion of municipal food waste and sewage sludge: a comparative life cycle assessment in the context of a waste service provision. *Bioresour. Technol.*, v. 223, p. 237–249, 2017.

ELANGOVAN, C.; SEKAR, A. S. S. Application of upflow anaerobic sludge blanket (UASB) reactor process for the treatment of dairy wastewater - A review. *Nature Environment and PollutionTechnology*, v. 11(3), p. 409–414, 2012.

ESPAÑA-GAMBOA, E.; MIJANGOS-CORTES, J.; BARAHONA-PEREZ, L.; DOMINGUEZ-MALDONADO, J.; HERNÁNDEZ-ZARATE, G.; ALZATE-GAVIRIA, L. Vinasses: characterization and treatments. *Waste Manage. Res.*, v. 29, p. 1235–1250, 2011.

ESTRADA, J. M.; KRAAKMAN, N. J. R.; LEBRERO, R.; MUÑOZ, R. A sensitivity na alysis of process design parameters, commodity prices and robustness on the economics of odour abatement technologies. *Biotechnology Advances*, v. 30, p. 1354–1363, 2012.

FAUGEL, H.; BOBKOV, V. Open source hard- and software: using Arduino boards to keep old hardware running. *Fusion Engineering and Design*, v. 88(6e8), p. 1276-1279, 2013.

FERREIRA, A. M. Manejo reprodutivo de bovinos leiteiros. Práticas corretas e incorretas, casos reais, perguntas e respostas. Juiz de Fora: Editar Editora Associada, 2012. 614 p.

FERREIRA, W. A., BOTELHO, S. M.; CARDOSO, E. M. R.; POLTRONIERI, M. C. Manipueira: um adubo orgânico em potencial. Belém PA Embrapa Amazônia Oriental. Documento, 107, 2001.

FISHER, D. K.; GOULD, P. J. Open-Source Hardware Is a Low-Cost Alternative for Scientific Instrumentation and Research. *Modern Instrumentation*, v. 1, n. 2, p. 8–20, 2012.

FREIRE, W.J.; CORTEZ, L.A.B. *Vinhaça de cana de açúcar*. Livraria e Editora Agropecuária, Guaíba, p. 203, 2000.

FRENZEL, L. E. J. *Electronics Explained Fundamentals for engineers, technicians, and makers*. Second ed. Austin, TX, United States: Newnes, 2018.

FUENTES, M.; VIVAR, M.; BURGOS, J.M.; AGUILERA, J.; VACAS, J.A. Design of an accurate, low-cost autonomous data logger for PV system monitoring using Arduino<sup>™</sup> that complies with IEC standards. *Sol. Energy Mater. Sol. Cells*, v. 130, p. 529–543, 2014.

FUESS, L. T.; KIYUNA, L. S. M.; FERRAZ JÚNIOR, A. D. N.; PERSINOTI, G. F.; SQUINA, F. M.; GARCIA, M. L.; ZAIAT, M. Thermophilic two-phase anaerobic digestion using an innovative fixed-bed reactor for enhanced organic matter removal and bioenergy recovery from sugarcane vinasse. *Applied energy*, v. 189, p. 480–491, 2017.

FYTILI, D. & ZABANIOTOU, A. Utilization of sewage sludge in EU application of old and new methods; a review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, v. 12, n. 1, p. 116-140, 2008.

GILLANDERS, R. N.; SAMUEL, I. D. W.; TURNBULL, G.A. A low-cost, portable optical explosive-vapour sensor. *Sensors and Actuators: B*, v. 245, p. 334–340, 2017.

GOMES, F. P. Curso de estatística experimental. Sao Paulo-SP, Brasil: Nobel. 1990. 467 p.

GRANDO, R. L.; SOUZA ANTUNE, A. M. DE; FONSECA, F. V. DA; SÁNCHEZ, A.; BARRENA, R.; FONT, X. Technology overview of biogas production in anaerobic digestion plants: A European evaluation of research and development. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, v. 80, n. February, p. 44–53, 2017.

GRI. Gri Instrument. Disponível em: <a href="http://www.cngri.com/en">http://www.cngri.com/en</a>. Acesso em: jan. de 2016.

GUO, J.; DONG, R.; CLEMENS, J.; WANG, W. Kinetics evaluation of a semicontinuously fed anaerobic digester treating pig manure at two mesophilic temperatures. *Water Res.*, v. 47 (15), p. 5743–5750, 2013.

HANWEI. Hanwei Electronics. Disponível em: <a href="http://www.hwsensor.com/">http://www.hwsensor.com/</a>. Acesso em: jan. de 2016.

HAO, X.; LIU, R.; VAN LOOSDRECHT, M. C.; CAO, D. Batch influences of exogenous hydrogen on both acidogenesis and methanogenesis of excess sludge. *Chemical Engineering Journal*, v. 317, p. 544-550, 2017.

HASSAN, M.; DING, W.; SHI, Z.; ZHAO, S. Methane enhancement through co-digestion of chicken manure and thermo-oxidative cleaved wheat straw with waste activated sludge: A C/N optimization case. *Bioresource Technology*, v. 211, p. 534–554, 2016.

HEIDENREICH, S.; FOSCOLO, P. U. Review: New concepts in biomass gasification. *Progress in Energy and Combustion Science*. p. 1-24. 2014.

HJALMARSSON, J. Biogas as a boundary object for policy integration – The case of Stockholm. *Journal of Cleaner Production*, v. 98, p. 185–193, 2015.

HUERTAS, R. A. P.; MONTIEL, R. G. C. Evaluación del comportamiento de un reactor UASB con diferentes cargas orgánicas provenientes de lactosuero. *Producción + Limpia*, v. 9(1), p.23-30, 2014.

IEA. International Energy Agency. World Energy Balances: Overviw (2017 Edition). Disponível em: <a href="https://www.iea.org/publications/freepublications/publication/World">https://www.iea.org/publications/freepublications/publication/World</a> EnergyBalances2017Overview.pdf>. Acesso em: out. de 2017.

IGOE, T. Making Things Talk. 1 ed. California: O'Reilly, 2007.

JANG, H.M.; HA, J.H.; PARK, J.M.; KIM, M.S.; SOMMER, S.G. Comprehensive microbial analysis of combined mesophilic anaerobicethermophilic aerobic process treating high-strength food wastewater. *Water Res.*, v. 73, p. 291–303, 2015.

JANKE, L.; LEITE, A.F.; BATISTA, K.; SILVA, W.; NIKOLAUSZ, M.; NELLES, M.; STINNER, W. Enhancing biogas production from vinasse in sugarcane biorefineries: Effects of urea and trace elements supplementation on process performance and stability. *Bioresource Technology*, v. 217, p. 10-20, 2016.

JIANG, J.; ZHANG, Y.; LI, K. *et al.* Volatile fatty acids production from food waste: Effects of pH, temperature, and organic loading rate. *Bioresource Technology*, v. 143, p. 525–530, 2013.

KALÚZ, M.; CIRKA, L.; VALO, R.; FIKAR, M. ArPi Lab: A Low-cost Remote Laboratory for Control Education. 19th IFAC World Congress. Cape Town, South Africa, August, p. 24-29. 2014.

KAMOGAWA, M. Y.; MIRANDA, J. C.. Uso de hardware de código fonte aberto "Arduino" para acionamento de dispositivo solenoide em sistemas de análises em fluxo. 2013. *Química Nova*, 36, 8, pp.1232-1235. ISSN 0100-4042. http://dx.doi.org/10.1590/S0100-40422013000800023.

KAYAKUTLU, G.; DAIMB, T.; KUNTC M.; ALTAYD, A.; SUHARTOB, Y. Scenarios for regional waste management. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, v. 74, p. 1323-1335, 2017.

KHALID, A.; ARSHAD M.; ANJUM M.; MAHMOOD T.; DAWSON L. The anaerobic digestion of solid waste. *Waste Manage.*, v. 31, p. 1737–1744, 2011.

KOCH, K.; LIPPERT, T.; DREWES, J. E. The role of inoculum's origin on the methane yield of different substrates in Biochemical Methane Potential (BMP) tests. *Bioresource Technology*, v. 243, p. 457–463, 2017.

KOENKA, I. J.; SÁIZ, J.; HAUSER, P. C. Instrumentino: An open-source modular Python framework for controlling Arduino based experimental instruments. *Computer Physics Communications*, v. 185(10), p. 2724-2729, 2014.

KOLHARE, N. R; THORAT, P. R. An Approach of Flow Measurement in Solar Water Heater Using Turbine Flow Meter. *International Journal of Engineering Research & Technology*, v. 2, issue 1, 2013.

KONRAD, O.; HEBERLE, A. N. A.; CASARIL, C. E.; KAUFMANN, G. V.; LUMI, M.; DALL' OGLIO, M.; SCHMITZ, M. Avaliação da Produção de Biogás e Geração de Metano a Partir de Lodo de Estação de Tratamento de Efluentes e Glicerina Residual. *Revista Destaques Acadêmicos*, Ano 2, N. 4, - Cetec/Univates, 2010.

KOUGIAS, P. G.; TREU, L.; BENAVENTE, D. P.; BOE, K.; CAMPANARO, S.; ANGELIDAKI, I. Ex-situ biogas upgrading and enhancement in different reactor systems. *Bioresour. Technol.*, v. 225, p. 429-437, 2017.

KUMAR, V.; WATI L.; NIGAM, P.; BANAT, I. M.; YADAV, B. S.; SINGH, D.; MARCHANT, R.. Decolorization and biodegratation and anaerobically digested sugarcane molasses spent wash effluent from biomethanation plants by white-rot fungi. *Process Biochemistry*, v. 33, p. 83-88, 1998.

LI, J.; YU, L.; YU, D.; ZHANG, P.; JI, Z. Performance and granulation in na upflow anaerobic sludge blanket (UASB) reactor treating saline sulfate wastewater. *Biodegradation*, v. 25(1), p. 127–136, 2014.

LIU, G.; ZHANG, R.; EL-MASHAD, H. M.; DONG, R.; LIU, X. Biogasification of green and food wastes using anaerobic-phased solids digester system. *Appl Biochem Biotechnol*. (2012), 168: 78-90. https://doi.org/10.1007/s12010-011-9322-z

LOBATO, L. C. S.; CHERNICHARO, C. A. L.; PUJATTI, F. J. P.; MARTINS, O. M.; MELO, G. C. B.; RECIO, A. A. R. Use of biogas for cogeneration of heat and electricity for local application: performance evaluation of an engine power generator and a sludge thermal dryer. *Water Science and Technology*, v. 67, p. 159-167, 2013.

LOVATO, G.; RATUSZNEI, S. M.; RODRIGUES, J. A. D.; ZAIAT, M. Co-Digestion of Whey with Glycerin in an AnSBBR for Biomethane Production. *Applied Biochemistry and Biotechnology*, v. 178(01), p. 126-143, 2016.

LU, X.; ZHEN, G.; ESTRADA, A. L.; CHEN, M.; NI, J.; HOJO, T.; KUBOTA, K.; LI, Y. Y. Operation performance and granule characterization of upflow anaerobic sludge blanket (UASB) reactor treating wastewater with starch as the sole carbon source. *Bioresource Technology*, v. 180, p. 264–273, 2015.

LUO, J. H.; ZHOU, J. Z.; QIAN, G. R.; LIU, J. Y. Effective anaerobic biodegradation of municipal solid waste fresh leachate using a novel pilot-scale reactor: comparison under different seeding granular sludge. *Bioresour. Technol.*, v.165, p. 152–157, 2014.

LUO, G.; LI, J.; Li, Y., WANG, Z.; LI, W. T.; LI, A. M. Performance, kinetics behaviors and microbial community of internal circulation anaerobic reactor treating wastewater with high organic loading rate: role of external hydraulic circulation. *Bioresour. Technol.*, v. 222, p. 470–477, 2016.

MADSEN, M.; HOLM-NIELSEN, J. B.; ESBENSEN, K. H. Monitoring of anaerobic digestion processes: A review perspective. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, v. 15, n. 6, p. 3141–3155, 2011.

MAGANHA, M. F. B. Guia técnico ambiental da indústria de produtos lácteos. São Paulo: CETESB, 2006.

MALAJOVICH, M. A. Biotecnologia 2011. Edições da Biblioteca Max Feffer do Instituto de Tecnologia ORT. Rio de Janeiro, 2012.

MAMUN, M.R.A.; TORII, S. Comparative Studies on Methane Upgradation of Biogas by Removing of Contaminant Gases Using Combined Chemical Methods. *Aims Energy*. 2015; V. 3, 255-266. DOI: 10.3934/energy.2015.3.255.

MAO, C.; FENG, Y.; WANG, X.; REN, G. Review on research achievements of biogás from anaerobic digestion. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, v. 45, p. 540–555, 2015.

MARABA, D.; BULUR, E. Design and construction of an automated OSL reader with open source software and hardware. *Radiation Measurements*, v. 106, p. 632–637, 2017.

MARQUES, M. O. Aspectos técnicos e legais da produção, transporte e aplicação de vinhaça. In: SEGATO, S. V.; PINTO, A. S.; JANDIROBA, E.; NÓBREGA, J. C. M. Atualização em produção de Cana-de-Açúcar. 1 ed. Piracicaba: ESALQ/USP, 2006. cap. 23, p. 369-375.

MARTINS, A. M.; PARRELLA, R. A. C.; LOPES, D. C.; SCHAFFERT, R. E.; PARRELLA, N. N. L. D.; NEVES, W. S.; SILVA, A. P. M. Período de Utilização Industrial de Cultivares de Sorgo Sacarino Visando a Produção de Etanol. *Revista Brasileira de Milho e Sorgo*, v.16, n.2, p. 217-231, 2017.

MILTNER, M.; MAKARUK, A.; HARASEK, M. Review on Available Biogas Upgrading Technologies and Innovations Towards Advanced Solutions. *Journal of Cleaner Production*. doi: 10.1016/j.jclepro.2017.06.045, (2017).

MONTEBELLO, A. M.; MOURA, M.; LÓPEZ, L. R.; BEZERRA, T.; GAMISANS X.; LAFUENTE, J.; BAEZA, M.; GABRIEL, D. Aerobic desulfurization of biogas by acidic biotrickling filtration in a randomly packed reactor. *Journal of Hazardous Materials*, v. 280, p. 200–208, 2014.

MORAES, B. S.; ZAIAT, M.; BONOMI, A. Anaerobic digestion of vinasse from sugarcane ethanol production in Brazil: Challenges and perspectives. Renewable and *Sustainable Energy Reviews*, v. 44, p. 888–903, 2015.

MORAES, C. C.; CASTRUCCI, P.; *Engenharia de Automação Industrial*, 2a ed. Sao Paulo: LTC, 2007.

MOTA, S. Introdução à Engenharia Ambiental. Associação Brasileira de Engenharia Sanitária e Ambiental, 1ª edição, 292 p. Rio de Janeiro, 1997.

MUÑOZ, R.; MEIER, L.; DIAZ, I.; JEISON, D. A review on the state-of-the-art of physical/chemical and biological technologies for biogas upgrading. *Reviews in Environmental Science and Biotechnology*, v. 14(4), p. 727–759, 2015.

MUSSOLINE, W.; ESPOSITO, G.; LENS, P.; GARUTI, G.; GIORDANO, A. Design considerations for a farm-scale biogas plant based on pilot-scale anaerobic digesters loaded with rice straw and piggery wastewater. *Biomass and Bioenergy*, v. 46, p. 469–478, 2012.

NADALETTI, W. C.; DE SOUZA; S. N. M.; BELLI FILHO, P.; SECCO, D. Potential use of landfill biogas in urban bus fleet in the Brazilian states: A review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, v. 41, p. 277–283, 2015.

NAIN, M. Z.; JAWED, M. Performance of anaerobic reactors at low organic load subjected to sudden change in feed substrate types. *Journal of Chemical Technology and Biotechnology*, v. 81(6), p. 958–965, 2006.

NANDY, T.; SHASTRY, S.; KAUL, S. N. Wastewater management in a cane molasses distillery involving bioresource recovery. *J. Environ. Manage.*, v. 65, p. 25–38, 2002.

NOGUEIRA, C. E. C.; SOUZA, S. N. M.; MICUANSKI, V. C.; AZEVEDO, R.L. Exploring possibilities of energy insertion from vinasse biogas in the energy matrix of Paraná State, Brazil. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*. v. 48 p. 300–305. 2015.

NORTHROP, R. B., *Introduction to Instrumentation and Measurements*, 3nd ed., Florida: CRC Press, 2014.

OHEMENG-NTIAMOAH, J.; DATTA, T. Evaluating Analytical Methods for the Characterization of Lipids, Proteins and Carbohydrates in Organic Substrates for Anaerobic Co-Digestion. *Bioresource Technology*, v. 247, p. 697-704, 2018.

OHKUMA, M.; NODA, S.; HATTORI, S.; IIDA, T.; YUKI, M.; STARNS, D.; INOUE, J.; DARBY, A. C.; HONGOH, Y. Acetogenesis from H2 plus CO2 and nitrogen fixation by an endosymbiotic spirochete of a termitegut cellulolytic protist. *Proceedings of the National Academy of Sciences*, v. 112, n. 33, p. 10224-10230, 2015.

PEARCE, J. M. Building Research Equipment with Free, Open-Source Hardware. *Science*, v. 337, n. 6100, p. 1303–1304, 2012.

PELCZAR, M.; REID, R.; CHAN, E. C. S. Microbiologia. São Paulo: Mcgraw-Hill, v.2. p. 575-1072. 1981.

PULLAMMANAPPALLIL, P.C.; CHYNOWETH, D.P.; LYBERATOS, G.; SVORONOS, S.A. Stable performance of anaerobic digestion in the presence of a high concentration of propionic acid. *Bioresource Technology*, v. 78, p. 165–169, 2001.

RAPOSO, F.; LA RUBIA, M. A.; FERNÁNDEZ-CEGRÍ, V.; BORJA, R. Anaerobic digestion of solid organic substrates in batch mode: An overview relating to methane yields and experimental procedures. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, v. 16, n. 1, p. 861–877, 2012.

RIZVI, H.; AHMAD, N.; ABBAS, F.; BUKHARI, I. H.; YASAR, A.; ALI, S.; YASMEEN, T.; RIAZ, M. Start-up of UASB reactors treating municipal wastewater and effect of temperature/sludge age and hydraulic retention time (HRT) on its performance. *Arabian Journal of Chemistry*, v. 8, n. 6, p. 780–786, 2015.

ROSA, A. P.; LOBATO, L. C. S.; BORGES, J. M.; MELO, G. C. B.; CHERNICHARO, C. A. L. Energy potential and alternative usages of biogas and sludge from UASB reactors: case study of the Laboreaux wastewater treatment plant (Itabira). *Eng Sanit Ambient.*, v. 21, n.2 p. 315-328, 2016.

ROSA, A. P.; CHERNICHARO, C. A. L.; LOBATO, L. C. S.; SILVA, R. V.; PADILHA, R. F.; BORGES, J.M. Assessing the potential of renewable energy sources (biogas and sludge) in a fullscale UASB-based treatment plant. *Renewable Energy*, v. 124, p. 21-26, 2017.

ROSE, J. L.; MAHLER, C. F.; IZZO, R. L. S. Comparison of the methane oxodation rate in four media. Rev. Bras. Ciênc. Solo [online]. 2012, vol.36, n.3, págs 803-812.

RUDTSCH, S.; von ROHDEN, C. Calibration and self-validation of thermistors for high-precision temperature measurements. *Measurement*, v. 76, p. 1–6, 2015.

RYCKEBOSCH, E.; DROUILLON, M.; VERVAEREN, H. Techniques for transformation of biogás to biomethane. *Biomass and Bioenergy*. v. 35, p. 1633–1645, 2011.

SAHU, P.; SAHU, S.; PUROHIT, R.; WARUDKAR, V.; ARISUTHA, S.; SURESH, S. Automation in Biogas Plant for Enhancement of Efficiency and Safety. *Materials Today: Proceedings*, v. 4, p. 5351–5356, 2017.

SANJEEVI, R.; ABBASI, T.; ABBASI, S. A. Role of calcium (II) in anaerobic sludge granulation and UASB reactor operation: A method to develop calcium-fortified sludge outside the UASB reactors. *Indian Journal of Biotechnology*, v. 12(2), p. 246–253, 2013.

SANTANA NETO, J. A. S.; MUNIZ, E. N.; SANTOS, G. R. A.; DE MACEDO, F. A. F.; RANGEL, J. H. A.; GOMES, L. C. Effect of cassava wastewater on physicochemical characteristics and fatty acids composition of meat from feedlot-finished lambs. *Acta Scientiarum - Animal Sciences*, v.39(4), p.377-383, 2017.

SANT'ANNA JUNIOR, G. L. *Tratamento biológico de efluentes: fundamentos e aplicações*. Rio de Janeiro: Interciência, 2010. 418p.

SAZHIN, O. Novel mass air flow meter for automobile industry based on thermal flow microsensor. II. Flow meter, test procedures and results. *Flow Measurement and Instrumentation*, v. 35, p. 48–54, 2014.

SCHMIDELL, W., LIMA, U.A., AQUARONE, E., BORZANI, W. Biotecnologia Industrial, Volume 2, Engenharia Bioquímica, 1a ed., São Paulo, Ed. Edgard Blücher Ltda., 2001, 541 p. il.

SCHWINGEL, A. W.; ORRICO, A. C. A.; ORRICO JUNIOR, M. A. P.; SUNADA, N. S.; CENTURION, S. R. Performance of the anaerobic co-digestion of pig manure with the inclusion of crude glycerine. *Revista Ciência Agronômica*, v. 47, n. 4, p. 778-783, 2016.

SEIXAS, F. L.; GIMENES, M. L.; FERNANDES-MACHADO, N. R. C. Tratamento da vinhaça por adsorção em carvão de bagaço de cana-de-açúcar. *Química Nova*, v. 39, n. 2, p. 172-179, 2016.

SILVA, J. L. S. Plataforma Arduino integrado ao PLX-DAQ: Análise e aprimoramento de sensores com ênfase no LM35. In: Escola Regional de Computação Bahia, Alagoas e Sergipe. Feira de Santana. Anais. Feira de Santana: Sociedade Brasileira de Computação, 2014.

SINISCALCHI, L. A. B.; VALE, I. C. C.; ANTUNES, J. D.; CHERNICHARO, C. A. L.; ARAÚJO, J. C. Enriquecimento de microrganismos metanotróficos a partir de lodo de reator UASB tratando esgotos domésticos. *Engenharia Sanitária e Ambiental*, v. 21(1), p. 109-122, 2016.

SMITH, J.E. Biotechnology. 4th ed. Cambridge University Press, 2004.

SONG, B.; YEO Z.; KOHLS P.; HERRMANN C. Industrial symbiosis: Exploring big-data approach for waste stream discovery. *Procedia CIRP*, v. 61, p. 353–358, 2017.

SPARKFUN. *Sparkfun*. Disponível em: <a href="https://www.sparkfun.com/datasheets/">https://www.sparkfun.com/datasheets/</a> Sensors/Temperature/DHT22.pdf>. Acessado em: janeiro de 2016.

STANBURY, P. F.; WHITAKER, A.; HALL, S.J. Principles of Fementation Technology. Butterworth Heinemann. Oxford: 2016, 3nd ed. 804p.

SWITZENBAUM, M. S.; GIRALDO-GOMEZ, E.; HICKEY, R.F. Review: Monitoring of the anaerobic methane fermentation process. *Enzyme Microbial Technology*, v. 12, p. 722–730, 1990.

TAMKIN, A.; MARTIN, J.; CASTANO, J.; CIOTOLA, R.; ROSENBLUM, J.; BISESI, M. Impact of organic load-ing rates on the performance of variable temperature biodi-gesters. *Ecological Engineering*, v. 78, p. 87-94, 2015.

TAN, Q.; TANG, L.; YANG, M.; XUE, C.; ZHANG, W.; LIU, J.; XIONG, J. Three-gas detection system with IR optical sensor based on NDIR technology. *Opt. Lasers Eng.*, v. 74, p. 103–108, 2015.

TANENBAUM, A. S. Structured Computer Organization (5th Edition). Prentice-Hall, Inc., Upper Saddle River, NJ, USA. 2005.

TECNAL. Tecnal - Equipamentos científicos. Disponível em: <a href="http://www.tecnal.net.br/">http://www.tecnal.net.br/</a> produtos/detalhes/biorreator-fermentador-tec-bio-7-5v-tecnal>. Acessado em 15 de janeiro de 2016.

THRÂN, D. Biomethane – Status and Factors Affecting Market Development and Trade. IEA Task 40 and Task 37 Joint Study. Disponível em: <a href="http://www.bioenergytrade.org/downloads/t40-t37-biomethane-2014.pdf">http://www.bioenergytrade.org/downloads/t40-t37-biomethane-2014.pdf</a>>. Acessado em 25 de março de 2017.

THOMAZINI, D; ALBUQUERQUE, B. U. P. Sensores Industriais. Fundamentos e aplicações. 6. ed. São Paulo: Érica, 2011.

TIPPAYAWONG, N. & THANOMPONGCHART, P. Biogas quality upgrade by simultaneous removal CO2 and H2S in a packed column reactor. *Energy*, 35, 4531–4535, 2010.

TORTORA, G.J.; FUNKE, B.R.; CASE, CL. Microbiologia. 10. ed., Porto Alegre: Artmed, 2010.

TRAUTMANN, C. K.; BLOTTNITZ, H. V. Investigation on the use of biogas in a gas hob. *Waste and Biomass Valorization*, v. 4, p. 539–548, 2013.

TRAVERSI, D.; ROMANAZZI, V.; DEGAN, R.; LORENZI, E.; CARRARO, E.; GILLI, G. Microbial-chemical indicator for anaerobic digester performance assessment in full-scale wastewater treatment plants for biogas production. *Bioresource Technology*, v. 186, p. 179-191, 2015.

TRIEU, V. D.; IN, Y. C.; YOUN, S. S; JO, C. K. A review on non-dispersive infrared gas sensors: Improvement of sensor detection limit and interference correction. *Sensors and Actuators B: Chemical*, v. 231, p. 529-538, 2016.

UENO, C. R. J.; FRARE, L. M.; GIMENES, M. L.; ZANIN, G. M. Influência da adição fracionada de vinhaça na produção de biogás. *Revista Brasileira de Biociências*, v.11, n.1, p.115-118, 2013.

UNITED STATES ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY – USEPA. (2003) EPA 625/R-92/013: Under 40 CFR Parte 503. Environmental Regulations and Technology. Control of Pathogens and Vector Attraction in Sewage Sludge (Including Domestic Septage). Washington: USEPA.

VAN LIER, J.B.; VAN DER ZEE, F.P.; FRIJTERS, C. T. M. J.; ERSAHIN, M. E. Celebrating 40 years anaerobic sludge bed reactors for industrial treatment. *Wastewater Rev. Envirom. Sci. Biotechnol.*, v.14, p. 681–702, 2015.

VENKITESHWARAN, K.; BOCHER, B.; MAKI, J.; ZITOMER, D. Relating Anaerobic Digestion Microbial Community and Process Function. *Microbiology Insights*, v. 8, n. S2, p. 37–44, 2015.

von SPERLING, M. Princípios do tratamento biológico de águas residuárias. 3. ed. Belo Horizonte: UFMG, 2005.

WARD, A. J.; HOBBS, P. J.; HOLLIMAN, P. J.; JONES, D. L. Review: Optimization of the anaerobic digestion of agricultural resources. *Bioresource Technology*, v. 99, p. 7928–7940, 2008.

WATARI, T.; MAI, T. C.; TANIKAWA, D.; HIRAKATA, Y.; HATAMOTO, M.; SYUTSUBO, K.; FUKUDA, M.; NGUYEN, N. B.; YAMAGUCHI, T. Performance evaluation of the pilot scale upflow anaerobic sludge blanket – Downflow hanging sponge system for natural rubber processing wastewater treatment in South Vietnam. *Bioresource Technology*, v. 237, p. 204–212, 2017.

WHEATLEY, A. D. Anaerobic digestion: Industrial waste treatment. In: Wheatley, A. D. (Ed.), Critical Reports on Applied Chemistry Anaerobic Digestion: A Waste Treatment Technology, v.31. London: Elsevier Applied Science, pp.171–224. 1990.

WHITE, R. E.; TORRI, S.; CORREA, R. S. Biosolids Soil Application: Agronomic and Environmental Implications. *Applied and Environmental Soil Science*, v. 2011, Article ID 928973, 3 pages. doi:10.1155/2011/928973.

WILLINGTON, I.P., MARTEN, G.G. Options for handling stillage waste from sugar-based fuel ethanol production. *Resour. Conserv.*, v. 8, p. 111–129, 1982.

WILKIE, A. C.; RIEDESEL, K. J.; OWENS, J. M. Stillage characterization and anaerobic treatment of ethanol stillage from conventional and cellulosic feedstocks. *Biomass Bioenergy*, v. 19, p. 63–102, 2000.

WINSEN. Winsen. Disponível em: <a href="http://www.winsen-sensor.com/products/micro-flow-sensor/f1012.html">http://www.winsen-sensor.com/products/micro-flow-sensor/f1012.html</a>>. Acessado em: janeiro de 2016.

XU FU HUANG, Z.X., MIAO, H.F., REN, H.Y., ZHAO, M.X., RUAN, W.Q. Identical fullscale biogas-lift reactors (BLRs) with anaerobic granular sludge and residual activated sludge for brewery wastewater treatment and kinetic modeling. *J. Environ. Sci. China*, v. 25, p. 2031–2040, 2013.

YU, D.; LIU, J.; SUI, Q.; WEI, Y. Biogas-pH automation control strategy for optimizing organic loading rate of anaerobic membrane bioreactor treating high COD wastewater. *Bioresource Technology*, v. 203, p. 62-70, 2015.

ZANETTE, A. L. *Potencial de aproveitamento energético do biogás no Brasil*. Rio de Janeiro: UFRJ/COPPE, 2009.

ZARFL, C.; SCHMID, P.; SCHMID, U. A Novel Miniaturised Sensor for Combined Static and Dynamic Pressure Measurements in Harsh Environments. *Procedia Engineering*, v. 168, p. 782 – 785, 2016.

ZEAITER, J.; AHMAD, M. N.; ROONEY, D.; SAMNEH, B.; SHAMMAS, E. Design of an automated solar concentrator for the pyrolysis of scrap rubber. *Energ. Convers. Manage.*, v. 101, p. 118-25, 2015.

ZHANG, C.; SU, H.; BAEYENS, J.; TAN, T. Reviewing the anaerobic digestion of food waste for biogas production. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, v. 38, p. 383-392, 2014.

ZHU, X.; TREU, L.; KOUGIAS, P.G.; CAMPANARO, S.; ANGELIDAKI, I. Characterization of the planktonic microbiome in upflow anaerobic sludge blanket reactors during adaptation of mesophilic methanogenic granules to thermophilic operational conditions, *Anaerobe*, v. 46, p. 69-77, 2017.

# Apendice A

# DETERMINAÇÃO DE SÓLIDOS (Luciano Melo)

IDENTIFICAÇÃO DA AMOSTRA		DATA DA AMOSTRA	DATA DA REALIZAÇÃO	NOME DO RESPONSÁVEL		RESPONSÁVEL	
SÓLIDOS TOTAIS				SÓLIDOS SUSPENSOS E DISSOLVIDOS			
Massa da cápsula previamente calcinada a 550 <sup>0</sup> C (TARA)	ID(cápsula)	<b>M</b> 0 <sup>(1)</sup>	Massa (g)	Para realizar a determinação dos sólidos suspensos e dissolvidos, submete-se a amostra a uma filtração a vácuo em membrana de			
	ID(cápsula)	M0 <sup>(2)</sup>	Massa (g)				
	ID(cápsula)	<b>M</b> <sub>D0</sub> <sup>(1)</sup>	Massa (g)	<ul> <li>fibra de vidro com porosidade de 1,2μm, previamente lava calcinada a 550 <sup>0</sup>C, separando-se a parte retida e a percolada.</li> </ul>			rte <b>retida</b> e a parte
	ID(cápsula)	<b>M</b> <sub>D0</sub> <sup>(2)</sup>	Massa (g)				
Amostra Bruta	Volume (L)			Amostra Filtrada	Volume (L)		
Massa da cápsula mais a	ID(cápsula)	<b>M</b> <sub>1</sub> <sup>(1)</sup>	Massa (g)	Massa da cápsula mais a membrana previamente	ID(cápsula)	$\mathbf{M}_{\mathbf{A}}^{(1)}$	Massa (g)
estufa a 105 <sup>0</sup> C (~30horas)	ID(cápsula)	<b>M</b> <sub>1</sub> <sup>(2)</sup>	Massa (g)	calcinada a 550 <sup>0</sup> C (~15minutos)	ID(cápsula)	<b>M</b> <sub>A</sub> <sup>(2)</sup>	Massa (g)
Sólidos Totais (ST)	ST <sup>(1)</sup> (mg/L) (PRIMEIRO)		<b>ST</b> <sup>(2)</sup> (mg/L) (DUPLICATA)	(DUPLICATA) Massa da cápsula mais a amostra retida na mombrana (#1.2) soca	ID(cápsula)	$\mathbf{M}_{\mathbf{B}}^{(1)}$	Massa (g)
Vol. Amostra Bruta(L)				em estufa a 105 <sup>0</sup> C (~30horas)	ID(cápsula)	<b>M</b> <sub>B</sub> <sup>(2)</sup>	Massa (g)
Massa da cápsula mais a amostra, após calcinacão em	ID(cápsula)	<b>M</b> <sub>2</sub> <sup>(1)</sup>	Massa (g)	Sólidos Solúveis Totais (SST)	SST <sup>(1)</sup> (mg/L) (PRI	MEIRO)	<b>SST</b> <sup>(2)</sup> (mg/L) (DUPLICATA)
mufla a 550 <sup>0</sup> C (~15minutos)	ID(capsula)	M <sub>2</sub> <sup>(2)</sup>	Massa (g)	(M <sub>B</sub> - M <sub>A</sub> )*1000 Vol. Amostra Filtr.(L)			
Sólidos Totais Voláteis (STV)		MEIRO)	STV <sup>(2)</sup> (mg/L) (DUPLICATA) amostra retida na membrana (#1,2), calcinada em mufla a 55 <sup>0</sup> C (~15minutos)	Massa da cápsula mais a amostra retida na	ID(cápsula)	<b>M</b> <sub>C</sub> <sup>(1)</sup>	Massa (g)
(M <sub>1</sub> – M <sub>2</sub> )*1000 Vol. Amostra Bruta(L)				membrana (#1,2), calcinada em mufla a 550 <sup>0</sup> C (~15minutos)	ID(cápsula)	<b>M</b> c <sup>(2)</sup>	Massa (g)
Sólidos Totais Fixos (STF) (M <sub>2</sub> – M <sub>0</sub> )*1000 Vol. Amostra Bruta(L)	<b>STF</b> <sup>(1)</sup> (mg/L) (PRIMEIRO)		<b>STF</b> <sup>(2)</sup> (mg/L) (DUPLICATA)	Sólidos Solúveis Fixos (SSF) (M <sub>c</sub> - M <sub>A</sub> )*1000 Vol. Amostra Filtr.(L)	<b>SSF</b> <sup>(1)</sup> (mg/L) (PRIMEIRO)		<b>SSF</b> <sup>(2)</sup> (mg/L) (DUPLICATA)
OBSERVAÇÕES: * Realização do procedimento em duplicata.			Sólidos Solúveis Voláteis (SSV) SSV = SST - SSF	SSV <sup>(1)</sup> (mg/L) (PRIMEIRO) SSV <sup>(2)</sup> (mg/L) (DUPLICATA)		SSV <sup>(2)</sup> (mg/l) (DUPLICATA)	
<ul> <li>* Usar dessecador para ti</li> <li>* Usar balança analítica c</li> </ul>	om precisão o	amostra le 0,1 m	s. g.	Amostra Percolada	Volume (L)		
* A membrana deve ser p	ereviamente la	avada.		Massa da cápsula mais a amostra percolada, após	ID(cápsula)	$\mathbf{M}_{\mathbf{D}}^{(1)}$	Massa (g)
	AMO	STRA	Filtração em membrana de Fibra de Vidro com	secagem em estufa a 105 <sup>0</sup> C ( ~30horas)	ID(cápsula)	<b>M</b> <sub>D</sub> <sup>(2)</sup>	Massa (g)
<u>Secagem</u> a "peso constante" (103-105 °C)	Filtrado		Retido	Massa da cápsula mais a amostra percolada, após	ID(cápsula)	${\bm M}_{\bm E}^{(1)}$	Massa (g)
Se "peso (	ccagem a constante" 180 °C)		"peso constante" (103-105 °C)	calcinação em mufla a 550 <sup>0</sup> C (~15minutos)	ID(cápsula)	$\mathbf{M}_{\mathbf{E}}^{(2)}$	Massa (g)
Sólidos Totais (ST) Calcinação a "peso constante" (550 °C) Fração Voláti Sólidos Volátis (ST) Sólidos Volátis Sólidos Volátis (ST) Sólidos Volátis Sólidos Totais (ST) Sólidos Sólidos Totais (ST) Sólidos Sólidos Totais (ST) Sólidos Sólidos Sólidos Totais (ST) Sólidos Sólidos Sólidos Sólidos Sólidos Sólidos Sólidos Sólidos Sólidos Sólidos Sólidos Sólidos Sólidos Sólidos Sólidos Sólidos Sólidos Sólidos Solidos Solidos Solidos Sólidos Sol		Sólidos Suspensos Totais (SST) <u>Calcinação a</u> reso constante" (S50°C) Fração Volátil Resíduo	Sólidos Dissolv. Totais (SDT) (M <sub>D</sub> - M <sub>D0</sub> )*1000	<b>SDT</b> <sup>(1)</sup> (mg/L) (PRIMEIRO)		<b>SDT</b> <sup>(2)</sup> (mg/L) (DUPLICATA)	
			Vol. Amostra Percol.(L) Sólidos Dissolv. Voláteis (SDV) $(M_D - M_E)*1000$ Vol. Amostra Percol.(L)	SDV <sup>(1)</sup> (mg/L) (PF	IMEIRO)	SDV <sup>(2)</sup> (mg/L) (DUPLICATA)	
		Solidos Solidos Suspensos Suspensos Voláteis Fixos (SSV) (SSF)	Sólidos Dissolv. Fixos (SDF) (M <sub>E</sub> – M <sub>D0</sub> )*1000 Vol. Amostra Percol.(L)	<b>SDF</b> <sup>(1)</sup> (mg/L) (PRIMEIRO)		<b>SDF</b> <sup>(2)</sup> (mg/L) (DUPLICATA)	

# **Apendice B**

### ROTEIRO PARA REALIZAR DETERMINAÇÃO DE SÓLIDOS

#### 1- Separar amostras para análise

1.1- Colocar as amostras, ordenadamente coletadas, sobre a bancada;

1.2- Certificar-se que o volume das amostras será suficiente para todo o ensaio em duplicata (mínimo: 40mL).

#### 2- Realizar o preparo das cápsulas de porcelana para o procedimento

Obs: A mufla (550 °C) e a estufa (105 °C), devem ser ligadas previamente, para atingirem suas respectivas temperaturas, só então devem receber as cápsulas, observando-se o procedimento do item 4.1 (membranas).

2.1- Lavar e identificar todas as cápsulas. Planejar ensaio em duplicata (6 cápsulas.+ 2 membranas);

2.2- Calcinar as cápsulas e membranas em mufla a 550°C durante 15min, de acordo com o item 4.1;

2.3- Desligar mufla e aguardar resfriamento até 150°C, em seguida, transferir as cápsulas para estufa previamente estabilizada em 105°C;

2.4- Após estabilizada a temperatura, transferir as cápsulas para um dessecador com sílica gel, aplicando vácuo, e, aguardar resfriamento até temperatura ambiente;

2.5- Realizar pesagem em balança analítica com precisão de 0,1 mg para determinar a massa das cápsulas vazias e das membranas (Tara) – Mo / Moo / Ma, após, anotar a identificação das cápsulas e as massas (Mo / Moo / Ma) no formulário específico.

#### 3- Determinar os Sólidos Totais

Obs: Esse procedimento poderá ser realizado concomitantemente ao item 4, a fim de agilizar o ensaio e otimizar o uso da mufla e estufa.

3.1- Homogeneizar a amostra e transferir quantitativamente, **15 mL** da amostra bruta para duas cápsulas;

3.2- Colocar as cápsulas mais a amostra bruta na estufa a 105°C por ~30 horas;

3.3- Após estabilizar o peso, retirar as cápsulas da estufa e colocá-las a vácuo no dessecador com sílica gel, até atingir a temperatura ambiente;

3.4- Realizar pesagem em balança analítica com precisão de 0,1 mg para determinar a massa das cápsulas mais amostra bruta seca –  $M_1$ , após, anotar a identificação e as massas ( $M_1$ ) no formulário específico;

3.6- Em seguida, calcinar essas mesmas cápsulas contendo a amostra bruta seca, em mufla a 550°C por 15 minutos. Caso a mufla esteja muito carregada, deixar as cápsulas por 2 horas;

3.7- Desligar a mufla e aguardar resfriamento até 150°C, em seguida, transferir as cápsulas para estufa previamente estabilizada a 105°C;

3.8- Após estabilizada a temperatura, transferir as cápsulas para um dessecador com sílica gel, aplicando vácuo, e, aguardar resfriamento até temperatura ambiente;

3.9- Realizar pesagem em balança analítica com precisão de 0,1 mg para determinar a massa das cápsulas calcinadas mais a amostra bruta –  $M_2$ , após, anotar a identificação das cápsulas e as massas ( $M_2$ ) no formulário específico.

#### 4- Sólidos Suspensos e Dissolvidos

Obs: Esse procedimento poderá ser realizado concomitantemente ao item 3, a fim de agilizar o ensaio e otimizar o uso da mufla e estufa.

#### 4.1- Preparo das membranas em fibra de vidro

4.1.1- Colocar a membrana no sistema de filtração a vácuo e lavar com 3 porções de 20 mL de água destilada, com o sistema ligado;

4.1.2- Transferir as membranas lavadas para as cápsulas e calcinar em mufla a 550°C durante 15min;

4.1.3- Desligar a mufla e aguardar resfriamento até 150°C, em seguida, transferir as cápsulas para estufa previamente estabilizada a 105°C;

4.1.4- Após estabilizada a temperatura, transferir as cápsulas para um dessecador com sílica gel, aplicando vácuo, e, aguardar resfriamento até temperatura ambiente;

4.1.5- Realizar pesagem em balança analítica com precisão de 0,1 mg para determinar a massa das cápsulas calcinadas mais a membrana –  $M_A$ , após, anotar a identificação das cápsulas e as massas ( $M_A$ ) no formulário específico.

#### 4.2- Preparo das Amostras e Determinação de Sólidos Suspensos (Solúveis)

4.2.1- Homogeneizar amostra e filtrar um volume adequado (5 mL), evitando a colmatação da membrana pré calcinada.

Obs: Não descartar a amostra filtrada, pois será utilizada para determinação de sólidos dissolvidos. Quando em duplicata, cuidado para não misturar as amostras percoladas, realizando um procedimento independente para cada membrana.

4.2.2- Após filtração, utilizando uma pinça, transferir a membrana mais o material retido para a cápsula, e secar em estufa a 105°C, até massa constante.

4.2.3- Após estabilizada a temperatura, transferir as cápsulas para um dessecador com sílica gel, aplicando vácuo, e, aguardar resfriamento até temperatura ambiente;

4.2.4- Realizar pesagem em balança analítica com precisão de 0,1 mg para determinar a massa das cápsulas mais a membrana com material retido –  $M_B$ , após, anotar a identificação das cápsulas e as massas ( $M_B$ ) no formulário específico;

4.2.6- Após pesagem, calcinar o conjunto, cápsula, membrana e material retido, em mufla a 550°C durante 15min;

4.2.7- Desligar a mufla e aguardar resfriamento até 150°C, em seguida, transferir as cápsulas para estufa previamente estabilizada a 105°C;

4.2.8- Após estabilizada a temperatura, transferir as cápsulas para um dessecador com sílica gel, aplicando vácuo, e, aguardar resfriamento até temperatura ambiente;

4.2.9- Realizar pesagem em balança analítica com precisão de 0,1 mg para determinar as massas das cápsulas calcinadas mais as membranas e material retido – Mc, após, anotar a identificação das cápsulas e as massas (Mc) no formulário específico.

### 4.3- Preparo das Amostras e Determinação de Sólidos Dissolvidos

Obs: A seguir a amostra percolada na filtração deve ser usada para determinação dos sólidos dissolvidos, após lavagem com água destilada.

4.3.1- Após encerrada a primeira etapa da filtração, fazer 3 lavagens com pequenas porções de água destilada, ainda sob sucção.

4.3.2- Uma vez, que as cápsulas de porcelana estejam preparadas conforme procedimento descrito no item 2, prosseguir com o ensaio;

4.3.3- Homogeneizar a amostra percolada e transferir quantitativamente, 10 mL da amostra para as cápsulas;

4.3.4- Colocar as cápsulas de porcelana mais a amostra percolada na estufa a 105°C por ~30 horas;

4.3.5- Após estabilizar o peso, colocar a vácuo, essas cápsulas no dessecador com sílica gel, até atingir a temperatura ambiente;

4.3.6- Realizar pesagem em balança analítica com precisão de 0,1 mg para determinar a massa das cápsulas mais amostra percolada seca –  $M_D$ , após, anotar a identificação das cápsulas e as massas ( $M_D$ ) no formulário específico.

4.3.8- Em seguida, calcinar essas mesmas cápsulas contendo a amostra percolada seca, em mufla a 550°C por 15 minutos. Caso a mufla esteja carregada, deixar as cápsulas por 2 horas;

4.3.9- Desligar a mufla e aguardar resfriamento até 150°C, em seguida, transferir as cápsulas para estufa previamente estabilizada a 105°C;

4.3.10- Após estabilizada a temperatura, transferir as cápsulas para um dessecador com sílica gel, aplicando vácuo, e, aguardar resfriamento até temperatura ambiente;

4.3.11 - Realizar pesagem em balança analítica com precisão de 0,1 mg para determinar a massa das cápsulas calcinadas mais a amostra percolada – Me, após, anotar a identificação das cápsulas e as massas (Me) no formulário específico.

# **Apêndice** C

### Código de programação em linguagem C

// Carrega bibliotecas carregadas
#include <SPI.h>
#include <Nanoshield\_LoadCell.h>
#include <Nanoshield\_ADC.h>
#include <OneWire.h>
#include <OneWire.h>
#include <DB3231.h>
#include <DB722.h>
#include <Nanoshield\_LCD.h> Nanoshield\_LCD lcd; #define DHT22\_PIN 7
DS3231 rtc(SDA, SCL); // configura pinos do RTC Hardware
DHT22 myDHT22(DHT22\_PIN); // Declara variaveis para controle de envio de dados pela porta USB #define Freq\_envio 594000 // variavel auxiliar(frequencia de envio de dados >40300)(600500)(58316) // Declara variaveis de mã;ximo(capacidade e seguranã§a) na geraã§ã£o do Biogã;s (novo ciclo) float Press\_Max = 0.5; // bar
float Volume\_Max = 1800; // cm3 // Declara variaveis para endereçamento da placa de leitura 4-20mA dos sensores NDIR de CH4 e CO2 Nanoshield\_ADC adc; // Prepara a célula de carga para 5000g com sensibilidade de 1.05V/V Nanoshield LoadCell loadCell (5000,1.05); // Declara variaveis para aviso(beep) da agenda de an $\tilde{\rm A}_1$ lises a serem feitas void verifica\_Agenda(); // Declara vari $\tilde{A}_i\,vel$  de temperatura do biog $\tilde{A}_i\,s$  no sistema float Temp\_DHT22 = 0; // Declara variaveis para envio de dados para porta serial(excel)
unsigned long referencia Tempo = 0; // variavel auxiliar(referencia contador "millis()")
unsigned long ult\_Envio = 0; // variavel auxiliar(Actima leitura do tempo) // Declara variaveis globais que estÃfo sendo analisadas no sistema (exibidas no LCD) // Declara v
float Prs;
float Vol;
float Temp;
float Umid;
float CH4;
float CO2;
float H2S;
float Fluxo; void setup() // ConfiguraÅ\$Åfo do envio de dados para a porta serial (excel) Serial.begin(9600); // inicializa porta serial referencia\_Tempo = 0; // garantir que a avariavel esteja zerada(frequencia de envio) ult\_Envio = 0; // garantir que a avariavel esteja zerada(frequencia de envio) Serial.println("CLEARDATA"); // Rest da comunicaÅ\$Åto serial Serial.println("LABEL,Hora,Data,Pressao(Bar),Volume (cm3),Temp(C),Umid(%),CH4(%),CO2(%),H2S(\*),Fluxo(mL/min)"); // Nomeia as colunas no Excel // Configuração do LCD (Liquid Cristal Display) lcd.begin(); lcd.noBacklight(); // Imprime a logo do biorreator no LCD logoLCD LM(); onfiguraĂŞĂfo do funcionamento da caixa de amostragem do biogas pinMode (pump\_gas,OUTPUT); // define o rele da bomba de gas como pino de saĂda pinMode (valvula\_v1,OUTPUT); // define o rele da solenĂ'ide(V1) de amostragem do biogas como pino de saĂda pinMode (valvula\_v2,OUTPUT); // define o rele da solenĂ'ide(V2) de amostragem do biogas como pino de saĀda pinMode (valvula\_v2,OUTPUT); // define o rele da solenĂ'ide(V4) de amostragem do biogas como pino de saĀda pinMode (valvula\_v2,OUTPUT); // define o rele da solenĂ'ide(V4) de amostragem do biogas como pino de saĀda digitalWrite (pump\_ga,HIGH); // garantir rele da solenĂ'ide(V1) de amostragem do biogas como desligado ao iniciar digitalWrite (valvula\_v2,HIGH); // garantir rele da solenĂ'ide(V2) de amostragem do biogas como desligado ao iniciar digitalWrite (valvula\_v2,HIGH); // garantir rele da solenĂ'ide(V2) de amostragem do biogas como desligado ao iniciar digitalWrite (valvula\_v2,HIGH); // garantir rele da solenĂ'ide(V2) de amostragem do biogas como desligado ao iniciar digitalWrite (valvula\_v2,HIGH); // garantir rele da solenĂ'ide(V3) de amostragem do biogas como desligado ao iniciar digitalWrite (valvula\_v3,HIGH); // garantir rele da solenĂ'ide(V3) de amostragem do biogas como desligado ao iniciar digitalWrite (valvula\_v3,HIGH); // garantir rele desligado ao iniciar(invertido para "LOW devido ao RSS) // Configuração do funcionamento da caixa de amostragem do biogas utgltatWrite (Valv\_inima\_V4;DuN); // grantLif Fele desligado ao inic // ConfiguraÅ\$ÅLo do funcionamento do buzzer (beep) pinMode(6,0TPUT); // pino do buzzer digitalWrite(6,HIGH); // Inicia o buzzer desligado // ConfiguraÅ\$ÅLo do funcionamento do canal 4-20mA com ganho de resoluÅ\$ÅLo adc.begin(); // Initializa o objeto da biblioteca // ConfiguraÅ\$ÅLo do funcionamento do canal 4-20mA com ganho de resoluÅ\$ÅLo adc.begin(); // Initializa o objeto da biblioteca // ConfiguraÅ\$ÅLo do funcionamento do canal 4-20mA com ganho de resoluÅ\$ÅLo adc.begin(); // ConfiguraÅ\$ÅLo inicializaÅ\$ÅLo do funcionamento da cÅ©lula de carga loadCell.begin(); // Calibra e ajusta o valor atual como inicial(zera o peso)(tara) while (!loadCell.updated()); loadCell.setZero();

void loop() { // Verifica de o sistema entrou em v $\lambda_i$ cuo e bloqueia at $\lambda_0$  a press $\lambda_0$  ficar positiva verifica\_Vacuo(); // Exibe no LCD as vari $\tilde{A}_i$  veis do  $\tilde{A}^\circ$  ltimo registro imprimeLCD\_RESULT(); // Testa se A© tempo de realizar leituras e registrar os dados referencia\_Tempo = millis(); // le a referencia de tempo if (referencia\_Tempo >= (ult\_Envio + Freq\_envio) or le\_Press() >= Press\_Max or le\_Balanca() >= Volume\_Max) // Injeta BiogÅ;s no analisador // Aguarda as leituras dos sensores apÅ\*s estabilizarem // Testa sensor de umidade e temperatura // Recupera status de erro do sensor de umidade e temperatura // Recupera status de erro do sensor de umidade e temperatura // Recupera status de erro do sensor de umidade e temperatura // FunÅ\$£0 que envia dados pela serial // FunÅ\$£0 que envia dados pela serial // Manipula variÅ;vel de tempo de reenvio dos dados // Limpa a cÅulula do analisador // Exibe no LCD as variÅ;veis da anÅ;lise corrente injeta\_Gas(); injeta\_Gas(); delay (2000); DHT22\_ERROR\_t errorCode; errorCode = myDHT22.readData(); Temp\_DHT22\_E myDHT22.readData(); envia\_Dados(); ult\_Envio = referencia\_Tempo; //purga\_Gas(); imprimeLCD\_RESULT(); // Verifica o ponto mÃ;ximo de BiogÃ;s gerado num ciclo de batelada, aliviando o sistema verifica\_MaxGas(); // Verifica a agenda do sistema
 verifica\_Agenda(); } { // Limpa o LCD e ajusta as posições onde imprimir(inicio) lcd.clear(); lcd.setCursor(0, 0); lcd.setCursor(0, 0); lcd.setCursor(12, 0); lcd.setCursor(12, 0); lcd.print("Press(Har):") lcd.setCursor(12, 0); lcd.print(Prs,2); lcd.print(Vol,2); lcd.print(Vol,2); lcd.print(Vol,2); delay(3500); lcd.setCursor(0, 0); lcd.setCursor(0, 0); lcd.setCursor(1, 0); lcd.setCursor(1, 0); lcd.print("Temp(2); lcd.setCursor(1, 1); lcd.print(Temp,2); lcd.setCursor(1, 1); lcd.print(Umid(%):"); lcd.setCursor(1, 1); lcd.setCursor(0, 0); lcd.clear(); lcd.setCursor(0, 0); lcd.setCursor(0, 0); lcd.setCursor(10, 0); lcd.setCursor(0, 1); lcd.setCursor(0, 1); lcd.setCursor(0, 1); lcd.setCursor(0, 1); lcd.setCursor(0, 1); lcd.print(C02,2); delay(3500); lcd.clear(); lcd.setCursor(0, 0); lcd.print(Temp,2); lcd.setCursor(0, 0); lcd.print(Temp,2); lcd.setCursor(0, 0); lcd.print(Har,2); lcd.setCursor(0, 0); lcd.print(Har,2); lcd.setCursor(0, 1); lcd.print(Har,2); lcd.setCursor(0, 1); lcd.print(Temp,2); lcd.setCursor(0, 1); lcd.print(Temp,2); lcd.setCursor(0, 1); lcd.print(Temp,2); lcd.setCursor(0, 1); lcd.print(Temp,2); lcd.print("Fix(mL/M): lcd.setCursor(10, 1); lcd.print(Flux0,2); delay(3500); logoLCD\_LM(); delay(3500); } void logoLCD\_LM() // FunŧÅ£o que escreve a logomarca do biorreator no LCD B11000, B11000, B11000, в11000, B11111, B11111.}; // Define caracteres especiais (M-parte esquerda)
byte m1[8] = { в10000, B11000. B11100, B11111. B11011, B11000. B11000 Bil000, }; Bil000, }; // Define cara byte m2[8] = { B00001, B00011, B00111, caracteres especiais (M-parte direita) B00111, B11011, B10011, B00011, B00011,; V Imprime caracteres especiais lcd.createChar(0, 1); lcd.createChar(1, m); lcd.createChar(2, m2); / Limpa o LCD e ajusta as posiŧŵes onde imprimir(inicio) lcd.lear(); lcd.setCursor(0, 0);

```
lcd.write(0):
lcd.write(0);
lcd.write(1);
lcd.write(2);
/ Imprime os caracteres normais
lcd.print(" Luciano Melo");
lcd.setCursor(0, 1);
lcd.print("BIORREATOR-LCEM");
```

```
{
    for (int i = 0; i <= 3; i++) {
        digitalWrite(6,LOW);
        delay(400);
        digitalWrite(6,HIGH);
        delay(800);
        digitalWrite(6,LOW);
        delay(100);
        digitalWrite(6,HIGH);
    }
}</pre>
              digitalWrite (valv_linha_v4,HIGH);
                                                          // Fecha vÃ;lvula da linha(invertido para HIGH devido ao RSS)
              // Abre a vÃ;lvula da cabeça da garrafa de Mariotte(libera o biogÃ;s)
                     delay(400);
digitalWrite(6,HIGH);
                      delay(800);
digitalWrite(6,LOW);
                     delay(100);
digitalWrite(6,HIGH);
              while (le_Balanca() > 0.0)
               digitalWrite (valv_Mariote_v5,HIGH); // Permanece com a vÅ;lvula da cabeŧa da garrafa de Mariotte aberta(libera o biogÅ;s)
               }
digitalWrite (valv_Mariote_v5,LOW); // Fecha a vå;lvula da cabeå§a da garrafa de Mariote(inåcio de novo ciclo)
               delay (50);
digitalWrite (valv_linha_v4,LOW);
                                                       // Abre vÃ;lvula da linha(invertido para HIGH devido ao RSS)
         if (le_Balanca() >= Volume_Max)
              for (int i = 0; i <= 3; i++) {
    digitalWrite(6,LOW);
    delay(400);
    digitalWrite(6,HIGH);</pre>
                     delay(800);
digitalWrite(6,LOW);
delay(100);
digitalWrite(6,HIGH);
               digitalWrite (valv_linha_v4,HIGH);
                                                         // Fecha vÃ;lvula da linha(invertido para HIGH devido ao RSS)
               digitalWrite (valv_inno_...,
delay (50);
digitalWrite (valv_Mariote_v5,HIGH); // Abre a vÅ;lvula da cabeŧa da garrafa de Mariote(libera o biogÅ;s)
while (le_Balanca() > 0.0)
               digitalWrite (valv_Mariote_v5,HIGH);
                                                            // Permanece com a v\tilde{A}_ilvula da cabe\tilde{A}a da garrafa de Mariotte aberta(libera o biog\tilde{A}_is)
               }
for (int i = 0; i <= 3; i++) {
    digitalWrite(6,LOW);
    delay(400);
    digitalWrite(6,HIGH);
    delay(800);
    digitalWrite(6,LOW);
    delay(100);
    digitalWrite(6,HIGH);
}</pre>
              digitalWrite (valv_Mariote_v5,LOW); // Fecha a vÅ;lvula da cabeŧa da garrafa de Mariote(inÅcio de novo ciclo)
              delay (50);
digitalWrite (valv_linha_v4,LOW);
                                                       // Abre vÃ;lvula da linha(invertido para HIGH devido ao RSS)
```

{ // Testa pressÃto na linha e verifica se o sistema estÃ; em vÃ;cuo while (le\_Press() < 0)

{
 for (int i = 0; i <= 3; i++) {
 digitalWrite(6,LOW);
 }
}</pre> delay(400); digitalWrite(6,HIGH); delay(800); digitalWrite(6,LOW); delay(100); digitalWrite(6,HIGH); digitalWrite (valv\_linha\_v4,HIGH); for (int i = 0; i <= 3; i++) { digitalWrite(6,LOW); // Fecha vÃ;lvula da linha(invertido para HIGH devido ao RSS) delay(400); digitalWrite(6,HIGH); delay(800); digitalWrite(6,LOW); delay(100); digitalWrite(6,HIGH); 3 // Imprime mensagem no LCD
 lcd.clear();
 lcd.print("ATENCAO !!!!");
 lcd.setCursor(0, 1);
 lcd.print("SISTEMA EM VACUO");
} digitalWrite (valv\_linha\_v4,LOW); // Abre vÃ;lvula da linha(invertido para HIGH devido ao RSS) 

```
(
// Realiza o envio frequente dos dados pela porta serial para registro
// Realiza o envio frequente dos dados pela porta serial para registro
Serial.print("NDR,"); // Inicia a impresÅfo de dados, sempre sobrep
Serial.print("c.getDateStr()); // Envia hora em que os dados foram coletados
Serial.print(",");
```

sobrepondo do inÃcio

```
Prs = le_Press();
Serial.print("");
Vol = le Balanca();
Serial.print(",");
Temp = Temp DHT22;
Serial.print("Cmp,2); // Envia o volume de gÅ;s naquele instante
Serial.print("mp,2); // Envia a temperatura do gÅ;s no sistema
Serial.print("");
Unid = myDHT22;getHumidity();
Serial.print("");
CH4 = le Sensor CH4();
Serial.print(",");
CM4 = le Sensor CH4();
Serial.print(",");
CO2 = le Sensor CO2();
Serial.print(",");
RC3 = Le Sensor CC3();
Serial.print(",");
RC3 = Le Sensor RE3();
Serial.print(",");
Fluxo = Le Fluxo BioGas();
Serial.print(Fluxo,2); // Envia o fluxo de biogÅ;s (L/min)
```

}

```
// Declara variÃ;veis para o agendamento dos eventos
                     String Data_Adgendada;
String Data_Atual;
String Hora_Atual;
String Hora_Auxiliar = " ";
String Hora_Inteira; // = Hora_Atual.substring(0,4);
String Hora Inteirs; // = Hora Atual.substring(0,4);
int Cont_Beep;
String Agenda[]="10.10.2016", "11.10.2016", "12.10.2016", "13.10.2016", "14.10.2016", "21.10.2016");
int n = 6; // NA®mero de elementos do vetor "Agenda[]"
// Prepara variAjveis para atualizaA§A£to de data e hora para agendamentos
Hora Atual = rtc.getTimeStr();
Data Atual = rtc.getDateStr();
Hora Inteira = Hora Atual.substring(0,4);
// Verifica as datas agendadas ē emite aviso sonoro
for (int i=0; isn; i++) {
Data Agendada = String(Agenda[i]);
if (Data Atual == Data Agendada) {
if (Hora_Inteira != Hora Auxiliar) {
if (Hora_Inteira != Hora Auxiliar) {
if (Cont_Beep < 10) {
digitalWrite(6,LOW);
delay(400);
                                    delay(400);
digitalWrite(6,HIGH);
                                    delay(800);
digitalWrite(6,LOW);
                                digitalWrite(6,LOW);
delay(100);
digitalWrite(6,HIGH);
Cont_Beep = Cont_Beep + 1;
                          else
                               Hora_Auxiliar = Hora_Inteira;
Cont_Beep = 0;
                                }
                          }
 {
    // Ajusta sv&;lvulas para funcionamento da inje&$%fo de biogÅ;s
    digitalWrite (valv_linha_v4,HIGH);// Pecha valvula da linha(invertido para HIGH devido ao RSS)
    delay (50);
// Testa pressÅto na linha e admite amostra de biogÅ;s
    if (le_Press() <= 0.05)
    //
</pre>
                        digitalWrite (valvula_v1,LOW);
                                                                                          // depende da pressão (ajustar tempo para baixa(N_0) pressão)
                        delay (100);
digitalWrite (pump_gas,LOW);
                       digitalWrite (pump_gas,usn);
digitalWrite (valvula_vl,HIGH);
digitalWrite (valvula_v3,LOW);
delay (100);
digitalWrite (valvula_v3,HIGH);
digitalWrite (pump_gas,HIGH);
                                                                                        // depende da pressão (ajustar tempo para baixa(N_0) pressão)
                                                                                           // depende da pressÃ<br/>fo (ajustar tempo para sucçÃ<br/>fo em baixa(N_0) pressÃfo)
               }
if (le_Press() > 0.05 and le_Press() <= 0.1){
    digitalWrite (valvula_v1,LOW);</pre>
                                                                                 // depende da pressão (ajustar tempo para baixa(N_1) pressão)
                        delay (100);
digitalWrite (pump_gas,LOW);
                       delay (1000);
digitalWrite (valvula_v1,HIGH);
digitalWrite (valvula_v3,LOW);
                                                                                   // depende da pressão (ajustar tempo para baixa(N 1) pressão)
                       delay (70);
digitalWrite (valvula_v3,HIGH);
digitalWrite (pump_gas,HIGH);
                                                                                  // depende da pressão (ajustar tempo para sucção em baixa(N 1) pressão)
               if (le_Press() > 0.1 and le_Press() <= 0.4) {
    digitalWrite (valvula v1,LOW);</pre>
                                                                                  // depende da pressão (ajustar tempo para baixa(N 4) pressão)
                        delay (70);
digitalWrite (pump gas,LOW);
                       delay (500);
digitalWrite (valvula_v1,HIGH);
digitalWrite (valvula_v3,LOW);
                                                                                  // depende da pressão (ajustar tempo para baixa(N 4) pressão)
                       delay (50);
digitalWrite (valvula_v3,HIGH);
digitalWrite (pump_gas,HIGH);
                                                                                  // depende da pressão (ajustar tempo para sucção em baixa(N 4) pressão)
               }
if (le_Press() > 0.4 and le_Press() <= 0.6){
    digitalWrite (valvula_v1,LOW);
    (/ download)</pre>
                       delay (30);
digitalWrite (pump_gas,LOW);
                                                                                  // depende da pressão (ajustar tempo para baixa(N 6) pressão)
                       digitalWrite (pump_gas,Luw);
delay (500);
digitalWrite (valvula_v1,HIGH);
digitalWrite (valvula_v3,LOW);
delay (30);
digitalWrite (valvula_v3,HIGH);
digitalWrite (pump_gas,HIGH);
\
                                                                                  // depende da pressão (ajustar tempo para baixa(N_6) pressão)
                                                                                  // depende da pressão (ajustar tempo para sucção em baixa(N 6) pressão)
               } } (le Press() > 0.6 and le Press() <= 0.8) {
    dIgitalWrite (valvula_vl,LOW);
    delay (10); // deg
    digitalWrite (pump_gas,LOW);
    delay (500); // deg</pre>
                                                                                  // depende da pressão (ajustar tempo para baixa(N_8) pressão)
                                                                                  // depende da pressão (ajustar tempo para baixa(N_8) pressão)
```
```
digitalWrite (valvula_v1,HIGH);
digitalWrite (valvula_v3,LOW);
delay (10);
digitalWrite (valvula_v3,HIGH);
digitalWrite (pump_gas,HIGH);
                                                                                      // depende da pressÃ<br/>fo (ajustar tempo para sucçÃ<br/>fo em baixa(N_8) pressÃ<br/>fo)
               if (le_Press() > 0.8)
                         digitalWrite (valvula_v1,LOW);
                        digitalWrite (valvula_vl,LOW);
delay (10);
delay (20);
delay (200);
digitalWrite (valvula_vl,HIGH);
digitalWrite (valvula_v3,LOW);
delay (10);
digitalWrite (valvula_v3,HIGH);
digitalWrite (pump_gas,HIGH);
}
                                                                                              // depende da pressão (ajustar tempo para média(M_8) pressão)
                                                                                           // depende da pressão (ajustar tempo para média(M_8) pressão)
                                                                                               // depende da pressão (ajustar tempo para sucção em média(M 8) pressão)
                        digitalWrite (valv_linha_v4,LOW);
                                                                                               // Libera fluxo na linha(invertido para LOW devido ao RSS)
 // Declara variĂ;veis para o sensor de PressĂfo no sistema
int pinoPress = A0; // pino da leitura do sensor de pessĂfo(analĂ²gico)
float valorLido_Press; // variĂ;vel que receber o valor do sensor (nome ?????)
float pressao_Linha; // presĂfo na linha do sistema (calculada)
// Realiza leituras da PressĂfo no sistema
valorLido_Press = analogRead(pinoPress); // faz a leitura do sensor de pressĂfo (nome????)
pressao_Linha = (0.0005'valorLido Press) - 0.0319; // Aplica a curva de calibraĂ$Ăfo para determinar a pressĂfo no sistema
/*if (pressao_Linha < 0) // Evita o registro de pressĂfo negativa (imprecisĂfo e incoerĂ*ncia)</pre>
                  pressao_Linha = 0;
                //return valorLido Press;
               return pressao_Linha;
 // Declara variaveis para leitura do sensor de ultrassom
// Declara variaveis para leitura do sensor de ultrassom
int gatilho = 10; // pino TRIGER do sensor ultrassonico(digital)
int echo = 11; // pino ECHO do sensor ultrassonico (digital)
float tempo Ultrasson; // tempo de ida e volta do sinal ultrassonico
float distancia_cm; // leitura da distancia(cm)(ultrassonico)
float leitura media=0; // media das leituras(cm)
// ConfiguraA$A£o do funcionamento do sensor ultrassonico
pinMode(11,0UTPUT); // configura pino GATILHO como saida
digitalNwrite(11,LON); // deixa pino em LOW
delayMicroseconds(20); // aguarda
pinMode(10,INPUT); // configura pino ECEO como entrada
// Realiza leitura das distancias e registra cada uma no vetor "leituras[Dim_Vetor]"
for ( cont_leit = 0; cont_leit < Dim_Vetor; cont_leit++)
{
                      digitalWrite(gatilho, HIGH); // disparar pulso ultrassonico
delayMicroseconds(10); // aguarda
digitalWrite(gatilho, LOW); // desliga pulso ultrassonico
tempo_Ultrssom = pulseIn(echo, HIGH); // mede tempo(ida/volta) pulso ultrassĂ´nico
distancia_cm = tempo_Ultrssom/29.4/2; // calcula distAĉncia (centAmetros)
leituras[cont_leit] = distancia_cm; // atribuir distancias lidas ao vetor
delay(20);
// Realiza ordenamento dos valores registrados no vetor "leituras[Dim_Vetor]"
    for ( int i = 0; i < Dim_Vetor; i++)</pre>
                  {
for ( int j = i+1; j < Dim_Vetor; j++)
                     {
if (leituras[i]>leituras[j])
                              aux ordem=leituras[i];
                             leituras[i]=leituras[j];
leituras[j]=aux_ordem;
                         }
                  }
// Desconsidera os maiores e menores valores do vetor "leituras[Dim_Vetor]" e calcula a media
for ( int k = Dim_Vetor-(Dim_Vetor-(Cortes/2)); k < (Dim_Vetor)-(Cortes/2);k++)</pre>
                 {
  leit_acum += leituras[k];
                   leitura_media = (leit_acum / (Dim_Vetor-Cortes));
                   leit_acum = 0;
return leitura_media;
 }*/
 concentra H2S = 0;
                //return valorLido_MQ136;
return concentra H2S;
 float le_Sensor_CH4()
// Declara variă;veis para o sensor de Metano(CH4)
int channel A0 = 0;
float valorLido MQ4; // variă;vel que receber o valor do sensor MQ4
float concentra[CH4; // concetraçĂ£o de metano na cĂ©lula (calculada)
// Realiza leituras da concentraçĂ£o de Metano(CH4)
valorLido MQ4 = adc.readto20mA(channel A0);
concentra_CH4 = (6.2482*valorLido_MQ4)-25.121; // Aplica a curva de calibraçĂ£o para determinar a concentraçĂ£o de CH4
if (concentra_CH4 < 0) // Evita o registro de concentraçĂ£o negativa (imprecisĂ£o e incoerĂ*ncia)
{</pre>
                   concentra CH4 = 0;
                //return valorLido_MQ4;
return concentra_CH4;
```

```
{ // Declara variă;veis para o sensor de Diă*xido de Carbono(CO2)
    int channel al = 1;
    float valorLido_MG811,    // variă;vel que receber o valor do sensor MG811
    float concentra[CO2;    // concetraĂ$Ă£o de CO2 na cĂ@lula (calculada)
    // Realiza leituras da concentraĂ$Ă£o de Dioxido de Carbono(CO2)
    valorLido_MG811 = adc.read4to20mA(channel al);
    concentra_CO2 = (6.2566*valorLido_MG811)-25.101;    // Aplica a curva de calibraĂ$Ă£o para determinar a concentraĂ$Ă£o de CO2
    if (concentra_CO2 < 0) // Evita o registro de concentraĂ$Ă£o negativa (imprecisĂ£o e incoerĂ*ncia))
    {
              concentra_CO2 = 0;
            return concentra_CO2;
//return valorLido_MG811;
 delay (SO);
digitalWrite (valvula_v3,LOW);
digitalWrite (valvula_v3,LOW);
delay (SO);
digitalWrite (pump_gas,LOW);
delay (28000);// 21mL(entrada da limpeza); 18,33mL(sucÄ$Å£o gas)27550
digitalWrite (valvula_v2,HIGH);
digitalWrite (valvula_v3,HIGH);
 // Declara variā;veis para o sensor de Fluxo de Biogā;s
// Declara variā;veis para o sensor de Fluxo de Biogā;s
int pino_F1022 = A3; // pino da leitura do sensor F1022 (analogico)
float valorLido_F1022; // variā;vel que receber o valor do sensor F1022
fluxo Biogas; // fluxo do biogā;s no sistema em um determinado instante(calculado)
// Realiza leituras do fluxo na linha
valorLido_F1022 = analogRead(pino_F1022);
fluxo_Biogas = (0.1994*valorLido_F1022);
if (fluxo_Biogas < 0)
// Evita o registro de fluxo negativo (imprecisāto e incoerā*ncia))
</pre>
              fluxo Biogas = 0;
            return fluxo_Biogas;
//return valorLido_F1022;
 3
1
// Declara variã;veis para a cã©lula de carga da balanã§a
volume_Balanca = 0;
            return volume_Balanca;
 }
```