

## DETERMINAÇÃO DE CARBONO POR DIFERENTES MÉTODOS ANALÍTICOS EM PROCESSO DE COMPOSTAGEM COM LODO AGROINDUSTRIAL

GIULIA VERRUCK TORTOLA<sup>1</sup>; LUCAS LOURENÇO CASTIGLIONI GUIDONI<sup>2</sup>;  
OTÁVIO AFONSO BITENCOURT<sup>3</sup>; GABRIEL AFONSO MARTINS<sup>4</sup>; LUCIARA  
BILHALVA CORRÊA<sup>5</sup>; ÉRICO KUNDE CORREA<sup>6</sup>

<sup>1</sup>Universidade Federal de Pelotas – giuliaverruck@gmail.com

<sup>2</sup>Universidade Federal de Pelotas – lucaslcg@gmail.com

<sup>3</sup>Universidade Federal de Pelotas – otavio\_afonsobi@hotmail.com

<sup>4</sup>Universidade Federal de Pelotas – gabrimartins1@hotmail.com

<sup>5</sup>Universidade Federal de Pelotas – luciarabc@gmail.com

<sup>6</sup>Universidade Federal de Pelotas – ericokundecorrea@yahoo.com.br

### 1. INTRODUÇÃO

Com o crescimento da população, bem como o aumento do consumo de alimentos e bens de consumo, existe também o aumento na geração de resíduos sólidos. A falta de gerenciamento desses materiais chama atenção potencial de impactos ambientais no ambiente (BRAGA et al., 2002). O descarte incorreto dos resíduos leva a um desperdício de matéria prima e recursos naturais, como também pode causar contaminação dos ambientes (ORRICO et al., 2010).

Em relação aos resíduos sólidos orgânicos, diferentes tipos de materiais são gerados por fontes distintas, como sobra de alimentos dos domicílios e estabelecimentos, lodos de estações de tratamento, e outros materiais de origem vegetal e animal da agroindústria que necessitam de gerenciamento. Para esses materiais uma das alternativas é a reciclagem dos nutrientes pela compostagem, que através de processo biotecnológico (RUSSO, 2003). Esse processo consiste na transformação dos resíduos orgânicos em composto agrícolas por ação de microrganismos, que metabolicamente consomem a matéria orgânica e liberam principalmente CO<sub>2</sub> e H<sub>2</sub>O (CORRÊA et al., 2012).

Na compostagem os microrganismos utilizam carbono (C) como fonte de energia e nitrogênio (N) para síntese de proteínas, sendo o acompanhamento da relação C/N um dos principais parâmetros de acompanhamento dos estágios do processo (SHARMA et. Al., 1997).

Para análise de Carbono Orgânico Total um dos métodos mais comuns é o método de Walkley-Black, onde o carbono orgânico é oxidado a CO<sub>2</sub> pelo ácido sulfocrômico produzido através da reação entre K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> (Dicromato de Potássio) e H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (Ácido Sulfúrico), colocados em contato com amostra (GATTO et al., 2009). O calor gerado pela reação, aumenta o poder oxidante do ácido. Os métodos possuem variação principalmente quanto ao aquecimento dependendo da amostra utilizada, como solo, resíduos ou compostos orgânicos organominerais (TEDESCO, 1995).

O método da Mufla ou Cinzas também pode ser utilizado na determinação de carbono total da amostra (KIHIL, 2004). Nesse método de combustão o material é dividido em duas frações, a inorgânica e a orgânica (MO), no qual a fração orgânica é dividida por fator de conversão para se obter o valor estimado de carbono total (SUGUIO, 1973).

Diante das variações existem para determinação do carbono e a busca de otimização das práticas laboratoriais, o objetivo desse trabalho foi comparar diferentes métodos de determinação de carbono em amostras de estágios distintos de compostagem.

## 2. METODOLOGIA

O trabalho foi conduzido no Laboratório do NEPERS (Núcleo de Educação e Extensão em Resíduos e Sustentabilidade) da Universidade Federal de Pelotas.

Os métodos de determinação comparados foram Walkley-Black com aquecimento (WBC), Walkley-Black sem aquecimento (WBS) e o Método da Mufla (MM), conduzidos sempre em triplicata.

Foram utilizadas amostras de material em degradação de duas leiras de compostagem idênticas, constituídas de lodo de estação de tratamento de efluente, proveniente de uma indústria de processamento de proteína animal, misturado com serragem. Ao total foram analisadas 14 amostras, proveniente de sete coletas, com intervalo de 20 dias entre si, sendo a primeira (Coleta 1) no início do processo de compostagem e a última (Coleta 7) ao final de 120 dias.

No método WBS, 0,1 g das amostras previamente secas e peneiradas a 0,50mm, são adicionadas a 15 ml de Dicromato de Potássio, e na capela é adicionado 20 ml de Ácido Sulfúrico e agitado levemente. Após 15 minutos de digestão, são adicionados 100 ml de água destilada logo e em seguida indicador fenolftaleína, para titulação com sulfato ferroso, onde a mistura muda de cor de roxo para verde.

No método WBC o procedimento é o mesmo, entretanto após a adição do Ácido Sulfúrico a solução é aquecida por 1 minuto em bico de Bunsen (TEDESCO, 1995). Após o resfriamento da amostra o excesso de  $K_2Cr_2O_7$  é determinado por titulação com  $FeSO_4$ . Tanto para WBS e WBC o cálculo foi realizado conforme a equação 1:

$$\%C = \frac{(C3 \times V3) - (C4 \times V4)}{MSS} \times 0,003 \times 100 \times 1,12 \quad (\text{Eq. 1})$$

onde C3 = concentração  $K_2Cr_2O_7$ ; V3 = volume de  $K_2Cr_2O_7$ ; C4 = concentração  $FeSO_4$ ; V4 = volume de  $FeSO_4$  gasto na titulação; e MSS = massa seca da amostra.

No método da Mufla é realizado a secagem inicial de 2 gramas de amostra, o peso seco conhecido é queimado em forno por 4h a 550°C (AOAC, 1995) e o resultado expresso a partir da diferença do peso inicial e final, sendo considerado as cinzas que sobram no cadinho a matéria mineral, e o peso perdido por volatilização a matéria orgânica. Por fim, o teor de matéria orgânica é então dividido pelo fator de correção, que pode variar conforme o tipo de material, sendo no presente caso adotado 2,2, conforme recomendado por CARMO; SILVA (2012) especificamente para resíduos orgânicos.

Para análise dos dados foi atendido aos pressupostos normalidade. Em seguida, os resultados obtidos pelos diferentes métodos de determinação de carbono, em cada coleta, foram submetidos a análise de variância e comparação de médias por teste de Tukey à 95% de confiança.

## 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

As médias dos teores determinados pelas três métodos foram apresentados na Tabela 1. O carbono orgânico total estimado pelo método WBC se aproximou do comportamento típico esperado no processo de compostagem, onde há consumo intenso de carbono, principalmente nos estágios iniciais.

Tabela 1 - Teores de carbono médio\* obtido por Walkley-Black com aquecimento (WBC), Walkley-Black sem aquecimento (WBS) e o Método da Mufla.

Coleta	WBC	WBS	Método da Mufla	CV (%)
1	49,87 <sup>a</sup>	36,76 <sup>b</sup>	44,44 <sup>ab</sup>	12,66
2	42,01 <sup>a</sup>	34,78 <sup>b</sup>	44,12 <sup>a</sup>	8,52
3	41,08 <sup>a</sup>	32,54 <sup>b</sup>	43,64 <sup>a</sup>	10,35
4	37,46 <sup>a</sup>	39,22 <sup>a</sup>	41,23 <sup>b</sup>	7,45
5	35,92 <sup>a</sup>	36,75 <sup>a</sup>	42,79 <sup>b</sup>	5,13
6	34,24 <sup>a</sup>	42,73 <sup>b</sup>	42,76 <sup>b</sup>	5,25
7	29,87 <sup>a</sup>	37,86 <sup>b</sup>	42,73 <sup>c</sup>	6,73

\*Leira de compostagem em duplicata; análises em triplicata. a,b, c - Médias acompanhadas por letras minúsculas diferentes nas colunas diferem entre si ( $p < 0.05$ ). CV = Coeficiente de variação.

Foi detectado semelhança entre os métodos WBC e Método da Mufla no estágios iniciais (Coletas 1, 2 e 3), onde não houve diferença estatística entre as médias desses dois métodos ( $p > 0.05$ ). O mesmo acontece para o método WBC e WBS no estágio intermediário (Coletas 4 e 5). Enquanto nos estágios mais avançados (Coletas 6 e 7) o método WBC foi diferente dos demais ( $p < 0.05$ ).

Isso se deve ao fato de que o dicromato de potássio e o agente oxidante iniciam sua decomposição à 160°C, logo o controle de temperatura é de suma importância, para que não hajam falhas na determinação do carbono (CIAVATTA et al., 1989). ABREU et al. (2006) ressalta que 10 minutos são suficientes para reagir com a maior parte do CO da amostra. E ainda, em relação ao método de combustão, ele pode ser superestimado, devido ao fato de se basear na diferença de massa em temperatura de incineração, que é considerada como Matéria Orgânica (MO) incluindo substâncias inorgânicas (RODELLA; ALCARDE, 1994, LEONG ; TANNER, 1999).

No método da Mufla os teores atingiram médias máximas ou equivalentes aos demais métodos em todas as coletas. Isso é explicado considerando que nesse procedimento o carbono oxidado a alta temperatura volatiliza também parte da fração mineral, e dessa foram, o resultado final pode incluir o teor de matéria orgânica de difícil biodegradabilidade, também chamada de matéria orgânica resistente a compostagem (KIHLEL, 2004).

O método WBS subestimou os teores de carbono nas três primeiras coletas em relação aos demais métodos, indicando que o calor fornecido apenas pela reação não foi suficiente para consumir todo carbono orgânico existente na amostra.

#### 4. CONCLUSÕES

O método da mufla pode ser utilizado na determinação de Carbono Total das amostras, principalmente para caracterizações de resíduos não processados ou amostras de compostagem em estágios iniciais. Por outro lado, esse método não oferece precisão para estimar a estabilização da matéria orgânica ao longo do processo de compostagem.

O método Walkley-Black sem aquecimento se mostrou insuficiente para estimar os teores de Carbono Orgânico Total nas coletas iniciais, onde as frações bioquímicas do material são mais resistentes, podendo ser aplicado para amostras e materiais com carbono de fácil degradabilidade.

O método Walkley-Black com aquecimento se mostrou mais adequado para as mostras do presente estudo, considerando que é constituída de lodo de estação de tratamento de origem animal com composição elevada de óleos e graxas.

## 5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABREU, M. F.; ANDRADE, J. C.; FALCÃO, A. A; **Protocolos de Análises Químicas**. In: Análises Químicas de Resíduos Sólidos para Monitoramento e Estudos Agroambientais. 1 ed. Campinas, 2006. p. 121.

AOAC, **OFFICIAL METHODS OF ANALYSIS OF AOAC INTERNACIONAL**. v. 2, 17. ed. Gaithersburg – EUA: AOAC, 1995.

BRAGA, B.; HESPANHOL, I.; CONEJO, J. G. L.; BARROS, M. T. L.; SPENCER, M.; PORTO, M.; NUCCI, N.; JULIANO, N.; EIGER, S. **Introdução a Engenharia Ambiental**. São Paulo: Prentice Hall, 2002.

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

CIAVATTA, C; VITTORI ANTISARI, L.; SEQUI, P. **Determination of carbon in soils and fertilizers**, Communications in Soil Science and Plant Analysis, v.20, p.759-773, 1989.

CORRÊA, E. K.; BIANCHI, I.; LUCIA Jr, T.; CORRÊA, L. B.; MARQUES, R. V.; PAZ, M. F. **Fundamentos da Compostagem**. In: Gestão de resíduos sólidos. Porto Alegre: Evangraf, 2012. 1ed.

GATTO, A.; BARROS, N. F.; NOVAIS, R. F; SILVA, I. R.; MENDONÇA, E. S.; VILLANI, E. M. A. **Comparação de métodos de determinação do carbono orgânico em solos cultivados com eucalipto**. Revista Brasileira de Ciência do Solo, v. 33, p.735-740, 2009.

KIEHL, E. J. **Manual da Compostagem: Maturação e Qualidade do Composto**. Piracicaba: 4ª ed. 2004. 173p.

LEONG, L.S.; TANNER, P.A. **Comparison of methods for determination of organic carbon in marine sediment**. Marine Pollut. Bull., 38:875-879, 1999.

ORRICO JÚNIOR, M. A. P.; ORRICO, A. C.; LUCAS JÚNIOR, J. **Compostagem dos Resíduos da Produção Avícola: cama de frango e carcaças de aves**. Eng. Agríc. Jaboticabal, v.30, n.3, p.538-545, 2010.

RODELLA, A. A.; ALCARDE, J. C. **Avaliação de materiais orgânicos empregados como fertilizantes**. Sci. Agric., Piracicaba, V.51, n.3, p.556-562, 1994.

RUSSO, M. A. T. **Tratamento de Resíduos Sólidos**. Universidade de Coimbra, Faculdade de Ciências e Tecnologia, Departamento de Engenharia Civil. 2003.

SHARMA, V.K., M. CANDITELLI, F. FORTUNA, C. **Processing of urban and agroindustrial residues by anaerobic composting: review**. Energ. Convers. Manage. 38: 453-478. 1997.

SUGUIO, K. **Introdução à sedimentologia**. São Paulo, Edgard Blücher, 317p. 1973.