

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DO OESTE DO PARANÁ  
CENTRO DE ENGENHARIAS E CIÊNCIAS EXATAS  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO “STRICTO SENSU” EM  
ENGENHARIA QUÍMICA – NÍVEL DE DOUTORADO**

**PRODUÇÃO DE BRIQUETES A PARTIR DO LODO DE ESGOTO SANITÁRIO E  
FINOS DE CARVÃO VEGETAL PARA GERAÇÃO DE ENERGIA POR  
COMBUSTÃO**

**RICARDO SONSIM DE OLIVEIRA**

**TOLEDO – PR – BRASIL  
Dezembro de 2017**

**RICARDO SONSIM DE OLIVEIRA**

**PRODUÇÃO DE BRIQUETES A PARTIR DO LODO DE ESGOTO SANITÁRIO E  
FINOS DE CARVÃO VEGETAL PARA GERAÇÃO DE ENERGIA POR  
COMBUSTÃO**

Tese apresentada ao programa de Pós-Graduação em Engenharia Química em cumprimento parcial aos requisitos para obtenção do título de Doutor em Engenharia Química, área de concentração em **Monitoramento e Controle Ambiental**.

Orientadora: Prof. Dr.<sup>a</sup> Soraya Moreno Palácio

Co-orientador: Prof. Dr. Edson Antonio da Silva

**TOLEDO – PR – BRASIL**  
**Dezembro de 2017**

- **Folha de aprovação (sem numeração): na versão final**

## **DEDICATÓRIA**

Dedico este trabalho a todos os admiradores e conhecedores da ciência, mas principalmente ao maior filósofo e cientista que por essa terra passou, Jesus Cristo.

## **AGRADECIMENTOS**

A Professora Dr.<sup>a</sup> Soraya Moreno Palácio pela orientação, sugestões e auxílios na realização deste trabalho.

Ao Professor Dr. Edson Antônio da Silva pela co-orientação e paciência na transferência do conhecimento.

Aos Professores Dr. Reinaldo Aparecido Baricatti, Dr. Filipe Quadros Mariane, Dr. Paulo Rodrigo Stival Bittencourt, Msc. Cornélio Primieri, Msc. Leonardo Garcia Tampelini, Msc. Tiago Olinek Reinehr; Jonathan Richetti e ao engenheiro químico Frederico Lovato pela importante contribuição na parte das análises e caracterização dos materiais produzidos neste trabalho.

Aos Professores Dr. Carlos Eduardo Borba, Dr. Elvio Antonio de Campos e a Dr.<sup>a</sup> Márcia Teresinha Veit, pelas importantes contribuições feitas ao texto da Tese.

À secretária do Programa de Pós-graduação em Engenharia Química da UNIOESTE, pela atenção, simpatia e ajuda.

Aos meus amigos de profissão do Instituto Federal do Paraná pela paciência, colaboração e incentivo. Obrigado pela força.

Ao meu tio, Nei Sonsin que ajudou com sua força e trabalho.

A Luiz Antônio Lopes, servidor da SANEPAR, uma pessoa de bom coração, incentivador da ciência.

Aos meus pais Rafael Francisco de Oliveira e Marlene Sonsim Teruel de Oliveira pelo dom da vida e auxílio em tudo que precisei.

A minha família Bárbara Zanini, Eduarda Zanini Sonsim de Oliveira e João Ricardo Zanini Sonsim de Oliveira, verdadeira fonte de energia para que eu pudesse chegar até aqui.

À Deus por me conceder saúde e força para vencer todos os obstáculos da vida.

**“Só há duas maneiras de viver a vida: a primeira é, vivê-la como se os milagres não existissem; a segunda é, vivê-la como se tudo fosse um milagre. Os ideais que iluminam o meu caminho são a bondade, a beleza e a verdade”.**

**Albert Einstein**

## SUMÁRIO

<b>LISTA DE FIGURAS.....</b>	<b>IX</b>
<b>LISTA DE TABELAS .....</b>	<b>X</b>
<b>LISTA DE ABREVIACÕES .....</b>	<b>XII</b>
<b>RESUMO.....</b>	<b>XIV</b>
<b>ABSTRACT .....</b>	<b>XVI</b>
<b>1 INTRODUÇÃO .....</b>	<b>1</b>
1.1 OBJETIVOS .....	4
1.1.1 Objetivo Geral .....	4
1.1.2 Objetivos Específicos.....	4
1.2 JUSTIFICATIVA .....	4
<b>2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....</b>	<b>6</b>
2.1 FONTES DE ENERGIA .....	6
2.1.1 Energias convencionais .....	6
2.1.2 Energias alternativas.....	7
2.2 TRATAMENTOS DOS ESGOTOS SANITÁRIOS.....	7
2.2.1 Estações de tratamento de esgoto (ETEs).....	7
2.3 LODO DE ESGOTO SANITÁRIO .....	8
2.3.1 Classificação do lodo .....	8
2.3.2 Características químicas do lodo de esgoto sanitário.....	9
2.3.3 Características Físicas .....	12
2.4 TRATAMENTO DO LODO DE ESGOTO.....	12
2.4.1 Metais pesados no lodo.....	13
2.4.2 Organismos microbiológicos no lodo de esgoto .....	13
2.4.3 Toxicidade do lodo.....	13
2.5 DESCARTES DO LODO DE ESGOTO SANITÁRIO.....	14
2.6 PRODUÇÃO DE CARVÃO VEGETAL.....	14
2.6.1 Qualidade do carvão vegetal.....	17
2.6.2 Propriedades do carvão vegetal .....	18
2.6.2.1 Carbono fixo .....	18
2.6.2.2 Rendimento gravimétrico .....	18
2.6.2.3 Materiais voláteis.....	18
2.6.2.4 Cinzas .....	19

2.6.2.5	Poder calorífico.....	19
2.7	BRIQUETAGEM .....	19
<b>2.7.1</b>	<b>Prensa de pistão mecânico .....</b>	<b>20</b>
<b>2.7.2</b>	<b>Extrusora de pressão (EP) .....</b>	<b>21</b>
<b>2.7.3</b>	<b>Peletização .....</b>	<b>22</b>
2.8	FATORES QUE AFETAM A QUALIDADE MECÂNICA E ENERGÉTICA DOS BRIQUETES .....	23
<b>2.8.1</b>	<b>Umidade.....</b>	<b>23</b>
<b>2.8.2</b>	<b>Aglutinantes .....</b>	<b>24</b>
<b>2.8.3</b>	<b>Granulometria .....</b>	<b>26</b>
<b>2.8.4</b>	<b>Efeito da densidade.....</b>	<b>27</b>
<b>2.8.5</b>	<b>Efeito da compactação .....</b>	<b>27</b>
<b>2.8.6</b>	<b>Resistência a compressão .....</b>	<b>28</b>
<b>2.8.7</b>	<b>Composição da matéria prima .....</b>	<b>28</b>
<b>2.8.8</b>	<b>Efeitos da temperatura e pressão .....</b>	<b>28</b>
2.9	ÓLEO VEGETAL RESIDUAL .....	29
2.10	LEGISLAÇÃO PARA O DESCARTE DE RESÍDUOS SÓLIDOS .....	29
2.11	LEGISLAÇÃO PARA EMISSÃO DE POLUENTES ATMOSFÉRICOS .....	30
2.12	USO DE DIFERENTES REJEITOS E BIOMASSA NA PRODUÇÃO DE ENERGIA.....	35
2.13	CONSIDERAÇÕES FINAIS DA REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....	39
<b>3</b>	<b>MATERIAIS E MÉTODOS .....</b>	<b>41</b>
3.1	COLETA DAS MATÉRIAS PRIMAS USADAS NA PRODUÇÃO DOS BRIQUETES .....	43
3.2	CLASSIFICAÇÃO E PREPARO DA MATÉRIA PRIMA PARA A PRODUÇÃO DOS BRIQUETES .....	44
<b>3.2.1</b>	<b>Pré-secagem.....</b>	<b>45</b>
<b>3.2.2</b>	<b>Moagem .....</b>	<b>45</b>
<b>3.2.3</b>	<b>Secagem .....</b>	<b>45</b>
<b>3.2.4</b>	<b>Ensaio granulométrico .....</b>	<b>45</b>
<b>3.2.5</b>	<b>Preparação das amostras para briquetagem .....</b>	<b>46</b>
<b>3.3.6</b>	<b>Processo de produção dos briquetes .....</b>	<b>46</b>
3.2.6.1	Planejamento Fatorial em Blocos Casualizados.....	47
3.2.6.2	Experimento Plackett–Burman (PB) .....	48

3.2.6.3	Delineamento Composto Central Rotacional (DCCR).....	49
<b>3.2.7</b>	<b>Compactação dos briquetes</b> .....	<b>51</b>
3.3	PROCESSOS ENVOLVIDOS NA CARACTERIZAÇÃO DOS BRIQUETES. ....	52
<b>3.3.1</b>	<b>Caracterização do briquete e suas matérias primas</b> .....	<b>52</b>
3.3.1.1	Propriedades químicas .....	53
3.3.1.1.1	Umidade .....	53
3.3.1.1.2	Cinzas .....	54
3.3.1.1.3	Material volátil .....	54
3.3.1.1.4	Carbono fixo (CF) .....	55
3.3.1.1.5	Determinação de metais presentes nas cinzas do briquete e suas matérias primas	55
3.3.1.2	Propriedades térmicas .....	55
3.3.1.2.1	Poder calorífico superior (PCS).....	55
3.3.1.2.2	Análise termogravimétrica e diferencial (TGA) dos briquetes .....	55
3.3.1.2.3	Calorimetria exploratória diferencial (DSC) .....	56
3.3.1.3	Análise dos gases.....	56
3.3.1.4	Propriedades morfológicas e composicional .....	56
3.3.1.4.1	Microscopia eletrônica de varredura com espectrômetro de energia dispersiva (EDS – <i>energy dispersive spectroscopy</i> ) .....	56
3.3.1.4.2	Espectroscopia de infravermelho (FTIR) com refletância total atenuada (ATR). ....	57
3.3.1.5	Propriedades mecânicas.....	57
3.3.1.5.1	Densidade a granel.....	57
3.3.1.5.2	Densidade aparente.....	57
3.3.1.5.3	Grau de densificação (redução de volume) .....	58
3.3.1.5.4	Ensaio de resistência a compressão axial .....	58
<b>4</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÃO</b> .....	<b>59</b>
4.1	PLANEJAMENTO FATORIAL EM BLOCOS CASUALIZADOS .....	62
4.2	EXPERIMENTO PLACKETT–BURMAN (PB) .....	72
4.3	DELINEAMENTO COMPOSTO CENTRAL ROTACIONAL (DCCR).....	78
4.4	PROPRIEDADES QUÍMICAS.....	88
<b>4.4.1</b>	<b>Determinação de metais nas cinzas do briquete e suas matérias primas</b> .....	<b>91</b>
4.5	PROPRIEDADES TÉRMICAS .....	92
<b>4.5.1</b>	<b>Poder calorífico superior (PCS)</b> .....	<b>92</b>
<b>4.5.2</b>	<b>Análise termogravimétrica e diferencial (TGA) dos briquetes</b> .....	<b>93</b>

4.5.3	Calorimetria diferencial exploratória (DSC).....	95
4.5.4	Análise dos gases.....	97
4.6	PROPRIEDADES MORFOLÓGICAS E COMPOSICIONAL .....	104
4.6.1	Microscopia eletrônica de varredura com espectrômetro de energia dispersiva (EDS – <i>energy dispersive spectroscopy</i> ) .....	104
4.6.2	Espectroscopia de infravermelho (FTIR) com refletância total atenuada (ATR) .....	108
4.7	PROPRIEDADES MECÂNICAS .....	110
4.7.1	Densidade a granel .....	110
4.7.2	Densidade aparente .....	111
4.7.3	Grau de densificação (redução de volume) .....	112
4.7.4	Ensaio de resistência a compressão axial .....	113
5	CONCLUSÃO.....	116
	REFERÊNCIAS .....	117
	APÊNDICE 1 - ANÁLISE DE VARIÂNCIA PARA O BRIQUETE-1 DO PLANEJAMENTO (DBC) – ANOVA.....	137
	APÊNDICE 2 - ANÁLISE DE VARIÂNCIA PARA O BRIQUETE-2 DO PLANEJAMENTO (DBC) – ANOVA.....	140
	APÊNDICE 3 - ANÁLISE DE VARIÂNCIA PARA O BRIQUETE-3 DO PLANEJAMENTO (DBC) – ANOVA.....	141
	APÊNDICE 4 - ANÁLISE DE VARIÂNCIA PARA AS VARIÁVEIS DEPENDENTES DENSIDADE, PODER CALORÍFICO E RESISTÊNCIA MECÂNICA DO PLANEJAMENTO (DCCR) - (ANOVA) .....	144
	APÊNDICE 5 - TABELA DE EFEITOS PARA A DENSIDADE, PODER CALORÍFICO E RESISTÊNCIA MECÂNICA DO PLANEJAMENTO (DCCR) .	148

## LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1 - Cadeia produtiva do uso da madeira.....	16
Figura 2.2 - Forno do tipo Rabo – Quente utilizado na produção de carvão.....	17
Figura 2.3 - Parte externa da prensa de pistão mecânico.....	21
Figura 2.4 - Funcionamento da peletizadora. ....	23
Figura 3.1 - ETE da Região Oeste do município de Cascavel – PR, vista Aérea. ....	43
Figura 3.2 - Leito de secagem do lodo de esgoto sanitário doméstico.....	44
Figura 3.3 - Fluxograma do processo experimental de produção dos briquetes. ....	47
Figura 3.4 - Fotografia do cilindro molde utilizado na fabricação dos briquetes, vista superior (A), vista lateral (B), cilindro+embolo (C).....	52
Figura 3.5 - Processo de caracterização do briquete e suas matérias-primas.....	53
Figura 4.1 - Aparência da matéria-prima seca e moída: a) finos de carvão e b) lodo de esgoto sanitário. ....	61
Figura 4.2 - Briquetes que não atingiram a resistência mecânica mínima de formação. ....	67
Figura 4.3 - Fotografia ilustrativa dos briquetes que apresentaram maior resistência mecânica (briquete-1, 100% lodo e 0% finos de carvão, 7,5% de aglutinante e 0% umidade). ....	68
Figura 4.4 - Briquetes de finos de carvão vegetal (a) e lodo de esgoto sanitário (b). ....	70
Figura 4.5 - Briquetes após a imersão em óleo vegetal residual a 160 °C.....	71
Figura 4.6 - Briquetes produzidos no planejamento DCCR e suas dimensões, comprimento (a) e diâmetro (b). ....	71
Figura 4.7 - Gráfico de Pareto do planejamento Plackett-Burman para a resistência mecânica dos briquetes produzidos. ....	74
Figura 4.8 - Matriz de correlação de Pearson para os ensaios do PB com valores dos coeficientes de correlação (R). ....	77
Figura 4.9 - Gráficos de Pareto do planejamento DCCR para: (a) densidade do briquete; (b) densificação do briquete; (c) poder calorífico dos briquetes; (d) resíduo da queima dos briquetes (e) resistência mecânica dos briquetes. ....	80
Figura 4.10 - Superfície de resposta da densidade do briquete em função do teor de umidade e de aditivo.....	81
Figura 4.11- Superfície de resposta para o poder calorífico em função do aditivo e da mistura. ....	82
Figura 4.12 - Gráfico de correlação linear do planejamento DCCR entre o poder calorífico e os resíduos resultantes da queima dos briquetes.....	83

## LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 - Parâmetros de carga orgânica no lodo de esgoto sanitário (mg/L). .....	10
Tabela 2.2 - Composição química do lodo de esgoto sanitário estabilizado produzido na ETE Oeste da unidade regional do município de Cascavel.....	11
Tabela 2.3 - Anexos da RESOLUÇÃO N° 436/2011, poluentes e fontes poluidoras. ....	31
Tabela 2.4 - Atividades e poluentes atmosféricos regulamentados pela CONAMA 382/07. ....	32
Tabela 2.5 - Atividades e Poluentes atmosféricos Regulamentados pela CONAMA 436/11. ....	33
Tabela 2.6 - Limites de emissão dos anexos III e IV da Resolução CONAMA 382/07.....	34
Tabela 2.7 - Limites de emissão dos anexos III e IV da Resolução CONAMA n° 436/2011. ....	35
Tabela 3.1 - Níveis codificados e reais para o planejamento de Plackett-Burman. ....	48
Tabela 3.2 - Matriz de combinação dos Níveis no delineamento PB para os fatores analisados. ....	48
Tabela 3.3 - Níveis das variáveis utilizadas no delineamento DCCR para a otimização das condições de produção dos briquetes. ....	50
Tabela 3.4 - Matriz Experimental do DCCR para a produção dos briquetes. ....	50
Tabela 4.1 - Poder calorífico do lodo de esgoto sanitário obtidos para as amostras coletadas no leito de secagem realizado em bomba calorimétrica adiabática de acordo com a norma ASTM D2015-66.....	59
Tabela 4.2 - Poder calorífico das matérias-primas utilizadas na produção dos briquetes ...	60
Tabela 4.3 - Distribuição granulométrica (%) das partículas de finos de carvão e lodo de esgoto.....	61
Tabela 4.4 - Variação da resistência mecânica dos briquetes-1, 100:0% lodo:finos de carvão em função das combinações de umidade e aglutinante no planejamento DBC.....	62
Tabela 4.5 - Variação da resistência mecânica dos Briquetes-2, 85:15% lodo:finos de carvão em função das combinações de umidade e aglutinante no planejamento DBC.....	64
Tabela 4.6 - Variação da resistência mecânica dos Briquetes-3, 50:50% lodo:finos de carvão em função das combinações de umidade e aglutinante no planejamento DBC.....	65
Tabela 4.7 - Variação da resistência mecânica dos Briquetes-4, 0:100% lodo:finos de carvão em função das combinações de umidade e aglutinante no planejamento DBC.....	66

Tabela 4.8 - Resumo dos briquetes que apresentaram maiores resistência mecânica em cada planejamento proposto no DBC. ....	69
Tabela 4.9 - Níveis codificados e reais para o Planejamento de Plackett-Burman. ....	72
Tabela 4.10 - Resistência mecânica, densidade e densificação obtidos nos ensaios realizados no planejamento de Plackett-Burman.....	73
Tabela 4.11 - ANOVA do PB para a resistência mecânica dos briquetes produzidos. ....	74
Tabela 4.12 – Efeitos e coeficientes da análise estatística do planejamento Plackett-Burman para a resistência mecânica dos briquetes produzidos.....	75
Tabela 4.13 - Resultados das variáveis dependentes (densidade, densificação, poder calorífico, resíduo após a queima e resistência mecânica) obtidos a partir das combinações dos ensaios realizados no DCCR.....	79
Tabela 4.14 - Propriedades mecânicas do BT. ....	112
Tabela 4.15 - Planejamento e composição dos briquetes que apresentaram a maior resistência a compressão.....	114

## LISTA DE ABREVIACÕES

ABNT –	Associação Brasileira de Normas Técnicas
ABRAF –	Associação Brasileira de Produtores de Florestas Plantadas
ABS –	Alquil – Benzeno – Sulfonado
ADITIVO –	Óleo vegetal residual
ANOVA –	Análises de Variância
ASTM –	<i>American Society for Testing and Materials</i>
BT –	Briquete
CF –	Carbono fixo
CIMPE –	Laboratório de Eletroquímica da UNICENTRO
CONAMA –	Conselho Nacional do Meio Ambiente
CP –	Finos de carvão vegetal
DBC –	Delineamento em blocos casualizados
DCCR –	Delineamento composto central rotacional
DOU –	Diário Oficial da União
DSC –	Calorimetria exploratória diferencial
DTA –	Análise Térmica Diferencial
DTG –	Análise térmica diferencial
EDS –	Espectroscopia de Dispersão de Energia
EDS –	<i>Energy Dispersion Spectroscopy</i>
EIA –	<i>Energy Information Administration</i>
EP –	Extrusora de pressão
EPC –	Extrusora de pressão cônica
EPMA –	Extrusora de pressão com molde aquecido
ETE –	Estação de tratamento de esgoto
FAO –	<i>Food and Agriculture Organization of the United Nations</i>
Fcal –	F calculado
Ftab –	F tabelado
FTIR –	Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier
ICP - OES –	Espectrometria de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado
IR –	Infravermelho
LP –	Lodo de esgoto sanitário
MEV –	Microscopia Eletrônica de Varredura
MMA –	Ministério do Meio Ambiente
MP –	Material particulado
NBR –	Norma Brasileiras Regulamentadora
OIE –	Oferta interna de energia
PB –	Plackett-Burman
PCI –	Poder calorífico inferior
PCS –	Poder calorífico superior
PTN –	<i>ProTaper Next</i>
RRSU –	Rejeitos de Resíduos Sólidos Urbanos
SANEPAR –	Companhia de Saneamento do Paraná

SDD –	<i>Silicon drift detector</i>
SEM –	<i>Scanning Electron Microscopy</i>
SINMETRO –	Sistema Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial
SISNAMA –	Sistema Nacional do Meio Ambiente
SNVS –	Sistema Nacional de Vigilância Sanitária
ST –	Sólidos Totais
SUASA –	Sistema Unificado de Atenção à Sanidade Agropecuária
TG –	Análise termogravimétrica
TGA –	Termogravimetria
UNICENTRO –	Universidade do Centro Oeste do Paraná

# **PRODUÇÃO DE BRIQUETES A PARTIR DO LODO DE ESGOTO SANITÁRIO E FINOS DE CARVÃO VEGETAL PARA GERAÇÃO DE ENERGIA POR COMBUSTÃO**

**AUTOR: RICARDO SONSIM DE OLIVEIRA**

**ORIENTADOR: SORAYA MORENO PALÁCIO**

Tese de Doutorado; Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química; Universidade Estadual do Oeste do Paraná; Rua da Faculdade, 645; CEP: 85903-000 - Toledo - PR, Brasil, defendida em 1 de dezembro de 2017. 154 p.

## **RESUMO**

Periodicamente são gerados diversos tipos de resíduos e descartados em aterros sanitários. Dentre estes, o lodo de esgoto sanitário que é um dos maiores problemas do ponto de vista ambiental e financeiro das empresas de saneamento. Neste contexto, este estudo tem como objetivo principal avaliar a potencialidade da produção de briquetes de lodo de esgoto sanitário e finos de carvão vegetal para o uso como combustível, bem como realizar sua caracterização física e química. Também foi avaliado o efeito da incorporação do óleo residual de cozinha pelo método da imersão e na forma de aditivo incorporado diretamente na mistura da composição do briquete. A aplicabilidade desse combustível poderá ser em forno de combustão de caldeiras ou termoelétricas de biomassa, tendo a mesma finalidade do carvão e da madeira. Para conhecer as características combustíveis e mecânicas dos briquetes, foram avaliados o poder calorífico superior, o teor de cinzas, os materiais voláteis, o carbono fixo, análises termogravimétricas e a resistência à compressão axial até a ruptura. Foi empregada a metodologia de planejamentos experimentais, conhecida na literatura, para verificar os fatores que interferem na produção do briquete e suas propriedades, além de realizar a caracterização do briquete e das matérias primas. Para investigar quais as melhores proporções de matéria prima na produção dos briquetes os efeitos da umidade e do aglutinante, realizou-se um experimento fatorial sob o delineamento em blocos casualizados (DBC), mantendo-se a pressão constante (5 toneladas). Este planejamento teve como blocos os briquetes não-imersos (1), e os imersos (2) a 160 °C por um tempo de 100 segundos. Após verificar um efeito negativo no processo de imersão, devido à baixa na resistência mecânica, um planejamento de Plackett-Burman (PB) foi realizado para avaliar os efeitos das variáveis

umidade, aglutinante, mistura, pressão e o aditivo na resistência mecânica dos briquetes. Esse planejamento permitiu verificar os efeitos das variáveis por meio de um número reduzido de ensaios, PB (12) com uma triplicata no ponto central, totalizando uma matriz de 15 ensaios. Após a identificação das variáveis mais significativas na parte da produção dos briquetes, realizou-se um planejamento com um número maior de ensaios e níveis, sendo este o delineamento composto central rotacional (DCCR), aplicado as variáveis mais significativas do planejamento de PB e o aditivo. Esses planejamentos permitiram determinar quais as melhores quantidades e condições necessárias para produção de briquetes, em termos de operações, transporte e armazenagem, e do melhor poder energético. A melhor condição de mistura que proporcionou a produção do briquete com maior poder calorífico foi de 85% de lodo de esgoto sanitário, 10% finos de carvão, 2,50% de umidade, 7,50% de aditivo e 8,75 ton de pressão, além de um poder calorífico de  $15,566 \text{ MJ kg}^{-1}$ , foi capaz de suportar, até a ruptura, uma pressão de 41,19 MPa ( $420 \text{ kgf cm}^{-2}$ ) com uma densidade de  $1,311 \text{ g cm}^{-3}$ . Sendo assim este o briquete mais indicado para o transporte e manipulação. Esse trabalho fornece a rota sugerida para a utilização do lodo de esgoto sanitário em combinação com finos de carvão vegetal para a produção de combustível em forma de briquetes. Além destas características, estudaram-se as propriedades morfológicas e composicional por meio da Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), da Espectroscopia de Dispersão de Energia (EDS) e da Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FITIR) com refletância total atenuada (ATR). Também as propriedades mecânicas, análises visuais, ensaios de granulometria e resistência mecânica. Neste estudo com briquetes, foram investigados em especial o poder energético e a resistência mecânica. Com os resultados dos ensaios, verificou-se que o lodo de esgoto sanitário possui poder calorífico similar ao de outros materiais utilizados para fabricação de briquetes, sendo uma excelente matéria prima para geração de energia por combustão na forma proposta neste estudo.

# **PRODUCTION OF BRIQUETTES FROM THE LOT OF SANITARY AND FINOS OF CHARCOAL FOR GENERATION OF ENERGY BY COMBUSTION**

**AUTHOR: RICARDO SONSIM DE OLIVEIRA**

**SUPERVISOR: DR. SORAYA MORENO PALÁCIO**

Doctor Thesis; Chemical Engineering Graduate Program; Western Paraná State University; Rua da Faculdade, 645; CEP: 85903-000 - Toledo - PR, Brazil, on presented on December 1st, 2017. 154 p.

## **ABSTRACT**

Periodically several types of waste are produced and discarded in landfills. Among that waste there is the sewage sludge one of the biggest issues from environmental and financial perspective of sanitation companies. This study has as primary goal to evaluate the potential production of sanitary sewage sludge briquettes and charcoal to be used as fuel, as well as to perform its physical and chemical characterization. The incorporation effect of the cooking residual oil by immersion method and in form of an additive incorporated directly into the briquette mixture composition was also evaluated. This fuel may be used in a combustion furnace boiler or biomass thermoelectric plants, which has same purpose as coal and wood. Fuel and mechanical characteristics of those briquettes as well as superior calorific value, ash content, volatile materials, fixed carbon, thermogravimetric analyzes and resistance to axial compression until the rupture were evaluated. There was experimental planning methodology known in the literature to verify the factors that interfere in the briquette production and its properties, as well as characterize briquette and raw materials. To investigate the best raw material proportions in the briquettes production and verify moisture effects and binder, a factorial experiment was performed under a randomized complete block design (DBC), maintaining a constant pressure (5 tons). This plan had as non-immersed briquettes blocks (1), and immersed ones (2) at 160 °C for a time of 100 seconds. After a negative effect on immersion process, due to low mechanical strength, a Plackett-Burman (PB) design was performed to evaluate moisture, binder, mixture, pressure effects as well as additive on mechanical briquettes resistance. This plan allowed to verify the variable effects in a reduced number of tests, PB (12) with a triple central point, totalizing a 15 tests matrix. Once the identification of most significant variables in the briquettes

production, a larger number of trials and levels were planned, being central rotational compound (DCCR) design, applied on most significant variables of PB plan and additive, these plans showed best quantities and conditions required for briquettes production in terms of operations, transportation and storage as well as better energy efficiency. The best mixing condition that produced the briquette with the highest calorific value was 85% sewage sludge, 2.50% humidity, 7.50% additive and 8.75-ton pressure, besides a power 15.566 MJ.kg<sup>-1</sup>, capable of withstanding a pressure of 41.19 MPa (420 kgf cm<sup>-2</sup>) and a density of 1.311 g.cm<sup>-3</sup>, until rupture, thus the best briquette for transportation and handling. This work provides a suggested route to use sanitary sewage sludge in combination with charcoal fines to produce fuel in the form of briquettes. Besides these characteristics, morphological and compositional properties were studied by Scanning Electron Microscopy (SEM), Energy Dispersion Spectroscopy (EDS) and Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FITIR) with attenuated total reflectance (ATR) as well as mechanical properties, visual analysis, granulometry tests and mechanical resistance. In this study with briquettes, power and mechanical resistance were investigated. With the test results, it was verified that sanitary sewage sludge has similar calorific value to other materials used for briquettes manufacture, being an excellent raw material for energy power by combustion in the form proposed by this study.

## 1 INTRODUÇÃO

A quantidade de resíduos sólidos, líquidos e gasosos tem crescido continuamente devido a ação antrópica e ao desenvolvimento social, científico e tecnológico. A disposição dos resíduos industriais e domésticos têm sido tema de grande discussão na comunidade acadêmica, devido aos riscos de poluição ambiental por eles causados. Normas regulatórias tem se tornando mais rigorosas na intenção de proteger oceanos, rios, lagos, solo, ar e os aquíferos que representam a reserva de água potável para a população mundial.

O esgoto sanitário pode ser entendido segundo a NBR 9648 como o despejo líquido formado de esgoto doméstico e industrial, água de infiltração (oriunda do subsolo, indesejável ao sistema separador e que infiltra nas canalizações) e a contribuição pluvial parasitária, absorvida pela rede coletora de esgoto sanitário (ABNT, 1986).

O despejo incorreto dos esgotos “in natura” no meio ambiente acarreta uma maior probabilidade de transmissão de doenças e contaminação das águas, motivo pelo qual se justifica a necessidade da existência de empresas especializadas em saneamento básico e diferentes processos de tratamento e aproveitamento de resíduos. O lodo de esgoto sanitário é um subproduto das estações de tratamento de esgoto (ETE) gerados por cidades e indústrias, um resíduo complexo, abundante em matéria orgânica e em nutrientes, que contém diferentes compostos químicos e agentes patogênicos. Este resíduo pode se apresentar na forma sólida, semissólida ou líquida dependendo do grau de umidade (PEDROZA *et al.*, 2010). Estudos sobre o lodo de esgoto sanitário revelam que é um resíduo complexo, abundante em matéria orgânica e com grande potencial poluidor (BIANCHINI *et al.*, 2015).

O descarte do lodo de esgoto líquido em oceanos foi largamente utilizado e hoje é proibido devido aos danos ambientais ocasionados. Esse material era bombeado por meio de dutos até alto-mar (NUVOLARI, 2011). A Lei 12.305, de 02 de agosto de 2010 estabeleceu a Política Nacional de Resíduos Sólidos que identifica as responsabilidades dos geradores de resíduos e do poder público, sendo regulamentada pelo Decreto 7.404, de 23 de dezembro de 2010.

A descarga oceânica não é mais utilizada, sendo proibida no Brasil, EUA e na Europa. A disposição final de 90% do lodo produzido no mundo é dividida em incineração (com um custo entre 50 e 250 dólares por tonelada), disposição em aterros (com um custo

entre 30 a 80 dólares por tonelada) e uso agrícola (com um custo de 20 a 125 dólares por tonelada). Essas formas de disposição têm um custo maior que o descarte nos oceanos de 12 a 50 dólares por tonelada, custo que pode variar entre os países (KACPRZAK *et al.*, 2017). O aterro continua sendo um dos métodos predominantes de eliminação e destino de resíduos no mundo (LIN *et al.*, 2017) . O destino final do lodo gerado nas estações de tratamento é um dos principais problemas na cadeia “coleta, tratamento e disposição final”. O assunto, portanto, não é de simples decisão e deve ser analisado minuciosamente (JORDÃO, 2011).

Atualmente a fonte de energia renovável mais utilizada no mundo é a biomassa, principalmente no estado sólido (TOKLU, 2017). A utilização de lodos provenientes das estações de tratamento de efluentes como combustível alternativo na co-geração de energia é objeto de estudo de diversos autores como RUIZ-GÓMEZ *et al.*, (2017) na co-pirólise de lodo de esgoto e estrume, JAYARAMAN & GÖKALP (2015) na pirólise, combustão e gaseificação do vegetal miscanthus e lodo de esgoto, PARSHETTI *et al.*, (2013) na carbonização hidrotermal de lodo de esgoto para produção de energia com carvão e VIEIRA, *et al.* (2011) na produção de bio-óleo a partir do lodo de esgoto. Porém estes estudos não são aplicados em grande escala.

A biomassa, em condições favoráveis, pode contribuir de maneira significativa na geração de energia elétrica e térmica. As características físicas e químicas dos resíduos sólidos como biomassa para o uso de energia alternativa são parâmetros que determinam seu comportamento frente a condições de combustão e pirólise (STOLARSKI *et al.*, 2013).

De acordo com os estudos de TOLMASQUIM (2011) o Brasil possui uma grande quantidade de recursos energéticos, o que o coloca em vantagem frente aos demais países quando se tratando de energias alternativas. Segundo o mesmo autor a biomassa (derivados de organismos vivos utilizados como combustível) é largamente utilizada como fonte de energia, devido às suas excelentes propriedades inflamáveis.

A energia térmica está entre as formas de energia mais primitiva utilizada pela sociedade. Apenas após a Revolução Industrial, foi inserido o uso do petróleo, do gás natural e do carvão em grande escala (GOLDEMBERG & LUCON, 2007).

A produção de briquetes a partir de resíduos de madeira (celulose) é uma forma viável de agregar valor a estes produtos. Por meio do processo de briquetagem os resíduos são transformados em um produto com maior densidade energética, agregando maior valor

econômico aos resíduos e minimizando os impactos ambientais gerados pela sua disposição inadequada (PRASITYOUSIL & MUENJINA, 2013; JITTABUT, 2015).

Para DIEZ *et al.* (2012), briquetagem é a técnica de compactar pequenas partículas no estado sólido de modo a formar blocos de material compacto com forma definida e de alta densidade.

É necessário um cuidado na produção dos materiais compactados (briquetes) com finalidade energética, pois caso contenha algum agente contaminante, as cinzas produzidas por meio do processo de combustão podem liberar metais pesados no ambiente, como o cádmio e o chumbo. Ambientalmente, esse processo torna o material inviável, caso não haja a correta especificação de utilização no rótulo ou em norma própria (PEREIRA, 2009).

Portanto é necessária uma caracterização adequada dos diferentes tipos de biocombustíveis, sobretudo os sólidos como os briquetes e pellets, para que sejam utilizados adequadamente, proporcionando maior rendimento e evitando a emissão de poluentes.

Na produção energética a partir de sólidos, as análises em torno da composição química da biomassa vegetal são essenciais, pois os resultados poderão qualificar a biomassa relacionando seu potencial de energia disponível (BRAND, 2010).

Em meio aos processos de análise química, existe a análise imediata que avalia a porcentagem de carbono fixo, de materiais voláteis, de cinzas e de umidade contidos na biomassa energética (SÁNCHEZ *et al.*, 2009).

Outro tipo de biomassa que pode ser aproveitada para produção de briquetes é o pó de carvão que é um subproduto do beneficiamento industrial e constitui um problema ambiental, devido a quantidade, nível de dispersão e difícil manuseio. Gerado em grande escala pela sociedade atual, seu destino são os aterros sanitários municipais quando não são reutilizados. Segundo MELO & MARQUES (2000) a quantidade de carvão não utilizada devido a sua pequena granulometria, desde a sua fabricação até sua aplicação é por volta de 20%, essas partículas rejeitadas normalmente são descartadas pelas empresas e são denominadas de finos de carvão.

Para que o briquete possa ser utilizado como biocombustível alimentando caldeiras e termelétricas, se faz necessário sua caracterização físico-química e dos resíduos gerados. Como o briquete de lodo de esgoto sanitário e finos de carvão é algo inédito, ainda não existem normas regulatórias para a qualidade desse material. Porém, o comitê europeu de

normatização desenvolveu especificações técnicas para biocombustíveis sólidos como é o caso desse material (ALAKANGAS *et al.*, 2006). Assim, testar e aprovar quimicamente e ambientalmente o uso deste produto como nova fonte de geração de energia sustentável e renovável, além de um estudo dos gases gerados em sua combustão é um desafio.

## 1.1 OBJETIVOS

### 1.1.1 Objetivo Geral

Produção de briquetes a partir do lodo de esgoto sanitário e finos de carvão vegetal para geração de energia por combustão.

### 1.1.2 Objetivos Específicos

- Avaliar o potencial energético dos resíduos lodo de esgoto sanitário, finos de carvão vegetal, óleo vegetal residual e amido residual envolvidos no processo;
- Identificar os fatores mais significativos no processo de produção dos briquetes a partir de planejamentos experimentais;
- Sintetizar por meio de uma matriz de correlação linear a interferência entre os fatores utilizando o método de Pearson;
- Construir um modelo matemático que represente os fatores significativos investigados;
- Caracterizar o briquete de maior poder energético e suas matérias primas, lodo de esgoto sanitário e finos de carvão vegetal;
- Conhecer as propriedades: química, morfológica, composicional, energética e mecânica do briquete;
- Analisar os possíveis gases gerados na combustão do briquete e de suas matérias primas;
- Verificar quais metais fazem parte da composição das cinzas provenientes da queima dos briquetes.

## 1.2 JUSTIFICATIVA

A crescente demanda de energia leva a humanidade a se preocupar com suas reservas, de modo a melhorar a qualidade e aumentar as alternativas para suprir todas suas necessidades. Com as diversas tecnologias desenvolvidas pela ciência busca-se cada vez mais aproveitar a energia e cuidar do meio ambiente. Pensando em colaborar com o aspecto ambiental e energético surge o presente projeto que tem como objeto de estudo a utilização do lodo de esgoto sanitário (comercial, residencial e industrial), puro ou composto, na forma de briquetes para o uso de geração de energia térmica por meio da combustão. Para isso, esse passivo ambiental (lodo) foi coletado nas ETEs e levado a um processo de pré-secagem; moagem; secagem; ensaio granulométrico; mistura e briquetagem com seus devidos tratamentos, de modo a se tornar um biocombustível sólido. Esse processo foi responsável por concentrar a energia dessa biomassa tornando possível sua utilização por meio da combustão ou incineração em termelétricas ou caldeiras para geração de energia térmica. Várias patentes já foram depositadas sobre produção de briquetes de carvão e outras matérias primas, porém nada consta a respeito do lodo de esgoto sanitário para produção de energia na forma proposta neste estudo. Depois de analisado e comprovado todas as propriedades físico-químicas e poderes energéticos as empresas de saneamento terão uma forma alternativa de destino para o lodo de esgoto sanitário. Esse material também é um problema ambiental por possuir uma composição variada, por ter diferentes procedências e localidades de produção e que na proposta deste trabalho será utilizado como combustível na geração de energia e calor para os mais variados fins, sendo os micro-organismos causadores de doenças e contaminações transformados em energia a partir da combustão ou incineração. Para que o lodo de esgoto sanitário possa ser utilizado como biocombustível alimentando caldeiras e termelétricas, se faz necessário a caracterização físico-química e de seus resíduos. Para isso, são necessárias diversas análises químicas e mecânicas de modo a viabilizar o uso deste produto como fonte de energia renovável em substituição a outras fontes energéticas. Este projeto busca um método de obtenção de energia térmica a partir de um novo produto combustível, briquete de lodo de esgoto sanitário e finos de carvão vegetal, sugerindo um destino alternativo para esses resíduos que poderá ser economicamente viável, ecologicamente correto e fonte renovável e sustentável de energia.

## **2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA**

### **2.1 FONTES DE ENERGIA**

De acordo com o Balanço Energético Nacional do Ministério de Minas e Energia, (BEN, 2015), a repartição da Oferta Interna de Energia (OIE) foi de 39,4% para energia renovável e 60,6% para energia não renovável, distribuídas da seguinte forma:

Renovável: 15,7% biomassa da cana de açúcar, 11,5% hidráulica, 8,1% lenha e carvão vegetal e 4,1% lixívia e outras.

Não renovável: 39,4% petróleo e derivados, 13,5% gás natural, 5,7% carvão mineral, 1,3% Urânio e 0,6% outras.

#### **2.1.1 Energias convencionais**

O consumo exagerado de fontes fósseis de energia é uma realidade comprometedora em relação à sustentabilidade do desenvolvimento ambiental. De acordo com AGENEAL (2011), as fontes de energia convencionais ou não renováveis, geralmente estão bem desenvolvidas e vem de recursos não renováveis, apresentam baixo custo e grande impacto ambiental, além da tecnologia difundida e quantidades limitadas na natureza. A energia pode ser bem ou mal utilizada, por isso é importante intervenções que atuem para o melhoramento. Neste contexto, um dos grandes problemas mundiais é o fato da política energética mundial ser baseada, essencialmente, na queima de combustíveis fósseis, com destaque para o petróleo. O petróleo, o carvão e o gás natural são responsáveis por aproximadamente 80% da energia final consumida anualmente (AEO, 2017).

Segundo a AEO (2017) em nível mundial, as perspectivas de crescimento do consumo de energia são alarmantes, principalmente devido ao aumento do consumo de energia nos países em desenvolvimento, como a China e a Índia, que terão uma contribuição cada vez mais relevante. Assim, espera-se que a previsão do consumo total de energia em 2050 tenha um aumento em torno de 60%. Na busca por uma melhor qualidade de vida o homem procura fontes de energia de baixo custo sem se preocupar muito com o meio

ambiente. Entre as diferentes fontes e manifestações de energia estão a energia térmica, energia mecânica, energia elétrica, energia radiante, energia química e energia nuclear.

### **2.1.2 Energias alternativas**

A perspectiva energética para o próximo século aponta na direção das fontes de energias alternativas ou renováveis. GUERREIRO (2011) define energia renovável como “todas aquelas formas de energia cuja taxa de utilização é inferior à sua taxa de renovação”. GABETTA et al. (2005) define fontes renováveis de energia aquelas com propriedades auto regenerativas em curto espaço de tempo. As energias renováveis são geralmente consumidas no local onde são geradas. Nesta perspectiva, é possível que países possam ficar menos dependentes dos fornecimentos externos e contribuir ainda para a criação de postos de trabalho em zonas mais deficitárias (AGENEAL, 2007). As principais fontes e manifestações de energias alternativas ou renováveis são a energia solar, eólica, biomassa, geotérmica, hídrica e dos oceanos.

## **2.2 TRATAMENTOS DOS ESGOTOS SANITÁRIOS**

Uma estrutura qualquer de esgoto sanitário conduz seus efluentes direta ou indiretamente para corpos d'água receptores, formados pelos conjuntos das águas de superfície ou de subsolo. A capacidade receptora destas águas, em harmonia com sua utilização, forma o grau de condicionamento ao qual deverá ser disposto o efluente sanitário, de modo que o corpo d'água receptor não sofra alterações nos parâmetros de qualidade fixados para a região afetada pelo lançamento. Os esgotos urbanos são os principais poluidores dos mananciais hídricos (JONSSON & MAIA, 2007).

### **2.2.1 Estações de tratamento de esgoto (ETEs)**

As ETEs foram originalmente criadas para remover matéria orgânica e sólida. Posteriormente surgiu a preocupação em reduzir outros constituintes poluentes, como nutrientes e organismos patogênicos. Os meios de tratamento que se aplicam aos contaminantes dos esgotos sanitários são físicos, químicos e biológicos. O funcionamento desde tratamento passa por várias etapas entre elas a troca de gás, gradeamento,

sedimentação, flotação, coagulação química, precipitação química, filtração, desinfecção e a oxidação biológica (FERNANDES, 2000).

A estação de tratamento abrange a remoção de sólidos grosseiros no gradeamento e na caixa de areia e dos sólidos sedimentáveis no decantador primário, bem como a digestão e a remoção da umidade desse lodo no digestor e no leito de secagem. A remoção de sólidos pode ser classificada em grosseira e fina dependendo do perímetro da abertura da grade. O tratamento secundário é realizado por meio de processos de oxidação biológica, cujas alternativas mais clássicas são a filtração biológica e o processo dos lodos ativados. Um dos subprodutos resultantes do tratamento de esgoto é um resíduo com grande potencial poluidor, denominado lodo de esgoto. A resolução que trata das condições e padrões de lançamento de efluentes no país é a Resolução do Conselho Nacional de Meio Ambiente: CONAMA Nº 430/2011, do Conselho Nacional do Meio Ambiente CONAMA” - Data da legislação: 13/05/2011 – Publicação DOU nº 92, de 16/05/2011, pág. 89. E a resolução que trata do procedimento para a aplicação do lodo de esgoto sanitário em solo agrícola é a Resolução Nº 375 do Conselho Nacional do Meio Ambiente (CONAMA, 2006).

## 2.3 LODO DE ESGOTO SANITÁRIO

O lodo é um resíduo complexo que contém inúmeros compostos químicos e agentes patogênicos, podendo apresentar-se na forma sólida, semissólida ou líquida, abundante em matéria orgânica e em nutrientes, com grande potencial poluidor (PEDROZA, 2010 & BIANCHINI *et al.*, 2015).

As características físicas e químicas do lodo de esgoto podem variar de acordo com o local de origem (área residencial ou industrial), a época do ano e os procedimentos adotados na Estação de Tratamento de Esgoto (ETE).

### 2.3.1 Classificação do lodo

Os esgotos são classificados em dois grupos, os sanitários e os industriais. Os esgotos sanitários são constituídos basicamente de despejos domésticos, uma parcela de águas pluviais, água de infiltração, e eventualmente uma parcela não significativa de despejos industriais. Originado da água de banho, urina, fezes, papel, restos de comida, sabão, detergentes, águas de lavagem em geral.

O lodo é um produto do tratamento do esgoto. Este, de acordo com a Política Nacional de Resíduos Sólidos, Capítulo II do Art. 3º inciso XVI, é classificado como um resíduo sólido, sendo descrito da seguinte forma:

“Material, substância, objeto ou bem descartado resultante das atividades humana em sociedade, cuja destinação final se procede ou se está obrigado a proceder, no estado sólido ou semissólido, bem como gases contidos em recipientes e líquidos cujas particularidades tornem inviável o seu lançamento na rede pública de esgotos ou em corpos d’água, ou exijam para isso soluções técnica ou economicamente inviável em face da melhor tecnologia disponível” (BRASIL, 2010 p.1).

Normalmente, o esgoto doméstico (residencial ou industrial) é composto por 0,1% de sólidos e 99,9% de água, sendo que do total de sólidos, 70% são orgânicos e estão na forma de proteínas, carboidratos, gorduras, entre outros, e 30% são inorgânicos e se relacionam a areia, sais, metais, entre outros (FERNANDES, 2000).

Os lodos também podem ser classificados de acordo com os estágios de tratamento onde foram gerados, dessa forma sendo denominado primário, secundário ou digeridos.

O lodo primário é aquele que teve origem do decantador primário, sendo um lodo altamente putrescível, gera odores desagradáveis e contém elevadas concentrações de patógenos. O lodo secundário é aquele proveniente da conversão biológica dos produtos solúveis do efluente primário, bem como partículas que escapam do tratamento primário. Os lodos primários e secundários podem ser classificados como não digeridos (bruto). O lodo digerido é o lodo bruto que sofre estabilização biológica, geralmente por via anaeróbia. A digestão anaeróbia causa diminuição na concentração de sólidos voláteis e a produção de gases tais como o gás carbônico e o metano (VON SPERLING, 2005).

### **2.3.2 Características químicas do lodo de esgoto sanitário**

A variedade de substâncias presentes no lodo de esgoto domésticos é de considerável expressão, por estar sujeito aos hábitos da população e de diversos outros fatores. As características químicas podem ser classificadas em parte orgânica e inorgânica.

A composição da parte orgânica do lodo de esgoto é formada principalmente por proteínas (40 a 60%), carboidratos (25 a 50%), gorduras e óleos (10%), além da ureia, surfactantes, fenóis, pesticidas, dentre outros (JORDÃO, 1995).

As proteínas são fontes de nitrogênio e apresentam em sua composição átomos de carbono, hidrogênio, oxigênio, enxofre, nitrogênio, ferro e algumas vezes fósforo. Fazem parte da constituição dos animais e das plantas. O gás sulfídrico presente nos esgotos é proveniente do enxofre fornecido pelas proteínas que geram nas estações de tratamento um cheiro não agradável (MELO & MARQUERS, 2000).

Os carboidratos apresentam em suas moléculas carbono, hidrogênio e oxigênio. São as primeiras substâncias a serem destruídas pelas bactérias. A mineralização da molécula de glicose no processo oxidativo libera em torno de 19 vezes mais energia que no processo fermentativo (BLACK, 2002).

A gordura é o material graxo presente no lodo, sendo esses os óleos e as substâncias semelhantes, provenientes do consumo de manteiga, e óleos vegetais do descarte das cozinhas (JORDÃO, 1995).

Os surfactantes (detergentes) são formados por moléculas orgânicas com a propriedade de formar espuma no corpo receptor ou na estação de tratamento. Tendem a se unir à interface ar-água, e nas unidades de aeração aderem à superfície das bolhas de ar, formando um tipo de espuma muito estável e difícil de ser quebrada. Um dos surfactantes mais comum é o chamado ABS (Alquil – Benzeno – Sulfonado), componente dos detergentes sintéticos bastante utilizados nas indústrias de produtos de limpeza e na indústria de petróleo, apresenta resistência à ação biológica (NITSCHKE & PASTORE, 2002).

O lodo de esgoto é constituído por uma variedade de grupos funcionais orgânicos entre eles ácido, álcool, amina, amida, nitrila, cetona e hidrocarbonetos. Essas estruturas possuem potencial energético elevado e podem ser recuperadas em processos térmicos. Os parâmetros de carga orgânica para diferentes condições do lodo de esgoto sanitário podem ser verificadas na Tabela 2.1.

Tabela 2.1 - Parâmetros de carga orgânica no lodo de esgoto sanitário (mg/L).

Parâmetros	Condições do Esgoto		
	Forte	Médio	Fraco
DBO <sub>5</sub> (20 °C)	300	200	100
Nitrogênio total	85	40	20
Nitrogênio orgânico	35	20	10

Amônia livre	50	20	10
Nitrito, NO <sub>2</sub>	0,10	0,05	0
Nitrato, NO <sub>3</sub>	0,40	0,20	0,10
Fósforo Total	20	10	5
Orgânico	7	4	2
Inorgânico	13	6	3

Fonte: JORDÃO (1995) adaptado.

A Tabela 2.2 apresenta a composição química média do lodo de esgoto sanitário do município de Cascavel, cidade do Oeste do Paraná.

Tabela 2.2 - Composição química do lodo de esgoto sanitário estabilizado produzido na ETE Oeste da unidade regional do município de Cascavel.

<b>Parâmetros</b>	<b>Resultado Analítico</b>	<b>Unidade</b>
Sólidos Totais	84,76	g/100g
Cinzas	52,22	g/100g de Sólidos Totais(ST)
Nitrogênio total, N	1,23	g/100g de ST
Carbono total, C	35,00	g/100g de ST
Relação C/N	9,35	Adimensional
Fósforo Total	1,33	g P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> / 100g de ST
Potássio Total	0,26	g K <sub>2</sub> O / 100g de ST
Cálcio Total	2,09	g CaO / 100g de ST
Magnésio Total	0,11	g MgO / 100g de ST
Cádmio (mg/kg)	<0,01	mg/Kg de ST
Cobre (mg/kg)	416,00	mg/Kg de ST
Cromo (mg/kg)	181,00	mg/Kg de ST
Mercúrio (mg/kg)	<0,01	mg/Kg de ST
Níquel (mg/kg)	172,00	mg/Kg de ST
Zinco (mg/kg)	670,00	mg/Kg de ST
Escherichia coli	3,7 x 10 <sup>2</sup>	USEPA, 1994
Coliformes Termotolerantes	3,8x 10 <sup>1</sup>	Standard Methods
Ovos de helmintos (NMP/g)	<0,25	EPA/625/R-92/013

Fonte: SANEPAR (2008).

Os resultados apresentados na Tabela 2.2 indicam que as quantidades de Escherichia coli, Coliformes Termotolerantes e Ovos de helmintos (NMP/g) estão dentro dos parâmetros de cada método analítico. Não existe um valor máximo para Escherichia coli. Para a análise de Coliformes Termotolerantes o valor máximo permitido pela Standard Methods é 1,0 x 10<sup>3</sup> NMP/g estando o lodo desta ETE (3,8 x 10<sup>1</sup>) dentro do limite e para Ovos de helmintos (NMP/g) o valor que é menor que 0,25 Ovo/g estando de acordo com a norma EPA/625/R-92/013.

O material inorgânico contido nos esgotos é formado, principalmente, pela presença de areia e de substâncias minerais dissolvidas. A areia é derivada de águas de lavagem das ruas e de águas de subsolo, que chegam às galerias de modo indevido ou que se infiltram através das juntas das tubulações ou canalizações.

Muito raramente os esgotos são tratados para retirada de constituintes inorgânicos, salvo a exceção de alguns despejos industriais (JORDÃO, 1995).

### **2.3.3 Características Físicas**

Os aspectos físicos do esgoto podem ser interpretados pela obtenção das grandezas relacionadas às determinações tais como matérias sólidas, temperatura, odor, cor e turbidez. Considerando as características físicas, a concentração de matéria sólida é o de maior importância, em termos de dimensionamento e controle de operações das unidades de tratamento. A remoção da matéria sólida é feita por meio de uma série de operações de tratamento, entre elas a remoção dos sólidos grosseiros, remoção dos sólidos sedimentáveis, remoção dos sólidos flutuantes, remoção da umidade do lodo, filtração dos esgotos, diluição dos esgotos e homogeneização (JORDÃO, 1995).

## **2.4 TRATAMENTO DO LODO DE ESGOTO**

Nos sistemas de tratamento de esgoto, o lodo concentra os nutrientes, a matéria orgânica, os metais pesados, os organismos patogênicos e outros elementos que podem proporcionar risco à saúde e ao meio ambiente, caso não sejam controlados e monitorados.

O pilar do tratamento do esgoto doméstico é a estabilização biológica que abrange a transformação parcial da matéria orgânica em um gás e um resíduo estabilizado com a ajuda das bactérias na ausência ou presença do oxigênio podendo ser classificada em estabilização aeróbia ou anaeróbia do lodo (MÉNDEZ *et al.*, 2005).

O lodo digerido sem a presença de oxigênio (estabilização anaeróbia) tem coloração preta, enquanto o lodo digerido com a presença de oxigênio (estabilização aeróbia) apresenta coloração marrom. O lodo estabilizado não possui odor que possa ser desagradável (PEDROZA *et al.*, 2010).

#### **2.4.1 Metais pesados no lodo**

A presença de metais pesados no lodo varia com o nível socioeconômico e cultural da população, o grau de industrialização da região e a quantidade de esgotos industriais gerados e tratados (TSUTIYA, 2001). O nome “metal pesado” é atribuído a elementos químicos que apresentam massa específica maior que  $5 \text{ g.cm}^{-3}$  e/ou número atômico maior que 20, que causam problemas de poluição. Normas regulamentadoras fixam os limites dos metais pesados (CETESB, 2004). Quando o lodo de esgoto é utilizado em solos cultivados, como fertilizantes, existe a possibilidade de esses metais, em sua forma mais perigosa, serem absorvidos pelas plantas e se acumularem em tecidos que poderia servir de alimentos para animais e humanos causando diversos problemas a sociedade (MARQUES *et al.*, 2001).

#### **2.4.2 Organismos microbiológicos no lodo de esgoto**

O lodo de esgoto é fonte de diversos tipos de micro-organismos. Estes podem ser saprófitos, comensais, simbiontes ou parasitas, sendo esta última categoria patogênica capaz de causar doenças ao ser humano, por meio de contato direto ou por meio de outros organismos (ratos, pássaros, moscas) que tenham contato com o lodo (SOCCOL *et al.*, 2010).

As bactérias mais comuns presente no lodo são: *Salmonella spp.*, *Escherichia coli.*, *Shigella sp.*, *Leptosira sp* *Vibrio cholarae*. Dentre os agentes virais podem ser referidos: vírus da hepatite A, enterovírus, rotavírus e reovírus. Com relação aos protozoários, são encontrados: *Cryptosporidium*, *Giardia lamblia*, *Entamoebahistlytica*, *Balantidium coli* e *Toxoplasma gondii*. Os helmintos mais frequentes são: *Ascaris sum*, *Ascaris lumbricoides*, *Toxocara sp.*, *Trichuristrichiura*, *Taeniasolium*, *Hymenolepis diminuta*, *Taeniasaginata*, *Necator americanus* e *Hymenolepis nanam* (SOCCOL *et al.*, 2010).

#### **2.4.3 Toxicidade do lodo**

Os testes de toxicidade demonstram quais os efeitos das substâncias tóxicas (efluentes ou esgotos) nas condições climáticas, frente a organismos-padrão, desde que se aclimatem às condições físico-químicas da água utilizada para manutenção da cultura, a qual deve se aproximar ao máximo daquela da região em estudo (BARBIERI *et al.*, 2002).

De acordo com os estudos de JONSSON & MAIA (2007), a aplicação de lodo de esgoto proveniente das estações de tratamento apresenta riscos adversos para a fauna aquática. Esse fenômeno estaria associado à constituintes orgânicos ou inorgânicos com ação tóxica.

Em testes de toxicidade são utilizados o microcrustáceo *Artemia salina* e o invertebrado aquático *Daphnia similis* como detector de compostos bioativos em extratos vegetais e para expressar a toxicidade de extrato com atividade moluscicida. Alteração mitótica em culturas de células também é um indicador de toxicidade (JONSSON & MAIA, 2007).

## 2.5 DESCARTES DO LODO DE ESGOTO SANITÁRIO

No Brasil, o lançamento de poluentes (os esgotos) em ambientes aquáticos, devem passar por tratamento ou remediação, de modo a remover os agentes patogênicos e inorgânicos antes de serem devolvidos aos corpos de água. Tal exigência é disposta na Resolução do Conselho Nacional de Meio Ambiente: CONAMA Nº 430/2011 que “Dispõe sobre condições e padrões de lançamento de efluentes, complementa e altera a Resolução Nº 357, de 17 de março de 2005 (CONAMA, 2011a).

Dentre as diversas formas de destino do lodo de esgoto a mais comum é o aterro sanitário e a incineração (VIEIRA *et al.*, 2011). Essas são alternativas de alto custo e que não oferecem muitos benefícios para a sociedade. Alternativas, tais como a aplicação em área agrícola destinado ao plantio florestal, recuperação de áreas degradadas, fabricação de substrato vegetal também fazem parte das alternativas para o destino do lodo de esgoto (DORES-SILVA *et al.*, 2011).

## 2.6 PRODUÇÃO DE CARVÃO VEGETAL

O carvão vegetal é um material sólido proveniente da decomposição térmica da madeira na presença ou ausência controlada de oxigênio (MEIRA, 2002). A principal finalidade do processo de transformação da madeira em carvão vegetal é aumentar a concentração de carbono fixo da fração sólida por meio da carbonização. É um dos materiais

combustíveis mais utilizados no mundo, produzido em maior ou menor escala por quase todos os países.

O Brasil foi responsável por 15% da produção mundial de carvão vegetal em 2012 e se destaca como maior produtor e consumidor desse material para diversos fins (COUTO, 2014). O carvão vegetal é bastante utilizado no Brasil na produção de ferro-gusa e em algumas regiões rurais como uma alternativa de renda. A utilização de carvão vegetal na substituição do carvão mineral, na produção de ferro-gusa é decorrente da baixa existência de jazidas de carvão mineral com qualidade adequada em território nacional. Assim, quando a alternativa é a utilização de carvão mineral para termorredução do minério de ferro, o país é obrigado a importar este insumo de países produtores (GOLDEMBERG & LUCON, 2007).

A produção de carvão representa uma importante atividade econômica para boa parte da população rural. Na legislação brasileira, não se observa uma padronização nos processos de carbonização, dessa forma, são encontrados carvões produzidos por meio de diferentes parâmetros diferenciando a qualidade desse material (ANDRADE, 2011).

A madeira é uma mistura complexa de polímeros naturais conhecidos como celulose, hemicelulose, lignina e uma pequena quantidade de outras substâncias, tais como, extrativos e cinzas. A composição dos polímeros varia de uma espécie para outra (MORAIS *et al.*, 2004).

Segundo OLIVEIRA *et al.* (1982) a madeira é composta basicamente de carbono, oxigênio, água, hidrogênio, nitrogênio e sais minerais. É um dos componentes da biomassa de maior uso energético, por possuir características atraentes tais como produtividade, qualidade e massa específica adequada, além do seu baixo custo (PINHEIRO *et al.*, 2006).

A madeira é a matéria prima mais utilizada na produção do carvão vegetal e fins industriais, como pode ser observado na Figura 2.1.

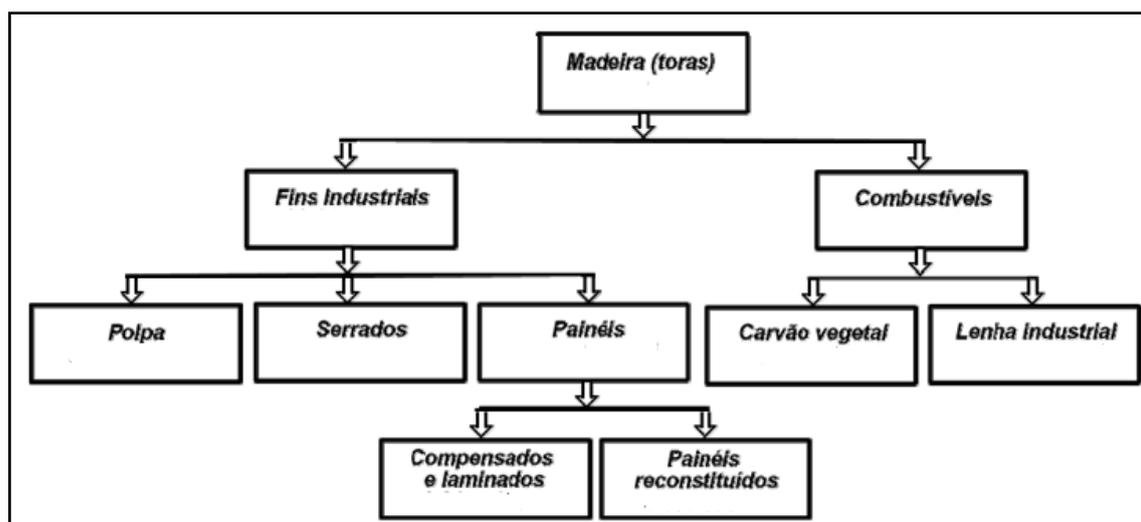


Figura 2.1 - Cadeia produtiva do uso da madeira.

Fonte: BARCELLOS (2007) adaptado.

O carvão vegetal é produto da carbonização da madeira. De acordo com os estudos de PINHEIRO *et al.* (2006), a carbonização é uma técnica em que a madeira é submetida a aquecimento entre 450 °C e 550 °C em ambiente fechado, com pequena quantidade ou exclusão total de ar e durante esse processo são liberados gases, vapores de água e líquidos orgânicos, resultando em produtos como o alcatrão e o carvão vegetal.

Existem diferentes tipos de fornos utilizados na fabricação do carvão vegetal, entre eles do tipo Meda, Cupim e Rabo – Quente, sendo os dois primeiros mais primitivos feitos de terra e barro e apenas este último feito de alvenaria (FERNANDES, 2014).

O forno de alvenaria mais simples e mais utilizado entre os pequenos produtores no Brasil é o forno fixo denominado “rabo-quente” (Figura 2.2), sua construção é recomendada em áreas planas. Esses fornos são de baixo custo e de fácil manuseio, podendo um único trabalhador operar de 7 a 10 fornos (FERNANDES, 2014).



Figura 2.2 - Forno do tipo Rabo – Quente utilizado na produção de carvão.

Fonte: FERNANDES (2014).

Conforme os estudos de PINHEIRO *et al.* (2006) o tempo normal de corrida de um forno do tipo “rabo-quente” é de sete dias, desde o acendimento do fogo até a retirada do carvão. São três dias para carbonizar, três dias para esfriar e um dia para descarregar e encher o forno. Foi apurado que a produção de um forno do tipo “rabo-quente” é de cerca de 5m<sup>3</sup> de carvão por fornada. Em torno de 80% da produção de carvão vegetal no Brasil é realizada em fornos de alvenaria do tipo rabo-quente.

### 2.6.1 Qualidade do carvão vegetal

O teor de materiais voláteis é uma propriedade que influencia diretamente a qualidade do carvão vegetal. Voláteis são compostos orgânicos que volatilizam quando expostos à presença de altas temperaturas. A quantidade destes compostos é inversamente proporcional ao teor de carbono fixo (VALE *et al.*, 2011).

Combustíveis com maior teor em carbono fixo queimam mais lentamente. Isso implica um maior tempo de residência nos aparelhos de queima comparativamente aos materiais que apresentam menor teor de carbono fixo (PINHEIRO *et al.*, 2006).

Carbono fixo é um carbono fortemente ligado a outros átomos de carbono. As ligações C-C são mais fortes, resultando em uma maior resistência à degradação térmica

umentando o poder energético e econômico do material (VALE *et al.*, 2011). Entre outros fatores a qualidade do carvão vegetal está ligada diretamente a matéria prima, parâmetros de carbonização, propriedades físicas, químicas e anatômicas da madeira, densidade, reatividade, teor de lignina, umidade, granulometria e poder calorífico. A concentração de compostos inorgânicos também interfere sobre a qualidade do carvão vegetal (COUTO, 2014).

## **2.6.2 Propriedades do carvão vegetal**

O carvão vegetal é formado basicamente de carbono, apresentando ainda parte de oxigênio, hidrogênio e uma quantidade mínima de nitrogênio. A composição química elementar do carvão vegetal e suas propriedades apresentam uma correlação direta com a matéria-prima utilizada; temperatura de carbonização e técnica de carbonização empregada (MARCOS MARTÍN, 1997).

### **2.6.2.1 Carbono fixo**

O teor de carbono fixo indica a quantidade de carbono residual encontrada no carvão vegetal após a carbonização da madeira. É obtido pela diferença entre o teor de materiais voláteis mais o teor de cinzas. Conforme TEIXEIRA *et al.* (2016), a quantidade de carbono fixo fornecido por unidade de madeira é função da porcentagem de lignina da madeira.

### **2.6.2.2 Rendimento gravimétrico**

A medida do rendimento gravimétrico expressa a relação entre o peso do carvão e o peso da madeira, calculado seguindo a norma NBR 8633 (ABNT, 1984).

### **2.6.2.3 Materiais voláteis**

Os materiais voláteis podem ser descritos como substâncias que se desprendem da madeira como gases durante a carbonização ou queima do carvão. Os fatores que influenciam na taxa dos materiais voláteis do carvão, de acordo com TOMELERI *et al.* (2017), são: temperatura de carbonização, taxa de aquecimento e composição química da madeira. A temperatura é o principal parâmetro que controla os teores de materiais voláteis e carbono fixo do carvão. O efeito das matérias voláteis implica na modificação estrutural do carvão. A porosidade, diâmetro médio dos poros, massa específica e outras características físicas do carvão podem ser alteradas significativamente pela eliminação dos voláteis.

#### 2.6.2.4 Cinzas

O teor de cinzas representa a quantidade residual dos componentes minerais resultantes da combustão completa do carvão, geralmente, o carvão vegetal apresenta baixo teor de cinzas quando comparado com o coque mineral. Os minerais presentes na madeira e carvão são avaliados como indesejáveis do ponto de vista energético, pois, colabora em algumas situações, quando queimados em fornalhas ou caldeiras a formarem incrustações nos equipamentos e tubulações. Os principais minerais encontrados nas cinzas são cálcio, magnésio, fósforo e silício (TEIXEIRA *et al.*, 2016).

#### 2.6.2.5 Poder calorífico

O poder calorífico de um determinado material energético como o carvão pode ser definido como a quantidade de energia liberada na forma de calor (entalpia de combustão) durante a combustão completa de uma unidade de massa do combustível. Esta medida pode ser classificada de duas formas: Poder Calorífico Superior (PCS) ou Poder Calorífico Inferior (PCI). NOGUEIRA & LORA (2003) e CORTEZ *et al.* (2008) mencionam que o PCI é cerca de 10% a 20% menor que PCS, pois não avalia o calor latente de condensação do vapor da água presente nos produtos de combustão. Em acordo com os estudos de NOGUEIRA & RENDEIRO (2008) o PCS pode ser obtido de duas formas: experimental mediante bomba calorimétrica adiabática (ASTM D2015-66) ou de forma empírica, como por exemplo, por meio da equação de TILLMAN (1978), baseada na composição elementar (teor de carbono).

## 2.7 BRIQUETAGEM

Briquetagem é uma técnica ou procedimento aplicado em materiais com pequenos tamanhos que são prensados para formar blocos ou aglomerados de forma definida e de maior tamanho. Por meio dessa ação, subprodutos de beneficiamento agroflorestral e finos de carvão tomam forma de um novo material com maior valor comercial (ANTUNES, 1982).

A tecnologia de briquetagem, por meio da compressão, converte os resíduos provenientes do processamento mecânico da madeira em um potencial combustível compacto (TEISANO, 1983).

Diante do cenário mundial os principais países que desenvolvem e produzem equipamentos para compactação (briquetadeiras) são: França, Alemanha, Bélgica, Brasil, Tailândia, Japão e Taiwan (BHATTACHARYA, 2004).

Os mecanismos de compactação de biomassa podem ser divididos em duas categorias principais: compactação quente em alta pressão e compactação fria em baixa pressão. O primeiro mecanismo é o mais importante e mais utilizado por produzir um melhor material em termos técnicos e energéticos, podendo ser produzidos por três diferentes tipos de equipamentos: Prensa de pistão mecânico, extrusora de pressão e peletização (LIPPEL, 2017).

### 2.7.1 Prensa de pistão mecânico

Na prensa de pistão mecânico, a matéria-prima é levada a uma matriz cônica, num movimento contínuo, sendo a alimentação feita por um funil e compactada por meio de um pistão que se movimenta alternadamente. A matriz é na maioria das vezes constituída por um canal afunilado de seção circular, que serve para compactar e extrusar na forma de briquetes (ERIKSSON *et al.*, 1990).

A briquetadeira a pistão mecânico normalmente é alimentada com energia elétrica e colocada numa base fixa. A prensa de pistão com esteira hidráulica é um aparelho relativamente recente. A prensa de pistão, em geral, possui um longo tubo que serve para a produção de briquetes cilíndricos de alta densidade, o número 1 indica a entrada de matéria prima e 2 a saída do material em forma de briquetes (Figura 2.3).

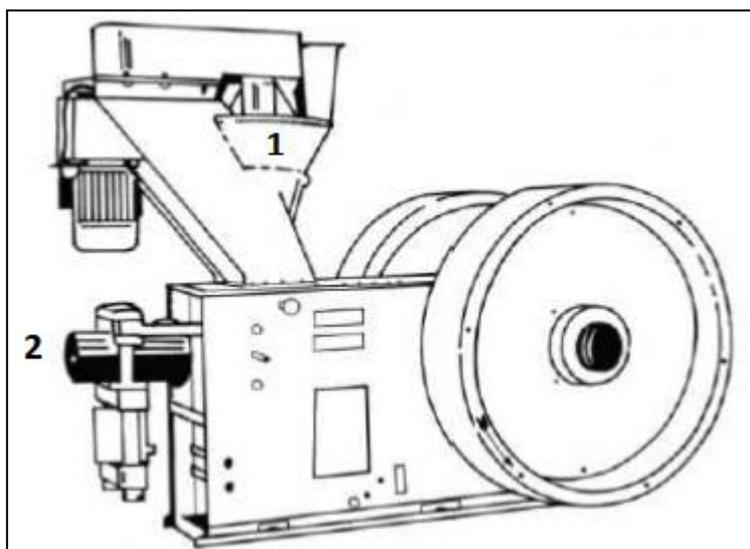


Figura 2.3 - Parte externa da prensa de pistão mecânico  
Fonte: ERIKSSON *et al.* (1990).

Esse tipo de equipamento possui uma capacidade que pode variar de 40 kg h<sup>-1</sup> a 2.500 kg h<sup>-1</sup> e os briquetes são quase sempre cilíndricos, com diâmetros entre 50 mm a 100 mm.

### **2.7.2 Extrusora de pressão (EP)**

Os equipamentos dessa natureza possuem dois tipos de tecnologia, a de pressão cônica (EPC) e a de pressão com molde aquecido (EPMA). Na briquetadeira do tipo EPC, o parafuso cônico conduz a matéria-prima em uma antecâmara e em seguida um cabeçote de compressão, compacta e extrusa a biomassa em uma matriz. A extrusora força o resíduo a entrar na câmara e molda o material por meio de uma matriz, produzindo briquetes, em seguida, uma faca corta o produto compactado no comprimento especificado (BHATTACHARYA, 2004).

O alto aquecimento gerado pelo atrito exige um sistema de resfriamento (camisa de água) em volta da matriz. A capacidade produtiva varia entre 600 e 1000 kg h<sup>-1</sup>, dependendo do tipo de material. Embora os briquetes saiam com uma excelente qualidade, um ponto negativo desta máquina é o rápido desgaste da cabeça de reposição (ERIKSSON *et al.*, 1990).

Na briquetadeira do tipo EPMA, o material é obrigado a passar direto por uma parte estreita, cônica, suavemente aquecida, com um molde de saída. Sendo, geralmente seu acionamento elétrico. A forma do molde dos briquetes pode ser circular ou quadrado. A abertura central serve para aumentar o processo de densificação do material, devido à rotação da extrusora. Os briquetes apresentam de 5 cm a 10 cm de diâmetro. A temperatura de aquecimento é por volta de 300 °C. O material aquece acima dos 200 °C durante o processo, sendo a maior parte do aquecimento causado pelo atrito. Os briquetes têm sua superfície parcialmente pirolisada. A série ou modelo da extrusora resulta na formação de um orifício circular central no briquete, o qual permite a saída da fumaça durante o processo de briquetagem. Esse modelo de briquetadeira foi desenvolvido no Japão, em 1945 e possuem capacidade de briquetagem que podem variar de 50 kg h<sup>-1</sup> a 800 kg h<sup>-1</sup> (KISHIMOTO & BOLEY, 1968).

Alguns países como Bangladesh e Tailândia reduziram o gasto de eletricidade durante o processo de briquetagem utilizando um sistema de aquecimento na matriz, que consiste em um pré-aquecimento da matriz por meio de um sistema refratário que aquece a rosca extrusora diminuindo o consumo de eletricidade, já que o material pré-aquecido a ser briquetado passa pela rosca extrusora (BHATTACHARYA *et al.*, 2002).

### 2.7.3 Peletização

A prensa peletizadora é formada por um rolo cilíndrico que gira contra uma matriz dotada de vários furos de pequeno diâmetro (normalmente entre 5 e 15 mm). A matéria prima a ser peletizada é atritada por pressão e forçada para fora do molde. Após a compactação sai do molde com um formato uniforme e contínuo. Sendo cortada com facas no comprimento desejado. A matéria-prima é colocada entre o rolo e a matriz e a passagem do rolo provoca a extrusão do material através dos furos. O atrito do material provoca aquecimento. O produto extrusado é denominado de pellet (e não briquete) devido ao pequeno diâmetro (BHATTACHARYA *et al.*, 1989).

Essas máquinas de peletização podem compactar diferentes tipos de materiais entre eles: cereais, forragens, palhas, capim etc. As máquinas de peletização possuem capacidade de 3 t/h a 8 t/h e podem ser fixas ou móveis. Os pellets normalmente apresentam um tamanho de 5 a 15 mm de diâmetro e um comprimento de 30 mm. A superfície de apoio e pressão pode ser lisa ou curva como observado na Figura 2.4.

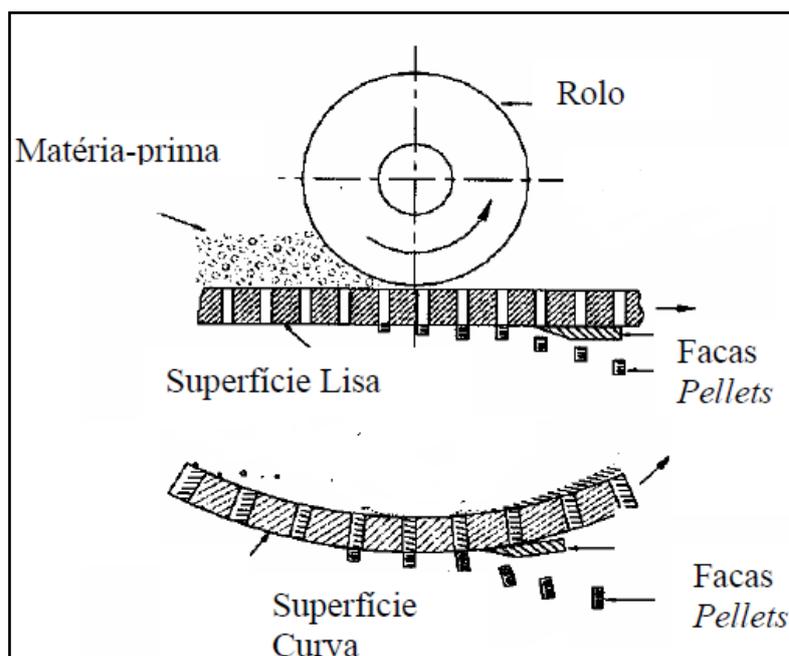


Figura 2.4 - Funcionamento da peletizadora.  
Fonte: BHATTACHARYA (2004) adaptado.

## 2.8 FATORES QUE AFETAM A QUALIDADE MECÂNICA E ENERGÉTICA DOS BRIQUETES

Um grande número de variáveis influencia a qualidade dos briquetes, desde as propriedades do material como a umidade relativa, granulometria (tamanho das partículas), efeito da densidade, efeito da compactação, resistência a compressão, composição da matéria prima até variáveis do processo como a temperatura e a pressão.

### 2.8.1 Umidade

Para cada tipo de matéria-prima existe uma faixa de teor de umidade, na qual o material pode ser compactado com maior eficiência, podendo variar de acordo com o processo de compactação. O teor de umidade influencia sobre a queima de materiais combustíveis. O alto teor de umidade pode gerar explosões devido à formação de vapor. Por outro lado, uma matéria-prima muito seca dificulta os mecanismos de aglutinação entre as partículas. Segundo os estudos de KOULLAS & KOUKIOS (1987), a água parece contribuir com a formação da estrutura na aglutinação. A falta de umidade prejudica o empacotamento e compactação do material, sendo a água responsável pelo amolecimento da lignina em madeiras (QUIRINO *et al.*, 2005). É possível observar por meio da Tabela 2.3 diferentes proporções de umidade em briquetes.

BHATTACHARYA *et al.* (1989) sugeriram que o valor excelente de umidade deve estar entre 8 e 12% em resíduos de madeira, pois a matéria muito seca dificulta o mecanismo de compactação entre as partículas. JIANG *et al.* (2014) verificaram que o teor de umidade ideal para peletização (processo similar a briquetagem) utilizando como biomassa uma mistura de lodo, cânfora e palha de arroz, foi de 10-15%. A Tabela 2.3 apresenta valores de umidade para diferentes tipos de briquetes de acordo com o estudo de cada autor.

Tabela 2.3 - Quantidades de umidade para cada tipo de briquete de acordo com o estudo de cada autor.

<b>Autor - Briquete</b>	<b>Umidade (%)</b>
BHATTACHARYA <i>et al.</i> (1989) - Resíduo de madeira.	8 a 12

---

GROVER & MISHRA (1996) - Resíduos lignocelulósicos.	8 a 12
DA SILVA & DOS SANTOS MORAIS (2008) - Bagaço de cana.	20
GONÇALVES <i>et al.</i> (2009) - Resíduos lignocelulósicos.	8 a 15
ROUSSET <i>et al.</i> (2011) - Carvão para uso doméstico.	5 a 8
PROTÁSIO <i>et al.</i> (2012) - Casca e pergaminho de café.	7 e 8
PIMENTA <i>et al.</i> (2015) - Casca de coco verde.	4,6
LELA <i>et al.</i> (2016) - Resíduos de madeira (serragem).	5,3 a 7,6
SILVA <i>et al.</i> (2017) - Biomassa de <i>Eucalyptus</i> sp.	10 a 12

---

OLORUNNISOLA (2007) verificou que o teor de umidade em briquetes produzidos a partir da casca de coco e resíduos de papel encontram-se entre 5,4% e 13,3%.

O estudo de REIS *et al.* (2002) apontam que a umidade acima de 15% pode comprometer a eficiência da combustão dos briquetes devido a relação entre poder calorífico e umidade. De acordo com os estudos de QUIRINO & BRITO (1991) as briquetadeiras de rosca mecânica trabalham com material a 10-12% de umidade, as de pistão hidráulico aceitam material com umidade entre 18-20% e as peletizadoras com até 20% de conteúdo de umidade, usando pressões de 80 a 320 kg cm<sup>-2</sup>.

O poder calorífico da biomassa é inversamente proporcional ao teor de umidade, ou seja, a umidade que permanece no briquete reduzirá seu poder calorífico, quanto menor a umidade, maior é o poder calorífico (SILVA, 2017).

A partir do conjunto de informações da Tabela 2.3 é possível perceber que a umidade varia de acordo com a composição da matéria prima na produção de briquetes ou pellets, sendo assim, um fator importante a ser levado em conta para industrialização dos diferentes materiais.

### **2.8.2 Aglutinantes**

Os aglutinantes são compostos que fazem parte da segunda etapa da produção de briquetes de acordo com a metodologia descrita por MORO (1987). Esse autor descreve as seguintes etapas: moagem, adição de aglutinante, prensagem, secagem e estocagem. Os

aglutinantes têm a função de unir as partículas dos materiais que serão briquetados. A escolha do aglutinante e sua quantidade são pontos críticos na produção dos briquetes. Em regra, os aglutinantes são bem mais caros que o componente principal, sendo necessária uma avaliação minuciosa entre as quantidades destes componentes, a fim de se conseguir um produto economicamente viável (MARSOLLA, 1998).

Os aglutinantes possuem como características principais a alta taxa de aglomeração; disponibilidade; alta resistência mecânica; resistência à umidade e boas condições de operacionalidade. Os mecanismos por ação dos aglutinantes podem ocorrer, por meio de forças de Van der Waals ou pelo entrelaçamento entre as partículas (GROVER & MISHRA, 1996). O entrelaçamento e a ativação de forças de valência e de Van der Waals acontecem devido a aproximação e deformação das partículas provocada pela compactação (QUIRINO & BRITO, 1991). De acordo com LUCENA *et al.* (2008) os aglutinantes são indispensáveis para o processo de briquetagem quando se utiliza finos de carvão. Outros aglutinantes podem ter propriedades lubrificantes e diminuem o atrito entre as partículas, aumentando a compactação, servindo também como um agente intermediário entre o briquete e as ferramentas. Alguns exemplos são: óleos, amido seco, talco, ceras e grafite (SALEME, 1992). O amido pode ser adicionado à biomassa no estado sólido ou em suspensão com água. O amido seco torna possível o uso de matéria prima com alto teor de umidade. A desvantagem desse ligante é o seu alto preço. A cal é considerada um bom aglutinante, pois é abundante e relativamente barato. A produção de briquetes com cal, envolvem a conversão do hidróxido de cálcio ( $\text{Ca(OH)}_2$ ) e o dióxido de carbono ( $\text{CO}_2$ ) a carbonato de cálcio ( $\text{CaCO}_3$ ), aumentando a dureza dos briquetes.

TEIXEIRA *et al.* (2010) utilizaram 8% do aglutinante amido de mandioca para a produção de briquetes de cinza de bagaço de cana em mistura com pó de carvão.

O aglutinante mais usado na produção de briquetes de carvão vegetal, nos EUA e Europa, é o amido industrial de milho não-refinado, sendo que um briquete de carvão para uso doméstico contém normalmente 85% de carvão vegetal, 6 a 10% de aglutinante (amido) e 5 a 8% de umidade (ROUSSET *et al.*, 2011). A Tabela 2.4 apresenta as proporções e composições de aglutinantes utilizadas na produção de diferentes tipos de briquetes.

Tabela 2.4 - Quantidades de aglutinante para cada tipo de briquete de acordo com o estudo de cada autor.

<b>Autor - Briquete</b>	<b>Aglutinantes (%)</b>
-------------------------	-------------------------

GONÇALVES <i>et al.</i> (2009) - Resíduos madeireiros	Rejeitos de Resíduo Sólidos Urbanos, (0 a 25)
PEREIRA (2009) - Carvão vegetal e resíduo de bambu	Carboximetilcelulose (3)
TEIXEIRA <i>et al.</i> (2010) - Cinzas de bagaço de cana	Amido (8)
ROUSSET <i>et al.</i> (2011) - Carvão para uso doméstico	Amido (6 a 10)
WZOREK (2012) Lodo de esgoto	farinha de osso e pasta de carvão (6 a 16)
MARTINS <i>et al.</i> (2016) - Carvão vegetal	Amido industrial de milho (10)

Nos estudos de GONÇALVES *et al.* (2009) a proporção de aglutinante do tipo Rejeitos de Resíduo Sólidos Urbanos (RRSU), influenciou na resistência e no poder calórico dos briquetes de resíduo de madeira. Os briquetes com 5% e 10% fragmentaram-se facilmente e quando a proporção foi de 15% e 25% de RRSU, a resistência mecânica aumentou, sendo a proporção de 25% a que apresentou maior poder calorífico.

WZOREK (2012) utilizou farinha de osso e pasta de carvão como aglutinante para produção de briquetes de lodo de esgoto, e conseguiu aumentar a aderência entre as partículas.

No Brasil o aglutinante mais utilizado é o amido, de 3 a 6%, sendo também utilizado como aglutinante o melaço de cana em pó, dissolvido em água e aquecido a 70 °C. Esses briquetes substituíram parcialmente (até 20%) o carvão vegetal com resultados satisfatórios no forno elétrico de redução e no alto-forno (ANTUNES, 1982).

Os briquetes podem ser produzidos a partir de diversos tipos de matéria prima e com diferentes aglutinantes. Como apresentado na Tabela 2.4.

Existem mais de 50 aglutinantes orgânicos e inorgânicos utilizados no processo de briquetagem, sendo que no Brasil os mais utilizados são o amido de milho, alcatrão vegetal, melaço de cana-de-açúcar, fécula de mandioca e resinas sintéticas (DIAS *et al.*, 2012).

### 2.8.3 Granulometria

A matéria-prima para briquetagem deve ser composta por uma mistura de partículas de diversos tamanhos, sendo que a medida máxima depende do tipo de material e do diâmetro da matriz. Na maioria das vezes é aceitável uma granulometria entre 5 e 10 mm,

enquanto que grandes prensas com matrizes de 125 mm de diâmetro aceitam partículas de até 15 mm (LIPPEL, 2017). A dimensão inicial das partículas influencia também a densidade e porosidade final dos briquetes (KALIYAN & MOREY, 2009). Uma matéria-prima de menor granulometria implica na produção de briquetes mais densos, mas requer pressões e temperaturas muito elevadas para aglomerar as partículas sem adição de aglutinantes (ERIKSSON *et al.*, 1990). É de grande importância verificar a granulometria da biomassa antes da compactação, pois de acordo com os estudos de KALIYAN & MOREY (2009) o tamanho das partículas é um influenciador importante da resistência mecânica dos briquetes.

#### **2.8.4 Efeito da densidade**

De acordo com SILVA (2001) a densidade representa a quantidade de massa contida num determinado volume de material e é fundamental para a caracterização da biomassa florestal. Este parâmetro poderá alterar o poder calorífico de um material na medida em que, o calor gerado pela combustão está relacionado com a quantidade de massa, assim madeiras, carvão e derivados mais densos, apresentaram maior poder calorífico por unidade volumétrica. Nos estudos de compactação de biomassas, verifica-se a densidade relativa aparente e a densidade verdadeira. A compactação ou briquetagem aumenta a densidade dos resíduos tornando o produto com alto potencial energético (QUIRINO *et al.*, 2005).

#### **2.8.5 Efeito da compactação**

A briquetagem é uma prática de compactação de diversos tipos de materiais, tendo em seu procedimento vantagens e desvantagens.

Entre alguns benefícios da compactação da biomassa em pellets, briquetes ou cubos temos: i) as vantagens no aumento do conteúdo calorífico do material por unidade de volume, ii) a maior facilidade dos processos de transporte e estocagem, iii) o combustível produz uma queima uniforme frente a materiais fragmentados, iv) o processo ajuda a resolver o problema da disponibilidade dos resíduos, v) elimina a possibilidade da combustão espontânea na estocagem, vi) reduz a biodegradação dos resíduos, vii) devido à baixa umidade atinge rapidamente temperaturas altas, produzindo menos fumaça, cinzas e fuligem se comparado com a lenha (KALIYAN & MOREY, 2009).

No ponto de vista negativo da compactação estão: i) os altos investimentos em equipamentos e gastos de energia no processo, ii) tendência dos briquetes em se desmancharem quando expostos a água ou submetidos a alta umidade, iii) alta carga tributária incidente na venda do produto e nos equipamentos utilizados (BHATTACHARYA, 2004).

### **2.8.6 Resistência a compressão**

Por meio da resistência dos briquetes a compressão é possível prever o comportamento mecânico do material quando submetido a uma determinada carga ou esforço. Geralmente esses testes são realizados em máquina universal de LOSENHAUSEN. O software acoplado ao equipamento determina o resultado da resistência à compressão, expressando qual a carga máxima de resistência em função do tempo até a ruptura do briquete. De acordo com TEIXEIRA *et al.* (2010) uma resistência a compressão maior que 7 MPa, 71,38 kg f cm<sup>-2</sup> ou 0,7138 g cm<sup>-3</sup> é considerada muito boa.

### **2.8.7 Composição da matéria prima**

A composição química da biomassa determina as propriedades físicas e energéticas dos briquetes, a resistência mecânica vai depender do grau de compactação ou aglutinação do material e o poder calorífico da energia envolvida na queima. Todo material exibe uma característica particular quando submetido a queima devido à proporção dos componentes que o constitui (BRIDGWATER, 2001).

No Brasil as principais matérias primas utilizadas na fabricação de briquetes são: serragem, maravalha, resíduos florestais, casca de arroz, casca de eucalipto, bagaço de cana, algodão, casca de café e até caroço de açaí (LIPPEL, 2017).

### **2.8.8 Efeitos da temperatura e pressão**

A temperatura e a pressão são variáveis importantes do processo de compactação da matéria prima na manufatura de briquetes. Seus efeitos determinam as propriedades finais do produto e o consumo energético para sua fabricação. Segundo REED *et al.* (1980) o trabalho de compactação e a pressão podem ser reduzidos em 50% se a matéria-prima é pré-aquecida antes de ser compactada. De acordo com BHATTACHARYA *et al.* (1989) a resistência do produto compactado está diretamente relacionada a temperatura de compactação e a máxima resistência é obtida com temperaturas em torno de 220 °C.

A densidade final do produto depende da pressão exercida durante a compactação. Pesquisadores como REED *et al.* (1980) obtiveram uma relação linear entre a pressão aplicada e a densidade final.

## 2.9 ÓLEO VEGETAL RESIDUAL

Os óleos vegetais utilizados em processos de fritura por imersão são considerados resíduos e podem trazer riscos ambientais significativos quando descartados de modo incorreto na natureza. A maior parte dos resíduos gordurosos derivados dos processos de fritura residencial e comercial não tem um destino correto, sendo na maioria das vezes lançados junto ao lixo, em pias de cozinha, ou até mesmo diretamente no solo e em corpos d'água (BARBOZA & THOMÉ, 2010; MURTA & DE FREITAS, 2012).

Segundo MURTA & DE FREITAS (2012), quando não há uma estação de tratamento de esgoto, este óleo vai direto para os rios, lagoas ou baías, poluindo uma considerável parte das águas. Se este óleo for depositado no solo, haverá a infiltração do material, contaminando as reservas de água. No entanto, ao invés de serem lançados no meio ambiente, os óleos residuais derivados de processos de fritura podem ser reutilizados por meio da sua coleta e aproveitamento como matéria prima de baixo custo para a produção de biodiesel, sabão, tintas a óleo, massa de vidraceiro, entre outros usos (SABESP, 2011).

Para a reutilização do óleo de fritura como matéria prima é necessário a retirada dos sólidos e da umidade (WILDNER & HILLIG, 2012). Esse material apresenta alto conteúdo energético específico ( $\text{MJ kg}^{-1}$  de combustível), quando comparado com outros combustíveis derivados da biomassa (CRUZ *et al.*, 2001). De acordo com MEIRELES & ALVES (2011) é importante a integração e divisão de responsabilidade entre a sociedade, iniciativa privada e setor público para uma melhor gestão no aproveitamento desse resíduo.

## 2.10 LEGISLAÇÃO PARA O DESCARTE DE RESÍDUOS SÓLIDOS

A legislação responsável por regulamentar o descarte de resíduo sólido no Brasil é a lei 12.305/2010 (LEI ORDINÁRIA) de 02/08/2010, publicada no DOU de 03/08/2010, p.2, institui a Política Nacional de Resíduos Sólidos; altera a Lei N° 9.605, de 12 de fevereiro de 1998; e dá outras providências.

Como descrito no artigo segundo da lei 12.305/2010, “Aplicam-se aos resíduos sólidos, além do disposto nesta lei, as Leis N° 11.445, de 5 de janeiro de 2007, 9.974, de 6 de junho de 2000, e 9.966, de 28 de abril de 2000, as normas estabelecidas pelos órgãos do Sistema Nacional do Meio Ambiente (SISNAMA), do Sistema Nacional de Vigilância Sanitária (SNVS), do Sistema Unificado de Atenção à Sanidade Agropecuária (SUASA) e do Sistema Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial (SINMETRO). Para os efeitos desta Lei, entende-se por rejeitos:

“resíduos sólidos que, depois de esgotadas todas as possibilidades de tratamento e recuperação por processos tecnológicos disponíveis e economicamente viáveis, não apresentem outra possibilidade que não a disposição final ambientalmente adequada”, e resíduos sólidos: “material, substância, objeto ou bem descartado resultante de atividades humanas em sociedade cuja destinação final se procede, se propõe proceder ou se está obrigado a proceder, nos estados, sólido ou semissólido, bem como gases contidos em recipientes e líquidos cujas particularidades tornem inviável o seu lançamento na rede pública de esgotos ou em corpos d’água, ou exijam para isso soluções técnica ou economicamente inviável diante da melhor tecnologia disponível”. (BRASIL, 2010 p.1).

A norma técnica responsável por classificar os resíduos sólidos em diferentes níveis de periculosidade é a NBR 10.004 considerando possíveis riscos ambientais à saúde pública (ABNT, 2004). A partir dos critérios e ensaios recomendados, os resíduos sólidos podem ser classificados e enquadrados nas seguintes categorias: Classe I - Resíduos perigosos e Classe II - Resíduos não perigosos, categoria subdividida em: Classe IIA - Não Inertes e Classe IIB - Inertes. O procedimento para a aplicação do lodo de esgoto sanitário em solo agrícola é regulamentado no Brasil pela Resolução n° 375 do Conselho Nacional do Meio Ambiente (CONAMA, 2006).

Esta Lei não se aplica aos rejeitos radioativos, que são regulados por legislação específica.

## 2.11 LEGISLAÇÃO PARA EMISSÃO DE POLUENTES ATMOSFÉRICOS

A legislação responsável por regulamentar a emissão de poluentes no Brasil é a resolução n° 436, de 22 de dezembro de 2011, publicada no DOU N° 247, 26 de dezembro de 2011, os limites de emissão de resíduos são fixados por poluente e por tipologia de fonte conforme os anexos contidos nesta Resolução. Para a construção desta resolução utilizou metodologia semelhante à resolução n° 382/2006 que diz respeito a fontes emissoras recentes (CONAMA, 2007).

A resolução nº 436, de 22 de dezembro de 2011 Publicada no DOU Nº 247, 26 de dezembro de 2011 é um complemento da resolução nº 382/2006 que regulamenta as fontes emissoras instaladas antes de 2 de janeiro de 2007. As resoluções possuem anexos que tratam de resíduos específicos como demonstra os dados da Tabela 2.5.

Para o cumprimento das determinações existentes nas resoluções existe um órgão ambiental fiscalizador e licenciador que poderá, mediante decisão fundamentada e considerando as condições locais da área de influência da fonte poluidora, determinar limites de emissão mais restritivos que os estabelecidos nestas Resoluções onde, a seu critério, o gerenciamento da qualidade do ar assim o exigir.

Tabela 2.3 - Anexos da RESOLUÇÃO Nº 436/2011, poluentes e fontes poluidoras.

<b>ANEXO I</b>	<b>Limites de emissão para poluentes atmosféricos provenientes de processos de geração de calor a partir da combustão externa de óleo combustível</b>
<b>ANEXO II</b>	Limites de emissão para poluentes atmosféricos provenientes de processos de geração de calor a partir da combustão externa de gás natural
<b>ANEXO III</b>	Limites de emissão para poluentes atmosféricos provenientes de processos de geração de calor a partir da combustão externa de biomassa de cana-de-açúcar
<b>ANEXO IV</b>	Limites de emissão para poluentes atmosféricos provenientes de processos de geração de calor a partir da combustão externa de derivados da madeira
<b>ANEXO V</b>	Limites de emissão para poluentes atmosféricos provenientes de turbinas a gás para geração de energia elétrica
<b>ANEXO VI</b>	Limites de emissão para poluentes atmosféricos provenientes de processos de refinarias de petróleo
<b>ANEXO VII</b>	Limites de emissão para poluentes atmosféricos provenientes de processos de fabricação de celulose
<b>ANEXO VIII</b>	Limites de emissão para poluentes atmosféricos provenientes de processos de fusão secundária de chumbo
<b>ANEXO IX</b>	Limites de emissão para poluentes atmosféricos provenientes de processos da indústria de alumínio primário
<b>ANEXO X</b>	Limites de emissão para poluentes atmosféricos provenientes de fornos de fusão de vidro
<b>ANEXO XI</b>	Limites de emissão de poluentes atmosféricos provenientes da indústria do cimento Portland

<b>ANEXO XII</b>	Limites de emissão de poluentes atmosféricos gerados na produção de fertilizantes, ácido sulfúrico, ácido nítrico e ácido fosfórico
<b>ANEXO XIII</b>	Limites de emissão para poluentes atmosféricos gerados nas indústrias siderúrgicas integradas e semi-integradas e usinas de pelotização de minério de ferro
<b>ANEXO XIV</b>	Determinações a serem observadas para a realização do monitoramento das emissões atmosféricas e na elaboração de relatórios de monitoramento

Fonte: adaptado CONAMA (2011b).

Os itens ou anexos das resoluções que mais se assemelham aos biocombustíveis sólidos são os anexos III e IV, uma vez que, por se tratar de biomassa, são semelhantes aos briquetes desenvolvidos, não existe resolução vigente para combustão de lodo de esgoto sanitário. O anexo III trata dos limites de emissão para poluentes atmosféricos provenientes de processos de geração de calor, a partir da combustão de biomassa de cana-de-açúcar, para fontes instaladas ou com licença de instalação requerida antes de 2 de janeiro de 2007 após essa data vigora a Resolução Nº 382/2006 que diz respeito a fontes emissoras recentes

Para o emprego destes anexos deve se ter conhecimento das seguintes definições: biomassa de cana-de-açúcar que são os subprodutos da colheita e processamento industrial da cana-de-açúcar além da capacidade nominal que é a condição máxima de operação da unidade de geração de calor para a qual o equipamento foi projetado. A geração de calor por combustão externa é o processo de queima da biomassa de cana-de-açúcar ou madeira, realizado em qualquer forno ou caldeira cujos produtos de combustão não entram em contato direto com o material ou produto processado.

Tabela 2.4 - Atividades e poluentes atmosféricos regulamentados pela CONAMA 382/07.

<b>Atividades</b>	<b>Anexo na CONAMA 382/2007</b>	<b>Poluentes regulamentados</b>	<b>Faixas de Potência Nominal (MW)</b>
<b>Geração de calor por combustão de bagaço da cana-de-açúcar</b>	Anexo III	MP e NO <sub>x</sub>	P <10 10 ≤ P ≤ 75 >75
<b>Geração de calor por combustão de derivados da madeira</b>	Anexo IV	MP e NO <sub>x</sub>	P <10 10 < P < 30 30 < P < 70 P ≥ 70

Fonte: Adaptado de CONAMA (2007). MP: Material particulado. NO<sub>x</sub>: Concentração de óxidos de nitrogênio.

Ficam estabelecidos os seguintes limites de emissão para poluentes atmosféricos provenientes de processos de geração de calor, a partir da combustão externa de biomassa

de cana-de-açúcar e de derivados da madeira conforme a resolução nº 382/2006 na Tabela 2.6 e a resolução nº 436/2011 na Tabela 2.7.

No Anexo IV das resoluções (382/07 e 436/11) ficam definidos os limites de emissão para poluentes atmosféricos, sendo os resultados expressos na unidade de concentração mg/Nm<sup>3</sup>(miligramas por normal metros cúbicos), provenientes de processos de geração de calor, a partir da combustão externa de derivados de madeira para as fontes instaladas ou com licença de instalação, requerida antes de 2 de janeiro de 2007.

Tabela 2.5 - Atividades e Poluentes atmosféricos Regulamentados pela CONAMA 436/11.

<b>Atividades</b>	<b>Anexo na CONAMA 436/2011</b>	<b>Poluentes Regulamentados</b>	<b>Faixas de Potência Nominal (MW)</b>
<b>Geração de calor por combustão de bagaço da cana-de-açúcar</b>	Anexo III	MP e NO <sub>x</sub>	P <50 50 ≤ P ≤ 100 P >100
<b>Geração de calor por combustão de derivados da madeira</b>	Anexo IV	MP e NO <sub>x</sub>	P <10 10 ≤ P ≤ 50 P >50

Fonte: Adaptado de CONAMA (2011b). MP: Material particulado. NO<sub>x</sub>: Concentração de óxidos de nitrogênio.

Para o melhor entendimento deste anexo devem ser consideradas algumas definições como a capacidade nominal e o poder calorífico, porém existe a necessidade de outros conceitos como derivados de madeira que é a madeira em forma de lenha, cavacos, serragem, pó de lixamento, casca, aglomerado, compensado ou MDF e assemelhados, que não tenham sido tratados com produtos halogenados, revestidos com produtos polimerizados, tintas ou

outros revestimentos e a partir da composição ter uma previsão dos gases gerados (CONAMA, 2011b).

O processo de geração de calor por combustão externa é definido como o processo de queima de derivados da madeira, realizado em qualquer forno ou caldeira, cujos produtos de combustão não entram em contato direto com o material ou produto processado (CONAMA, 2011b).

Os parâmetros que regem os limites de emissão de gases poluentes na atmosfera por material particulado (MP) e concentração de NO<sub>x</sub> estão descritos nas resoluções das Tabelas 2.8 e 2.9.

Tabela 2.6 - Limites de emissão dos anexos III e IV da Resolução CONAMA 382/07.

PTN (MW)	Concentração limite de emissão MP (mg N m <sup>-3</sup> )		Concentração limite de emissão NO <sub>x</sub> (mg N m <sup>-3</sup> )	
	Bagaço de Cana (a 8% de O <sub>2</sub> )	Madeira (a 8% de O <sub>2</sub> )	Bagaço de Cana (a 8% de O <sub>2</sub> )	Madeira (a 8% de O <sub>2</sub> )
< 10	300	730	N.A	N.A.
10 ≤ PTN < 30	300	520	350	650
30 ≤ PTN < 70	250	260	350	650
≥ 70	N.A.	130	350	650

N.A (não aplicável)

Fonte: Adaptado de CONAMA (2007).

A partir da análise das Tabelas 2.8 e 2.9 para emissão de poluentes, é possível verificar que a resolução CONAMA 382/07 tinha um limite menor para emissão de MP (material particulado) e que a Resolução CONAMA nº 436/2011 determina uma quantidade maior para esse parâmetro, de certo modo sendo menos rigorosa nesse aspecto.

Tabela 2.7 - Limites de emissão dos anexos III e IV da Resolução CONAMA nº 436/2011.

PTN (MW)	Concentração limite de emissão MP (mg N m <sup>-3</sup> )		Concentração limite de emissão NO <sub>x</sub> (mg N m <sup>-3</sup> )	
	Bagaço de Cana (a 8% de O <sub>2</sub> )	Madeira (a 8% de O <sub>2</sub> )	Bagaço de Cana (a 8% de O <sub>2</sub> )	Madeira (a 8% de O <sub>2</sub> )
< 10	520	730	N.A	N.A.
10 ≤ PTN < 30	450	520	350	650
30 ≤ PTN < 70	450	260	350	650
≥ 70	390	130	350	650

N.A (não aplicável)

Fonte: Adaptado de CONAMA (2011b).

## 2.12 USO DE DIFERENTES REJEITOS E BIOMASSA NA PRODUÇÃO DE ENERGIA

Apesar da produção de briquete ser algo do século passado ainda não é muito utilizado ou difundido sua aplicação no Brasil. Dessa forma, não se encontram muitos trabalhos na literatura. Nos últimos anos essa prática tem despertado interesse, tanto dos pesquisadores como das indústrias, principalmente pelo aproveitamento de resíduos.

GONÇALVES *et al.* (2009) fabricaram briquetes em diferentes concentrações com RRSU (rejeitos de resíduos sólidos urbanos) em mistura com resíduos madeiros contendo 12% de umidade. Os autores avaliaram para escolha da melhor mistura a análise de combustibilidade versus cinzas, resistência e energia utilizável. Os briquetes com concentração inferior a 10% e RRSU mostraram-se com baixa resistência e os acima de 15% apresentaram grande aumento no teor de cinzas. Portanto, os testes que apresentaram melhor resposta nos requisitos combustibilidade versus cinzas e resistência mecânica foram aqueles com 15% de RRSU. No parâmetro da energia utilizável, o briquete com 25% de RRSU foi o que apresentou maior poder calorífico útil, na ordem de 17.175 MJ kg<sup>-1</sup>, fator pelo qual os autores indicaram a produção de briquetes com adição de RRSU, mas com a necessidade de estudos sobre a emissão de gases.

O lodo produzido, tanto na reciclagem de papel quanto no processamento da celulose pura foi estudado por SCHNEIDER & VON MÜHLEN (2011). Neste estudo foi verificado que o lodo apresenta um elevado teor de celulose com capacidade aglutinante. Também foi realizada a caracterização cromatográfica de compostos orgânicos presentes nos resíduos sólidos provenientes da indústria de reciclagem de papel e sua aplicação na produção de briquetes de carvão vegetal.

Segundo os estudos DE OLIVEIRA *et al.* (2013) a utilização de resíduos agrícolas e agroindustriais na forma de briquetes, pode ser uma excelente alternativa para os problemas relacionados a seu destino final e a geração de energia. Esses autores realizaram uma avaliação dos resíduos gerados na bananicultura (folhas e pseudocaule) da cidade de Joinville-SC, para verificar a potencialidade desses resíduos na produção de briquetes. Os procedimentos analíticos utilizados foram a análise química (umidade, cinzas, material volátil e carbono fixo), poder calorífico, comportamento térmico por análise termogravimétrica (TG) e análise térmica diferencial (DTG). Conforme os estudos dos mesmos autores, a produção de bananas na cidade de Joinville - SC, em 2010/11 foi de 24.300 toneladas, gerando 1,5 toneladas de folhas por tonelada de banana produzida e 2,5 toneladas pseudocaule por tonelada de banana produzida. As folhas apresentaram um PCS de 17,64 MJ kg<sup>-1</sup>, e o pseudocaule de 15,22 MJ kg<sup>-1</sup>. Estes valores são similares aos de outras biomassas estudadas como por exemplo o eucalipto com poder calorífico de 16,72 MJ kg<sup>-1</sup>. Apresentaram também altos teores de materiais voláteis e carbono, elevado poder calorífico e umidade adequada para briquetagem.

A literatura apresenta diversos trabalhos na produção de bio-óleo. As metodologias mais pesquisadas que envolvem a pirólise são às destinadas ao alcance da produção de combustível ou energia, principalmente na forma de calor, como os estudos de JIANG *et al.* (2017) na produção de bio-óleo a partir do xisto, CAPUTO & PELAGAGGE (2002) a partir de polímeros e BENEROSO *et al.* (2017) com a biomassa por meio de micro-ondas. Ainda, nota-se por meio da realização do estudo de vários autores, um crescente empenho no uso da pirólise para transformação da biomassa em bio-óleo (CHEN *et al.*, 2003; VIEIRA, 2004).

Alguns estudos com o lodo de esgoto sanitário e carvão são encontrados na literatura para produção de energia, como por exemplo, o trabalho de SHEN & ZHANG (2004) que misturaram lodo de esgoto (80%) com lixo urbano (20%) e pirolisaram a uma temperatura de 500 °C, obtendo 17% de óleo pirolítico que apresentou poder calorífico de 33 MJ kg<sup>-1</sup> e

características semelhantes às do óleo diesel que possui poder calorífico em torno de 43 MJ kg<sup>-1</sup>.

JEONG *et al.* (2014) misturaram carvão e serragem de pinus e procederam com a pirólise. Eles encontraram taxas de reação a 1000 °C maiores do que as encontradas individualmente em cada componente, essa taxa aumentava de acordo com a quantidade de biomassa na mistura. Esta ação catalisadora se deve aos componentes das cinzas geradas pelas biomassas (Ca e K) e está descrita nos resultados dos estudos de vários autores, tais como o de ZHU *et al.* (2008); de MITSUOKA *et al.* (2011) e de YUAN *et al.* (2012).

SILVEIRA *et al.* (2002) simularam matematicamente a injeção de finos de carvão vegetal nos altos-fornos e observaram que conforme o aumento na quantidade de finos de carvão vegetal injetado ocorria uma redução do volume de escória, isso porque as cinzas do carvão vegetal são básicas (apresentando mais CaO e MgO). Desta forma, essa especificidade, juntamente com seu menor teor (1,5 a 3% carvão vegetal contra 9 a 12% do coque), viabilizou a operação do forno utilizando menos fundentes e gerando menor quantidade de escória.

NORGATE & LANGBERG (2009) analisaram o fator ambiental e econômico considerando o uso do carvão em substituição aos combustíveis fósseis na siderurgia. Concluíram baseados nos custos, que o carvão vegetal não é competitivo quando comparado ao carvão mineral, para uso nas usinas e fornos elétricos.

BABICH *et al.* (2010) estudaram, por meio de técnicas e equipamentos diferentes, a combustibilidade e reatividade do carvão, comparando o de origem vegetal com o mineral. Verificaram vantagens no uso do carvão vegetal, tais como aumento da produtividade, melhora da qualidade do metal do equipamento de combustão e redução do coque devido as suas propriedades, como reduzido teor de enxofre, estrutura com poros e alta área de superfície. Porém, a alta umidade e baixa densidade faz com que tenha que haver certa atenção para que a adição dessa biomassa seja feita numa proporção que não leve a um maior gasto com energia envolvida no processo produtivo.

HELLE *et al.* (2009) avaliaram, com uso de modelos matemáticos, a viabilidade econômica de acrescentar a biomassa, crua ou carbonizada em diferentes temperaturas, no alto-forno. Concluíram que a adição da biomassa só é viável caso seu preço esteja abaixo de um específico percentual em relação ao valor do carvão e do coque. Além disso, existe a necessidade do processamento prévio da biomassa, pois não é possível obter alta

produtividade usando um combustível auxiliar que possua baixo poder calorífico e contenha grandes quantidades de oxigênio. Eles ainda verificaram que à uma temperatura de no máximo 250 °C o combustível atinge alto teor de carbono e poder calorífico sem perdas significativas no rendimento.

GIL *et al.* (2010) fizeram estudos com testes não-isotérmicos, misturando a serragem de pinus com carvão de alta volatilidade na proporção de 5 a 80% em massa, em termobalança e verificaram que não houve desvio nas curvas de comportamento. LESTER *et al.* (2007) aqueceram a mistura biomassa-carvão em N<sub>2</sub> até 900 °C. Nas misturas aquecidas o gás foi trocado por ar e a amostra fixada na isoterma até que a perda de massa se estabilizasse. Este método pode ser utilizado para caracterizar a biomassa e sua proporção em misturas.

MOGHTADERI *et al.* (2004) buscaram entender a interação de misturas de carvão alto volátil com serragem de pinus, mantendo baixa e alta taxa de aquecimento. Concluíram que não há interação química entre os componentes. Os dois combustíveis não interagem quimicamente sob condições inerte, indicando uma falta geral de efeitos sinérgicos. Verificaram também que o rendimento dos principais produtos de pirólise é linearmente proporcional à porcentagem de biomassa e carvão na mistura.

SAHU *et al.* (2014) analisaram a queima não-isotérmica em termobalança combinando um carvão médio volátil com a serragem e a casca de arroz termicamente tratadas a 300 e 450 °C. Concluíram que não há correlação entre a biomassa mais reativa e o melhor desempenho na combustão, quando comparado a relação do mesmo carvão com uma biomassa menos reativa. Genericamente, apesar de alguns desvios negativos, a biomassa incorporada ao carvão aumentou a taxa máxima de reação.

O aproveitamento do lodo de esgoto na agricultura apresenta um cenário mundial variado, de acordo, com a legislação de cada país. Neste contexto, COSCIONE *et al.* (2010) descrevem que a utilização de lodos de esgoto sanitário devidamente tratados traz benefícios físico-químicos e biológicos ao solo.

A Austrália tem uma planta industrial, capaz de processar 20 ton dia<sup>-1</sup> de lodo e produzir até trezentos litros de óleo pirolítico por tonelada seca de lodo. São foco de processamento nessa planta o lodo de esgoto, resíduos de borra oleosa e lodo de curtumes (DOSHI *et al.*, 2003).

## 2.13 CONSIDERAÇÕES FINAIS DA REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

A quantidade de resíduos gerados no tratamento de esgotos sanitários é considerável. De acordo com BARNETO *et al.* (2009), no ano de 2005, a produção de lodo de esgoto na Espanha foi de 1.120.000 toneladas. Mais de 60% do seu uso foi destinado ao solo. Nos Estados Unidos, 50% do lodo de esgoto produzido é aplicado ao solo (KHAI, 2007). Na Europa, mais de 30% do lodo de esgoto produzido é utilizado como fertilizante na agricultura. Na Austrália cerca de 250 mil toneladas de lodo de esgoto são produzidas anualmente, sendo que um terço é aplicado na agricultura (MOLLOY *et al.*, 2005).

No Brasil, estima-se que a produção de lodo está entre 150 a 220 mil toneladas por ano sendo que apenas 55% do esgoto coletado, e destes, somente 28% tratados. Considerando que 70% da população urbana ainda não têm seu esgoto devidamente coletado e tratado (IBGE, 2010; PEDROZA, 2010). No município de Cascavel, cidade do estado do Paraná, em 2015 foi removido em torno de 3.200 toneladas de lodo, a maior parte destinado ao aterro sanitário, devido ao alto custo do tratamento para aplicação no solo. Neste ano a remoção foi menor que nos anos anteriores devido ao excesso da quantidade de chuvas (SANEPAR, 2015).

Existem diversas indústrias no Brasil que produzem carvão vegetal, o que faz desse país o maior produtor e consumidor desse material na atualidade. No ano de 2015 a produção mundial foi de aproximadamente 50 milhões de toneladas, e o Brasil foi responsável por 7,538 milhões, representando 15% da produção mundial de carvão vegetal desse ano (Food and Agriculture Organization of the United Nations - FAO, 2015).

O Brasil é um dos poucos países que utiliza esse material na produção de ferro-gusa, em consequência da baixa ocorrência de jazidas de carvão mineral com qualidade adequada. Dessa forma, a maior parte é destinado ao setor industrial siderúrgico como redutor do minério de ferro (Associação Brasileira de Produtores de Florestas Plantadas - ABRAF, 2011).

No beneficiamento do carvão vegetal e no transporte desse material, resíduos (finos) são gerados e devido a sua baixa granulometria não tem aplicação industrial. Estes resíduos são aproveitados normalmente injetados e pulverizados pelas ventaneias em altos-fornos siderúrgicos (SALEME, 1992; PEREIRA *et al.*, 2009), utilizados como condicionante para base e substratos de plantas (SOUCHIE *et al.*, 2011) e na briquetagem para a geração de

energia de forma a possibilitar a aplicação como redutor em alto-fornos (FONTES *et al.*, 1989).

O consumo do óleo vegetal pela população brasileira é elevado, são gerados em torno de 3 bilhões de litros de óleo vegetal comestível por ano para o uso residencial, industrial e comercial (THODE FILHO *et al.*, 2013). Deste total, menos de 3% é reutilizado, enquanto que o restante é descartado de forma incorreta pela população e indústrias, nos solos, corpos d'água e rede de esgotos (ABIOVE, 2014). Quando o óleo é liberado diretamente nos efluentes ou no solo torna-se um resíduo poluidor, causando o entupimento de tubulações, gerando uma camada na superfície da água que impede a entrada da luz solar diminuindo a fotossíntese e o oxigênio dissolvido, o que causa a morte da fauna (SABESP, 2011; QI *et al.*, 2009).

Em alguns municípios existem políticas públicas e programas que recebem o óleo usado das cozinhas para dar um destino mais apropriado, como por exemplo, na produção de biodiesel. Segundo a Associação Brasileira das Indústrias de Óleos Vegetais, nos 10 primeiros meses do ano de 2014 foram fabricados 2.756.124 m<sup>3</sup> de biodiesel no Brasil, a partir de vários tipos de matéria prima. Desses, 20.609 m<sup>3</sup> de biodiesel foram produzidos a partir do óleo de fritura usado, arrecadado em coletas. A produção de sabão ecológico foi uma alternativa sustentável encontrada por DOS SANTOS *et al.* (2013), para a reutilização do óleo de cozinha usado.

Todos os três resíduos o lodo de esgoto sanitário, o óleo residual de cozinha e os finos de carvão não devem ser descartados. O Brasil deixa de arrecadar cerca de R\$ 40 bilhões de reais anualmente por não reaproveitar os resíduos industriais (THODE FILHO *et al.*, 2013). Desta forma, é importante que sejam investigadas alternativas para sua disposição e/ou uso.

Diversos estudos têm buscado formas alternativas para o uso e disposição dos resíduos, sendo que uma das alternativas é o uso como biomassa para a produção de energia por combustão. Na maioria das vezes, o uso direto destes resíduos na combustão não é viável, devido à dificuldade de manuseio e a qualidade do material combustível. Assim, uma alternativa é submeter esses resíduos ao processo de briquetagem que segundo DIEZ *et al.* (2012), é a técnica de compactar pequenas partículas no estado sólido de modo a formar blocos de material compacto com forma definida e de alta densidade.

Existem estudos que avaliaram a briquetagem de resíduos com a finalidade de uso na produção de energia, dentre eles: rejeitos de resíduos sólidos urbanos (RRSU) (lixo) e resíduos de madeira de *Eucalyptus grandis* (GONÇALVES *et al.*, 2009), lodo produzido na reciclagem de papel e processamento de celulose (SCHNEIDER & VON MÜHLEN, 2011), resíduos agrícolas e agroindustriais gerados na bananicultura (DE OLIVEIRA *et al.*, 2013).

Também avaliaram a briquetagem para lodo de esgoto e aglomerados de madeira (JIANG *et al.*, 2014), casca de coco e resíduos de papel (OLORUNNISOLA, 2007), lodo de esgoto e outros materiais residuais como pasta de carvão resultante da lama de minas de carvão, rejeitos de origem animal (carne e ossos) e serragem (WZOREK, 2012), briquetagem de carvão mineral linhito em diferentes tamanhos e os efeitos da umidade (SUN *et al.*, 2014).

Briquetagem de casca de arroz utilizando como ligante goma tronco (quiabo), pó de arroz e fécula de mandioca (YANK *et al.*, 2016); briquetagem com papelão e serragem como forma de biomassa para produção de energia (LELA *et al.*, 2016); e a partir da biomassa florestal de resíduos agrícolas do nordeste da Polônia e plantas perenes, bagaço de colza (canola) e serragem (STOLARSKI *et al.*, 2013); oxidação parcial de briquetes de lodo de esgoto de uma estação de tratamento da Coreia e madeira de pinho em forma de serragem por meio de uma corrente ascendente de leito fixo (KIM *et al.*, 2016).

Na revisão bibliográfica realizada na base de dados: *ISI Web of Knowledge*, no banco de patentes livre do INPI (instituto nacional da propriedade industrial) e no banco de teses da Capes, não foram encontrados relatos do uso do lodo de esgoto sanitário puro ou com mistura, para a produção de briquetes com a finalidade de gerar energia por combustão, bem como na incorporação do óleo de cozinha nos briquetes por meio de imersão.

### **3 MATERIAIS E MÉTODOS**

Para viabilidade da utilização de resíduos na geração de energia, há necessidade de se verificar algumas de suas propriedades, dentre elas, as principais são: densidade, resistência mecânica e poder calorífico. Inicialmente, foram feitos testes no processo de briquetagem, por meio de um planejamento experimental fatorial com delineamento em blocos casualizados (DBC), aferidos e avaliados os efeitos das variáveis umidade e quantidade de aglutinante.

Os briquetes produzidos nesta etapa também foram submetidos a um processo de imersão em óleo vegetal residual, por um tempo de 100 s e uma temperatura de 160 °C, tempo e temperatura com base no trabalho de PEREGRINA *et al.* (2006) os quais sugerem ideais para secagem do lodo, visando incorporar o óleo no briquete e com isso aumentar o poder calorífico do mesmo. A partir da seleção dos briquetes que apresentaram as melhores propriedades mecânicas (análise visual, resistência a compressão, rachaduras, fissuras e deformações em geral), identificaram-se as condições experimentais mais apropriadas para a produção dos briquetes: sem imersão ou com imersão no óleo vegetal residual.

Devido a uma significativa redução na resistência mecânica dos briquetes submetidos a imersão em óleo vegetal residual, optou-se por investigar outros fatores que influenciam a resistência mecânica do briquete, além da umidade e do aglutinante, pois este precisa necessariamente apresentar uma resistência mínima para ser viável, e não sofrer fragmentação na manipulação ou no transporte.

Nesse contexto os fatores estudados foram umidade, aglutinante, pressão, concentração de finos de carvão ao lodo de esgoto sanitário e um aditivo, utilizando-se de um planejamento experimental de Plackett-Burman.

Após a identificação das variáveis significativas, que foram três, e da verificação da ação do aditivo frente a resistência mecânica, um novo planejamento experimental foi realizado. Para este, considerou-se somente as variáveis estatisticamente significativas e, por meio de um planejamento experimental denominado delineamento composto central rotacional (DCCR), buscou-se identificar a influência das variáveis significativas na obtenção do briquete com uma combinação ótima de resistência e poder energético.

Este briquete, em uma etapa seguinte, foi caracterizado por meio da avaliação das suas propriedades químicas, térmicas (poder calorífico superior, termogravimetria – TGA, calorimetria diferencial exploratória - DSC), análises dos gases, propriedades morfológicas e composicional (microscopia eletrônica de varredura - MEV, com espectroscopia de dispersão de energia - EDS, espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier - FTIR); e mecânicas (avaliação visual, densidade a granel, densidade aparente, grau de densificação e resistência a compressão).

### 3.1 COLETA DAS MATÉRIAS PRIMAS USADAS NA PRODUÇÃO DOS BRIQUETES

No desenvolvimento desta pesquisa foram selecionados os seguintes resíduos: lodo de esgoto sanitário, proveniente de uma ETE municipal; finos de carvão, resultantes do beneficiamento do carvão vegetal e um aditivo.

O lodo de esgoto sanitário foi cedido pela Companhia de Saneamento do Paraná - SANEPAR, coletado em umas das ETEs do município de Cascavel/PR, localizada na região Oeste da cidade, na zona rural, às margens do rio São Francisco (Figura 3.1).



Figura 3.1 - ETE da Região Oeste do município de Cascavel – PR, vista Aérea.  
Fonte: GOOGLE MAPS, 2011.

Foram coletadas 20 amostras do lodo de esgoto sanitário de diferentes pontos da lagoa de decantação (leito de secagem do lodo de esgoto sanitário das ETEs - Figura 3.2).



Figura 3.2 - Leito de secagem do lodo de esgoto sanitário doméstico.

Os finos de carvão vegetal foram cedidos pela empresa beneficiadora de carvão, BIG Carvão LTDA, do município de Cascavel – PR e o óleo vegetal residual (5 L) de cozinha doado pela Copel Distribuição S.A, por meio da coleta realizada por um projeto social chamado energia da cozinha.

O aglutinante utilizado é um resíduo da produção de farinha de trigo. Esse material é vendido com o nome de resíduo industrial impróprio para o consumo humano (farinha cola) e foi cedida pela Indústria de Alimentos Tradição LTDA, localizada no município de Cascavel – PR.

Toda matéria prima foi caracterizada dentro do aspecto energético para identificar seu potencial na produção de combustível.

### 3.2 CLASSIFICAÇÃO E PREPARO DA MATÉRIA PRIMA PARA A PRODUÇÃO DOS BRIQUETES

A produção dos briquetes foi realizada em escala laboratorial seguindo as seguintes etapas, após a coleta: pré-secagem; moagem; secagem; ensaio granulométrico; mistura e briquetagem. Parte dos briquetes produzidos foi submetida à fritura por imersão em óleo residual vegetal de cozinha, usado com a finalidade de incorporar o óleo no briquete.

### **3.2.1 Pré-secagem**

O lodo de esgoto sanitário e os finos de carvão foram despejados separadamente dentro de um recipiente de polietileno rígido e fragmentados com o auxílio de uma barra de ferro. Em seguida despejados em formas metálicas e submetidos a um pré-aquecimento em estufa a 70 °C ( $\pm 2$  °C) por 2 horas para facilitar o processo de moagem.

### **3.2.2 Moagem**

Para a redução de tamanho das partículas sólidas, fez-se o uso de um triturador de grãos manual de ferro fundido nº4, (5kg, 40x30x20 modelo apm23), constituído de moenda interna, borboleta, regulador em L com trava, manivela, silo, caneca, moenda externa e parafuso fixador com botão. Comprimento de 40 cm, altura de 30 cm, profundidade de 20 cm e peso bruto de 5 kg. Esse triturador apresenta capacidade de produção aproximada de 8 kg h<sup>-1</sup>.

### **3.2.3 Secagem**

Após a moagem os resíduos foram secos em estufa a 105 °C ( $\pm 2$  °C) até massa constante. A partir do material seco foram determinadas as quantidades de água necessária para atingir a umidade desejada na briquetagem.

### **3.2.4 Ensaio granulométrico**

A partir do material seco foram realizados os ensaios de granulometria do lodo de esgoto sanitário e dos finos de carvão para determinar o tamanho médio das partículas. O peneiramento foi realizado pesando 100 g da amostra e colocando o material na primeira peneira, sendo submetido o conjunto a vibrações de nível 5, que corresponde a 50% da capacidade do equipamento vibratório da marca Pavitest (Contenco Ind. E Com. Ltda.).

Foram utilizadas as peneiras de 10, 16, 30, 50 e 100 mesh e uma massa de 100 g do material. O tempo de ensaio para cada material foi de 2 minutos.

O ensaio foi realizado baseando-se na metodologia descrita na norma NBR 7217 (ABNT, 1987). A porcentagem de resíduo retido nas peneiras é expressa pela Equação 3.1.

$$\%M = \frac{Mr}{Mt} \times 100 \quad (\text{Eq. 3.1})$$

Em que: %M é a porcentagem de resíduo retido em cada peneira; Mr a massa (g) retida em cada peneira e Mt a massa (g) total da amostra.

### 3.2.5 Preparação das amostras para briquetagem

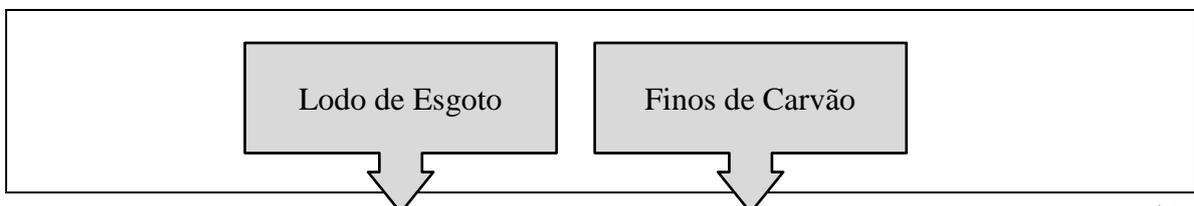
Os resíduos (matérias primas) foram briquetados com as mesmas distribuições granulométricas. Foram utilizados o lodo de esgoto sanitário e os finos de carvão vegetal, previamente secos (até massa constante) e submetidos aos planejamentos experimentais para verificar a influência de cada variável na produção dos briquetes. Os resíduos, o aglutinante e a água foram previamente pesados conforme os tratamentos de cada planejamento, misturados e homogeneizados em um béquer de um litro com o auxílio de um bastão de vidro durante um período de 3 minutos até homogeneização completa dos materiais.

### 3.3.6 Processo de produção dos briquetes

Para apresentar as etapas do processo de produção dos briquetes um fluxograma foi elaborado (Figura 3.3) identificando a sequência de realização dos ensaios seguindo cada planejamento experimental.

A partir da identificação das variáveis significativas, obtidas nos planejamentos experimentais realizados, foram produzidos briquetes, seguindo as melhores combinações das variáveis e níveis aplicados.

A quantidade de matéria prima e suas combinações, no briquete que apresentou maior poder calorífico, foram escolhidas como padrão para injeção de mais aditivo sem que ocorresse vazamento do mesmo no momento da briquetagem. O briquete produzido foi caracterizado conjuntamente com as matérias primas: lodo de esgoto sanitário e fino de carvão vegetal puros, por meio das propriedades químicas, térmicas, morfológicas e mecânicas.



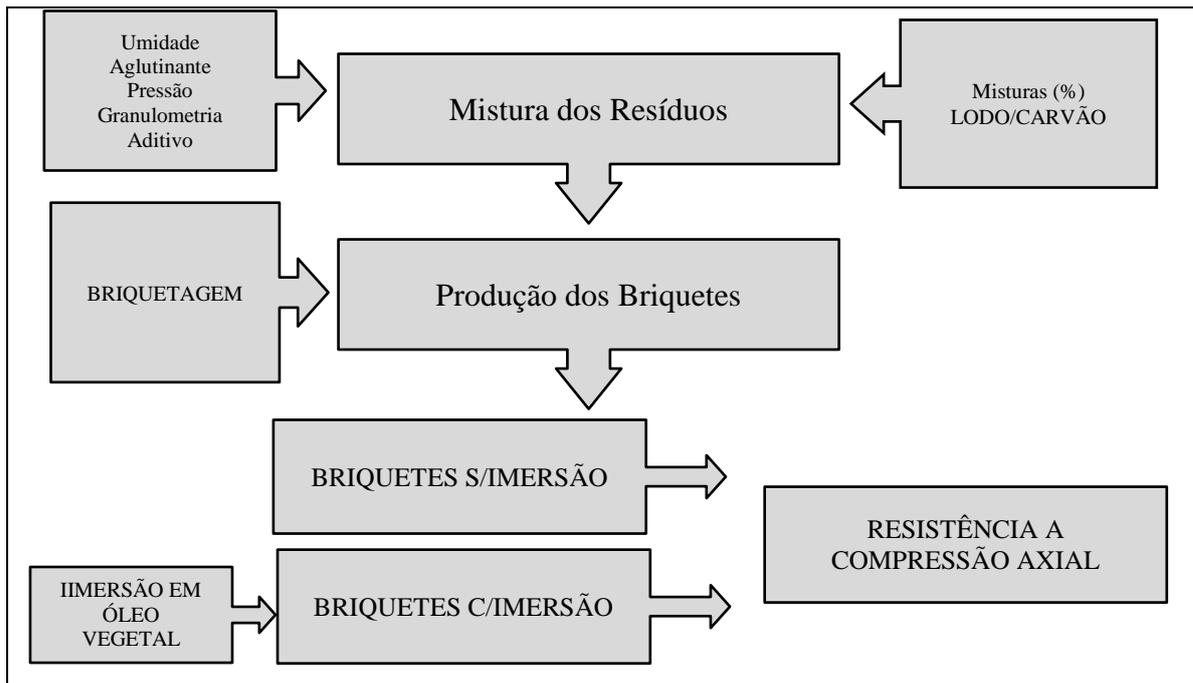


Figura 3.3 - Fluxograma do processo experimental de produção dos briquetes.

### 3.2.6.1 Planejamento Fatorial em Blocos Casualizados

Inicialmente foram avaliados os efeitos das variáveis umidade e aglutinante sobre a resistência mecânica em diferentes misturas: Briquete 1 – 100:0% lodo:finos de carvão; briquete 2 – 85:15% lodo:finos de carvão; briquete 3 - 50:50% lodo:finos de carvão e briquete 4 - 0:100% lodo:finos de carvão. Os experimentos fatoriais foram do tipo delineamento em blocos casualizados (DBC) variando o teor de umidade (0%, 6% e 12%) e a quantidade de aglutinante (0%, 7,5% e 15%). Foram produzidos 36 briquetes para cada experimento, totalizando 144 briquetes. A pressão utilizada na produção de todos os briquetes nesse delineamento foi de 5 toneladas, como a área do cilindro corresponde a 4,9 cm<sup>2</sup>, a pressão exercida foi de 1.020 kgf cm<sup>-2</sup>, mantida por um tempo de 30 segundos. Esse valor de pressão também foi utilizado no estudo de TEIXEIRA *et al.* (2010) para produção de briquetes com resíduos de pó de carvão e amido. Os blocos considerados foram com e sem adição de óleo vegetal, com imersão por um tempo de 100 s a 160 °C. Essa temperatura foi utilizada com base no trabalho de PEREGRINA *et al.* (2006), os quais sugerem o tempo e temperatura ideal para secagem do lodo por imersão em óleo.

Realizada a análise de variância os briquetes que apresentaram melhor resistência mecânica à compressão axial, verificada pelo teste de Tukey, foram considerados como satisfatórios. Isso sugere que, os briquetes que apresentarem melhor resistência mecânica

poderão ser comercializados, isto é, são passíveis de serem efetivamente fabricados em grande escala, transportados e armazenados.

Todos os testes foram realizados com 5% de nível de significância utilizando-se do software R (TEAM, 2015) versão 3.2.2.

A partir dos resultados obtidos nesta etapa optou-se por investigar outros fatores e níveis que influenciam a produção dos briquetes.

### 3.2.6.2 Experimento Plackett–Burman (PB)

Buscando condições ótimas na formação de um briquete mais resistente a choques mecânicos utilizou-se um delineamento Plackett-Burman (PB12) com uma triplicata no ponto central, e cinco fatores que poderiam influenciar na resistência mecânica dos briquetes e suas interações. Por ser expressivo o número de fatores e variáveis envolvidas no processo seria muito dispendioso investigar empregando o planejamento (DBC). Os fatores escolhidos neste estudo foram: umidade (m/m), concentração de aglutinante (m/m), pressão (ton), mistura (dosagem de finos de carvão) (m/m) e dosagem do aditivo (m/m) incorporado diretamente na mistura antes da briquetagem. Neste planejamento as variáveis respostas foram resistência mecânica, densidade e densificação e os níveis reais e codificados das variáveis independentes podem ser observados na Tabela 3.1.

Tabela 3.1 - Níveis codificados e reais para o planejamento de Plackett-Burman.

<b>Variáveis independentes</b>	<b>Níveis codificados e reais</b>		
	<b>-1</b>	<b>0</b>	<b>1</b>
<b>Umidade (%)</b>	0	5,0	10
<b>Aglutinante (%)</b>	0	7,5	15
<b>Mistura (%)</b>	0	50	100
<b>Pressão (ton.)</b>	5	7,5	10
<b>Aditivo (%)</b>	0	5,0	10

A matriz do planejamento empregado para determinar a resistência mecânica, densidade e densificação e os níveis das variáveis reais e codificadas são apresentados na Tabela 3.2.

Tabela 3.2 - Matriz de combinação dos Níveis no delineamento PB para os fatores analisados.

<i>Ensaio</i>	<i>Umidade (%)</i>	<i>Aglutinante (%)</i>	<i>Mistura (%)</i>	<i>Pressão (ton)</i>	<i>Aditivo (%)</i>
<b>1</b>	-1 (0)	-1 (0)	-1 (0)	1 (10)	1 (10)
<b>2</b>	1 (10)	1 (15)	-1 (0)	1 (10)	-1 (0)
<b>3</b>	1 (10)	-1 (0)	1 (100)	1 (10)	-1 (0)
<b>4</b>	-1 (0)	1 (15)	1 (100)	1 (10)	-1 (0)
<b>5</b>	-1 (0)	1 (15)	-1 (0)	-1 (5)	-1 (0)
<b>6</b>	1 (10)	1 (15)	-1 (0)	1 (10)	1 (10)
<b>7</b>	0 (5)	0 (7,5)	0 (50)	0 (7,5)	0 (5)
<b>8</b>	1 (10)	-1 (0)	1 (100)	-1 (5)	-1 (0)
<b>9</b>	-1 (0)	-1 (0)	1 (100)	1 (10)	1 (10)
<b>10</b>	0 (5)	0 (7,5)	0 (50)	0 (7,5)	0 (5)
<b>11</b>	1 (10)	-1 (0)	-1 (0)	-1 (5)	1 (10)
<b>12</b>	-1 (0)	-1 (0)	-1 (0)	-1 (5)	-1 (0)
<b>13</b>	0 (5)	0 (7,5)	0 (50)	0 (7,5)	0 (5)
<b>14</b>	1 (10)	1 (15)	1 (100)	-1 (5)	1 (10)
<b>15</b>	-1 (0)	1 (15)	1 (100)	-1 (5)	1 (10)

Após identificar os fatores significativos a partir do PB, considerando como variável resposta a resistência mecânica, densidade e densificação, construiu-se a matriz de correlação de Pearson envolvendo os 5 fatores que influenciam na resistência mecânica dos briquetes na densidade e densificação. A partir da análise estatística que identificou as variáveis mais importantes foi contruído um modelo matemático utilizando o pacote estatístico, Statistica®8.

### 3.2.6.3 Delineamento Composto Central Rotacional (DCCR)

O objetivo deste planejamento foi avaliar o efeito do aditivo e também da incorporação de menores teores de mistura de carvão no lodo. As variáveis do planejamento foram definidas com base nos resultados da análise do planejamento de PB.

As três variáveis que se mostraram mais influentes no planejamento de PB, além da variável aditivo foram aplicadas em um planejamento DCCR (delineamento composto central rotacional) com 4 fatores: Mistura (finos de carvão vegetal), umidade, pressão e aditivo em 5 níveis diferentes. Para esse planejamento experimental foram realizados 27 ensaios, sendo 16 do fatorial completo, 8 pontos axiais e triplicata no ponto central. Os níveis de cada um dos fatores (Tabela 3.3) variaram entre -2 a 2 (valor de  $\alpha=0,05$ ).

Tabela 3.3 - Níveis das variáveis utilizadas no delineamento DCCR para a otimização das condições de produção dos briquetes.

Variáveis independentes	Níveis codificados e reais				
	-2	-1	0	1	2
<b>Mistura (%)</b>	0	5	10	15	20
<b>Umidade (%)</b>	0	2,5	5	7,5	10
<b>Pressão (ton.)</b>	5	6,25	7,5	8,75	10
<b>Aditivo (%)</b>	0	2,5	5	7,5	10

As variáveis respostas analisadas foram: a resistência mecânica, densidade, densificação, poder calorífico e a massa de resíduo resultante da queima dos briquetes. Os ensaios foram realizados de acordo com a Tabela 3.4. As análises estatísticas e superfícies de respostas foram realizadas e geradas no software Statistica®8.

Tabela 3.4 - Matriz Experimental do DCCR para a produção dos briquetes.

	<b>Mistura</b>	<b>Umidade</b>	<b>Pressão</b>	<b>Aditivo</b>
<b>1</b>	1 (15)	-1 (2,5)	-1 (6,25)	1 (7,5)
<b>2</b>	1 (15)	-1 (2,5)	1 (8,75)	1 (7,5)
<b>3</b>	-1 (5)	1 (7,5)	1 (8,75)	1 (7,5)
<b>4</b>	-1 (5)	-1 (2,5)	1 (8,75)	-1 (2,5)
<b>5</b>	-1 (5)	1 (7,5)	-1 (6,25)	1 (7,5)
<b>6</b>	-1 (5)	-1 (2,5)	-1 (6,25)	1 (7,5)
<b>7</b>	1 (15)	1 (7,5)	-1 (6,25)	-1 (2,5)
<b>8</b>	-1 (5)	1 (7,5)	-1 (6,25)	-1 (2,5)
<b>9</b>	1(15)	-1 (2,5)	1 (8,75)	-1 (2,5)
<b>10</b>	1 (15)	-1 (2,5)	-1 (6,25)	-1 (2,5)
<b>11</b>	-1 (5)	-1 (2,5)	1 (8,75)	1 (7,5)
<b>12</b>	1(15)	1 (7,5)	1 (8,75)	-1 (2,5)
<b>13</b>	1(15)	1 (7,5)	1 (8,75)	1 (7,5)
<b>14</b>	-1 (5)	1 (7,5)	1 (8,75)	-1 (2,5)
<b>15</b>	-1 (5)	-1 (2,5)	-1 (6,25)	-1 (2,5)
<b>16</b>	1 (15)	1 (7,5)	-1 (6,25)	1 (7,5)
<b>17</b>	2 (20)	0 (5)	0 (7,5)	0 (5)
<b>18</b>	-2 (20)	0 (5)	0 (7,5)	0 (5)
<b>19</b>	0 (10)	2 (10)	0 (7,5)	0 (5)
<b>20</b>	0 (10)	-2 (0)	0 (7,5)	0 (5)
<b>21</b>	0 (10)	0 (5)	2 (10)	0 (5)

<b>22</b>	0 (10)	0 (5)	-2 (5)	0 (5)
<b>23</b>	0 (10)	0 (5)	0 (7,5)	-2 (0)
<b>24</b>	0 (10)	0 (5)	0 (7,5)	2 (10)
<b>25</b>	0 (10)	0 (5)	0 (7,5)	0 (5)
<b>26</b>	0 (10)	0 (5)	0 (7,5)	0 (5)
<b>27</b>	0 (10)	0 (5)	0 (7,5)	0 (5)

Após identificar os fatores significativos para cada variável resposta, fez-se uma matriz de correlação baseado no método de Pearson envolvendo os 4 fatores independentes (mistura, umidade, pressão e aditivo) e as 5 variáveis respostas (resistência mecânica, o poder calorífico, densidade, densificação e a massa de resíduo gerada na queima do briquete). A partir da relevância das variáveis significativas foi construído um modelo matemático que melhor representá-se os dados experimentais.

### **3.2.7 Compactação dos briquetes**

O processo de mistura dos resíduos para a fabricação dos briquetes foi realizado seguindo cada planejamento descrito anteriormente. Dessa forma, as amostras foram colocadas em um molde cilíndrico de aço inoxidável, com diâmetro interno de 25 mm, diâmetro externo de 50 mm e altura (comprimento) de 100 mm. Com o auxílio de um embolo de aço inoxidável os resíduos foram comprimidos até completar o volume do cilindro (Figura 3.4).

O tempo de aplicação da pressão foi de 30 segundos para cada ensaio. A compactação das amostras foi feita sem aquecimento em uma prensa hidráulica da marca Marcon, modelo MPH15 com capacidade de 30 toneladas.

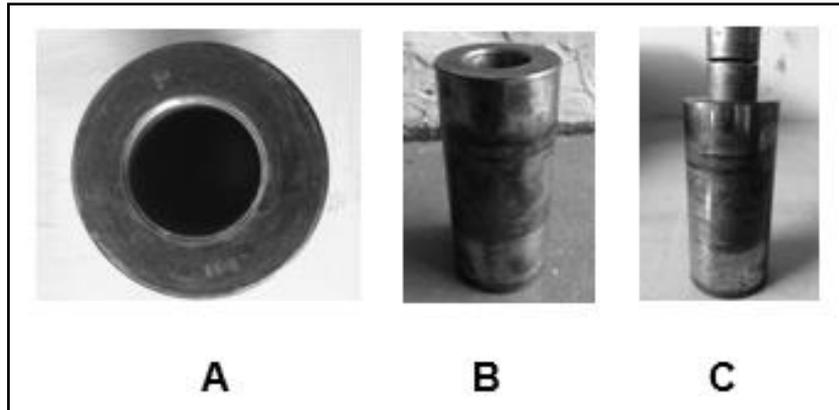


Figura 3.4 - Fotografia do cilindro molde utilizado na fabricação dos briquetes, vista superior (A), vista lateral (B), cilindro+embolo (C).

Para a produção dos briquetes a partir dos resíduos, todos tiveram a mesma granulometria (Tabela 4.3) e foram submetidos as mesmas condições de briquetagem.

### 3.3 PROCESSOS ENVOLVIDOS NA CARACTERIZAÇÃO DOS BRIQUETES

#### 3.3.1 Caracterização do briquete e suas matérias primas

As técnicas utilizadas na caracterização do briquete e suas matérias primas seguiu o fluxograma apresentado na Figura 3.5.

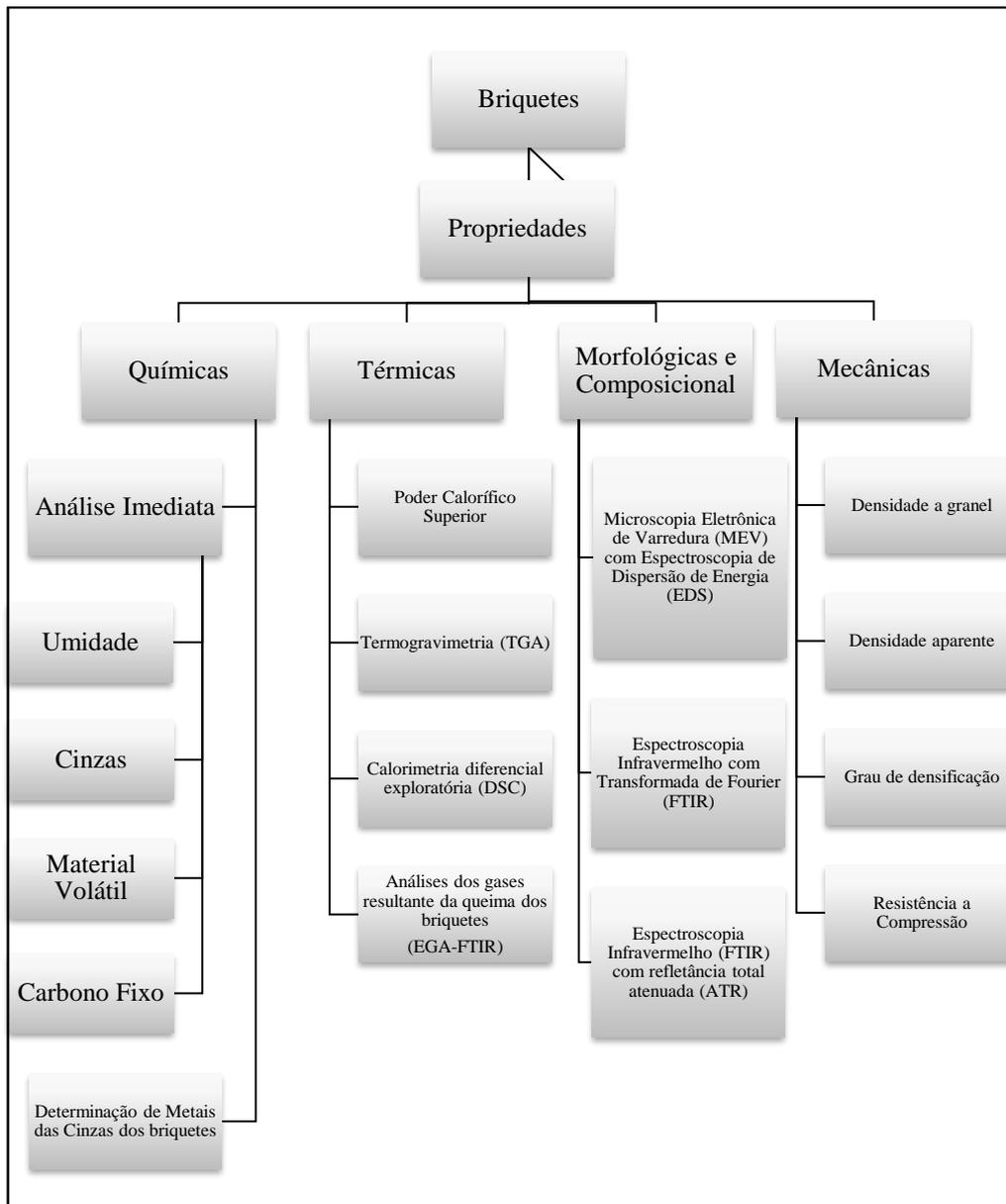


Figura 3.5 - Processo de caracterização do briquete e suas matérias-primas.

### 3.3.1.1 Propriedades químicas

A composição imediata consiste na determinação da umidade, cinzas, materiais voláteis e carbono fixo.

#### 3.3.1.1.1 Umidade

O teor de umidade das amostras de briquete de lodo e carvão foi determinado segundo a norma ASTM D3173-85. Uma massa de 1 g da amostra é acrescentada a um

cadinho de porcelana com peso constante pré-determinado a 105 °C. Em seguida o cadinho é aquecido em estufa à temperatura de 105 °C durante uma hora. Na sequência o cadinho é colocado em um dessecador por 15 minutos e pesado. O teor de umidade (base seca) do briquete foi calculado de acordo com a Equação 3.2.

$$TU = \frac{M - M_1}{M_1} \times 100 \quad (\text{Eq. 3.2})$$

Em que: TU é o teor de umidade, em %; M é a massa inicial da amostra úmida e M<sub>1</sub> a massa seca, após secagem em estufa, ambas em gramas.

#### 3.3.1.1.2 Cinzas

Uma massa de 1 g da amostra (C) é adicionada a um cadinho de porcelana de massa conhecida. Na sequência o cadinho é aquecido em mufla à temperatura de 815 °C durante 30 minutos. Em seguida o cadinho é colocado em um dessecador por 1 hora e pesado. O teor de cinzas é determinado de acordo com a Equação 3.3 (SÁNCHEZ *et al.*, 2009):

$$\%Cinzas = Ma - \frac{(Ma-Mb)}{c} \times 100 \quad (\text{Eq. 3.3})$$

Em que:

Ma = massa (cadinho + amostra, g)

Mb = massa (cadinho + amostra após o aquecimento, g)

C = massa da amostra, g

#### 3.3.1.1.3 Material volátil

A quantidade de material volátil foi determinada segundo o método descrito por SÁNCHEZ *et al.* (2009). Uma massa de 1 g da amostra (C) é adicionada a um cadinho de porcelana com peso constante pré-determinado a 900 °C (Ma). Em seguida o cadinho é aquecido em mufla à temperatura de 900 °C durante 30 minutos na ausência de oxigênio. Após o aquecimento o cadinho é colocado em um dessecador por 1 hora e pesado (Mb). O teor de material volátil é determinado de acordo com a Equação 3.4:

$$\% \text{Material\_Volátil} = \frac{(Ma-Mb)}{c} \times 100 \quad (\text{Eq. 3.4})$$

#### 3.3.1.1.4 Carbono fixo (CF)

O teor de carbono fixo (CF) é uma medida indireta e foi determinada pela diferença entre os constituintes dos materiais, por meio da Equação 3.5, seguindo a NBR8299 da ABNT (1983).

$$\%CF = 100 - (\%Umidade + \%Cinzas + \%Material\_Volátil) \quad (\text{Eq. 3.5})$$

#### 3.3.1.1.5 Determinação de metais presentes nas cinzas do briquete e suas matérias primas

A determinação dos metais cádmio (Cd), cromo (Cr), cobre (Cu), ferro (Fe), manganês (Mn), chumbo (Pb) e zinco (Zn) foi realizada em um equipamento Espectrômetro de Plasma por Acoplamento Indutivo, marca *Thermo Scientific*, modelo iCAP 6000. Estes elementos foram escolhidos uma vez que são considerados metais pesados por apresentarem massa específica maior que  $5 \text{ g.cm}^{-3}$  e/ou número atômico maior que 20. Após obtenção das cinzas do briquete e das matérias primas, adicionou-se 20 mL de ácido clorídrico (1:1) e levou à chapa aquecedora até entrar em ebulição. Filtrou-se em papel qualitativo e transferiu-se para um balão volumétrico de 100 mL, sendo o volume completado com água deionizada.

#### 3.3.1.2 Propriedades térmicas

##### 3.3.1.2.1 Poder calorífico superior (PCS)

O PCS do briquete e suas matérias primas foi determinado em bomba calorimétrica (*Combustion Clorimeter*) modelo *e2k*. A combustão foi efetuada em excesso de  $\text{O}_2$  e pressão de 30 atm. com utilização da norma ASTM D2015-66. Cerca de 0,5 g da amostra é depositada no interior do cilindro de aço e, submete-se a aproximadamente 30 atm de pressão com oxigênio, que imediatamente é queimado. A quantidade de energia desprendida nesse processo é determinada no equipamento. Para a calibração do calorímetro utilizou-se ácido benzóico, seguindo as normas ASTM D2015-66 e ASTM D240-02.

##### 3.3.1.2.2 Análise termogravimétrica e diferencial (TGA) dos briquetes

A Análise Termogravimétrica (TGA) foi realizada com o uso do equipamento da marca SHIMADZU, modelo DTG - 60AH. Uma massa conhecida do briquete padrão, do

lodo puro e fino de carvão puro foi colocada individualmente em um cadinho de platina e exposta ao fluxo de gás de arraste. A análise foi realizada utilizando ar sintético com fluxo de 30 mL min<sup>-1</sup>. Os termogramas foram obtidos na faixa de temperatura entre 25 °C e 900 °C, com taxa de aquecimento de 10 °C min<sup>-1</sup>. Assim, as curvas de perda de massa foram registradas pelo software específico do equipamento, para posterior análise.

#### 3.3.1.2.3 Calorimetria exploratória diferencial (DSC)

A análise da calorimetria exploratória diferencial foi realizada para verificar quais os eventos entálpicos que ocorrem a partir do aquecimento da amostra. Para realização dessa análise foi utilizado o equipamento STA 6000 Perkin Elmer, razão de aquecimento de 20 °C min<sup>-1</sup>, fluxo de O<sub>2</sub> de 20 mL min<sup>-1</sup>, de 50 °C a 700 °C, com porta amostras de platina aberto.

#### 3.3.1.3 Análise dos gases

Para a realização da análise dos gases gerados na queima do briquete e das matérias primas foi utilizada a EGA-FTIR (EGA – *envolved gases analysis*) - Espectroscopia dos gases liberados pela análise termogravimétrica, o equipamento STA 6000 Perkin Elmer, razão de aquecimento de 20 °C min<sup>-1</sup> fluxo de O<sub>2</sub> de 20 mL min<sup>-1</sup>, de 50 °C a 700 °C, acoplado ao analisador de gases FTIR Frontier – Perkin Elmer, de 4000 a 550 cm<sup>-1</sup> e resolução de 4 cm<sup>-1</sup>, vazão total de 50 mL min<sup>-1</sup>, zona de aquecimento da hifenação (2 zonas) 320 °C e 350 °C, porta amostra de platina com 10 mg de amostra.

#### 3.3.1.4 Propriedades morfológicas e composicional

##### 3.3.1.4.1 Microscopia eletrônica de varredura com espectrômetro de energia dispersiva (EDS – *energy dispersive spectroscopy*)

As imagens foram obtidas em um microscópio eletrônico de varredura (MEV) da marca Hitachi TM3000, com espectrômetro de energia dispersiva (EDS) da Oxford, modelo SwiftED3000. O MEV opera com feixe de 15 kV, fonte de filamento de tungstênio, detector de elétrons retroespalhados com câmara de vácuo e apresenta magnificação máxima de 30000x. O EDS tem detector de silício tipo SDD de 30 mm<sup>2</sup> e resolução 161 eV (Cu-K $\alpha$ ) com analisador multicanal 2048 canais (10 eVcanal<sup>-1</sup>). Os componentes principais

analisados foram: Si, Al, Ti, Fe, Mg, K, Cl, Ca, Na, C, O, P e Mn, cujos resultados foram gerados em imagens de pontos (*dot mapping*) e histogramas quantitativos (*sum spectrum*). A caracterização elementar dos constituintes dos briquetes foi realizada no LabImage, Dept. Química, CIMPE/UNICENTRO.

#### 3.3.1.4.2 Espectroscopia de infravermelho (FTIR) com refletância total atenuada (ATR).

Na espectroscopia FTIR-ATR (refletância total atenuada), a amostra foi analisada em um espectrômetro FTIR Frontier – Perkin Elmer, na região de número de ondas entre 4000 a 600  $\text{cm}^{-1}$  e resolução de 4  $\text{cm}^{-1}\text{s}^{-1}$ . Essa técnica foi empregada para avaliar a composição do briquete e suas matérias primas.

#### 3.3.1.5 Propriedades mecânicas

##### 3.3.1.5.1 Densidade a granel

A densidade a granel define o volume ocupado por uma determinada massa de um material em sua forma granular, ou seja, uma porção composta por pequenas partículas.

A densidade a granel dos resíduos foi determinada, utilizando a metodologia da norma NBR 6922 adaptada (ABNT, 1981). Foi utilizado um béquer de 50 mL de capacidade e de peso conhecido. A massa específica dos resíduos foi determinada nas condições em que estavam disponíveis na fonte geradora e após secagem em estufa ( $105 \pm 2$  °C) até massa constante.

A densidade a granel foi calculada a partir da razão entre a massa dos materiais granulados e o volume do béquer (em  $\text{g cm}^{-3}$ ).

##### 3.3.1.5.2 Densidade aparente

A densidade aparente foi calculada para verificar qual o grau de compactação (redução de volume) dos resíduos. Os briquetes foram pesados em uma balança analítica e medidos com um paquímetro 72 horas após a briquetagem. A densidade aparente foi determinada utilizando a NBR 14984 adaptada.

#### 3.3.1.5.3 Grau de densificação (redução de volume)

A redução de volume foi calculada comparando-se a densidade a granel dos resíduos e a densidade aparente dos briquetes. A diferença entre elas indica a redução de volume ou grau de densificação (razão entre a diferença da densidade a granel e aparente em relação à densidade a granel).

#### 3.3.1.5.4 Ensaio de resistência a compressão axial

O valor da resistência à compressão axial foi determinado por meio da relação entre a área de cada briquete e sua resistência. O equipamento aplica uma força perpendicular ao comprimento do briquete por meio de um pistão, com velocidade de ensaio pré-estabelecida e determina a força da resistência desse material até a sua ruptura gerada por uma carga de tensão. Utilizou-se uma máquina de testes universal modelo CONTENCO. O resultado de resistência à compressão foi determinado por um software acoplado ao equipamento. O procedimento de análise foi realizado de acordo com a metodologia NBR 5739 - Ensaio de compressão de corpo cilíndrico, uma vez que não se tem normas específicas para testes em briquetes dessa natureza (ABNT, 1994).

O resultado determina qual a carga máxima de resistência em função do tempo para ruptura do material. O software acoplado ao equipamento apresenta o resultado de resistência à compressão, determinando qual a carga máxima de resistência em função do tempo para a ruptura do briquete que foi submetido a uma força axial na velocidade de 5 mm min<sup>-1</sup>.

#### 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os valores energéticos das matérias primas, do aglutinante e do aditivo utilizados na produção dos briquetes, foram determinados e os resultados apresentados nas Tabelas 4.1 e 4.2.

A Tabela 4.1 mostra os resultados do poder calorífico obtido para 20 amostras de lodo de esgoto sanitário, coletadas em diferentes pontos do leito de secagem da ETE.

Tabela 4.1 - Poder calorífico do lodo de esgoto sanitário obtidos para as amostras coletadas no leito de secagem realizado em bomba calorimétrica adiabática de acordo com a norma ASTM D2015-66.

Coleta	Poder calorífico (MJ kg <sup>-1</sup> )
1	12,915
2	13,022
3	13,596
4	13,734
5	13,752
6	13,758
7	13,771
8	13,787
9	13,858
10	13,947
11	13,970
12	13,996
13	13,998
14	14,011
15	14,024
16	14,142
17	14,228
18	14,237
19	14,288
20	14,297
Média	13,867
Variância	0,1277
Desvio padrão	0,357
Coef. Variação	2,58%

Os resultados apresentados na Tabela 4.1 mostraram que todos os valores do poder calorífico, foram superiores a 11,5 MJ kg<sup>-1</sup>, sendo que o valor médio foi 13,867 MJ kg<sup>-1</sup>, o que sugere a possibilidade do lodo de esgoto sanitário ser utilizado como material de combustão em fornos rotativos na indústria de cimento ou ainda como combustível. Para

“Lafarge”, empresa que produz materiais de construção, um material de qualidade para ser utilizado como combustível em fornos rotativos na indústria de cimento deve apresentar poder calorífico superior a 11,5 MJ kg<sup>-1</sup>, e descreve que outras indústrias determinam um valor mínimo de 14 MJ kg<sup>-1</sup> (KIJO-KLECZKOWSKA *et al.* 2016). De acordo com os estudos de WZOREK (2012) um material sólido para ser utilizado como combustível deve possuir um poder calorífico superior a 13 MJ kg<sup>-1</sup>, comprovando o uso potencial do lodo de esgoto sanitário para esta finalidade.

O poder calorífico também foi avaliado nos finos de carvão vegetal, no aditivo e no aglutinante utilizado. Todos apresentaram valores energéticos viáveis para gerar energia por combustão como mostra a Tabela 4.2.

Tabela 4.2 - Poder calorífico das matérias-primas utilizadas na produção dos briquetes

<b>Matérias-primas</b>	<b>Poder calorífico (MJ kg<sup>-1</sup>)</b>
<b>Aditivo</b>	37,049±0,37
<b>Finos de Carvão</b>	28,164±0,36
<b>Aglutinante</b>	23,354±0,38

O poder calorífico de cada material apresentado na Tabela 4.2 foi determinado após a secagem até massa constante em estufa, com exceção do aditivo que é hidrofóbico. O lodo de esgoto bruto apresentou uma umidade de 40% e o carvão bruto de 11%. Alguns estudos revelam que a matéria prima e seus aglutinantes interferem no poder calorífico do briquete produzido. Na produção de briquetes a partir dos finos de carvão vegetal e lodo de esgoto sanitário, DE OLIVEIRA *et al.* (2017) verificaram valores de poder calorífico que variam entre 13,310 MJ kg<sup>-1</sup>e 23,101 MJ kg<sup>-1</sup>. Nos briquetes produzidos por estes autores o aglutinante utilizado foi o amido de trigo. Nos estudos de LUCENA *et al.* (2008) os briquetes produzidos com finos de carvão vegetal e diferentes tipos de aglutinante resultaram em valores energéticos que variaram de 19,622 MJ kg<sup>-1</sup> a 30,117 MJ kg<sup>-1</sup>.

A aparência do carvão e do lodo de esgoto secos e moídos utilizados neste estudo são mostrados na Figura 4.1.



Figura 4.1 - Aparência da matéria-prima seca e moída: a) finos de carvão e b) lodo de esgoto sanitário.

A distribuição granulométrica (%) dos finos de carvão vegetal e do lodo de esgoto sanitário são apresentados na Tabela 4.3.

Tabela 4.3 - Distribuição granulométrica (%) das partículas de finos de carvão e lodo de esgoto.

Peneiras		% retida por peneira	
Tyler (Mesh)	Abertura (mm)	Finos de carvão	Lodo de Esgoto
10	2,000	34,77	3,25
16	1,190	15,58	14,14
30	0,590	14,64	25,53
50	0,297	10,57	20,49
100	0,149	9,07	21,02
Fundo	< 0,149	15,38	15,57

Na Tabela 4.3 a maior porcentagem de massa retida para os finos de carvão se concentrou nas peneiras de 10 Mesh (abertura de 2,000 mm), 16 Mesh (abertura de 1,190 mm) e 30 Mesh (abertura de 0,590 mm), respectivamente. No entanto, para os grânulos de lodo de esgoto, ficaram retidas nas peneiras de 30 Mesh (abertura de 0,590 mm), 100 Mesh (abertura de 0,149 mm) e 50 Mesh (abertura de 0,297 mm), respectivamente. Segundo XIA *et al.* (2006) o tamanho médio das partículas é um fator que altera a qualidade do briquete. Uma matéria-prima com menor granulometria provoca a produção de briquetes mais densos (ERIKSSON *et al.*, 1990). Alguns tipos de briquetadeira ou prensas só produzem briquetes

com a matéria prima em granulometrias específicas. É fundamental verificar a granulométrica da biomassa antes da compactação, pois segundo os estudos de KALIYAN & MOREY (2009) é um influenciador da resistência mecânica dos briquetes. Desta forma, para reprodução de briquetes com a mesma resistência mecânica deste estudo, deve-se seguir a mesma granulometria.

#### 4.1 PLANEJAMENTO FATORIAL EM BLOCOS CASUALIZADOS

Neste primeiro planejamento, foi avaliado os efeitos das variáveis umidade e aglutinante, considerando como resposta a resistência mecânica. Os blocos constituintes deste planejamento são 2, os briquetes produzidos (com imersão em óleo) e os briquetes produzidos (sem imersão em óleo) respectivamente.

Os resultados para os briquetes desenvolvidos neste planejamento experimental (DBC) seguiram as seguintes proporções: briquete 1 – 100:0% lodo:finos de carvão, 2 – 85:15% lodo:finos de carvão, 3 - 50:50% lodo:finos de carvão e 4 - 0:100% lodo:finos de carvão são apresentados nas Tabelas 4.4, 4.5, 4.6 e 4.7.

Os resultados apresentados na Tabela 4.4, mostram uma variação de 170 à 870 kgf cm<sup>-2</sup> na resistência mecânica dos briquetes não imersos ao óleo vegetal residual de cozinha. Entretanto, os briquetes imersos tiveram o valor da resistência diminuído, estando entre 170 e 665 kgf cm<sup>-2</sup>. Como a maior parte dos briquetes perderam a resistência ao serem submetidos a imersão em óleo quente, não foi viável esse procedimento. O briquete de maior resistência mecânica nesse planejamento fatorial é formado sem umidade e com 7,5% de aglutinante, suportando uma pressão de 870 kgf cm<sup>-2</sup> até a ruptura.

Os briquetes produzidos a partir do lodo de esgoto e finos de carvão vegetal por DE OLIVEIRA *et al.* (2017) apresentaram resistência mecânica com valores entre 210 e 420 kgf cm<sup>-2</sup>. Esses valores são próximos da média entre os produzidos neste estudo. Teixeira *et al.* (2010) descrevem que briquetes com resistência mecânica superior a 7 Mpa (71,38 kgf cm<sup>-2</sup> ou 0,7138 g·cm<sup>-3</sup>) são considerados bons, pois a partir dessa resistência, podem ser manipulados e armazenados sem que ocorra grande fragmentação. O maior valor de resistência mecânica deste planejamento DBC (870 Kgfc m<sup>-2</sup>) é aproximadamente 10 vezes superior ao que Teixeira *et al.* (2010) descrevem como resistência mínima para manipulação.

Tabela 4.4 - Variação da resistência mecânica dos briquetes-1, 100:0% lodo:finos de carvão em função das combinações de umidade e aglutinante no planejamento DBC.

		<b>Bloco</b>	<b>Resistência (kgf cm<sup>-2</sup>)</b>	
--	--	--------------	--	--

Umidade (%)	Aglutinante (%)		Repetição 1	Repetição 2	Média
0	0	Sem imersão	810	870	840
0	7,5	Sem imersão	900	840	870
0	15	Sem imersão	660	670	665
6	0	Sem imersão	360	370	365
6	7,5	Sem imersão	200	460	330
6	15	Sem imersão	390	390	390
12	0	Sem imersão	160	180	170
12	7,5	Sem imersão	170	170	170
12	15	Sem imersão	200	210	205
0	0	Com imersão	560	530	545
0	7,5	Com imersão	690	640	665
0	15	Com imersão	330	370	350
6	0	Com imersão	200	180	190
6	7,5	Com imersão	470	300	385
6	15	Com imersão	410	320	365
12	0	Com imersão	130	140	135
12	7,5	Com imersão	170	170	170
12	15	Com imersão	200	200	200

Os resultados apresentados nas Tabelas 4.4, 4.5, 4.6, e 4.7 para os briquetes em suas diferentes proporções, lodo:finos de carvão, foram submetidos aos testes estatísticos (Análise de variância e Teste de Tukey) com 95% de nível de confiança utilizando-se do software R (TEAM, 2015) versão 3.2.2 apresentados nos Apêndices 1, 2 e 3.

A análise de variância (ANOVA) foi realizada para os dados da Tabela 4.4 para identificar se houve ou não interação significativa entre a umidade, o aglutinante e os blocos (com imersão e sem imersão). Como a interação entre a umidade e o aglutinante foi significativa, foram realizados os desdobramentos dessa interação.

Todos os desdobramentos foram realizados para cada composição de briquete, sendo esses o 1, 2 e 3, que apresentam diferentes quantidades de lodo de esgoto e finos de carvão. Para o briquete 4, essa análise não foi realizada, pois houve formação de apenas um briquete, com o máximo de umidade e teor de aglutinante proposto pelo planejamento (DBC). As interações e efeitos da umidade e do aglutinante podem ser visualizadas por meio dos resultados estatísticos apresentados nos Apêndices 1, 2 e 3.

Os resultados da resistência mecânica para os diferentes briquetes-2, formados na proporção 85:15% lodo:finos de carvão com suas respectivas combinações são apresentados na Tabela 4.5.

O tratamento estatístico dos resultados apresentados na Tabela 4.5 encontram-se no Apêndice 2.

Tabela 4.5 - Variação da resistência mecânica dos Briquetes-2, 85:15% lodo:finos de carvão em função das combinações de umidade e aglutinante no planejamento DBC.

Umidade (%)	Aglutinante (%)	Bloco	Resistência (kgf cm <sup>-2</sup> )		
			Repetição 1	Repetição 2	Média
0	0	Sem imersão	190	160	175
0	7,5	Sem imersão	320	320	320
0	15	Sem imersão	410	470	440
6	0	Sem imersão	240	230	235
6	7,5	Sem imersão	230	270	250
6	15	Sem imersão	240	240	240
12	0	Sem imersão	150	100	125
12	7,5	Sem imersão	150	150	150
12	15	Sem imersão	160	190	175
0	0	Com imersão	000	000	000
0	7,5	Com imersão	130	120	125
0	15	Com imersão	190	200	195
6	0	Com imersão	110	80	95
6	7,5	Com imersão	190	180	185
6	15	Com imersão	290	250	270
12	0	Com imersão	80	110	95
12	7,5	Com imersão	180	150	165
12	15	Com imersão	250	200	225

Os resultados da resistência mecânica para os diferentes briquetes-3, formados na proporção 50:50% lodo:finos de carvão com suas respectivas combinações são apresentados na Tabela 4.6.

O tratamento estatístico dos resultados apresentados na Tabela 4.6 encontram-se no Apêndice 3.

Tabela 4.6 - Variação da resistência mecânica dos Briquetes-3, 50:50% lodo:finos de carvão em função das combinações de umidade e aglutinante no planejamento DBC.

Umidade (%)	Aglutinante (%)	Bloco	Resistência (kgf cm <sup>-2</sup> )		
			Repetição 1	Repetição 2	Média
0	0	Sem imersão	0	0	0
0	7,5	Sem imersão	0	0	0
0	15	Sem imersão	0	0	0
6	0	Sem imersão	0	0	0
6	7,5	Sem imersão	150	120	135
6	15	Sem imersão	200	200	200
12	0	Sem imersão	0	0	0
12	7,5	Sem imersão	140	140	140
12	15	Sem imersão	180	160	170
0	0	Com imersão	0	0	0
0	7,5	Com imersão	0	0	0
0	15	Com imersão	0	0	0
6	0	Com imersão	0	0	0
6	7,5	Com imersão	130	130	130
6	15	Com imersão	220	220	220
12	0	Com imersão	0	0	0
12	7,5	Com imersão	140	140	140
12	15	Com imersão	200	150	175

Os resultados da resistência mecânica para os diferentes briquetes-4, formados na proporção 0:100% lodo:finos de carvão com suas respectivas combinações são apresentados na Tabela 4.7.

Os resultados apresentados na Tabela 4.7, para o briquete – 4 (composto de 100% finos de carvão), demonstraram que a imersão em óleo para essa composição de briquete não altera significativamente a resistência mecânica. Para esse planejamento não foram realizados testes de análise de variância nem teste de Tukey, uma vez que houve a formação de briquete em uma única condição.

Os resultados do planejamento do briquete-4 (100% finos de carvão), corroboram com os estudos de LUCENA *et al.* (2008), os quais revelaram que os aglutinantes são

indispensáveis para o processo de briquetagem quando se utiliza apenas finos de carvão. Para o estudo do briquete – 4 (composto de 100% finos de carvão), só foi possível a formação de briquetes com o máximo de umidade e aglutinante proposto no planejamento, de 12 e 15%, respectivamente.

Tabela 4.7 - Variação da resistência mecânica dos Briquetes-4, 0:100% lodo:finos de carvão em função das combinações de umidade e aglutinante no planejamento DBC.

Umidade (%)	Aglutinante (%)	Bloco	Resistência (Kgf)		
			Repetição 1	Repetição 2	Média
0	0	Sem imersão	0	0	0
0	7,5	Sem imersão	0	0	0
0	15	Sem imersão	0	0	0
6	0	Sem imersão	0	0	0
6	7,5	Sem imersão	0	0	0
6	15	Sem imersão	0	0	0
12	0	Sem imersão	0	0	0
12	7,5	Sem imersão	0	0	0
12	15	Sem imersão	120	130	125
0	0	Com imersão	0	0	0
0	7,5	Com imersão	0	0	0
0	15	Com imersão	0	0	0
6	0	Com imersão	0	0	0
6	7,5	Com imersão	0	0	0
6	15	Com imersão	0	0	0
12	0	Com imersão	0	0	0
12	7,5	Com imersão	0	0	0
12	15	Com imersão	140	120	130

Com exceção do briquete de 100% carvão, todos foram submetidos à análise de variância a 5% de significância, e posteriormente ao teste de Tukey quando as interações foram significativas, cujos resultados são apresentados no Apêndice 1. Os resultados estatísticos mostraram uma diferença significativa, quando os briquetes foram submetidos à imersão no aditivo, em relação a resistência mecânica para os briquetes-1 (100% lodo de

esgoto) e briquetes-2 (85% lodo de esgoto:15% finos de carvão). Para os briquetes-3 (50% lodo e esgoto: 50% finos de carvão) e briquetes-4 (100% finos de carvão) isso não aconteceu.

A imersão no aditivo por 100 s a 160 °C fez com que a resistência mecânica dos briquetes com maior quantidade de lodo de esgoto sanitário, briquetes 1 e 2, fossem mais frágeis a choques mecânicos. Além disso, os valores obtidos pelo teste de Tukey demonstraram que a resistência a compressão é maior e estatisticamente diferente das demais quando a quantidade de lodo é maior na composição. O briquete do planejamento-1 (100%:0% lodo:finos de carvão) foi o de maior resistência entre todos os briquetes produzidos no DBC. A imersão no óleo vegetal residual, fez com que o briquete isento de umidade e aglutinante do planejamento-2 (85% lodo:15% finos de carvão) se fragmentasse. A imersão para essa composição diminuiu a resistência mecânica ao ponto de as partículas não se manterem agregadas para formar um briquete como mostra a Figura 4.2.



Figura 4.2 - Briquetes que não atingiram a resistência mecânica mínima de formação.

Dessa forma, pode-se concluir que a resistência mecânica dos briquetes é afetada pelo tipo de matéria prima, além das quantidades de umidade e aglutinante na composição. Para promover a aderência ou aglomeração das partículas geralmente um aglutinante e água são adicionados nas concentrações de 8% e 10%, respectivamente. Este percentual de água foi utilizado com sucesso por ARAÚJO *et al.* (2016) na briquetagem de madeira de eucalipto, por BHATTACHARYA *et al.* (2002) na briquetagem de resíduos de cascas de arroz, por GROVER & MISHRA (1996) na briquetagem de resíduos lignocelulósicos e por TEIXEIRA *et al.* (2010), na produção de briquetes usando resíduo de pó de carvão resultante da queima de bagaço de cana de açúcar. O briquete com 100%:0% de lodo:finos de carvão, constituído de 0% de umidade e 7,5% de aglutinante, foi o que apresentou maior resistência

mecânica neste planejamento, sendo mais indicado para ser efetivamente transportado e armazenado.

Baseado no planejamento experimental realizado foi possível perceber que o aglutinante e a umidade não são necessários para produção de briquetes de lodo de esgoto sanitário puro (100%:0% lodo:finos de carvão). Isso ocorre possivelmente por essa matéria prima apresentar uma umidade intrínseca em escala celular ou molecular que não evapora por simples aquecimento e que sofre movimento a partir da pressão exercida na briquetagem. Desta forma, a quantidade de umidade e aglutinante que deve ser utilizada na produção do briquete depende do tipo de matéria prima e do equipamento utilizado.

De acordo com LIPPEL (2017) cada equipamento que prensa (briquetadeira) trabalha com uma margem de umidade máxima. As extrusoras de rosca e pistão mecânico trabalham com material a 10 – 12% de umidade. As de pistão hidráulico aceitam material com 18 – 20% de umidade e as peletizadoras trabalham com um conteúdo de umidade de no máximo 20%.

Nesta pesquisa o briquete de finos de carvão puro (0%:100% lodo:finos carvão), só foi formado com o máximo de umidade e aglutinante proposto pelo planejamento, sendo 12% e 15% respectivamente. Todos os valores de resistência mecânica igual a zero apresentados nesta tese podem ser considerados como briquetes que não foram formados. Isso ocorreu por falta de algum fator ou condições ideais, as partículas não aglutinaram até a capacidade de suportar a resistência mínima de formação (Figura 4.2).

O briquete de 100%:0% lodo/carvão, constituído de 0% de umidade e 7,5% de aglutinante foi o que apresentou a maior resistência mecânica (Figura 4.3).



Figura 4.3 - Fotografia ilustrativa dos briquetes que apresentaram maior resistência mecânica (briquete-1, 100% lodo e 0% finos de carvão, 7,5% de aglutinante e 0% umidade).

A partir deste planejamento DBC foi possível identificar o briquete de maior resistência a compressão axial em cada composição como mostra os resultados da Tabela 4.8. Também foi possível identificar se houve a influência da umidade e do aglutinante na

resistência mecânica dos briquetes, por meio da ANOVA e do teste de Tukey, em cada proporção de mistura, conforme apresentado no Apêndice 1.

Tabela 4.8 - Resumo dos briquetes que apresentaram maiores resistência mecânica em cada planejamento proposto no DBC.

<b>Briquetes 1 e 2 sem imersão, 3 e 4 com imersão em óleo</b>	<b>Aglutinante (%)</b>	<b>Umidade (%)</b>	<b>Resistência mecânica (kgf cm<sup>-2</sup>)</b>
<b>Briquete 1 – 100%:0%</b>	7,5	0	870
<b>Briquete 2 – 85%:15%</b>	15	0	440
<b>Briquete 3 – 50%:50%</b>	15	6	220
<b>Briquete 4 – 0%:100%</b>	15	12	130

De acordo com dados da Tabela 4.8 e dos planejamentos 1, 2, 3 e 4, identificou-se que à imersão dos briquetes com maior quantidade de lodo de esgoto em óleo por um tempo de 100 s a 160 °C, tiveram uma redução significativa na resistência mecânica, porém nos briquetes com maior quantidade de carvão o efeito foi antagônico.

As imersões em óleo vegetal residual nas condições propostas neste planejamento, não tiveram efeitos positivos na resistência mecânica para os briquetes com maior concentração de lodo, dessa forma esta ação foi descartada para os próximos planejamentos.

Como vários briquetes não foram formados, optou-se em avaliar o efeito da pressão e de um aditivo aplicado diretamente a mistura. Como o número de fatores a ser avaliado e o número de níveis são expressivos, seria muito dispendioso analisar pelo método DBC, pois não teria blocos e o número de ensaios seria elevado, conseqüentemente um consumo muito grande de material e tempo dispendido para realização dos experimentos. Por esse motivo um planejamento de Plackett e Burman foi realizado para avaliar 5 fatores que influenciam na resistência mecânica dos briquetes. As quatro variáveis mais influentes foram, então, utilizadas para alcançar a otimização utilizando um planejamento composto central rotacional. Os níveis das variáveis mais significativas foram otimizadas utilizando a metodologia de superfície de resposta.

Foram produzidos briquetes a partir de diferentes planejamentos, entre eles o fatorial em blocos casualizados (DBC) com 144 ensaios, Plackett-Burman com 15 ensaios e o delineamento composto central rotacional (DCCR) com 27 ensaios. Os planejamentos foram

realizados em consequência dos resultados obtidos. Com o primeiro planejamento (DBC) foi possível perceber que o aglutinante e a umidade seriam dispensáveis na produção do briquete de lodo de esgoto e indispensável na formação dos briquetes com finos de carvão (Figura 4.4).



Figura 4.4 - Briquetes de finos de carvão vegetal (a) e lodo de esgoto sanitário (b).

No DBC os briquetes composto de 100% finos de carvão só foram formados a partir da quantidade máxima de umidade (12%) e aglutinante (15%), podendo-se observar a presença de rachaduras (Figura 4.4). Os briquetes composto de 100% lodo de esgoto sanitário apresentaram aspectos mais homogêneos na superfície e menos rachaduras, além de maior resistência mecânica.

A imersão em óleo vegetal residual por 100 s a 160 °C foi realizada com a intenção de substituir a água da superfície dos briquetes por óleo vegetal pela evaporação da água e adsorção do óleo, aumentando assim seu poder calorífico.

Esse procedimento não foi viável devido a perda da resistência do material, os briquetes submetidos a esse procedimento, em sua maioria, sofreram fragmentação (Figura 4.5).



Figura 4.5 - Briquetes após a imersão em óleo vegetal residual a 160 °C.

Para obter um produto de qualidade, um planejamento de PB e DCCR foram realizados. Após o planejamento DBC optou-se por investigar outros fatores que alteram as propriedades dos briquetes que não foram considerados no primeiro planejamento: mistura (dosagem de finos de carvão) e pressão. Além disso, também foram avaliados novamente os efeitos da umidade e do teor de aglutinante, uma vez que no segundo planejamento a mistura de carvão e lodo foram considerados como uma variável independente, enquanto que no primeiro planejamento isto não foi considerado.

Após a identificação das principais variáveis mais significativas no PB foi realizado um novo planejamento DCCR com o intuito de otimizar a produção de briquetes considerando como variáveis respostas a resistência mecânica e o poder calorífico.

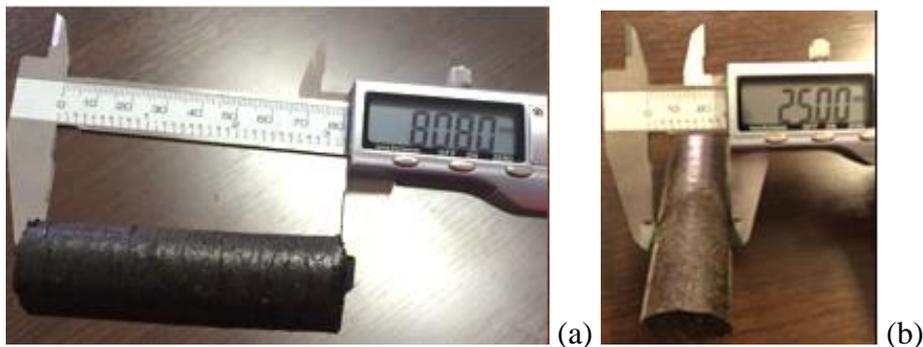


Figura 4.6 - Briquetes produzidos no planejamento DCCR e suas dimensões, comprimento (a) e diâmetro (b).

O tamanho médio dos briquetes produzidos foi de 8cm de comprimento e 2,5cm de espessura podendo ser visualizado na Figura 4.6 com a aferição do paquímetro.

## 4.2 EXPERIMENTO PLACKETT–BURMAN (PB)

Ao analisar os resultados do planejamento DBC foi possível verificar que em alguns ensaios não houve a formação de briquetes, um possível motivo poderia estar associado ao valor da pressão constante (5 toneladas) aplicada na compactação do material. Como o efeito da pressão não era conhecido na matéria prima em questão, isolada ou em conjunto com outras variáveis, um planejamento experimental de Plackett-Burman (PB12) com uma triplicata no ponto central foi utilizado com o objetivo de determinar quais fatores seriam mais significativos para melhorar a resistência mecânica na formação de briquetes. Para isso foram feitas as combinações totalizando 15 ensaios.

Foram estudadas 5 variáveis experimentais em diferentes níveis para formação de briquetes resistentes, entre elas: umidade (%), aglutinante (%), Mistura (%) de (dosagem de finos de carvão), pressão (ton) e um aditivo (%). Cada variável foi analisada em três níveis: -1 para o nível baixo, 0 para o ponto central e +1 para o nível elevado, a variação dos valores reais podem ser verificadas na Tabela 4.9.

Tabela 4.9 - Níveis codificados e reais para o Planejamento de Plackett-Burman.

<b>Variáveis independentes</b>	<b>Níveis codificados e reais</b>		
	<b>-1</b>	<b>0</b>	<b>1</b>
<b>Umidade (%)</b>	0	5,0	10
<b>Aglutinante (%)</b>	0	7,5	15
<b>Mistura (%)</b>	0	50	100
<b>Pressão (ton.)</b>	5	7,5	10
<b>Aditivo (%)</b>	0	5,0	10

A Tabela 3.2 apresenta a matriz de combinação dos níveis no delineamento PB para os fatores analisados. Na Tabela 3.2 temos 15 ensaios e 5 variáveis independentes sendo a resistência mecânica, densidade e a densificação as variáveis respostas. Observando a Tabela 3.2 podemos afirmar que existe coerência em sua matriz, uma vez que é recomendado na escolha de um delineamento de PB um número mínimo de 4 ensaios a mais que o número de variáveis a serem estudadas no processo.

Por meio dos resultados apresentados na Tabela 4.10 é possível identificar os valores para as variáveis dependentes sendo elas a resistência mecânica, densificação e densidade.

Tabela 4.10 - Resistência mecânica, densidade e densificação obtidos nos ensaios realizados no planejamento de Plackett-Burman.

<b>Briquete</b>	<b>Resistência Mecânica (kgf cm<sup>-2</sup>)</b>	<b>Densificação (g cm<sup>-3</sup>)</b>	<b>Densidade (g cm<sup>-3</sup>)</b>
1	290	1,32	1,32
2	230	1,31	1,31
3	0	0,00	0,00
4	0	0,00	0,00
5	460	1,39	1,39
6	160	1,29	1,23
7	160	1,28	1,21
8	0	0,00	0,00
9	0	0,00	0,00
10	120	1,18	1,18
11	130	1,23	1,16
12	620	1,45	1,45
13	140	1,25	1,20
14	140	1,26	1,21
15	90	1,00	1,00

Nos ensaios 3, 4, 8 e 9 não ocorreram a formação de briquetes, sendo atribuído o valor zero a todas as variáveis dependentes deste planejamento. Devido à baixa resistência mecânica o material se fragmentava muito facilmente corroborando com o resultado obtido no planejamento DBC, onde os briquetes do planejamento 4, composto de 100:0% carvão:lodo, eram formados apenas em quantidades maiores de umidade (12%) e aglutinante (15%). Neste caso, como existem mais fatores envolvidos além da umidade e do aglutinante, foi possível a formação dos briquetes nos ensaios 14 e 15 com a mesma pressão do planejamento DBC, porém com baixo valor de resistência. As maiores resistências mecânicas foram obtidas a partir da combinação composta pela menor mistura de dosagem de finos de carvão, como mostram os resultados dos ensaios 5 (460 kgf cm<sup>-2</sup>) e 12 (620 kgf cm<sup>-2</sup>).

A análise de variância (Tabela 4.11) e o gráfico de Pareto (Figura 4.7) permitiram determinar quais variáveis foram significativas para produção do briquete mais resistente a choques mecânicos.

Tabela 4.11 - ANOVA do PB para a resistência mecânica dos briquetes produzidos.

	Soma dos Quadrados	Grau de Liberdade	Quadrado Médio	F <sub>calculado</sub>	p-valor
Umidade	53333,3	1	53333,3	5,95337	0,037368*
Aglutinante	133,3	1	133,3	0,01488	0,905582 <sup>ns</sup>
Mistura	229633,3	1	229633,3	25,63296	0,000678*
Pressão	48133,3	1	48133,3	5,37291	0,045638*
Aditivo	20833,3	1	20833,3	2,32553	0,161606 <sup>ns</sup>
Erro	80626,7	9	8958,5		
Total	432693,3	14			

\* : significativo à 5%; <sup>ns</sup> : não significativo à 5%.

Por meio da ANOVA foi possível identificar um p-valor abaixo de 0,05 apenas para a umidade, mistura e pressão. Isso sugere que estas são as variáveis significativas para a produção de um briquete mais resistente a choques mecânicos.

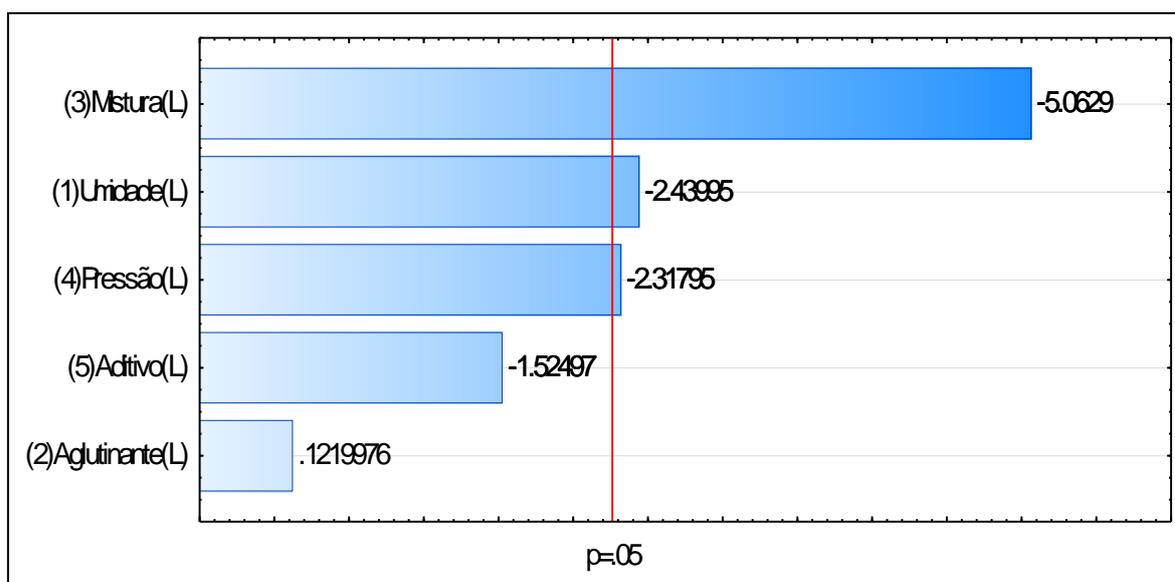


Figura 4.7 - Gráfico de Pareto do planejamento Plackett-Burman para a resistência mecânica dos briquetes produzidos.

Portanto, para a resistência a compressão os fatores estatisticamente significativos a 95% de significância foram: mistura, umidade e pressão, podendo ser visualizados no gráfico de Pareto (Figura 4.7).

A partir da tabela de efeitos do PB (Tabela 4.12) e da (Figura 4.7) considerando um nível de significância de 5%, se verificou que as variáveis que tiveram efeito na produção dos briquetes foram a umidade, pressão e a mistura, todas com efeitos negativos, portanto quanto maior for esses fatores, menor será a resistência mecânica.

O experimento de PB foi realizado para verificar quais são os fatores mais influentes na resistência mecânica dos briquetes avaliando também o efeito da pressão e da composição da matéria-prima como variáveis independentes. Os resultados obtidos com este planejamento estão em concordância com os resultados obtidos no DBC, na qual a quantidade de lodo no briquete aumenta sua resistência mecânica.

O PB indicou que a umidade, a mistura e a pressão são os fatores mais significativos estatisticamente para a resistência mecânica do briquete. Dentre estes a mistura e a umidade apresentaram um menor p-valor, sendo os mais influentes (Tabela 4.12).

Tabela 4.12 – Efeitos e coeficientes da análise estatística do planejamento Plackett-Burman para a resistência mecânica dos briquetes produzidos.

	Efeito	Erro Padrão	Pareto	P	-95%	+95%	Coeficiente	Erro Padrão	-95%	+95%
<b>Média</b>	169,33	24,438	6,929	0,000068	114,05	224,62	169,33	24,438	114,05	224,62*
<b>Umidade</b>	-133,33	54,646	-2,44	0,037368	-256,95	-9,72	-66,67	27,323	-128,47	-4,86*
<b>Aglutinante</b>	6,67	54,646	0,122	0,905582	-116,95	130,28	3,33	27,323	-58,47	65,14 <sup>ns</sup>
<b>Mistura</b>	-276,66	54,646	-5,063	0,000678	-400,28	-153,05	-138,33	27,323	-200,14	-76,52*
<b>Pressão</b>	-126,66	54,646	-2,318	0,045638	-250,28	-3,05	-63,33	27,323	-125,14	-1,52*
<b>Aditivo</b>	-83,33	54,646	-1,525	0,161606	-206,95	40,28	-41,67	27,323	-103,47	20,14 <sup>ns</sup>

\* : significativo à 5%; <sup>ns</sup> : não significativo

Na Figura 4.8 é apresentada a matriz de correlação de Pearson envolvendo os 5 fatores que influenciam na resistência mecânica do briquete (umidade, aglutinante, pressão, mistura e aditivo) e as 3 variáveis respostas estabelecidas (resistência mecânica, densificação e densidade), a partir dos valores de R apresentados na matriz foi possível determinar o grau de correlação linear entre dois fatores.

O coeficiente de correlação de Pearson não diferencia entre variáveis dependentes e independentes. Portanto, o valor da correlação entre a variável R e P é o mesmo entre a variável P e R. SCHIELD (1995) ressalta que a correlação não se aplica a distinção, ou seja,

por ela dificilmente pode-se afirmar quem varia em função de quem. Simplesmente pode-se dizer que há semelhanças entre a distribuição dos valores das variáveis.

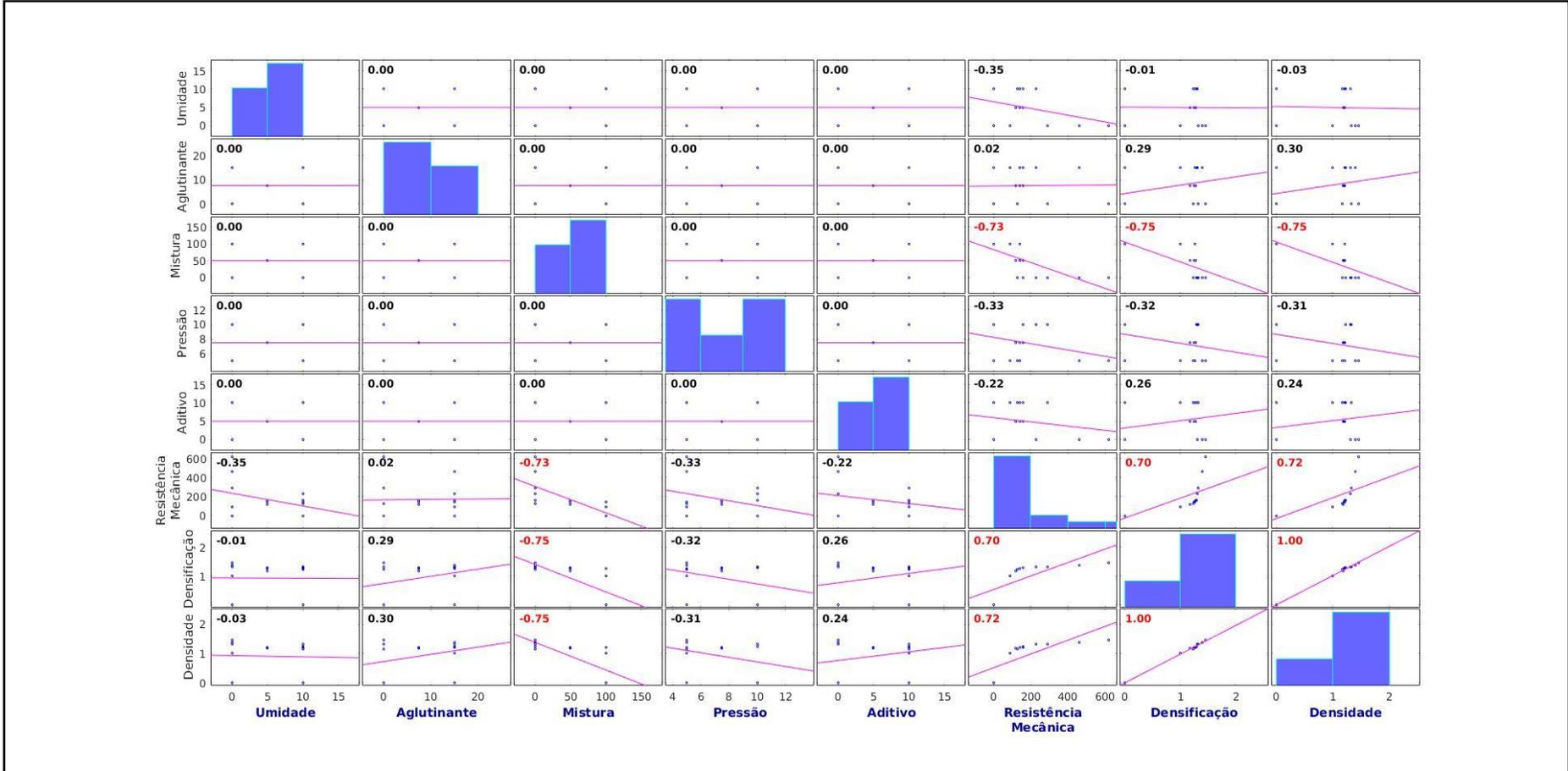


Figura 4.8 - Matriz de correlação de Pearson para os ensaios do PB com valores dos coeficientes de correlação (R).

De acordo com SANTOS (2007), o coeficiente de correlação entre duas variáveis é dito fraco em situações quando  $R$  está entre o intervalo de  $0,1 \leq R < 0,5$ , moderado entre 0,5 e 0,8 e forte acima de 0,8.

A partir da análise da matriz de correlação apresentada na Figura 4.8, observa-se que a mistura (finos de carvão) possui uma correlação negativa moderada por apresentar um  $R$  maior que 0,70, em relação à densidade, densificação e resistência mecânica, ou seja, quanto mais finos de carvão na composição do briquete menor será a densidade, densificação e a resistência mecânica.

A matriz de correlação de Pearson (Figura 4.8) serviu para identificar qual o padrão de relacionamento (correlação linear) entre todas as variáveis (dependentes e independentes) e suas possíveis interferências. O valor negativo moderado de correlação para a mistura e a resistência mecânica corroboram com os efeitos negativos da Tabela 4.12 para mistura no planejamento de Plackett-Burman para a resistência mecânica dos briquetes produzidos. Para ambos os casos quanto maior a mistura menor a resistência mecânica do briquete.

Para todas as variáveis significativas no planejamento de Plackett-Burman o  $F$  calculado foi maior que o  $F$  tabelado ( $F_{cal} > F_{tab}$ ) Tabela 4.11, com isso conclui-se que existe diferença significativa na resistência mecânica para esses fatores independentes. A mistura foi a variável que apresentou maior relação entre  $F_{cal}/F_{tab}$ , sendo essa razão igual a 5,1679. Como esse valor foi maior que 4, podemos concluir que o modelo está coerente e que a mistura, umidade e pressão podem ser utilizadas como principais variáveis para um modelo de otimização. O planejamento de Plackett-Burman também foi utilizado por GHORBEL-BELLAJ *et al.* (2013) para identificar as variáveis mais significativas na extração de quitina a partir de resíduos de camarão.

### 4.3 DELINEAMENTO COMPOSTO CENTRAL ROTACIONAL (DCCR)

A partir das informações obtidas no planejamento de Plackett-Burman, utilizou-se a técnica de superfície de resposta por meio da realização de um delineamento composto central rotacional (DCCR), com o objetivo de determinar os níveis das variáveis operacionais que resultem na produção de briquetes com maior resistência mecânica e poder calorífico.

Os fatores avaliados no DCCR foram: mistura, umidade, pressão e aditivo, e as variáveis respostas analisadas a densidade, densificação, poder calorífico, resíduos provenientes da queima dos briquetes e a resistência mecânica. Os resultados obtidos no DCCR são mostrados na Tabela 4.13.

Tabela 4.13 - Resultados das variáveis dependentes (densidade, densificação, poder calorífico, resíduo após a queima e resistência mecânica) obtidos a partir das combinações dos ensaios realizados no DCCR.

	Densidade (g cm <sup>-3</sup> )	Densificação (g cm <sup>-3</sup> )	Poder calorífico (MJ kg <sup>-1</sup> )	Resíduo após a queima (%, m m <sup>-1</sup> )	Resistência Mecânica (kgf cm <sup>-2</sup> )
<b>1</b>	1,306	1,3532	13,68	35,28	570
<b>2</b>	1,311	1,3622	<b>15,566</b>	30,66	420
<b>3</b>	1,263	1,2964	14,283	34,08	300
<b>4</b>	1,384	1,1968	12,674	37,66	1100
<b>5</b>	1,253	1,2740	13,955	39,04	432
<b>6</b>	1,313	1,3829	14,093	35,86	900
<b>7</b>	1,266	1,2567	14,498	32,04	390
<b>8</b>	1,413	1,2608	12,919	36,76	312
<b>9</b>	1,400	1,3973	14,917	33,28	432
<b>10</b>	1,360	1,3288	13,666	37,30	390
<b>11</b>	1,515	1,7495	13,179	38,82	888
<b>12</b>	1,389	1,4759	13,975	35,52	300
<b>13</b>	1,302	1,7012	14,596	33,96	240
<b>14</b>	1,398	1,2368	12,805	37,42	312
<b>15</b>	1,468	1,3302	11,984	40,10	1300
<b>16</b>	1,210	1,4846	15,13	33,52	438
<b>17</b>	1,231	1,3096	14,779	34,36	570
<b>18</b>	1,255	1,1601	11,681	42,10	360
<b>19</b>	1,190	1,2667	14,564	34,92	300
<b>20</b>	1,302	1,4659	13,287	40,70	480
<b>21</b>	1,313	1,4451	12,744	43,70	300
<b>22</b>	1,266	1,3575	14,095	40,32	450
<b>23</b>	1,355	1,6008	11,339	47,84	270
<b>24</b>	1,266	1,2567	14,583	34,36	408
<b>25</b>	1,245	1,2035	14,655	36,38	420
<b>26</b>	1,290	1,2552	12,784	43,64	300
<b>27</b>	1,299	1,2870	12,841	35,28	300

Com os resultados obtidos no DCCR foram realizadas as análises estatísticas e superfícies de respostas, assim como as equações dos modelos usando o software Statistica. A matriz de correlação de Pearson foi construída tendo como suporte o Software Mat Lab R 2015b.

A partir dos resultados apresentados na Tabela 4.13 foi possível verificar a variação entre cada variável dependente deste planejamento a partir das diferentes combinações do DCCR, sendo estas a densidade: 1,231-1,515 g cm<sup>-3</sup>, densificação: 1,1601-1,7495 g cm<sup>-3</sup>, poder calorífico: 11,339-15,566 MJ kg<sup>-1</sup>, resíduo da queima: 30,66-47,84% e a resistência mecânica: 270-1300 kgf cm<sup>-2</sup>.

As variáveis de maior influência são apresentadas no gráfico ou diagrama de Pareto. Sua maior utilidade é identificar as causas ou problemas mais importantes para uma determinada medida, neste caso apenas a densidade Fig.4.9 (a), o poder calorífico Fig.4.9 (c) e a resistência mecânica Fig. 4.9 (e) apresentaram fatores significativos.

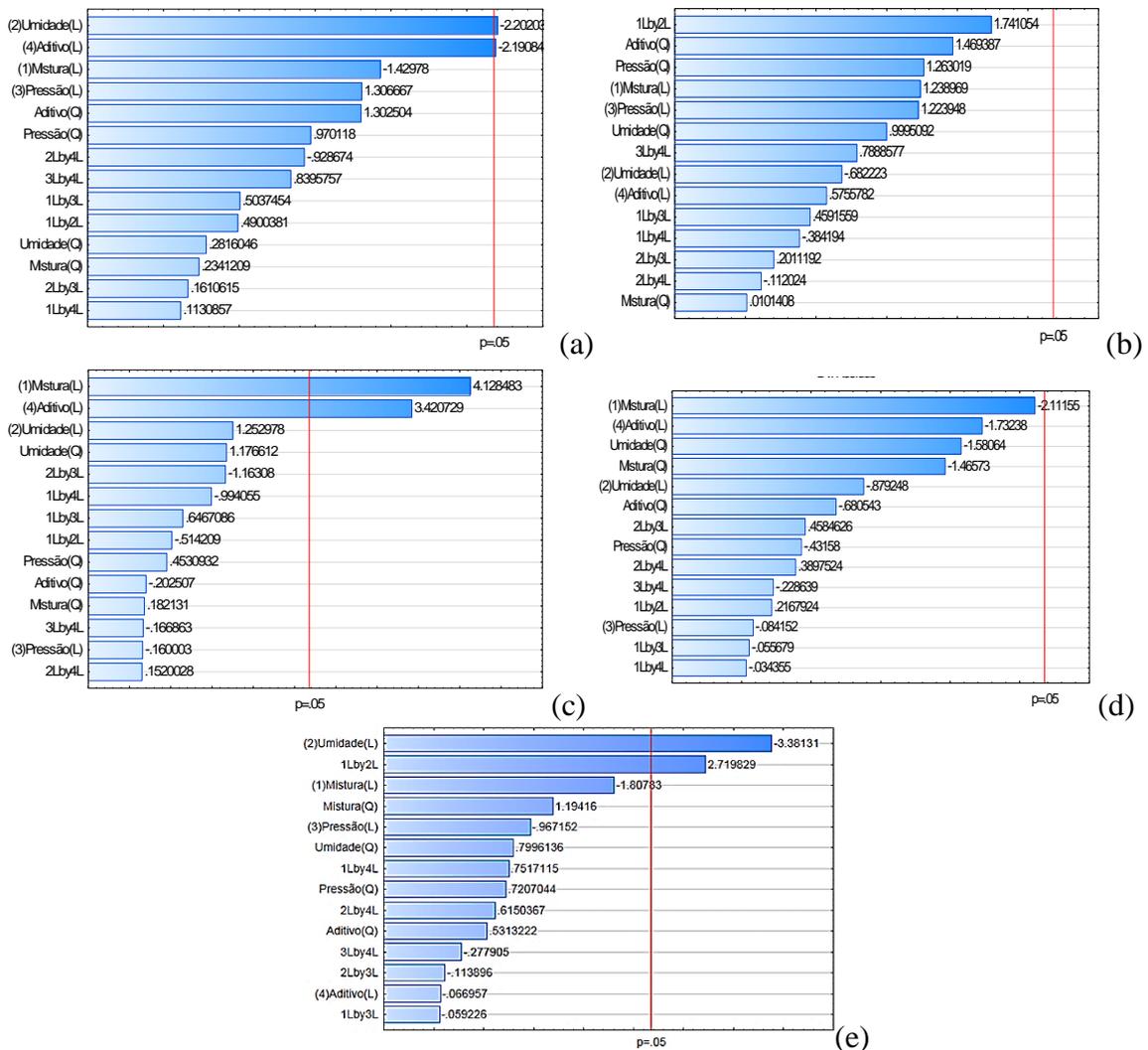


Figura 4.9 - Gráficos de Pareto do planejamento DCCR para: (a) densidade do briquete; (b) densificação do briquete; (c) poder calorífico dos briquetes; (d) resíduo da queima dos briquetes (e) resistência mecânica dos briquetes.

Foram realizadas as mesmas análises estatísticas para os resultados de densificação e de resíduos, com 95% de confiabilidade. Para estas variáveis foi constatado que nenhum dos fatores estudados foi significativo como demonstrado na Figura 4.9 (b) e (d).

O modelo é válido no nível de significância de 5% e tem representatividade para os resultados experimentais obtidos dentro da faixa estabelecida nos níveis para as variáveis em estudo, conforme apresentado nas tabelas de Análise de Variância (Apêndice 4) e nas Tabelas de Efeito (Apêndice 5).

A partir da análise na tabela de efeitos (Apêndice 5) e do gráfico de Pareto Fig.4.9 (a) para a densidade, foi possível identificar que as variáveis significativas a 95% de confiança foram a umidade e o aditivo como as duas variáveis independentes. A partir da tabela de efeitos (Apêndice 5) é possível observar os efeitos negativos dessas variáveis, ou seja, quanto maior a umidade e maior a quantidade de aditivo, menor será a densidade.

O gráfico de superfície de resposta (Figura 4.10) demonstra os efeitos da umidade e do aditivo na resposta densidade dos briquetes, confirmando que quanto maior a quantidade de umidade e aditivo menor a densidade.

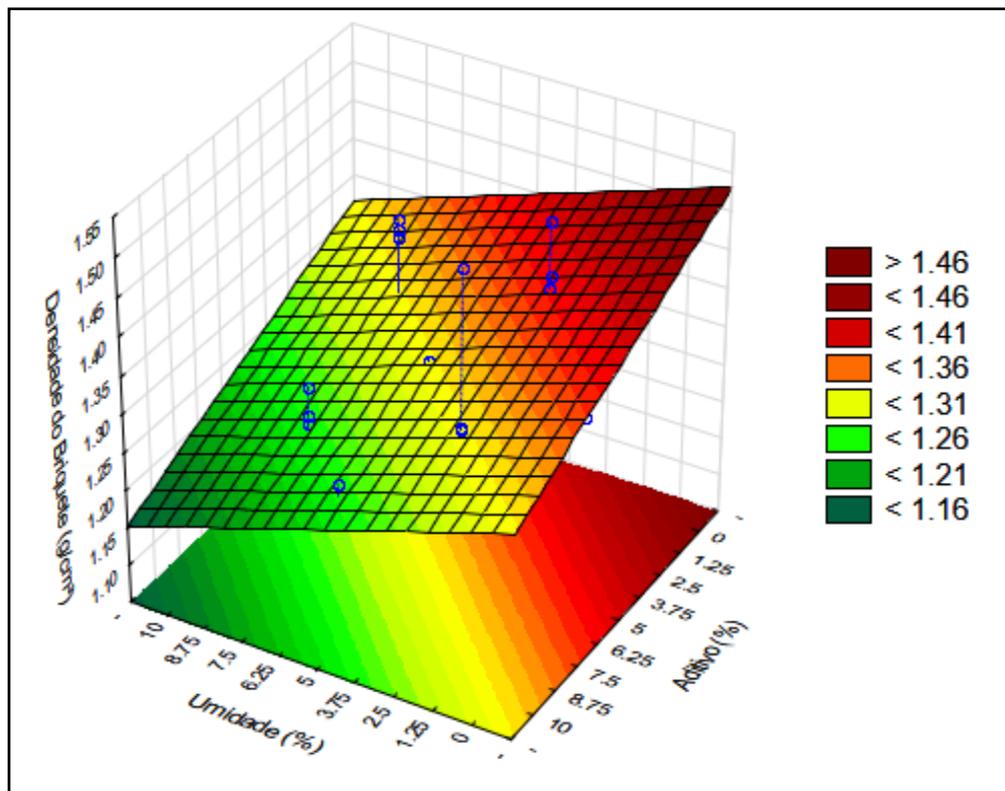


Figura 4.10 - Superfície de resposta da densidade do briquete em função do teor de umidade e de aditivo.

Os resultados obtidos neste estudo mostram que a densidade dos briquetes é influenciada pelos fatores umidade e aditivo.

A Equação 4.1 define a função que representa o comportamento dos dados experimentais com  $R = 0,77210$ .

$$\text{Densidade (g cm}^3\text{)} = 1,2780 - 0,032792 * \text{Umidade} - 0,032625 * \text{Aditivo} \quad (\text{Eq. 4.1})$$

Pela ANOVA (Apêndice 4) e pelo gráfico de Pareto Fig.4.9 (c) foi possível verificar que apenas a mistura (dosagem de finos de carvão) e o aditivo foram significativos para variação do poder calorífico do briquete.

O gráfico de superfície de resposta da Figura 4.11 apresenta os efeitos positivos da mistura e do aditivo no poder calorífico dos briquetes, ou seja, quanto maior o percentual em massa da mistura ( dosagem de finos de carvão) e maior a quantidade de aditivo, maior será o poder calorífico dos briquetes.

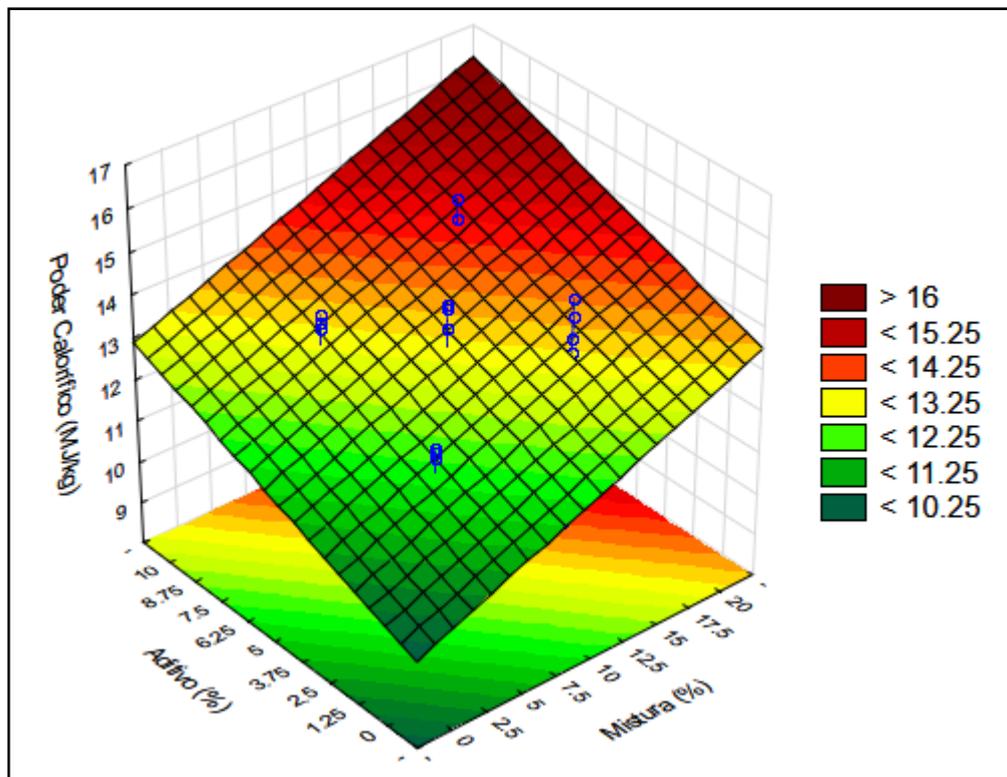


Figura 4.11- Superfície de resposta para o poder calorífico em função do aditivo e da mistura.

Baseado nestes resultados, o poder calorífico dos briquetes é influenciado principalmente pelos fatores mistura e aditivo.

A Equação 4.2 define a função que representa o comportamento dos dados experimentais com  $R=0,8638$ .

$$\text{Poder Calorífico (MJ kg}^{-1}\text{)} = 13,42667 + 0,68050 * \text{Mistura} + 0,56383 * \text{Aditivo}$$

(Eq. 4.2)

Apesar de não ocorrer significância das variáveis independentes em relação aos resíduos provenientes da queima dos briquetes, foi possível observar uma relação entre o poder calorífico e estes resíduos. Com 95% de confiabilidade existe uma correlação linear significativa de -0,85, indicando que quanto maior a quantidade de resíduo menor o poder calorífico do briquete podendo ser observado na matriz de Pearson da Figura 4.14.

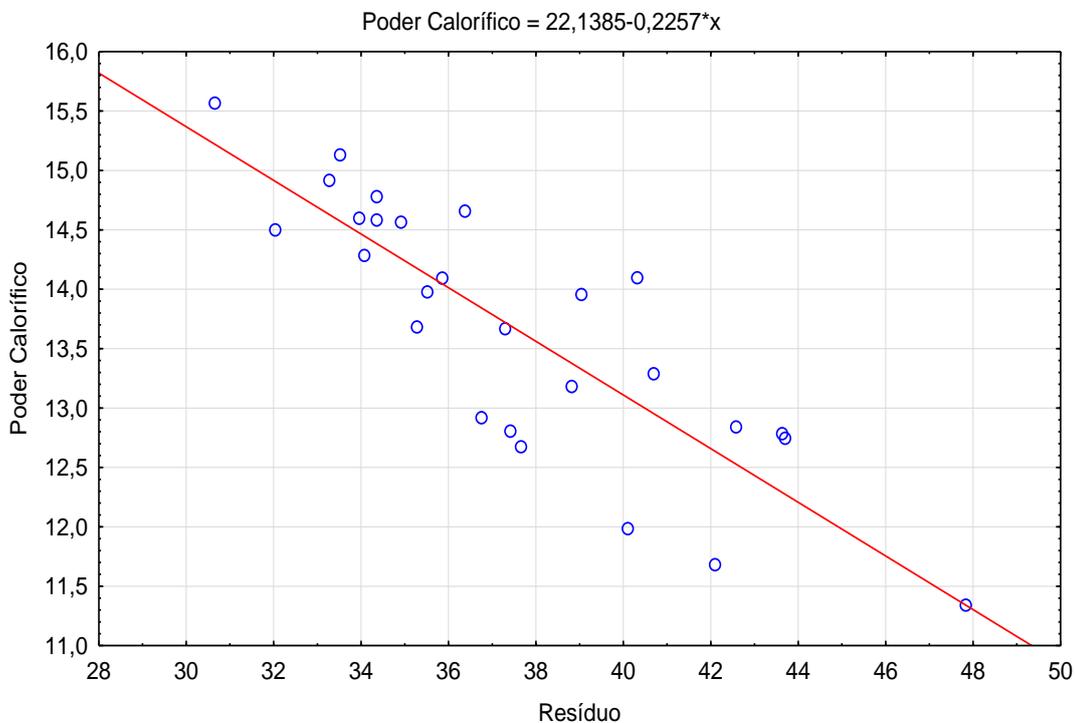


Figura 4.12 - Gráfico de correlação linear do planejamento DCCR entre o poder calorífico e os resíduos resultantes da queima dos briquetes.

As variáveis de maior influência para a resistência mecânica são apresentadas no gráfico ou diagrama de Pareto da Fig. 4.9 (e).

Pelo gráfico de Pareto pode-se identificar que a umidade e a combinação entre a mistura (quantidade de finos de carvão) e a umidade foram os fatores significativos na resistência mecânica dos briquetes. É possível perceber um sinergismo entre a mistura e a

umidade, ou seja, a umidade juntamente com a mistura contribui positivamente para aumentar a resistência mecânica, porém a mistura sem umidade não tem efeito significativo, podendo também ser verificado por meio da tabela de efeitos (Apêndice 5).

A superfície de resposta (Figura 4.13) apresenta os efeitos negativos da umidade sem a mistura na resistência mecânica, porém atuando em conjunto com a mistura produzindo um ponto de sela, demonstrando um limite de umidade para o melhoramento da resistência.

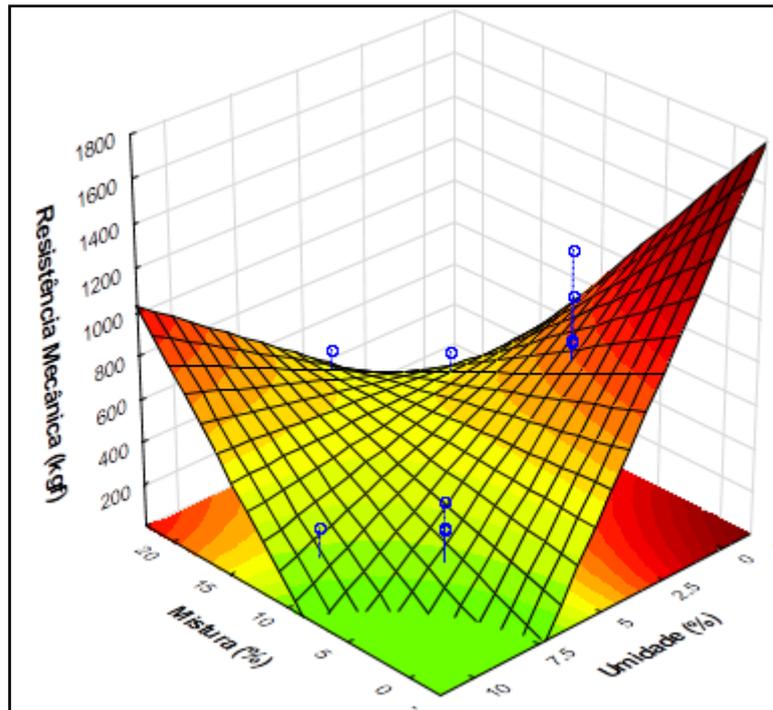


Figura 4.13 - Superfície de resposta para a resistência mecânica dos briquetes em função da mistura e da umidade.

Na Figura 4.13 tem-se que uma quantidade de umidade muito alta sem os finos de carvão faz com que não ocorra a formação de briquetes. Isso foi verificado na prática por meio dos testes preliminares.

Por meio dos resultados da Tabela 20 do apêndice 4 da Anova e do gráfico da Figura 4.13, conclui-se que a resistência mecânica dos briquetes é influenciada pelos fatores umidade e pela interação linear entre a mistura e a umidade.

A Equação 4.3 define a função que representa o comportamento dos dados experimentais com  $R = 0,77213$ .

$$\text{Resistência Mecânica (kgf cm}^{-2}\text{)} = 340,00 - 151,50 * \text{Umidade} + 149,25 * \text{Umidade} * \text{Mistura}$$

(Eq. 4.3)

A matriz de correlação de Pearson envolvendo os 4 fatores independentes (umidade, pressão, mistura e aditivo) e as variáveis dependentes (densidade, densificação, poder calorífico, resíduo da queima dos briquetes e resistência mecânica) foi construída e é apresentada na Figura 4.14.

Realizando a análise desse modelo foi possível verificar que quanto menor a quantidade de mistura (finos de carvão), maior será a resistência mecânica, porém percebe-se um pequeno aumento na resistência quando a quantidade de umidade aumenta. Isso corrobora com os valores e resultados estatísticos, confirmando um sinergismo entre a umidade e a mistura, representado como interação linear significativa no gráfico de Pareto da Figura 4.9(e).

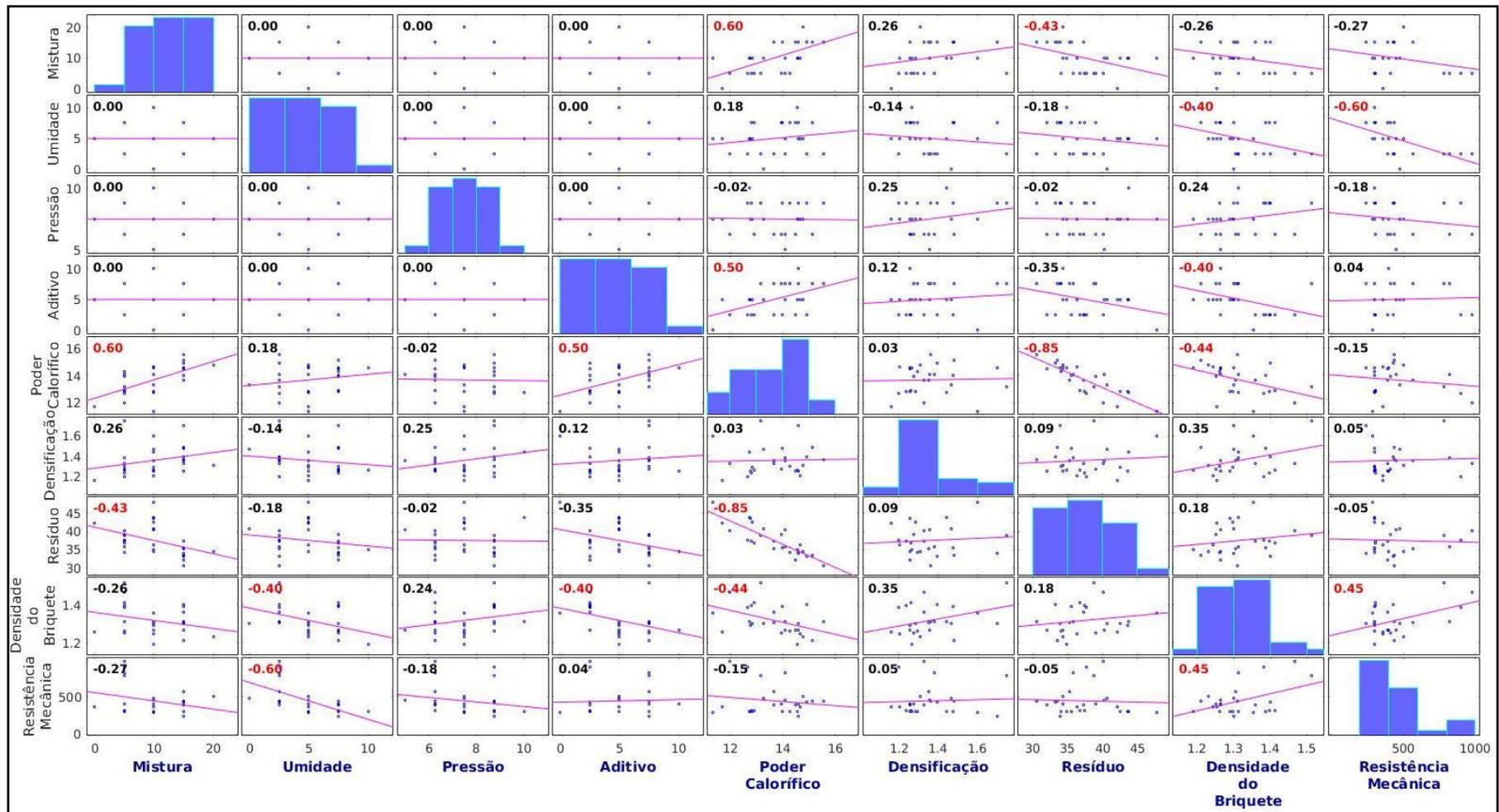


Figura 4.14 - Matriz de correlação de Pearson para os ensaios do planejamento DCCR para todas as variáveis dependentes e independentes na produção do briquete.

A partir da análise da matriz de correlação percebe-se que o poder calorífico possui uma correlação negativa forte com o resíduo por apresentar um R maior que -0,80. Segundo SANTOS (2007) a correlação negativa significa que quanto maior uma variável menor a outra, que neste estudo quanto mais resíduos gerados na queima, menor o poder calorífico Fig.4.14. Outro fator de destaque nessa matriz é a mistura (quantidade de finos de carvão) no briquete, com um R de 0,6 positivo para o poder calorífico que é considerada uma correlação moderada de acordo com SANTOS (2007), e indica que quanto maior a quantidade de finos de carvão, maior será o poder calorífico. Para a resistência mecânica o R foi de -0,6, ou seja, correlação moderada negativa, indicando que quanto mais umidade menor a resistência do briquete. Para o poder calorífico o R foi de 0,6, sendo uma correlação linear moderada positiva, indicando que quando maior a mistura (dosagem de finos de carvão) maior o poder calorífico do briquete.

Em síntese, por meio dos planejamentos experimentais do DBC foi possível verificar que briquetes constituídos apenas por finos de carvão só são formados com a adição de água e aglutinante e que os de lodo de esgoto sanitário não necessitam de umidade e aglutinante. No mesmo planejamento foi verificado que a imersão em óleo vegetal residual, a 160 °C, diminuiu a resistência mecânica do briquete, sendo inviável este processo.

No planejamento experimental do PB foi possível selecionar as variáveis mais significativas para uma posterior otimização em um planejamento mais completo DCCR. Também foi possível perceber que quanto mais finos de carvão no briquete menor a resistência e que quando essa quantidade é muito grande não há formação de briquete. Dessa forma, o limite de finos de carvão no DCCR foi de 20%.

Todos os briquetes produzidos no DCCR foram formados atendendo a quantidade mínima de resistência de formação, todos com valor de resistência superior a 71,38kf cm<sup>-2</sup> TEIXEIRA *et al.* (2010) afirmam que os briquetes que apresentam resistência mecânica superior a 7 MPa (71,38 kgf cm<sup>-2</sup> ou 0,7138 g cm<sup>-3</sup>) são considerados bons, pois a partir dessa resistência, são de fácil manipulação e armazenamento.

Nos briquetes de lodo de esgoto sanitário quanto maior a quantidade de aditivo e de mistura (finos de carvão) maior o poder energético.

Como todos os briquetes gerados no DCCR atingiram uma resistência mecânica dentro dos padrões, optou-se pela injeção de mais aditivo na intenção de aumentar o poder energético dos briquetes. Foram realizados testes complementares para avaliar o efeito do

aumento do teor de aditivo no briquete produzido no ensaio 2 do DCCR, o de maior poder calorífico. O briquete do ensaio 2 foi produzido a partir de 85% de lodo de esgoto sanitário, 2,5% de umidade, 7,5% de aditivo e 8,75 ton de pressão, e apresentou um poder calorífico de 15,566 MJ kg<sup>-1</sup>. Nos ensaios complementares, observou-se que não houve completa incorporação do aditivo a partir de 14%, ou seja, ocorreu vazamento. Deste modo, optou-se por caracterizar o briquete de maior poder calorífico do planejamento do DCCR (ensaio 2), pois além de produzir mais energia, todo aditivo foi incorporado não inviabilizando a manipulação desse produto por algum tipo de vazamento.

A caracterização do briquete é necessária para se ter conhecimento das propriedades químicas, térmicas, morfológicas, composicional e mecânicas. Esses procedimentos também foram realizados com as matérias primas de finos de carvão vegetal e lodo de esgoto sanitário, puros, como parâmetro de comparação.

#### 4.4 PROPRIEDADES QUÍMICAS

A composição imediata que consiste na determinação da umidade (teor de água do material), cinzas (material residual após a combustão), materiais voláteis (o teor de material que se queima no estado gasoso) e carbono fixo (o teor de material que se queima no estado sólido) é apresentada na Tabela 4.15. O briquete (BT) do ensaio 2 foi produzido a partir de 85% de lodo de esgoto sanitário, 2,5% de umidade, 7,5% de aditivo e 8,75 ton de pressão, e foi o escolhido para caracterização juntamente com as matérias primas lodo de esgoto sanitário (LP) e finos de carvão vegetal (CP).

Tabela 4.15 - Valores médios da análise imediata das matérias primas e do briquete.

	<b>Teor de Umidade (%)</b>	<b>Teor de Cinzas (%)</b>	<b>Material Volátil (%)</b>	<b>Carbono Fixo (%)</b>
	<b>ASTM D3173-85</b>	<b>SÁNCHEZ <i>et al.</i> (2009)</b>	<b>SÁNCHEZ <i>et al.</i> (2009)</b>	<b>NBR8299</b>
<b>Briquete</b>	5,57 ±0,08	33,73 ±0,40	4,93 ±0,32	55,8 ±0,40
<b>Lodo de esgoto</b>	9,88 ±0,94	41,23 ±1,43	4,89 ±0,42	44,0 ±1,43
<b>Finos de carvão</b>	5,25 ±1,30	11,14 ±1,32	4,51 ±0,32	79,1 ±1,32

Dados obtidos em triplicata e expressos em base seca.

O teor de umidade em porcentagem (%) é um dos fatores que exerce maior influência sobre a queima de materiais combustíveis. Nos estudos de LELA *et al.* (2016) verifica-se que briquetes produzidos a partir de resíduos de madeira (serragem) com teor de umidade de 5,3% apresentaram poder calorífico de 16,94 MJ kg<sup>-1</sup> e com 7,6% de umidade esse valor diminuiu para 14,88 MJ kg<sup>-1</sup>. O estudo de REIS *et al.* (2002) apontaram que a umidade acima de 15% pode comprometer a eficiência da combustão dos briquetes devido a relação com o poder calorífico. A umidade além de influenciar o poder calorífico dos briquetes, também interfere na resistência a fragmentação. De acordo com SILVA *et al.* (2017) briquetes produzidos com umidade de 10 e 12% para biomassa de *Eucalyptus sp.* e 12 e 15% para biomassa de *Pinus sp.* apresentaram as melhores propriedades mecânicas (resistência a tensão). O briquete de carvão para uso doméstico contém normalmente de 5 a 8% de umidade (ROUSSET *et al.*, 2011). BHATTACHARYA *et al.* (1989) sugeriram que o valor excelente de umidade deve estar entre 8 e 12% em resíduos de madeira. JIANG *et al.* (2014) verificaram que para peletização utilizando como biomassa uma mistura de lodo, cânfora e palha de arroz, a umidade ideal foi de 10-15%. OLORUNNISOLA (2007) verificou que o teor de umidade em briquetes produzidos a partir da casca de coco e resíduos de papel encontram-se entre 5,4% e 13,3%. Para a briquetagem dos resíduos lignocelulósicos, a umidade deve estar entre 8 e 15 % (GONÇALVES *et al.*, 2009).

Neste estudo a média das três repetições representou 5,57±0,08% para o briquete, 9,88±0,94% para o lodo de esgoto sanitário e 5,25±1,30% para os finos de carvão (Tabela 4.15), estando próximo dos valores encontrado na literatura para produção de briquetes com diversos tipos de biomassa.

O teor de cinzas expressa a fração de minerais do combustível na forma oxidada. Segundo OBERNBERGER & THEK (2010) o teor de cinza da matéria prima não interfere no processo de peletização, porém, dependendo da composição química das cinzas, pode-se formar incrustações danificando os equipamentos de combustão. NDINDENG *et al.* (2015) verificaram um teor de cinzas de 21,33% em briquetes feitos com mistura de casca e farelo de arroz e 68,80% de cinzas dos briquetes produzidos a partir das cinzas carbonizadas da casca de arroz. Briquetes de casca de amendoim de acordo com os estudos de LUBWAMA & YIGA (2017) geram 3,8% de cinzas. Nos briquetes de papelão e serragem o teor de cinzas foi de 5,9% (LELA *et al.*, 2016). Os valores encontrados para o teor de cinza utilizando o método de SÁNCHEZ *et al.* (2009) neste estudo foram de 33,73±0,40% para o briquete, 41,23±1,43% no lodo de esgoto sanitário e 11,14±1,32% nos finos de carvão (Tabela 4.15).

MAGDZIARZ & WERLE (2014) encontraram um percentual de 32-36% em três tipos de lodos de esgoto da Polônia.

Materiais voláteis são compostos que volatilizam quando expostos à presença de altas temperaturas. NDINDENG *et al.* (2015) verificaram um teor de voláteis de 69,14% na casca e 78,30% na palha de arroz, LUBWAMA & YIGA (2017), obtiveram um valor maior que 70% em briquetes produzidos a partir da casca de amendoim. ARANTES *et al.* (2008) encontrou um teor de 31% no sabugo de milho e 25% para o bagaço de cana. Os valores encontrados para o teor de material volátil neste trabalho utilizando o método de SÁNCHEZ *et al.* (2009) foi de  $4,93 \pm 0,32\%$  para o briquete,  $4,89 \pm 0,42\%$  para o lodo de esgoto sanitário e  $4,51 \pm 0,32\%$  para os finos de carvão (Tabela 4.15).

A diferença entre os valores do teor de voláteis dos resultados apresentados na Tabela 4.15 e os autores citados pode ser atribuída a metodologia utilizada, pois alguns autores utilizaram a ABNT NBR 8112/86 para determinar esse parâmetro e neste estudo o método utilizado foi segundo SÁNCHEZ *et al.* (2009). A principal diferença entre as duas metodologias é o tempo de mufla que de acordo com a NBR 8112/86 é de 3 minutos e conforme método sugerido por SÁNCHEZ *et al.* (2009) é de 30 minutos.

A quantidade de carbono fixo em um material contribui significativamente para entender o comportamento energético e os processos de combustão. A combustão se processa em três etapas que ocorrem simultaneamente, a evaporação da umidade, a pirólise com a queima dos compostos voláteis e a queima do carbono fixo que é consumido na terceira etapa da combustão (TOMELERI *et al.*, 2017). Quanto maior a porcentagem de carbono fixo mais lentamente o material é queimado. Nos estudos de POKORNA *et al.* (2009) a quantidade de carbono fixo encontrada foi de 19,7% no lodo aquecido, 8,3% no lodo digerido desidratado e 18,4% no lodo seco ativado, porém esses resultados foram aferidos por análise térmica (TGA). LUBWAMA & YIGA (2017) também usaram essa metodologia e verificaram que o briquete produzido a partir de cascas de amendoim apresentava 19,3% de carbono fixo. FONTS *et al.* (2009) apresentaram em seus estudos valores que variaram de 4,4 a 6,4% de carbono fixo em líquido de pirólise obtido a partir de diferentes lodos de esgoto, esses valores foram obtidos a partir das cinzas desse material. A quantidade de carbono fixo encontrado no trabalho de VALE *et al.* (2011) para a casca e torta de pinhão manso (*Jatropha curcas*) *in natura* e carbonizado (carvão) foi similar a encontrada neste estudo. Os valores foram de 45% para o carvão feito do epicarpo (casca) e 71% para o carvão obtido da torta. O primeiro valor foi similar ao obtido para o lodo de

esgoto sanitário neste estudo, que foi de 44% e o segundo valor similar aos finos de carvão com um valor de 79,1%. Para o briquete obteve-se um valor intermediário de 55,8% de carbono fixo.

#### 4.4.1 Determinação de metais nas cinzas do briquete e suas matérias primas

Para quantificar os metais presentes nas cinzas resultante da queima do briquete e de suas matérias primas, utilizou-se a técnica analítica instrumental de Espectrometria de Emissão Óptica com Plasma Indutivamente Acoplado (ICP – OES). Os resultados são apresentados na Tabela 4.16.

Tabela 4.16 - Determinação quantitativa dos metais presentes na cinza do briquete, no lodo e no carvão.

Minerais	(mg kg <sup>-1</sup> )		
	Lodo	Briquete	Carvão
Cd	6,6	4,48	3,67
Cr	133	94	72
Cu	430	386	347
Fe	12700	8900	8500
Mn	573	440	418
Pb	130	118	110
Zn	1488	892	802

FUENTES *et al.* (2004) compararam a distribuição dos metais Cd, Cr, Cu, Ni, Fe, Zn e Pb em diferentes tipos de lodo, os mesmos autores relataram que a quantidade de metais presente nesses resíduos depende do tipo de tratamento aplicado ao efluente que produz o lodo. O lodo de esgoto de uma ETE do estado de Tocantins na cidade de Palmas, apresentou uma concentração de ferro de 28911 mg Kg<sup>-1</sup> e manganês de 82 mg Kg<sup>-1</sup> (PEDROZA, 2011). Comparado esses valores com os obtidos na ETE do estado do Paraná na cidade de Cascavel (Tabela 4.16), verifica-se que foi maior a concentração de ferro na ETE de Tocantins (28911 mg Kg<sup>-1</sup>) do que na ETE de Cascavel (12700 mg Kg<sup>-1</sup>) e para o zinco, manganês, chumbo e cromo a concentração foi menor. No trabalho de YUAN *et al.* (2011) verifica-se um aumento na concentração de metais pesados (Pb, Zn, Cu, Cd, Cr e Ni) em resíduos de liquefação de lodo de esgoto. Altas concentrações de metais em lodos restringem o uso desse material para fins agrícolas. A resolução que controla esses limites na agricultura é a Resolução N° 375 do Conselho Nacional do Meio Ambiente (CONAMA, 2006). No estudo de caso com um

material de referência certificado, os autores SANTORO *et al.* (2017) compararam diferentes processos de digestão do lodo de esgoto para análise e relataram que a padronização de procedimentos definidos operacionalmente é de fundamental importância para a comparabilidade dos resultados. O aumento da temperatura de pirólise e a conversão de lodo em biochar (um tipo de carvão) faz com que as concentrações totais de Cu, Zn, Pb, Cr, Mn e Ni sejam aumentadas (JIN *et al.*, 2016).

#### 4.5 PROPRIEDADES TÉRMICAS

##### 4.5.1 Poder calorífico superior (PCS)

O PCS dos briquetes produzidos a partir do planejamento experimental DCCR, apresentado na Tabela 4.13, variou entre 11,339 e 15,566 MJ kg<sup>-1</sup>. Os ensaios que apresentaram menor PCS foram os que tinham ausência do aditivo e a maior quantidade de água. A literatura apresenta diversos tipos de briquetes produzidos a partir de uma variedade de matéria prima. DE OLIVEIRA *et al.* (2017) verificaram valores de 23,101 MJ kg<sup>-1</sup> em briquetes de finos de carvão vegetal tendo o amido de trigo como aglutinante.

Segundo LUBWAMA & YIGA (2017) briquetes feitos com casca de amendoim e resíduos agrícolas apresentaram resultados acima de 16 MJ kg<sup>-1</sup>. BRAND *et al.* (2017) verificaram valores entre 3,95 e 17,65 MJ kg<sup>-1</sup> em briquetes produzidos a partir da casca, palha e cinza do arroz em diferentes proporções. SRIVASTAVA *et al.* (2014) produziram briquetes utilizando como biomassa resíduos vegetais de mercado e constataram um valor energético entre 10,26 MJ kg<sup>-1</sup> e 13,7 MJ kg<sup>-1</sup>. No trabalho de ANTWI-BOASIAKO & ACHEAMPONG (2016) com briquetes feitos de serragem de madeiras tropicais de diferentes densidades o PCS foi maior de 16 MJ kg<sup>-1</sup> para todos os casos. Esses autores verificaram que sem umidade não seria possível a formação desses briquetes.

No presente estudo com lodo de esgoto sanitário e finos de carvão vegetal foi possível verificar que essa matéria prima dispensa o uso de aglutinante e umidade para formação dos briquetes. Possivelmente, pelo fato de que o lodo de esgoto possui uma quantidade de água intrínseca que não evapora por simples aquecimento e que na compressão para formação dos briquetes é removida auxiliando na aglutinação. Segundo WZOREK (2012) um material sólido para ser utilizado como combustível deve ter o PCS acima de 13 MJ kg<sup>-1</sup>, o briquete desenvolvido neste estudo ultrapassou esse valor, Tabela 4.17. O valor do poder calorífico

do briquete ( $15,566 \text{ MJ kg}^{-1}$ ) determinado, foi superior ao observado nos estudos de OLADEJI (2010) para briquetes produzidos a partir de cascas de arroz ( $13,389 \text{ MJ kg}^{-1}$ ).

Tabela 4.17 - Poder calorífico superior, aferido em Bomba Calorimétrica Adiabática, de acordo com a norma ASTM D2015-66.

<b>Material</b>	<b>Poder Calorífico (<math>\text{MJ kg}^{-1}</math>)</b>
<b>Briquete</b>	$15,566 \pm 0,24$
<b>Lodo de esgoto</b>	$13,867 \pm 0,19$
<b>Finos de carvão</b>	$28,164 \pm 0,14$

Os resultados (Tabela 4.17) indicam que além de boa resistência mecânica ( $420 \text{ kgf cm}^{-2}$ ) (Tabela 4.13), o briquete possui valor energético passível de ser utilizado como combustível sólido em processos de combustão.

#### **4.5.2 Análise termogravimétrica e diferencial (TGA) dos briquetes**

A partir dos resultados desta técnica é possível interpretar o comportamento de uma amostra durante a sua decomposição térmica e quais são as faixas de temperatura que as curvas termogravimétricas de decomposição são mais pronunciadas (SANTOS, 2010).

A Figura 4.15 apresenta as perdas de massa (TGA) do briquete (BT) e suas matérias primas lodo de esgoto sanitário (LP) e finos de carvão vegetal (CP) nas temperaturas de 25 a  $900^\circ\text{C}$ , expostas aos fluxos de ar sintético e nitrogênio.

De acordo com MAGDZIARZ & WERLE (2014), a evaporação da água ocorre desde o início do aquecimento até aproximadamente  $150^\circ\text{C}$ , segundo estes autores, a pirólise do lodo de esgoto começa acima de  $200^\circ\text{C}$  e termina por volta de  $540^\circ\text{C}$  o que corroboram com os valores encontrados neste estudo. Entre os materiais analisados a maior perda de massa foi do carvão seguido do briquete e do lodo de esgoto sanitário respectivamente.

Os estágios de perda de massa podem ser divididos em três regiões distintas de temperatura. Para o lodo de esgoto sanitário do início até próximo a  $180^\circ\text{C}$  foi relativo a perda de água das amostras, segundo estágio  $200\text{-}500^\circ\text{C}$  possivelmente relativo a carboidratos e lipídeos, e terceiro estágio acima de  $640^\circ\text{C}$  relativo a oxidação de metais. No carvão as perdas de massa foram respectivamente até  $150^\circ\text{C}$  na fase inicial,  $300\text{-}542^\circ\text{C}$  no

segundo estágio e acima de 690 °C no terceiro estágio, ambos com a maior perda de massa no segundo estágio e uma modesta perda de massa no terceiro estágio, o que apresenta semelhança com o estudo realizado por KOSTURKIEWICZ *et al.* (2014), com briquetes de carvão. Na Figura 4.15 observa-se as curvas termogravimétricas de decomposição do BT, LP e CP em ar sintético.

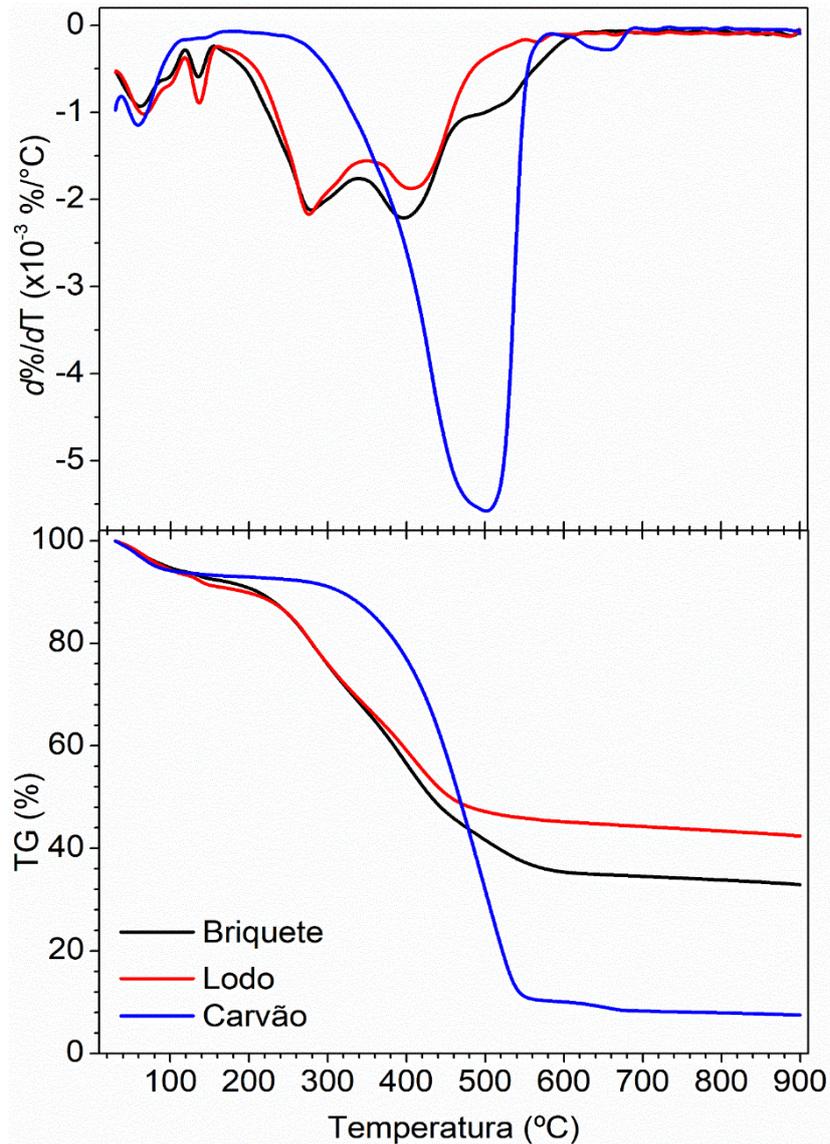


Figura 4.15 - Curvas TGA do briquete (BT), lodo de esgoto sanitário (LP) e finos de carvão vegetal (CP) em ar sintético (Ar).

O LP apresentou maior perda de massa na etapa inicial, possivelmente por conter maior quantidade de água, porém nas etapas seguintes, houve uma menor perda de massa

devido a formação de espécies mais termo-estáveis durante o processo termo-degradativo em Ar (ar sintético).

O carvão apresentou maior perda de massa, correspondente a aproximadamente 81% e o lodo de esgoto sanitário apresentou a menor perda de massa em atmosfera oxigenada (Ar), correspondendo a 58%.

Os resultados da análise térmica deste estudo corroboram com os obtidos por JIANG *et al.* (2010) que também investigaram a combustão pelo método termogravimétrico de briquetes obtidos a partir da mistura de carvão, serragem e lodo. Os autores observaram que quanto maior o teor de carvão nas misturas, maior a perda de massa, bem como o tempo de queima.

No estudo termogravimétrico da pirólise de briquetes de lodo de esgoto, na gaseificação e produção de carvão, foram observados duas regiões de maior expressão na perda de massa para o lodo de esgoto, na temperatura de 310 °C associado a decomposição de carboidratos e lipídeos e a segunda curva na temperatura de 410 °C a decomposição de proteínas (KIM *et al.*, 2016). O estudo destes autores foram realizados em N<sub>2</sub> para a pirólise e Ar para combustão, os resultados foram similares ao presente estudo para este parâmetro (TGA). Com a TGA foi possível identificar que as estabilidades térmicas dos materiais são diferentes. Os resultados obtidos nessa técnica corroboram com os valores encontrados nas cinzas da análise imediata (Tabela 4.15), pelo método de SÁNCHEZ *et al.* (2009), o CP foi o material que apresentou menor quantidade de cinzas seguido do BT e LP, respectivamente. A relação entre as duas análises foi possível devido a quantidade de matéria que restou a partir de 900 °C na TGA.

#### **4.5.3 Calorimetria diferencial exploratória (DSC)**

A Figura 4.16 apresenta as curvas obtidas na DSC para o briquete e suas matérias primas em fluxo de O<sub>2</sub> de 20 mL min<sup>-1</sup>, de 50 °C a 700 °C, na qual permite observar os processos de decomposição e os eventos endotérmicos e exotérmicos.

Na Figura 4.16 é possível identificar um evento exotérmico no BT e dois eventos exotérmicos no LP, AD e CP em distintas temperaturas.

Os eventos exotérmicos predominantemente podem estar relacionados com as reações de combustão e liberação de energia. Cada material apresenta uma característica

específica, por exemplo no carvão de lodo de esgoto (SS char) o pico exotérmico é próximo a 500 °C, e no carvão de palha de trigo (WS char) o valor é próximo a 400 °C (DENG *et al.*, 2017).

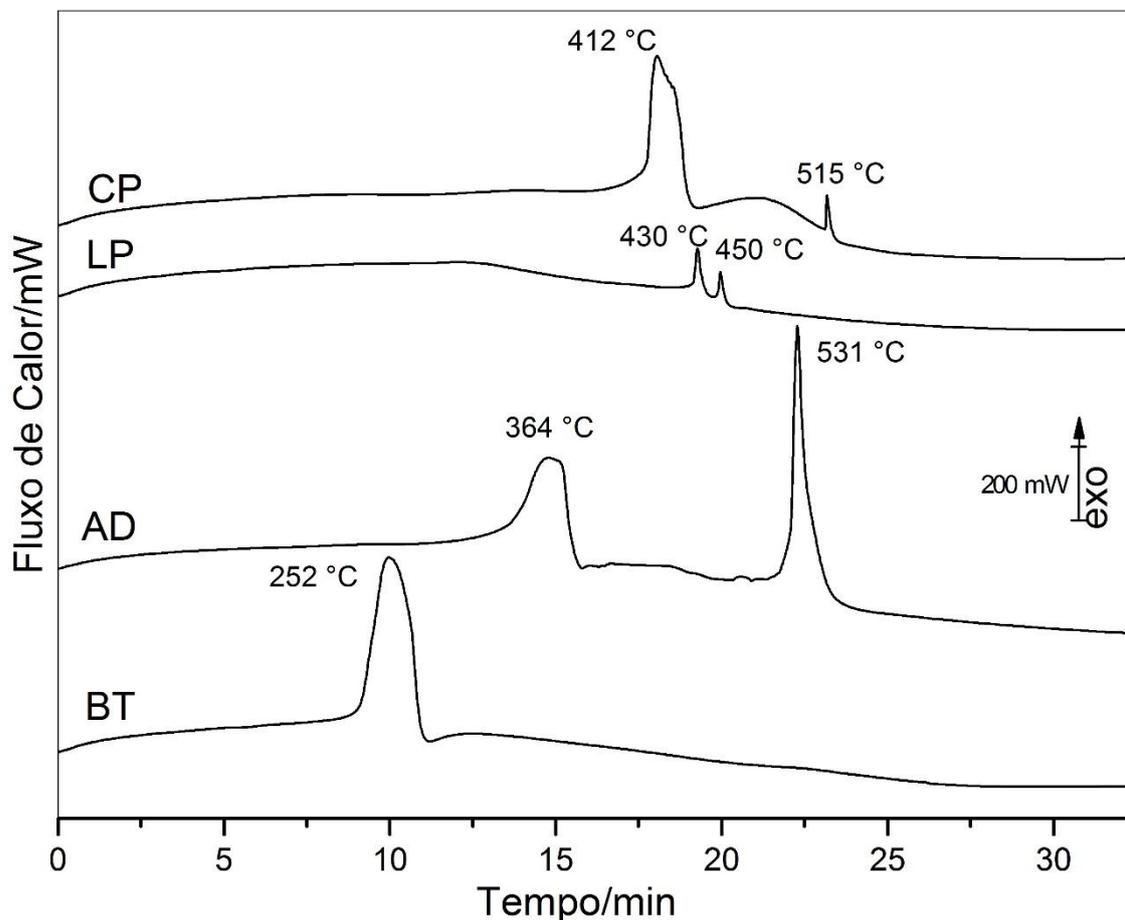


Figura 4.16 - Curvas DSC do briquete (BT), lodo de esgoto sanitário (LP), aditivo (AD) e finos de carvão vegetal (CP).

LI *et al.* (2017) verificaram um evento exotérmico em 450 °C na incineração do lodo de esgoto para recuperação do fósforo, similar a este estudo (Fig. 4.16) e 350 °C para o xisto de petróleo na província de Guangdong (China), o que para estes autores temperaturas altas de ignição é uma desvantagem na combustão.

Neste estudo o BT apresentou um pico exotérmico em 252 °C o que caracteriza uma menor temperatura de ignição a combustão, ou maior característica inflamável, isso está relacionado a um efeito catalítico entre o aditivo e as matérias primas utilizadas, além das condições de pressão que foram usadas na produção do BT.

O CP apresentou dois picos exotérmicos um em 412 °C e outro em 515 °C muito similar a outros tipos de carvão apresentados na literatura, como no trabalho de DENG *et al.* (2017) que foi de 410 °C e 515 °C.

O LP teve dois picos exotérmicos significativos em 430 °C e outro menos acentuado em 450 °C. De acordo com FRANCIOSO *et al.* (2010), a decomposição térmica de componentes da matéria orgânica (proteínas e grupos carboxila) produzem reações exotérmicas bastante significativas em aproximadamente 300 °C, enquanto em temperaturas mais elevadas, superior a 450 °C, as reações exotérmicas podem ser originadas da decomposição de carbonos refratários, tais como anéis aromáticos, estruturas N-alquila de cadeia longa ou cadeias alifáticas saturadas.

No estudo de carvão mineral os picos mais significativos para o linhito, betume e antracito são respectivamente 400 °C, 500 °C e 520 °C. Para estes autores o linhito possui um gradiente térmico maior, sendo mais inflamável, tendo uma queima mais rápida até o esgotamento (ZHANG *et al.*, 2017).

O resultado apresentado na Fig. 4.16 permite verificar que houve um sinergismo entre o aditivo e suas matérias primas na formação do BT, características combustíveis, menor temperatura de ignição e apenas uma temperatura de liberação de energia. A DSC revelou que as matérias primas e o aditivo individuais apresentam desvantagens para geração de energia frente ao BT, que foi produzido a partir de 85% de lodo de esgoto sanitário, 2,5% de umidade, 7,5% de aditivo e 8,75 ton de pressão. O BT apresentou menor temperatura de ignição e apenas um evento exotérmico, o que promove um melhor controle do combustível.

#### **4.5.4 Análise dos gases**

A espectroscopia EGA-FTIR (EGA – *envolved gases analysis*) dos gases liberados pela análise termogravimétrica permitiu identificar alguns possíveis compostos presente nesse material por meio da identificação das bandas específicas de cada composto. As Figuras 4.17, 4.18 e 4.19 apresentam os espectros FTIR tridimensionais dos gases resultantes da degradação térmica do BT, LP e CP respectivamente, a uma taxa de aquecimento de 20 °C min<sup>-1</sup> e fluxo de O<sub>2</sub> de 20 mL min<sup>-1</sup>. O espectro identifica as faixas de temperatura na qual ocorrem as degradações. Depois de identificadas as temperaturas nos quais a velocidade de degradação térmica dos materiais foi mais intensa o espectro foi ampliando em outro

gráfico (Figura 4.20, 4.21 e 4.22) para a identificação dos compostos gerados. Esse procedimento também foi realizado com as matérias primas LP e CP.

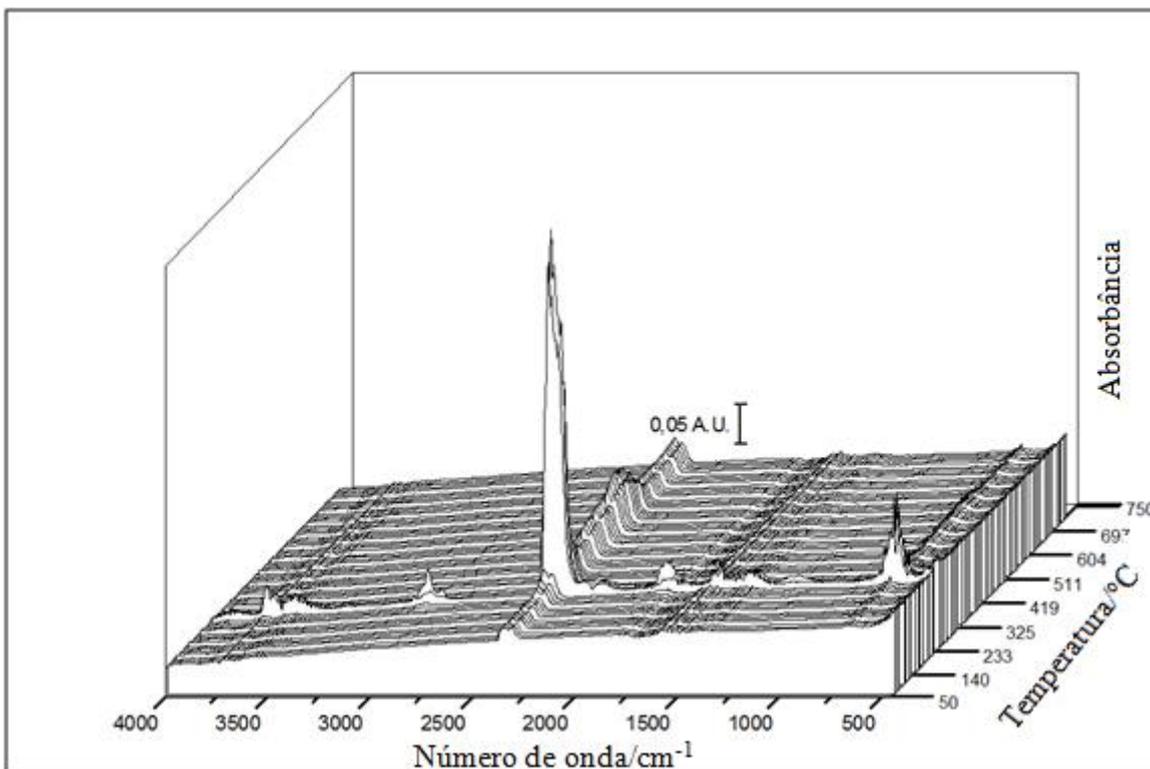


Figura 4.17 - Espectro EGA-FTIR tridimensional de gases da degradação térmica do BT a uma taxa de aquecimento de 20 °C min<sup>-1</sup>; fluxo de O<sub>2</sub> de 20 mL min<sup>-1</sup>.

Na Figura 4.17 observa-se que o BT apresentou apenas um evento principal na temperatura (237 °C) na qual a velocidade de degradação foi mais intensa, o que permite um melhor controle sob a queima do material, ideal para combustíveis. Esse fato pode estar ligado a homogeneidade na distribuição do material e a sua composição, uma vez que este possui um aditivo responsável pelo aumento do poder calorífico.

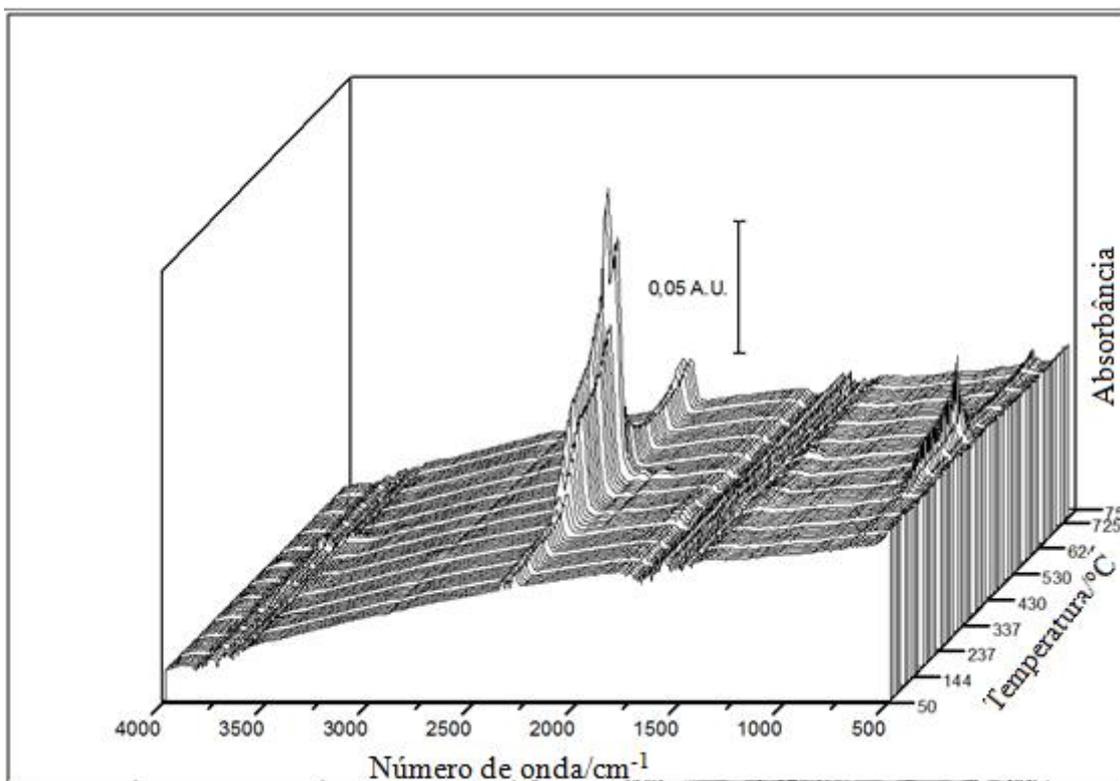


Figura 4.18 - Espectro EGA-FTIR tridimensional de gases da degradação térmica do LP a uma taxa de aquecimento de 20 °C min<sup>-1</sup>; fluxo de O<sub>2</sub> de 20 mL min<sup>-1</sup>.

Diferentemente, na Figura 4.18 o LP apresentou quatro temperaturas em que a velocidade de degradação foi mais intensa, sendo essas 144 °C, 282 °C, 430 °C e 449 °C, respectivamente.

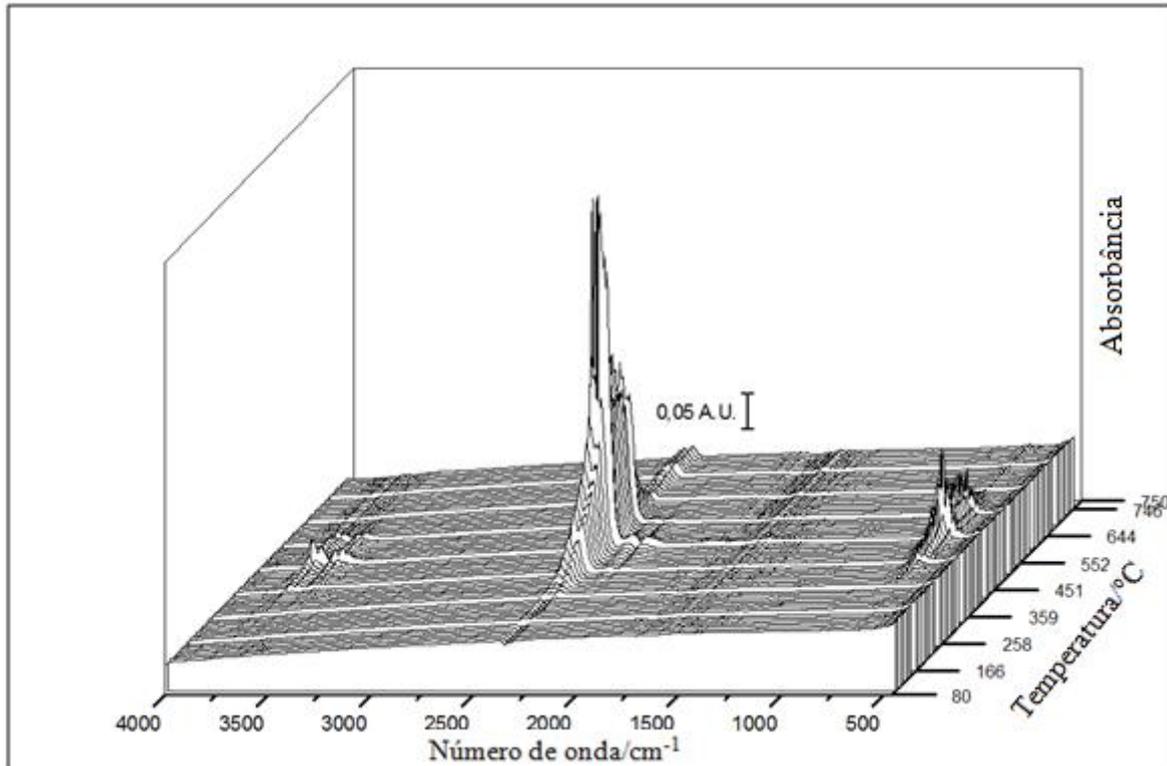


Figura 4.19 - Espectro EGA-FTIR tridimensional de gases da degradação térmica do CP a uma taxa de aquecimento de 20 °C min<sup>-1</sup>; fluxo de O<sub>2</sub> de 20 mL min<sup>-1</sup>.

Três temperaturas podem ser observadas na Fig.4.19 para o CP em que a velocidade de degradação foi mais intensa sendo de 414 °C, 479 °C e 515 °C, respectivamente. Essas temperaturas foram superiores em comparação com o BT e o LP.

A caracterização dos gases por EGA-FTIR foi realizada para identificar a possível existência de grupos funcionais presentes na composição dos gases que devido as suas características tóxicas podem prejudicar o meio ambiente, como por exemplo H<sub>2</sub>S, CO, NO e NO<sub>x</sub>, causadores do efeito estufa e chuva ácida.

Além disso, essa técnica permite identificar se ocorreu a formação de substâncias tóxicas que possam ser nocivas ao organismo humano e ainda justificar em parte a utilização desse material como um combustível sólido seguro. A Figura 4.20 mostra o espectro de absorção na região do infravermelho para o BT.

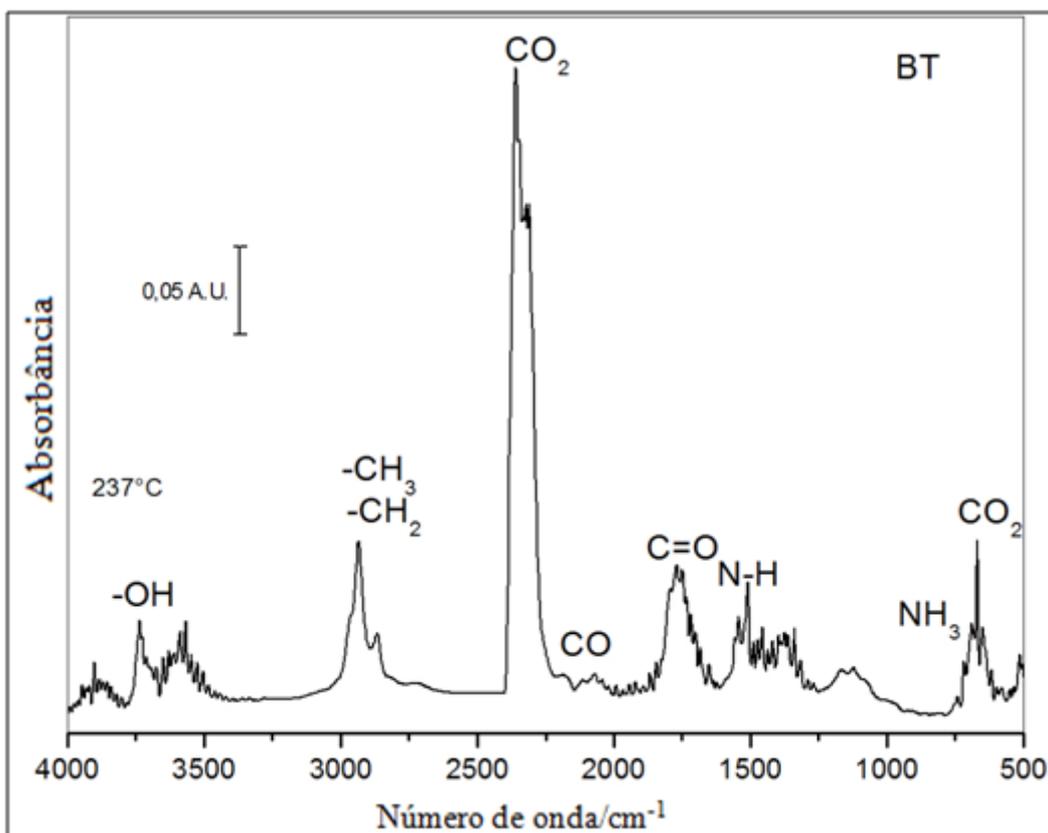


Figura 4.20 - Espectro EGA-FTIR do BT na temperatura de degradação (237 °C).

No espectro observamos que existem várias bandas de absorção na região entre 4000  $\text{cm}^{-1}$  e 3600  $\text{cm}^{-1}$ , sendo a região entre 4000 e 3500  $\text{cm}^{-1}$  atribuída à vibração de estiramento de OH, possivelmente presente em ácidos carboxílicos e álcoois (FANG *et al.*, 2017).

Essas bandas de absorção também foram identificadas no estudo de FRANCIOSO *et al.* (2010) para o lodo municipal produzido por meio anaeróbio.

Neste espectro (Figura 4.20) a banda que apresentou maior intensidade foi entre 2400 e 2240  $\text{cm}^{-1}$  e entre 780 e 560  $\text{cm}^{-1}$ , indicando presença de  $\text{CO}_2$  de acordo com FANG *et al.* (2017). As bandas de 2240 e 2060  $\text{cm}^{-1}$  são atribuídas a presença de CO que pode ser proveniente da quebra do  $\text{CO}_2$  ou da combustão incompleta do material (FAN *et al.*, 2015). Entre 1850 e 1600  $\text{cm}^{-1}$ , observa-se um pequeno vale que segundo FANG *et al.* (2017) é atribuído ao estiramento C=O. As bandas em 1545  $\text{cm}^{-1}$  são referentes à deformação angular de N-H e em 1655  $\text{cm}^{-1}$  à vibração C=O, conhecida como “banda de amida” (DOMÍNGUEZ *et al.*, 2004). As bandas em 2963  $\text{cm}^{-1}$  e 2920  $\text{cm}^{-1}$  são atribuídas ao estiramento assimétrico C-H de grupos metil ( $-\text{CH}_3$ ) e metileno ( $-\text{CH}_2-$ ), respectivamente. A banda em 2851  $\text{cm}^{-1}$

relativa ao estiramento simétrico C-H de metileno condiz com os estudos de OUDGHIRI *et al.* (2016).

De acordo com FAN *et al.* (2015) bandas entre  $3100\text{ cm}^{-1}$  e  $2850\text{ cm}^{-1}$  são atribuídas a compostos alifáticos. Esses grupos aparecem apenas no espectro do BT, que possivelmente são provenientes das ligações da composição do aditivo incorporado ao material. O aditivo possui base lipídica insaturada e que ao passo do processo de aquecimento sofrem saturação (oxidação).

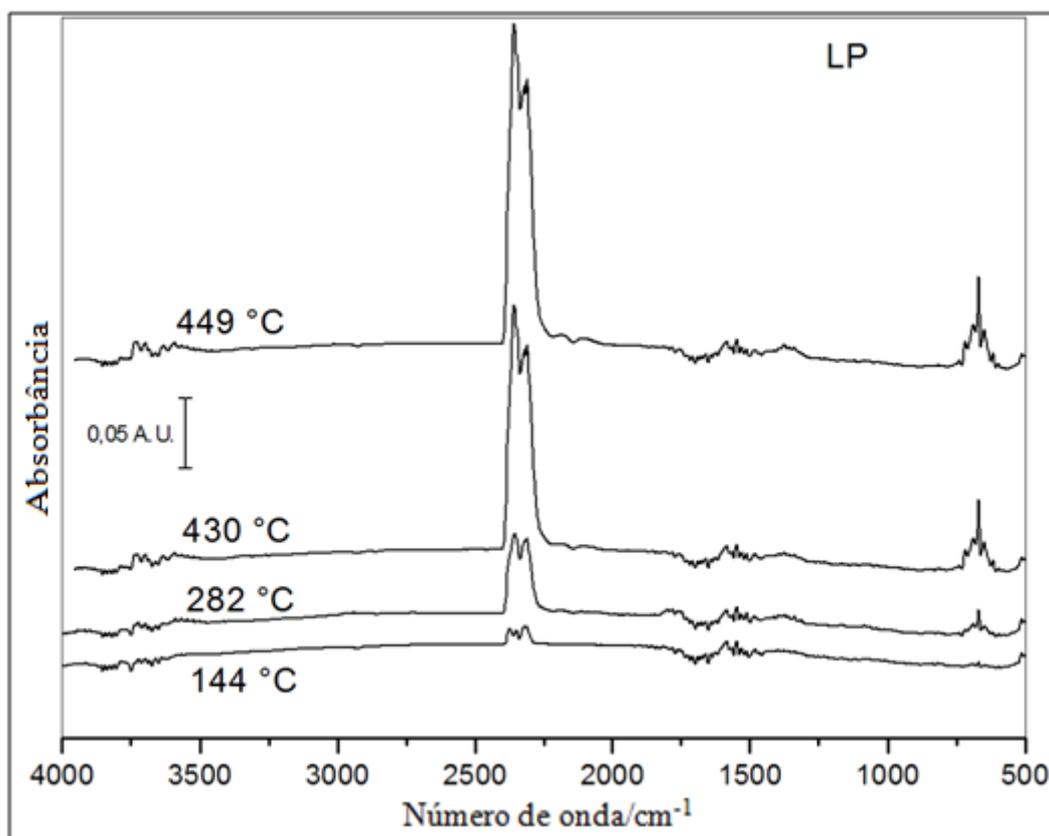


Figura 4.21 - Espectro EGA-FTIR do LP nas temperaturas de degradação (144 °C, 282 °C, 430 °C e 449 °C).

No espectro da Figura 4.21 é possível perceber que para o LP as intensidades de alguns sinais não aparecem em temperaturas baixas, e que quanto maior a temperatura, maior a intensidade do sinal, indicando um aumento na concentração desse composto. A banda em  $3600\text{ cm}^{-1}$ , atribuída à vibração de estiramento de OH segundo FANG *et al.* (2017), só aparece efetivamente nas temperaturas de 430 °C e 449 °C, possivelmente onde ocorre a degradação em maior velocidade, o que corrobora com as curvas exotérmicas encontradas no DSC para esse material. As bandas de maior intensidade estão entre  $2400$  e  $2240\text{ cm}^{-1}$  e

entre 780 e 560  $\text{cm}^{-1}$ , indicando presença de  $\text{CO}_2$  de acordo com FANG *et al.* (2017). Sinais de intensidade muito baixa em 1545  $\text{cm}^{-1}$  são referentes à deformação angular de N-H e em 1655  $\text{cm}^{-1}$  à vibração C=O, conhecida como “banda de amida” (DOMÍNGUEZ *et al.*, 2004).

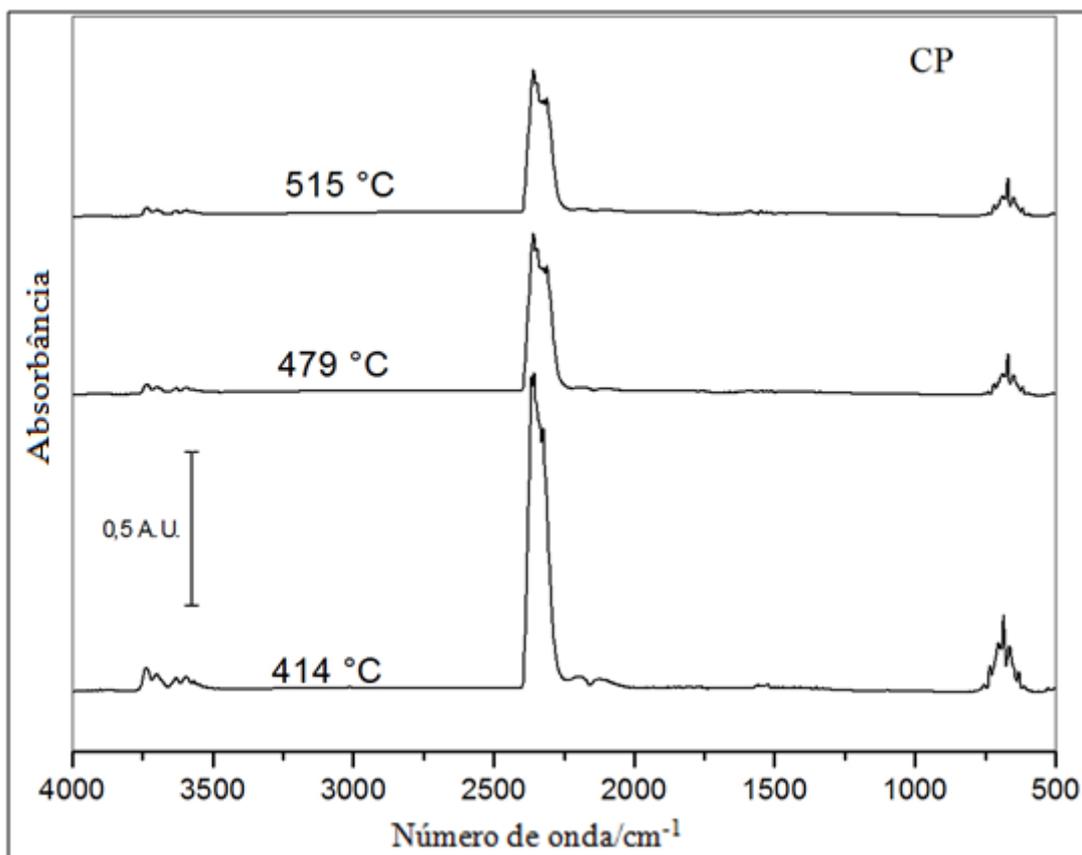


Figura 4.22 - Espectro EGA-FTIR do CP nas temperaturas de degradação (414 °C, 479 °C e 515 °C).

Para o CP a intensidade dos sinais foi diminuindo ao passo em que a temperatura foi aumentando, ou seja, efeito antagônico ao observado no espectro do LP. No espectro foram observadas três bandas principais: estando a primeira entre 4000 e 3500  $\text{cm}^{-1}$ , a segunda de maior intensidade como observado para o BT e LP entre 2400 e 2240  $\text{cm}^{-1}$ ; e a terceira entre 780 e 560  $\text{cm}^{-1}$ , as quais correspondem ao  $\text{CO}_2$ .

Neste estudo foi possível perceber uma banda entre 4000 e 3500  $\text{cm}^{-1}$  no espectro do BT (237 °C) ao mesmo tempo em que no espectro do LP essa banda aparece mais intensa em 449 °C e 430 °C. A mesma banda para o CP teve sinal mais intenso na menor temperatura em 440 °C. Essa banda representa OH livre, dessa forma, ocorre um aumento da

disponibilidade desse composto logo após a oxidação e posteriormente uma degradação em função do aumento da temperatura (SUN *et al.*, 2014).

Entre as diferenças dos espectros percebe-se uma banda em aproximadamente 1159  $\text{cm}^{-1}$  apenas para o BT, indicando presença de C=O proveniente da decomposição de proteínas e celulose de acordo com LIN *et al.* (2016), fato que não ocorreu nos espectros do LP e CP.

DE LA VILLA *et al.* (2014) em seus estudos com compostos de silício (mica) identificaram muitas bandas fortes de Si-O em 1096  $\text{cm}^{-1}$ , essa banda é expressiva apenas no espectro de BT, isso possivelmente devido ao BT apresentar uma maior quantidade de compostos de silício presente na areia das ETEs.

Neste estudo não foi identificado a formação de dioxinas, dioxanos, grupos fenólicos, furanos ou substâncias de alta periculosidade. Possivelmente por ocorrer a degradação de anéis aromáticos por peróxidos e a conversão destes em compostos alifáticos (SUN *et al.*, 2014). O cloro é o principal responsável pela formação de dioxinas, porém, com baixas concentrações de cloro estas não são formadas em quantidades nocivas. Segundo DE ASSUNÇÃO & PESQUEIRO (1999), acima de 900 °C esse composto é destruído.

Os resultados apresentados no TG-FTIR estão de acordo com os estudos de FANG *et al.* (2017) para o lodo da indústria de papel, FRANCIOSO *et al.* (2010) para lodo municipal, DOMÍNGUEZ *et al.* (2004) para lodo municipal, OUDGHIRI *et al.* (2016) para sedimento marinho e SUN *et al.* (2014) para briquetes de lignina chinesa.

## 4.6 PROPRIEDADES MORFOLÓGICAS E COMPOSICIONAL

### 4.6.1 Microscopia eletrônica de varredura com espectrômetro de energia dispersiva (EDS – *energy dispersive spectroscopy*)

As imagens de microscopia de varredura foram ampliadas em 1000x (Figura 4.23) e são apresentadas de forma a visualizar se as estruturas da superfície foram alteradas na conversão das matérias primas em briquete. JIN *et al.* (2016) estudaram a morfologia envolvida na conversão do lodo de esgoto em carvão e observaram diferenças na estrutura da superfície. Nas imagens se observa (Figura 4.23) uma maior heterogeneidade morfológica na superfície no lodo de esgoto sanitário, seguido do carvão e do briquete, respectivamente.

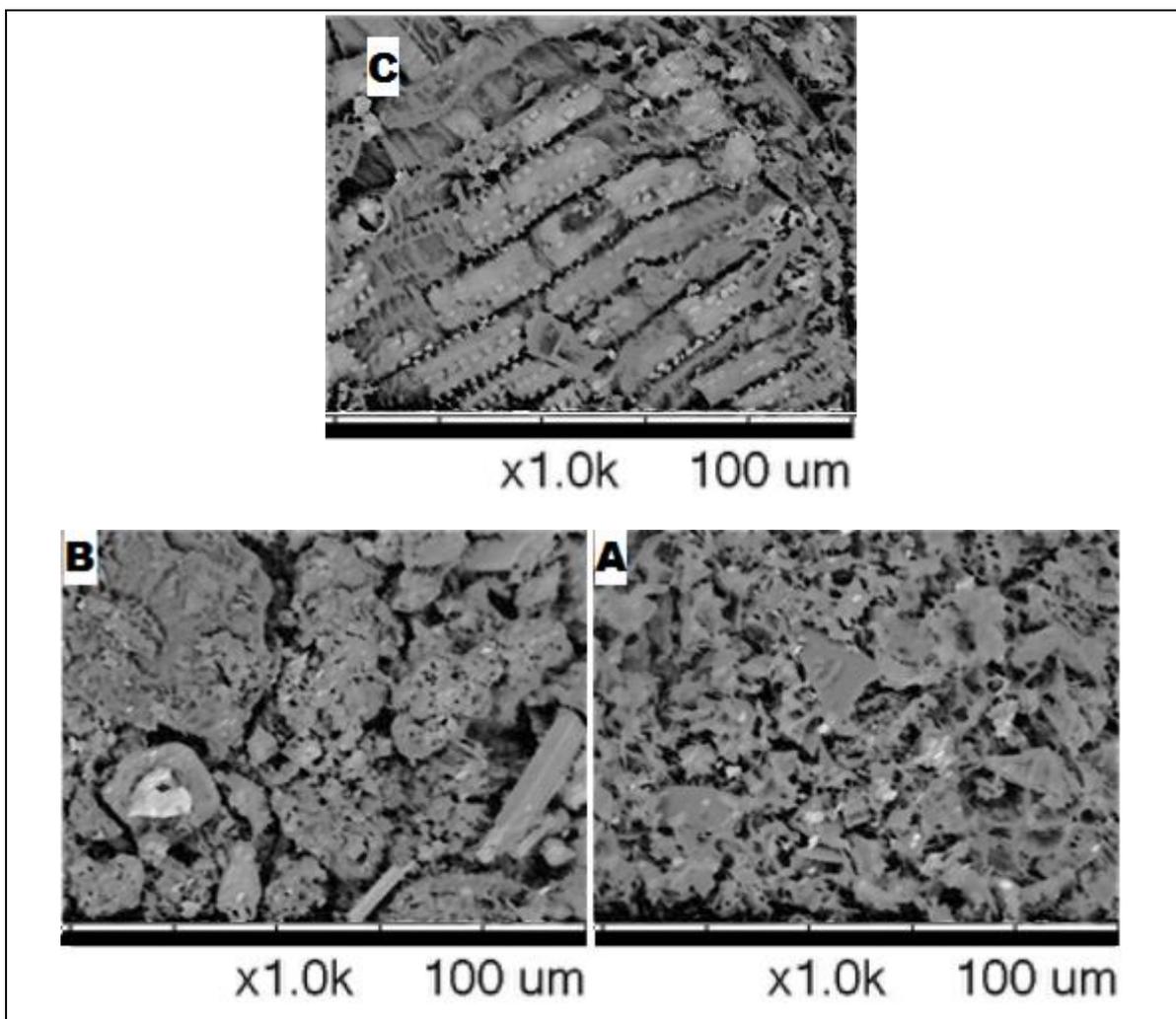


Figura 4.23 - Imagens de microscopia eletrônica de varredura (MEV) do BT (C), LP (B) e do CP (A), e, aumento 1000X, escala de 100 $\mu$ m.

As morfologias do BT, CP e o do LP mudam em função da composição química que resulta na formação de estruturas espaciais diferentes. Em relação à dependência organizacional da superfície do material observa-se uma maior homogeneidade no briquete, possivelmente pelo fato da estrutura sofrer um efeito mecânico de pressão para ser produzido. BARRERA-DÍAZ *et al.* (2011) realizaram a MEV no lodo buscando o melhoramento na resistência do concreto com a aplicação desse material. Esses mesmos autores relatam que as diferenças nas propriedades mecânicas podem estar relacionadas com as propriedades morfológicas do material.

A imagens da Fig. 4.23 (a) mostra uma morfologia e uma distribuição regular, com aspecto típico de materiais porosos como os finos de carvão. Há uma diferença na morfologia aparente do briquete Figura 4.23 (c), possivelmente por ter sido submetido a 8,75 toneladas de pressão, fator este que pode ser responsável pelo aspecto mais liso em sua superfície.

Os estudos de JIN *et al.*, (2016) revelaram que a textura da superfície morfológica do lodo é mais plana e lisa que o carvão.

Neste estudo o briquete apresentou uma textura mais plana e lisa na superfície em relação aos finos de carvão vegetal e ao lodo de esgoto. PROMDEE *et al.* (2017) observaram uma natureza amorfa nos carbonos dos briquetes produzidos a partir do carvão, oriundo da carbonização da casca de coco. MUAZU & STEGEMANN (2015) verificaram, em suas análises de MEV, uma diferença na microestrutura de briquetes produzidos a partir da casca de arroz e espiga de milho.

Como o equipamento de MEV possui um espectrofotômetro de energia dispersiva (EDS), no gráfico da Fig.4.24 identifica-se quais elementos estão presentes em cada material.

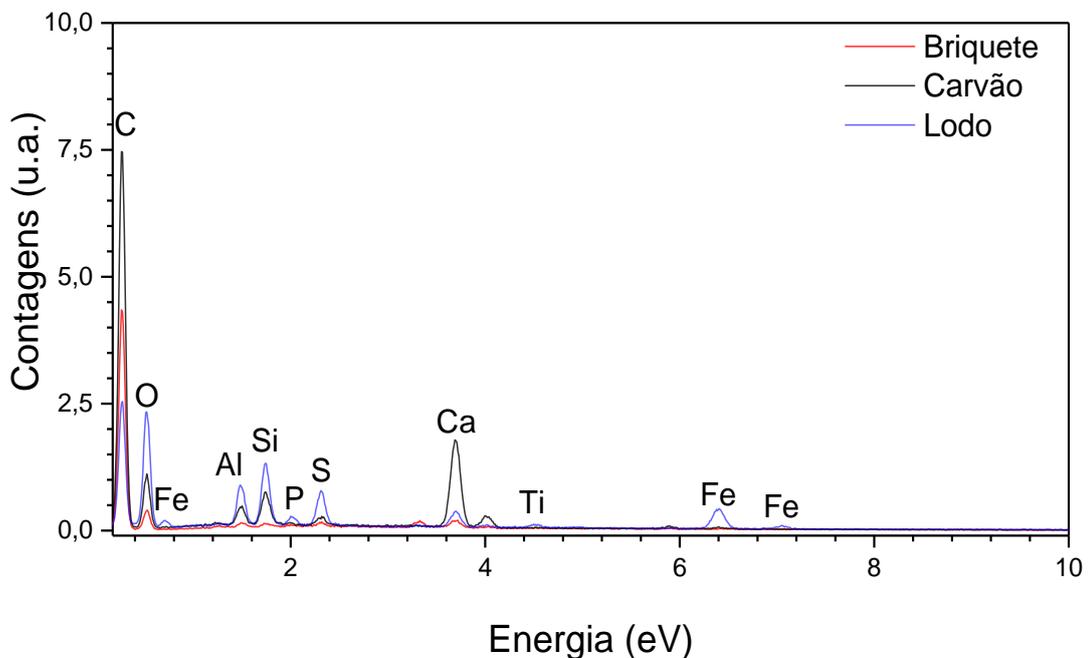


Figura 4.24 - Espectro de EDS para o lodo de esgoto sanitário, finos de carvão vegetal e o briquete.

Na espectroscopia de energia dispersiva (EDS), apresentados na Figura 4.24, é possível identificar qualitativamente a presença de elementos químicos predominantes na composição do BT, LP e CP.

Na observação do espectro foram identificados sinais mais intensos correspondentes aos elementos carbono e oxigênio para todos os materiais. Esses elementos se apresentam em grandes quantidades, com uma razão diretamente proporcional à quantidade de finos de

carvão, podendo isso ser atribuído à redução de compostos com oxigênio no meio (íons sulfatos, fosfatos, carbonatos, entre outros). A relação de proporcionalidade entre o carbono e o oxigênio é apresentada na Figura 4.25, por meio de um gráfico que expressa a composição (%) em função de cada material.

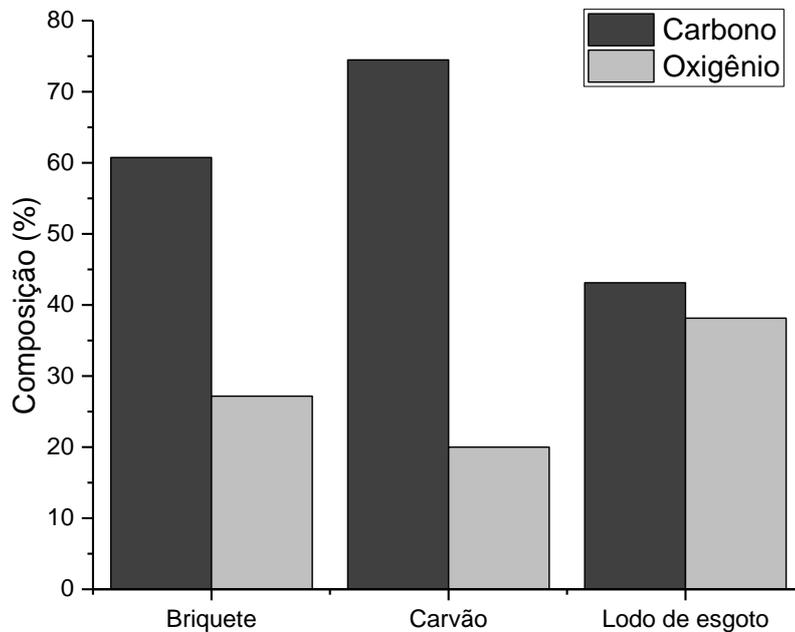


Figura 4.25 - Relação entre os elementos carbono e oxigênio no briquete, finos de carvão e lodo de esgoto sanitário.

A relação entre os elementos carbono e oxigênio varia proporcionalmente em função do aumento da quantidade de CP, uma vez que o briquete apresenta 15% de CP e o lodo de esgoto 0%. Os resultados da Figura 4.25 indicam que quanto maior a fração mássica de carvão no briquete maior a quantidade de carbono. A linearidade das proporções de carbono e oxigênio observada entre o BT, LP e CP, não ocorreu para os outros elementos identificados nesta análise (Figura 4.26). Na análise do EDS nos estudos realizado por DE AGUIAR *et al.* (2016), a maior porcentagem no carvão proveniente da casca de acácia negra foi de carbono seguido de oxigênio, assim como no presente estudo para todos os materiais analisados (BT, LP e CP).

A análise do EDS permitiu identificar os elementos mais abundantes no BT, LP e no CP como mostra a Fig. 4.26.

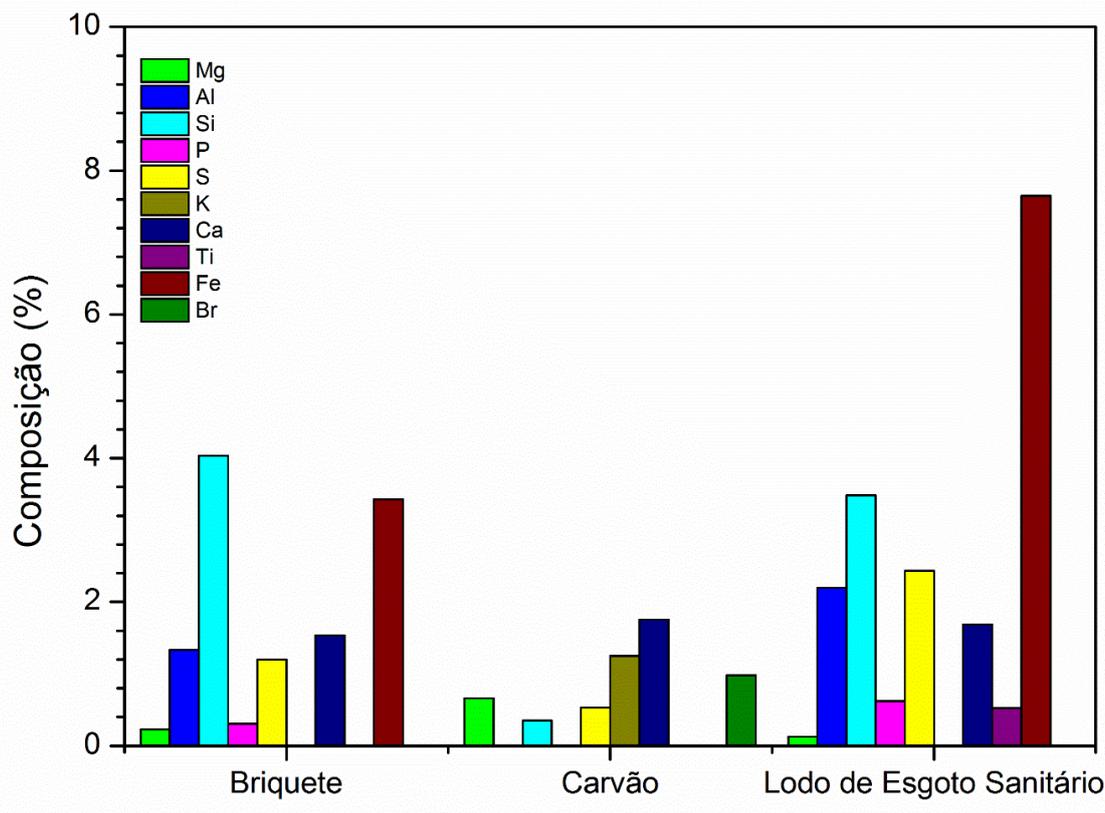


Figura 4.26 - Relação entre os elementos presentes no BT, CP e LP.

Na Figura 4.26 observa-se a ausência dos elementos Al, P, Ti e Fe para o CP, a ausência de K, Ti e Br para o BT e a ausência de K e Br para o LP. Apenas no LP foi encontrado Ti em sua composição. As maiores concentrações para o silício, alumínio e potássio podem estar associadas à presença mais significativa de quartzo e argilominerais oriundos da erosão no período de maior precipitação pluviométrica, fenômeno que altera a composição dos compostos tratados na ETE (PINHEIRO, 2007).

Na figura 4.26 percebe-se presença de silício apenas no LP e no BT, sendo este último mais intenso no BT, corroborando com o estudo apresentado no Espectro do TGA-FTIR Fig. 4.19 bandas fortes de Si-O em  $1096\text{ cm}^{-1}$ .

#### 4.6.2 Espectroscopia de infravermelho (FTIR) com refletância total atenuada (ATR)

Na espectroscopia ATR, a amostra sólida é posicionada em cima de um cristal opticamente denso com alto índice de refração. Nessa análise a radiação produzida e direcionada, a um ângulo específico, passa através do cristal em direção à amostra e é totalmente refletida em sua superfície interna. O feixe de luz incidido numa camada fina da

superfície da amostra absorvente sofrerá perda de energia naqueles comprimentos de onda em que o material absorve. A partir da refletância total atenuada um espectro de superfície é produzido (Figura 4.27).

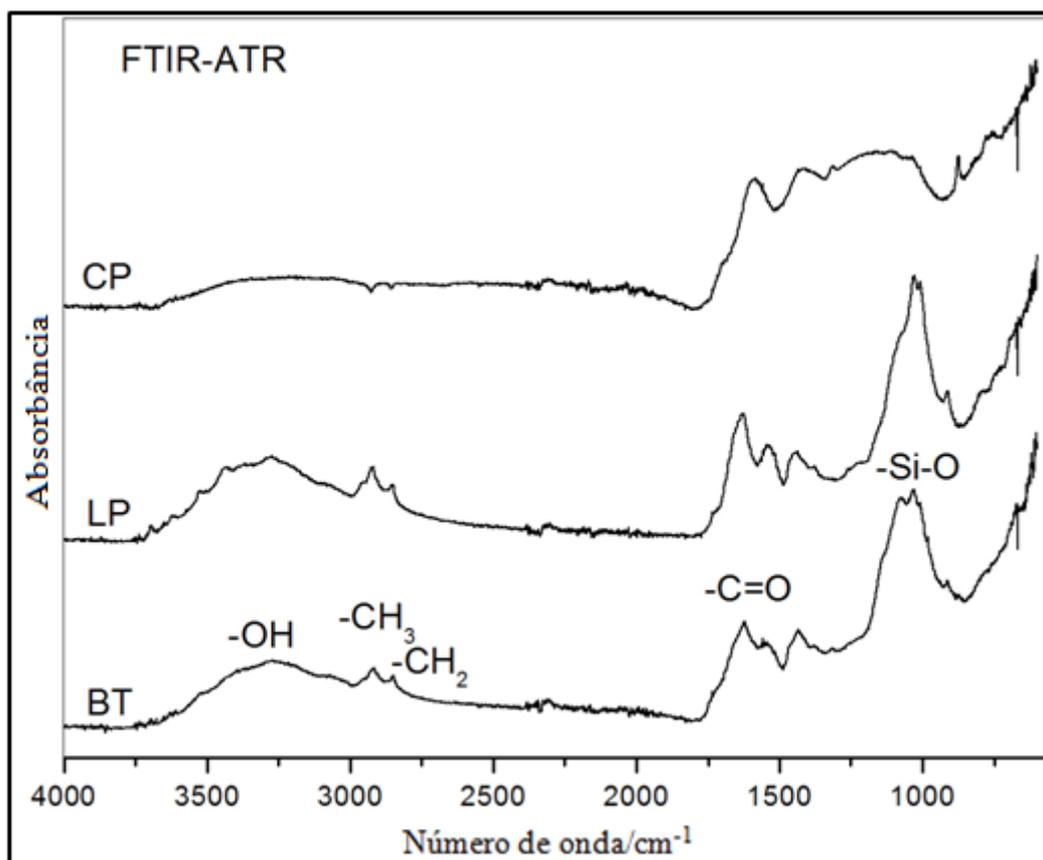


Figura 4.27 - Espectros do FTIR-ATR do briquete (BT), lodo de esgoto sanitário (LP) e dos finos de carvão vegetal (CP).

Os espectros da FTIR-ATR estão em conformidade com os espectros do EDS, ambos indicam a presença de (sílica) SiO<sub>2</sub> a partir da observação dos picos do silício e do oxigênio no EDS e das bandas correspondentes às vibrações de estiramento assimétrico e simétrico da ligação Si-O-Si presentes no intervalo 1200-1000 cm<sup>-1</sup> no FTIR-ATR (ROMÁN *et al.*, 2012). Identificam-se ainda a presença de carbono devido à composição da matéria orgânica no BT, LP e CP. Apenas nos espectros do BT e LP, observam-se as bandas características da SiO<sub>2</sub>, assim como no EDS o pico de silício foi identificado apenas nesses materiais (LI *et al.*, 2011). As vibrações de estiramento da ligação O-H podem estar associadas as moléculas de água, a cerca de 3400 cm<sup>-1</sup>, adsorvidas fisicamente, essa banda está mais intensa no LP. A banda vibracional na região de 2920 cm<sup>-1</sup> e a menos intensa em 2851cm<sup>-1</sup>, correspondem às vibrações do estiramento simétrico e assimétrico da ligação C-H em grupos metil (-CH<sub>3</sub>) e metileno (-CH<sub>2</sub>-), que se encontram na estrutura da celulose ou hemicelulose (SEVILLA

*et al.*, 2011). A banda observada na região entre  $1608\text{ cm}^{-1}$  -  $1730\text{ cm}^{-1}$  é atribuída à vibração de estiramento da ligação C=O característico de grupos cetona e aldeído. A banda muito intensa a  $1024\text{ cm}^{-1}$  corresponde às vibrações do estiramento assimétrico Si-O, do grupo siloxano (Si-O-Si), essa banda não existe para o CP corroborando com os dados do EDS.

Os resultados apresentados no FTIR-ATR estão de acordo com ROMÁN *et al.* (2012), FANG *et al.* (2017), SEVILLA *et al.* (2011) e LI *et al.* (2011) que utilizaram biomassas similares ao BT, LP e CP.

A Tabela 4.18 apresenta de forma resumida as principais bandas vibracionais para a análise de espectroscopia de infravermelho com refletância atenuada para o BT, LP e CP.

Tabela 4.18 - Principais bandas identificadas na espectroscopia de infravermelho (FTIR) com refletância total atenuada (ATR).

<b>Principais bandas vibracionais</b>	<b>BT</b>	<b>LP</b>	<b>CP</b>
estiramento da ligação O-H	$3400\text{ cm}^{-1}$	$3400\text{ cm}^{-1}$	NPS
estiramento simétrico e assimétrico da ligação C-H em metil (-CH <sub>3</sub> )	$2920\text{ cm}^{-1}$	$2920\text{ cm}^{-1}$	NPS
estiramento simétrico e assimétrico da ligação C-H em metileno (-CH <sub>2</sub> -)	$2851\text{ cm}^{-1}$	$2851\text{ cm}^{-1}$	NPS
estiramento da ligação C=O	$1608\text{ cm}^{-1}$ - $1730\text{ cm}^{-1}$	$1608\text{ cm}^{-1}$ - $1730\text{ cm}^{-1}$	$1608\text{ cm}^{-1}$ - $1730\text{ cm}^{-1}$
estiramento assimétrico e simétrico da ligação Si-O-Si	$1200\text{ cm}^{-1}$ - $1000\text{ cm}^{-1}$	$1200\text{ cm}^{-1}$ - $1000\text{ cm}^{-1}$	NPS

NPS – Não possui sinal.

## 4.7 PROPRIEDADES MECÂNICAS

### 4.7.1 Densidade a granel

A densidade a granel foi determinada por meio da razão entre a massa dos materiais granulados antes da briquetagem (sem compactação) e o volume por eles ocupado.

Essa medida é fundamental para diferenciar o grau de compactação dos materiais em estudo. HILLIG *et al.* (2009) verificaram a densidade a granel dos resíduos das madeiras de *Pinus taeda*, *Eucalyptus* sp., *Apuleia leiocarpa* (garapeira) e *Tabebuia cassinoides* (caixeta) e encontraram valores médios de densidade a granel entre  $0,223 \text{ g cm}^{-3}$  e  $0,216 \text{ g cm}^{-3}$ .

SANTIAGO & ANDRADE (2005) determinaram densidade a granel das lascas, cascas e maravalha provenientes do processamento mecânico da madeira de *Eucalyptus*. Os resultados de densidades a granel para as lascas, cascas, maravalha foram de  $0,190 \text{ g cm}^{-3}$ ,  $0,130 \text{ g cm}^{-3}$  e  $0,280 \text{ g cm}^{-3}$ , respectivamente. Na produção de diferentes briquetes com finos de carvão vegetal, DE OLIVEIRA *et al.* (2017) encontraram valores para densidade a granel de  $0,256 \text{ g cm}^{-3}$  nos finos de carvão vegetal e  $0,585 \text{ g cm}^{-3}$  para lodo de esgoto sanitário. No presente estudo o resultado da densidade a granel para o briquete caracterizado, ode maior poder calorífico de acordo com o planejamento DCCR, foi de  $0,555 \text{ g cm}^{-3}$  (Tabela 4.19). Cada matéria prima apresenta uma densidade a granel que depende de sua composição, tamanho médio das partículas e processo de tratamento. Essa medida é de grande importância para determinar o grau de compactação dos materiais briquetados.

#### 4.7.2 Densidade aparente

Os briquetes foram pesados em uma balança analítica e medidos com um paquímetro para obter o volume, esse procedimento foi realizado 72 horas após a briquetagem, (Figura 4.28). A densidade aparente foi determinada por meio do quociente entre a massa e o volume de cada briquete.



Figura 4.28 - Materiais utilizados para determinar a densidade aparente.

O processo de briquetagem diminui o volume da matéria prima, esta característica é importante para materiais de baixa densidade. O resultado da densidade aparente para o briquete caracterizado foi  $1,311 \text{ g cm}^{-3}$ . De acordo com as especificações técnicas da norma européia para biocombustíveis sólidos na forma de briquetes, o briquete deve apresentar um valor de densidade superior a  $0,5 \text{ g cm}^{-3}$  (EN 14961, 2009). Todos os briquetes produzidos neste trabalho atenderam esta especificação. QUIRINO & BRITO (1991) encontraram densidades variando de  $0,69$  a  $0,99 \text{ g cm}^{-3}$  para briquetes produzidos com carvão vegetal misturado à serragem, carvão mineral, nitrato, cinzas e aglomerante. Esses valores são inferiores aos encontrados neste estudo e superiores aos determinados por RAHAMAN & SALAM (2017), que encontram densidade aparente entre  $0,573$  e  $0,720 \text{ g cm}^{-3}$  para briquetes de palha de arroz e serragem produzidos em diferentes pressões de compactação.

Efeitos negativos da umidade e do aditivo foram aferidos estatisticamente para a densidade, os quais podem ser observados no gráfico de Pareto (Figura 4.9(a)) e no gráfico de superfície de resposta (Figura 4.10). Neste estudo foi possível identificar que quanto maior a quantidade de umidade e aditivo menor a densidade do briquete. A partir da matriz de correlação de Pearson para os ensaios do PB (Figura 4.8), observa-se uma correlação linear negativa moderada da densidade em relação aos finos de carvão vegetal,  $R = -0,75$  o que implica quanto mais finos de carvão na mistura menor será a densidade do briquete.

#### 4.7.3 Grau de densificação (redução de volume)

Para determinar o grau de densificação ou redução de volume foi necessário identificar o valor da densidade a granel e da densidade aparente. A razão da diferença entre essas densidades pela densidade inicial (a granel) indica o quanto esse material foi compactado.

A Tabela 4.18 apresenta os valores da densidade a granel, densidade aparente e grau de densificação. Essas propriedades além da resistência a compressão axial foram determinadas para o BT.

Tabela 4.14 - Propriedades mecânicas do BT.

Briquete	Densidade ( $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$ )
----------	---

<b>Ensaio 2 do DCCR</b>	<b>Resistência Mecânica (kgf cm<sup>-2</sup>)</b>	<b>Granel</b>	<b>Aparente</b>	<b>Grau de densificação</b>
<b>BT</b>	420 ± 12,28	0,5549	1,311	1,362 ± 0,10

O grau de densificação do briquete caracterizado foi de  $1,3623 \pm 0,101$ . A partir da observação na matriz de correlação de Pearson para os ensaios do PB da Figura 4.8, observa-se uma correlação linear negativa moderada da densificação em relação aos finos de carvão vegetal,  $R = -0,75$ , ou seja, quanto mais finos de carvão na mistura menor a densificação do briquete. Isso não ocorreu no DCCR, possivelmente pela diferença na composição dos briquetes onde a quantidade de finos de carvão foi menor. Os valores de  $1,362 \pm 0,10$  e  $1,197 \pm 0,28$  foram determinados respectivamente para os briquetes do ensaio 2 e 23.

Estes resultados corroboram com os encontrados por MUAZU & STEGEMANN (2015) que verificaram, também comparando a densidade aparente com a granel, um aumento na densidade (densificação) de 1,9 para briquetes com resíduos de casca de arroz e sabugo de milho. OLADEJI & ENWEREMADU (2012) produziram briquetes com resíduos agrícolas e obtiveram também valores muito próximos de 1,9.

No estudo realizado por SRIVASTAVA *et al.* (2014) o grau de densificação foi de 2,31; 2,03; 2,02 e 2,19 para folhas de couve-flor, folhas de coentro, favas e vagens de ervilhas verdes, respectivamente. Esses autores concluíram que nos materiais de seu estudo a briquetagem das folhas de couve-flor resultaram em um aumento na densidade real devido à natureza do material, que teve melhor compactação. Nos ensaios realizados por DE OLIVEIRA *et al.* (2017) o maior grau de densificação ou redução de volume foi de 1,941 nos briquetes 100% finos de carvão. Uma similaridade entre os estudos de densificação está relacionado ao tipo de material que ao apresentar menor densidade a granel geralmente apresentam maior densificação.

#### **4.7.4 Ensaio de resistência a compressão axial**

O valor da resistência à compressão axial dos briquetes, nos 3 planejamentos experimentais, foi calculado em função da força de resistência do briquete até a ruptura da carga de tensão (Figura 4.29). A força perpendicular aplicada na lateral do briquete (compressão axial) com velocidade de ensaio de  $5 \text{ mm min}^{-1}$ . O procedimento de análise foi

de acordo com a metodologia NBR 5739 - Ensaio de compressão de corpo cilíndrico, uma vez que não se tem normas específicas para testes em briquetes dessa natureza (ABNT, 1994).



Figura 4.29 - Equipamento utilizado para determinar a resistência dos briquetes.

Segundo os estudos de Teixeira *et al.* (2010) os briquetes que apresentarem uma resistência mecânica superior a 7 MPa (71,38 kgf cm<sup>-2</sup> ou 0,7138 g cm<sup>-3</sup>) são considerados bons, pois a partir dessa resistência, são considerados de fácil manipulação e armazenamento. Para desenvolver um briquete de resistência superior a essa e saber quais os fatores que influenciam essa propriedade, experimentos foram realizados sendo a composição dos briquetes de maior resistência de cada planejamento apresentados na Tabela 4.19.

Tabela 4.15 - Planejamento e composição dos briquetes que apresentaram a maior resistência a compressão.

<b>Planejamento experimental</b>	<b>Composição</b>	<b>Resistência mecânica (Kgf cm<sup>-2</sup>)</b>
<b>DBC</b>	100% lodo de esgoto sanitário, 0% umidade, 7,5% aglutinante e 5 ton de pressão.	870
<b>PB</b>	100% lodo de esgoto sanitário, 0% de umidade, 0% de aglutinante, 0% de aditivo e 5 ton de pressão.	620
<b>DCCR</b>	95% lodo de esgoto sanitário, 2,5% umidade, 2,5% de aditivo e 6,75 ton de pressão.	1300

---

<b>BT</b>	85% lodo de esgoto sanitário, 2,5% umidade, 7,5% aditivo e 8,75 ton de pressão.	420
-----------	---	-----

---

O briquete caracterizado não foi o de maior resistência mecânica por que houve a necessidade e a preocupação de produzir um briquete que atendesse também o aspecto energético. Nesta condição, o briquete caracterizado foi capaz de suportar, até a ruptura, uma pressão de 41,19 MPa (420 kgf cm<sup>-2</sup>), e apresentou densidade de 1,311 g cm<sup>-3</sup>, sendo assim dos briquetes avaliados, o que apresentou maior poder calorífico e resistência mecânica dentro dos padrões para ser transportado e armazenado.

QUIRINO & BRITO (1991) encontraram resistência à compressão média de 31,71 kgf cm<sup>-2</sup>, em briquetes de carvão vegetal misturado a serragem, carvão mineral, nitrato, cinzas e aglomerante, valor inferior aos encontrados neste estudo. Estudando briquetes produzidos a partir de carvão vegetal, resina termoplástica sintética e resina termoplástica natural, FONTES *et al.* (1984) mediram valores de 183,76 kgf cm<sup>-2</sup>, 245,74 kgf cm<sup>-2</sup> e 229,70 kgf cm<sup>-2</sup> na resistência a compressão, respectivamente.

O briquete que apresentou maior resistência mecânica nos estudos DE OLIVEIRA *et al.* (2017) foi com mistura de 50% massa de carvão e lodo de esgoto. O valor da resistência encontrado por estes autores de 41,19 MPa (420 kgf cm<sup>-2</sup>) foi o mesmo do briquete caracterizado neste estudo, mesmo tendo composições diferentes como mostra a Tabela 4.19.

Este ensaio de resistência mecânica foi realizado em todos os planejamentos, pois é o principal fator para comercialização deste material, concomitante ao poder calorífico com a finalidade de combustível sólido utilizado em combustão.

## 5 CONCLUSÃO

Com base no estudo realizado, tem-se que os resíduos de lodo de esgoto sanitário e finos de carvão vegetal são adequados à produção de energia e os briquetes produzidos com tais resíduos demonstram boa resistência mecânica. Os resultados das propriedades químicas, térmicas, morfológicas e mecânica, mostram que o briquete de lodo de esgoto sanitário composto por finos de carvão e um aditivo em proporções corretas, podem ser utilizados para produção de energia. Este tipo de briquete é mais uma opção de combustível renovável dentro dos diversos tipos de combustíveis sólidos produzidos com biomassa.

Os resultados também mostram que a resistência mecânica e o poder calorífico dos briquetes de lodo de esgoto sanitário produzidos neste estudo atendem os requisitos da norma técnica européia EN 14961 (2009). A espectroscopia dos gases liberados pela análise termogravimétrica permitiu identificar alguns possíveis compostos presentes nos gases resultantes da queima desse material. A identificação de bandas específicas de cada composto permitiu identificar diferentes composições de compostos orgânicos nas diferentes amostras. Entretanto, outras técnicas de análises complementares são necessárias para quantificar esses compostos e identificar os efeitos causados ao homem e ao meio ambiente. A adequação às normas ambientais relacionadas a emissões de poluentes é indispensável para a produção de briquetes. Entretanto, a análise qualitativa é subjetiva para afirmação de quais compostos podem ser potencialmente prejudiciais por não conhecermos a concentração de cada um desses na fase gasosa.

O ponto ótimo de mistura que proporcionou a produção do briquete de maior poder calorífico nesta tese foi a partir de 85% de lodo de esgoto sanitário, 10% finos de carvão, 2,5% de umidade, 7,5% de aditivo e 8,75 ton de pressão. O poder calorífico obtido foi de  $15,566 \text{ MJ kg}^{-1}$ , e uma resistência mecânica capaz de suportar, até a ruptura do briquete uma pressão de  $41,19 \text{ MPa}$  ( $420 \text{ kgf cm}^{-2}$ ), e com densidade de  $1,311 \text{ g cm}^{-3}$ , assim esse briquete é o mais indicado para o transporte e manipulação.

Assim, conclui-se que há viabilidade de utilizar o briquete de carvão e lodo de esgoto para produção de energia, e sugere-se que sejam feitos novos estudos buscando quantificar os gases gerados na combustão com técnicas mais apuradas, além da viabilidade econômica desse processo.

## REFERÊNCIAS

- ABRAF - ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE PRODUTORES DE FLORESTAS PLANTADAS. **Anuário estatístico da ABRAF**: ano base 2011. Brasília, 2011. 150 p.
- AEO. **Annual Energy Outlook 2017 with projections to 2050**. *U.S. Energy Information Administration*. January 5, 2017. Disponível em: <[https://www.eia.gov/outlooks/aeo/pdf/0383\(2017\).pdf](https://www.eia.gov/outlooks/aeo/pdf/0383(2017).pdf)> acesso em abril 2017.
- AGENEAL - Agência Municipal de Energia de Almada. **Educar para a energia**: um desafio para as escolas, 2007. Disponível em: <<http://www.ageneal.pt/content01.asp?BTreeID=00/03&treeID=00/03/00&newsID=119>> Acesso em: 20 Dez. 2016.
- AGENEAL - Agência Municipal de Energia de Almada. **Espaço Energia**: Energias Não Renováveis, 2011. Disponível em: <<http://www.ageneal.pt/content01.asp?BTreeID=00/01&treeID=00/01&newsID=7>. > Acesso em: 27 Nov. 2015.
- ALAKANGAS, E.; VALTANEN, J.; LEVLIN, J. E.. **CEN technical specification for solid biofuels** - Fuel specification and classes. *Biomass and Bioenergy*, v. 30, n. 11, p. 908-914, 2006.
- ANDRADE, B. G. **Discriminação entre carvões produzidos com madeira de *Eucalyptus* sp e de espécies nativas**. Curso produção de carvão vegetal. Viçosa - MG, 2011.
- ANTUNES, R. C. Briquetagem de carvão vegetal. In: PENEDO, W. R. **Produção e utilização de carvão vegetal**. Belo Horizonte: CETEC, 1982. v. 1, p. 197-206.
- ANTWI-BOASIAKO, C.; ACHEAMPONG, B. B. **Strength properties and calorific values of sawdust-briquettes as wood-residue energy generation source from tropical hardwoods of different densities**. *Biomass and Bioenergy*, v. 85, p. 144-152, 2016.
- ARANTES, M. D. C; MENDES, L. M.; RABELO, G. F.; SILVA, J. R. M.; MORI, F. A.; BARBOSA, A. M. **Gaseificação de Materiais Lignocelulósicos para Geração de Energia Elétrica**. *Ciência Florestal*. Santa Maria, v. 18, n. 4, p. 525-533, out.-dez., 2008.
- ARAÚJO, S.; BOAS, M. A. V.; NEIVA, D. M.; DE CASSIA CARNEIRO, A.; VITAL, B.; BREGUEZ, M.; PEREIRA, H. **Effect of a mild torrefaction for production of eucalypt wood briquettes under different compression pressures**. *Biomass and Bioenergy*, v. 90, p. 181-186, 2016.

- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 5739**: Concreto - Ensaio de compressão de corpos-de-prova cilíndricos. Rio de Janeiro: ABNT, 1994. 4p.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 6922**: Determinação da densidade a granel. Rio de Janeiro: ABNT, 1981.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 7217**: Agregados - Determinação da composição granulométrica. Rio de Janeiro: ABNT, 1987. 3p.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 8299**: Carvão mineral - Determinação do carbono fixo. Rio de Janeiro: ABNT, 1983.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 8633**: Carvão vegetal: Determinação do poder calorífico superior. Rio de Janeiro: ABNT, 1984. 13p.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 9648**: Estudo de concepção de sistemas de esgoto sanitário. Rio de Janeiro: ABNT, 1986.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 10.004**: Resíduos sólidos – classificação. Rio de Janeiro, 2004. 3p.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 14984**: Determinação da densidade aparente de cavacos. Rio de Janeiro: ABNT, 2003.
- ASTM **D2015-66**. Annual Book of ASTM Standards. American Society for Testing and Materials, Philadelphia, PA, 1973.
- ASTM **D240-02**. Standard test method for heat for combustion of liquid hydrocarbon fuels by bomb calorimeter. Annual Book of ASTM Standards. American Society for Testing and Materials, Philadelphia, PA, 2007.
- ASTM **D3173-85**. Standard Test of Humidity. Annual Book of ASTM Standards. American Society for Testing and Materials, Philadelphia, PA, 1985.
- BABICH, A.; SENK, D.; FERNANDEZ, M. **Charcoal behaviour by its injection into the modern blast furnace**. *ISIJ international*, v. 50, n. 1, p. 81-88, 2010.
- BARBIERI, E.; OLIVEIRA, I. R.; SERRALHEIRO, P. A. C. **The use of metabolism to evaluate the toxicity of dodecil benzen sodium sulfonate (LAS-C12) on the Mugil platanus according to the temperature and salinity**. *Journal of Experimental Marine Biology and Ecology*. 277, p.109-127, 2002.
- BARBOZA, L. G. A.; THOMÉ, H. V. **Reaproveitamento do óleo residual de fritura para obtenção do Biodiesel**. *Revista em Agronegócio e Meio Ambiente*, v. 3, n. 3, 2010.

- BARCELLOS, Daniel C. **Caracterização do carvão vegetal através do uso de espectroscopia no infravermelho próximo**. Minas Gerais: Universidade Federal de Viçosa, 2007. 162 p. Tese (Doutorado) Disponível em: <<http://www.ipef.br/servicos/teses/arquivos/barcellos,dc-d.pdf>> Acesso em nov. 2015.
- BARNETO, A. G.; CARMONA, J. A.; ALFONSO, J. E. M.; BLANCO, J. D. **Kinetic models based in biomass components for the combustion and pyrolysis of sewage sludge and its compost**. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*. v. 86, p. 108-114, 2009.
- BARRERA-DÍAZ, C.; MARTÍNEZ-BARRERA, G.; GENDEL, O.; BERNAL-MARTÍNEZ, L. A.; BROSTOW, W. **Processed wastewater sludge for improvement of mechanical properties of concretes**. *Journal of hazardous materials*, v. 192, n. 1, p. 108-115, 2011.
- BEN - **Balanco Energético Nacional** - Ano base 2014. Brasília: MME (Ministério das Minas e Energia - on-line), 2015. Disponível em: <<http://www.mme.gov.br>> Acesso em nov. 2015.
- BENEROSO, D.; MONTI, T.; KOSTAS, E. T.; ROBINSON, J.. **Microwave pyrolysis of biomass for bio-oil production: Scalable processing concepts**. *Chemical Engineering Journal*, 2017.
- BHATTACHARYA, S. C.; LEON, M. A.; RAHMAN, M. M. **A Study on Improved Biomass Briquetting**, *Energy for sustainable Development*. v.VI, n.2, p. 110, 2002.
- BHATTACHARYA, S. C. **Fuel for Thought**. *Renewable Energy World*, v.7, n.6, p 122-130, 2004.
- BHATTACHARYA, S. C.; SETT, S.; SHRESTHA, R. M. **State of the art for biomass densification**. *Energy Sources*, New York, v. 11, n.3, p.161-182, 1989.
- BIANCHINI, A.; BONFIGLIOLI, L.; PELLEGRINI, M.; E SACCANI, C. **Sewage sludge drying process integration with a waste-to-energy power plant**. *Waste Management*, v.42, p.159-165, 2015.
- BLACK, J. G. **Microbiologia – Fundamentos e perspectivas**. Rio de Janeiro, Editora Guanabara Koogan, 4ed., 2002. 829p.
- BRAND, M. A. **Energia de biomassa florestal**. Rio de Janeiro: Interciência, 2010. 131 p.

- BRASIL. **Lei nº 12.305**, 02 de agosto de 2010. Institui a Política Nacional de Resíduos Sólidos; altera a Lei nº 9.605, de 12 de fevereiro de 1998; e dá outras providências. Disponível em: <[http://www.planalto.gov.br/ccivil\\_03/\\_ato2007-2010/2010/lei/112305.htm](http://www.planalto.gov.br/ccivil_03/_ato2007-2010/2010/lei/112305.htm)>. Acesso em: 08 fev. 2014.
- BRAND, M. A.; JACINTO, R. C.; ANTUNES, R.; DA CUNHA, A. B. **Production of briquettes as a tool to optimize the use of waste from rice cultivation and industrial processing**. *Renewable Energy*, v.111, p.116-123, 2017.
- BRIDGWATER, A. V. **Fast pyrolysis of biomass: a handbook**. Birmingham: Aston University, Bioenergy Research Group, 2001. v. 2.
- CAPUTO, A. C.; PELAGAGGE, P. M. **RDF production plants: I Design and costs**. *Applied Thermal Engineering*, v.22, p.423 - 437, 2002.
- CHAPRA, S. C. **Métodos Numéricos Aplicados com MATLAB® para Engenheiros e Cientistas-3**. AMGH Editora, 2013.
- CHEN, G.; ANDRIES, J.; SPLIETHOFF, H. **Catalytic pyrolysis of biomass for hydrogen rich fuel gas production**. *Energy Conversion and Management*, v.44, p.2289 - 2296, 2003.
- EN 14961. **Solid biofuels** – fuel specification and classes, Part 3 – Wood briquetted for non-industrial use (draft document N194). May 2009.
- CETESB - Companhia de Tecnologia de Saneamento Ambiental. **Resíduos Sólidos**, 2004. Disponível em <<http://www.cetesb.sp.gov.br>>. Acesso em: 10 jun. 2014.
- CONSELHO NACIONAL DO MEIO AMBIENTE - CONAMA. **Resolução 375**, de 29 de agosto de 2006. “Define critérios e procedimentos, para o uso agrícola de lodos de esgoto gerados em estações de tratamento de esgoto sanitário e seus produtos derivados, e dá outras providências”. Diário Oficial da República Federativa do Brasil, Brasília, DF, 30 ago. 2006. Seção I, p. 141-146. Disponível em: <<http://www.mma.gov.br/port/conama/legiabre.cfm?codlegi=506>>. Acesso em: janeiro de 2016.
- CONSELHO NACIONAL DO MEIO AMBIENTE - CONAMA. **Resolução 382** de 26 de dezembro de 2006. “Estabelece os limites máximos de emissão de poluentes atmosféricos para fontes fixas”. Publicação DOU nº 1, de 02 fev. 2007, pág. 131. Disponível em <<http://www.mma.gov.br/port/conama/res/res11/res43611.pdf>> Acesso em dezembro de 2015.

CONSELHO NACIONAL DO MEIO AMBIENTE - CONAMA. **Resolução 430** de 13 de maio de 2011. “Dispõe sobre a classificação dos corpos de água e diretrizes ambientais para o seu enquadramento, bem como estabelece as condições e padrões de lançamento de efluentes, e dá outras providências”. Publicação DOU nº 92, de 16 mai 2011, pág. 89. 2011a.

CONSELHO NACIONAL DO MEIO AMBIENTE - CONAMA. **Resolução 436** de 22 de dezembro de 2011: “Estabelece os limites máximos de emissão de poluentes atmosféricos para fontes fixas instaladas ou com pedido de licença de instalação anterior a 02 de janeiro de 2007.” Publicação de 26 dez. 2011, pág. 304-311. 2011b. Disponível em <<http://www.mma.gov.br/port/conama/res/res11/res43611.pdf>> Acesso em dezembro de 2015.

CORTEZ, L.; LORA, E.; AYARZA, J. **Biomassa no Brasil e no Mundo**. In: CORTEZ, B.; LORA,S.; GÓMEZ, O. (Org.). Biomassa para energia. Campinas, SP: Editora da UNICAMP, 2008. p.15 – 29.

COSCIONE A. R.; NOGUEIRA T. A. R.; PIRES A. M. M. (eds): **Uso agrícola de lodo de esgoto: avaliação após a Resolução nº375 do CONAMA**. 1ed. Botucatu: *FEPAF*, p.83-112, 2010.

COUTO, A. M. **Influência das características anatômicas, químicas e físicas da madeira de Eucalyptus e Corymbia na qualidade do carvão para uso siderúrgico**. Tese (Doutorado) Minas Gerais: Universidade Federal de Lavras, 2014. Disponível em: [http://repositorio.ufla.br/bitstream/1/4584/1/TESE\\_Influ%C3%Aancia%20das%20caracter%C3%ADsticas%20anat%C3%B4micas,%20qu%C3%ADmicas%20e%20f%C3%ADsicas%20da%20madeira%20de%20Eucalyptus%20e%20Corymbia%20na%20qualidade%20do%20carv%C3%A3o%20para%20uso%20sider.pdf](http://repositorio.ufla.br/bitstream/1/4584/1/TESE_Influ%C3%Aancia%20das%20caracter%C3%ADsticas%20anat%C3%B4micas,%20qu%C3%ADmicas%20e%20f%C3%ADsicas%20da%20madeira%20de%20Eucalyptus%20e%20Corymbia%20na%20qualidade%20do%20carv%C3%A3o%20para%20uso%20sider.pdf). acesso em novembro de 2015.

CRUZ, R. S.; ALMEIDA NETO, J. A.; SAMPAIO, L. A. G. **Aproveitamento de óleos e gorduras vegetais “in natura” e residuais em combustíveis tipo diesel**. Ilhéus: UESC, 2001.

DA SILVA, M. B.; DOS SANTOS MORAIS, A. **Avaliação energética do bagaço de cana em diferentes níveis de umidade e graus de compactação**. In: XXVIII Encontro

Nacional de Engenharia de Produção, Rio de Janeiro. 2008. Disponível em <  
[http://www.abepro.org.br/biblioteca/enegep2008\\_TN\\_STP\\_077\\_543\\_11289.pdf](http://www.abepro.org.br/biblioteca/enegep2008_TN_STP_077_543_11289.pdf)>  
acesso em maio de 2017.

- DE AGUIAR L., F.; MARCÍLIO, N. R.; MELO, P. J. **Estudo da produção de carvão ativado a partir do resíduo de casca da acácia negra com e sem ativação química.** *Scientia cum Industria*, v. 4, n. 2, p. 74-79, 2016.
- DE ASSUNÇÃO, J. V.; PESQUERO, C. R. **Dioxins and furans: origins and risks.** *Revista de Saúde Pública*, v. 33, n. 5, p. 523-530, 1999
- DE LA VILLA, R. V.; FRÍAS, M.; GARCÍA-GIMÉNEZ, R.; MARTÍNEZ-RAMIREZ, S.; FERNÁNDEZ-CARRASCO, L. **Chemical and mineral transformations that occur in mine waste and washery rejects during pre-utilization calcination.** *International Journal of Coal Geology*, v. 132, p. 123-130, 2014.
- DE OLIVEIRA, G. B.; MARANGONI, C.; SOUZA, O.; OLIVEIRA, T. M. N.; SELLIN, N. Preparação e caracterização de resíduos da bananicultura para uso em processo de briquetagem. In: III Simpósio internacional sobre gerenciamento de resíduos agropecuários e agroindustriais 12 a14 de março de 2013. São Pedro - SP. **Anais...**
- DE OLIVEIRA, R. S.; PALÁCIO, S. M.; DA SILVA, E. A.; MARIANI, F. Q.; REINEHR, T. O. **Briquettes production for use as power source for combustion using charcoal thin waste and sanitary sewage sludge.** *Environmental Science and Pollution Research*, v.24, n.11, p.10778-10785, 2017.
- DENG, S.; TAN, H.; WANG, X.; YANG, F.; CAO, R.; WANG, Z.; RUAN, R. **Investigation on the fast co-pyrolysis of sewage sludge with biomass and the combustion reactivity of residual char.** *Bioresource technology*, v.239, p.302-310, 2017.
- DIAS, J. D. S.; DOS SANTOS, D. T.; BRAGA, M.; ONOYAMA, M. M.; MIRANDA, C. H.; BARBOSA, P. F.; ROCHA, J. D. Produção de briquetes e péletes a partir de resíduos agrícolas, agroindustriais e florestais. **Embrapa Agroenergia-Documentos (INFOTECA-E)**, 2012.
- DIEZ, M. A.; ALVAREZ, R.; CIMADEVILLA, J. L. G. **Briquetting of carbon containing wastes from steelmaking for metallurgical coke production.** *Fuel*, Oviedo, p. 73, May, 2012.

- DOMINGUEZ, A.; MENÉNDEZ, J. A.; INGUANZO, M.; PIS, J. J. **Sewage sludge drying using microwave energy and characterization by IRTF.** *Afinidad*, v. 61, n. 512, p. 280-285, 2004.
- DORES-SILVA, P.R., LANDGRAF, M.D., REZENDE, M.O.O. **Acompanhamento químico da vermicompostagem de lodo de esgoto doméstico.** *Química Nova*, v.34, n.6, p.956-961, 2011.
- DOS SANTOS, A. M.; LIMA, N. M. O.; FIGUEIREDO, M. L. M.; FERNANDES, R. B. Fabricação de Sabão ecológico: uma alternativa para o desenvolvimento sustentável. In: III Conferência Internacional de Gestão de Resíduos Sólidos, São Paulo. 2013. **Anais...**
- DOSHI, V. A.; VUTHALURU, H. B.; BASTOW, T. **Investigations into the control of odour and viscosity of biomass oil derived from pyrolysis of sewage sludge.** *Fuel Processing Technology*, 86, p.885 - 897, 2003.
- ERIKSSON, S.; PRIOR, M. **The briquetting of agricultural wastes for fuel.** Rome: FAO, 1990. 11 p.
- FAN, C.; YAN, J.; HUANG, Y.; HAN, X.; JIANG, X. **XRD and TG-FTIR study of the effect of mineral matrix on the pyrolysis and combustion of organic matter in shale char.** *Fuel*, v. 139, p. 502-510, 2015.
- FANG, S.; YU, Z.; MA, X.; LIN, Y.; LIN, Y.; CHEN, L.; FAN, Y.; LIAO, Y. **Co-pyrolysis characters between combustible solid waste and paper mill sludge by TG-FTIR and Py-GC/MS.** *Energy Conversion and Management*, v. 144, p. 114-122, 2017
- FAO - FOOD AND AGRICULTURE ORGANIZATION OF THE UNITED NATIONS. **Forestry Production and Trade – Wood charcoal.** Brazil: FAO, 2015. Disponível em: <<http://faostat.fao.org/site/626/DesktopDefault.aspx?PageID=626#ancor>> acesso em março de 2017.
- FERNANDES, Agnelo dos M. **Análise da produção de madeira para o fornecimento sustentável de energia doméstica aos centros urbanos de Moçambique.** Universidade Federal do Paraná, Setor de Ciências Agrárias, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Florestal, Curitiba, 2014. Tese (Doutorado).
- FERNANDES, F. **Estabilização e higienização de bio-sólidos.** In: BETTIOL, W.; CAMARGO, O. A. (Ed.). Impacto do uso agrícola do lodo de esgoto. Jaguariúna: Embrapa Meio Ambiente, 2000. cap.3, p.45-67.
- FONTES, P. J.; QUIRINO, W. F.; OKINO, E. Y. **Aspectos técnicos da briquetagem de carvão vegetal no Brasil.** Brasília, DF. Laboratório de Produtos Florestais,

- Departamento de Pesquisas, *Instituto Brasileiro de Desenvolvimento Florestal*. p.1-14. 1989.
- FONTES, P.J.P. de; QUIRINO, W.F.; PASTORE JUNIOR, F.; FILGUEIRAS, S.M.S. **Aglutinante para briquetagem de carvão vegetal**. Brasília: DPQ/IBDF, 1984.
- FONTES, I.; AZUARA, M.; GEA, G.; MURILLO, M. B. **Study of the pyrolysis liquids obtained from different sewage sludge**. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, v.85, n.1, p.184-191, 2009.
- FRANCIOSO, O.; RODRIGUEZ-ESTRADA, M. T.; MONTECCHIO, D.; SALOMONI, C., CAPUTO, A.; PALENZONA, D. FRANCIOSO. **Chemical characterization of municipal wastewater sludges produced by two-phase anaerobic digestion for biogas production**. *Journal of hazardous materials*, v. 175, n. 1, p. 740-746, 2010.
- FUENTES, A.; LLORENS, M.; SAEZ, J.; AGUILAR, M. R.; ORTUNO, J. F.; MESEGUER, V. F. **Phytotoxicity and heavy metals speciation of stabilised sewage sludge**. *Journal of Hazardous Materials*, 108, p.161-169, 2004.
- GABETTA, J. H.; PAMPLONA, E. O.; TIAGO, G. L. **Utilização de Certificados de Emissões Reduzidas na Análise de Risco de Investimento em PCH's**. In: XI Encontro Latinoamericano y del Caribe sobre Pequeños Aprovechamiento Hidroenergéticos – ELPAH, Valparaíso, Chile, Nov. 2005. Disponível em: <<http://www.iepg.unifei.edu.br/edson/download/ArtGabettaChile.pdf>>. Acesso em: 21 Out. 2015.
- GHORBEL-BELLAJ, O.; HAJJI, S.; YOUNES, I.; CHAABOUNI, M.; NASRI, M.; JELLOULI, K. **Optimization of chitin extraction from shrimp waste with *Bacillus pumilus* A1 using response surface methodology**. *International journal of biological macromolecules*, v. 61, p. 243-250, 2013.
- GIL, M. D.; CASAL, D.; PEVIDA, C.; PIS, J. J.; RUBIERA, F. **Thermal behaviour and kinetics of coal/biomass blends during co-combustion**. *Bioresource Technology*, v.101, p.5601-5608, 2010.
- GOLDEMBERG, J.; LUCON, O. **Energia e o meio ambiente no Brasil**. *Estudos Avançados*, v.21, p.7-20, 2007.
- GONÇALVES, J. E.; SARTORI, M.; MP; LEÃO, A. L. **Energia de briquetes produzidos com rejeitos de resíduos sólidos urbanos e madeira de *Eucalyptus grandis***. *Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental*, v.13, n.5, p.657-661, 2009.

- GROVER, P. D.; MISHRA, S. K. **Biomass briquetting: technology and practices**. FAO – Food and Agriculture Organization of the United Nations. Regional Wood Energy Development Programme in Asia, Bangkok, Thailand, 1996.
- GUERREIRO, C. **Formas de Energia Renovável**. Jun., 2011. Disponível em: <<http://energiaserenovaveis.blogspot.com/2011/06/formas-de-energia-renovavel.html>>. Acesso novembro de 2015.
- HELLE, H.; HELLE, M.; SAXÉN, H.; PETTERSSON, F. **Mathematical optimization of ironmaking with biomass as auxiliary reductant in the blast furnace**. *ISIJ International*, v.49, n.9, p.1316-1324, 2009.
- HILLING, É.; SCHNEIDER, V. E.; PAVONI, E. T. **Geração de resíduos de madeira e derivados da indústria moveleira em função das variáveis de produção**. *Production Journal*, v. 19, n. 2, p. 292-303, 2009
- IBGE. **Pesquisa Nacional de Saneamento Básico**: 2008. Rio de Janeiro: IBGE, 2010. Disponível em: <[http://www.ibge.gov.br/home/estatistica/populacao/condicaoodevida/pnsb2008/PNSB\\_2008.pdf](http://www.ibge.gov.br/home/estatistica/populacao/condicaoodevida/pnsb2008/PNSB_2008.pdf)> acesso em nov. 2015.
- JAYARAMAN, K., GÖKALP, I. **Pyrolysis, combustion and gasification characteristics of miscanthus and sewage sludge**. *Energy Conversion and Management*, v.89, p.83-91, 2015.
- JEONG, H. J.; PARK, S. S.; HWANG, J. **Co-gasification of coal-biomass blended char with CO<sub>2</sub> at temperatures of 900-1100°C**. *Fuel*, v.116, p.465-470, 2014.
- JIANG, H.; ZHANG, M.; CHEN, J.; LI, S.; SHAO, Y.; YANG, J.; LI, J. **Characteristics of bio-oil produced by the pyrolysis of mixed oil shale semi-coke and spent mushroom substrate**. *Fuel*, v.200, p.218-224, 2017.
- JIANG, J; DU, X; YANG, S. **Analysis of the combustion of sewage sludge-derived fuel by a thermogravimetric method in China**. *Waste management*, v.30, n.7, p.1407-1413, 2010.
- JIANG, L.; LIANG, J.; YUAN, X.; LI, H.; LI, C.; XIAO, Z.; HUANG, H.; WANG, H.; ZENG, G. **Co-pelletization of sewage sludge and biomass: The density and hardness of pellet**. *Bioresource technology*, v.166, p.435-443, 2014
- JIN, J.; LI, Y.; ZHANG, J.; WU, S.; CAO, Y.; LIANG, P.; ZHANG, J.; WONG, M.H.; SHAN, S.; CHRISTIE, P. **Influence of pyrolysis temperature on properties and environmental safety of heavy metals in biochars derived from municipal sewage sludge**. *Journal of Hazardous Materials*, v.320, p.417-426, 2016.

- JITTABUT, P. **Physical and Thermal Properties of Briquette Fuels from Rice Straw and Sugarcane Leaves by Mixing Molasses.** *Energy Procedia*, v.79, p.2-9, 2015.
- JONSSON, C.M.; MAIA, A. H. N. **Avaliação da toxicidade do lodo de esgoto de duas estações de tratamento para o invertebrado aquático *Daphnia similis*.** *Pesticidas: ecotoxicol e meio ambiente*, Curitiba, v.17, p.1-8, jan/dez, 2007.
- JORDÃO, E. P. **Tratamento de esgotos domésticos.** 3ed.- Rio de Janeiro- ABES,1995.
- JORDÃO, E. P.; PESSÔA, C. A. **Tratamento de Esgotos Domésticos.** 6ed. (no prelo). Rio de Janeiro: ABES, 2011.
- KACPRZAK, M.; NECZAJ, E.; FIJAŁKOWSKI, K.; GROBELAK, A.; GROSSER, A.; WORWAG, M.; SINGH, B. R. **Sewage sludge disposal strategies for sustainable development.** *Environmental research*, v.156, p.39-46, 2017.
- KALIYAN, N.; MOREY, R. V. **Factors affecting strength and durability of densified biomass products.** *Biomass and Bioenergy*. Oxford, GB. v.33, n.3, p.337 - 359, 2009.
- KHAI, N. M. **Effects of using wastewater and biosolids as nutrient sources on accumulation and behaviour of trace metals in Vietnamese soils.** 2007. 71p. Universidade Sueca de Ciências Agrícolas.2007. Uppsala: 2007. Tese (Doutorado)
- KIJO-KLECZKOWSKA, A.; ŚRODA, K.; KOSOWSKA-GOLACHOWSKA, M.; MUSIAŁ, T.; WOLSKI, K. **Combustion of pelleted sewage sludge with reference to coal and biomass.** *Fuel*, v.170, p.141-160, 2016.
- KIM, M.; LEE, Y.; PARK, J.; RYU, C.; OHM, T. I. **Partial oxidation of sewage sludge briquettes in a updraft fixed bed.** *Waste Management*, v.49, p.204-211, 2016.
- KISHIMOTO, S.; BOLEY, C.C. **The Sawdust Briquetting and Agglomerating Industry in Japan, in Proceedings of the 11th.** Biennial Conference of the IBA (Institute for Briquetting and Agglomeration). p.43 - 50, 1968.
- KOULLAS, D. P.; KOUKIOS, E. G. **Briquetting of Wheat Straw. Paper Presented at FAO/CNRI.** First Workshop on Handling and Processing of Biomass for Energy, Hamburg, FRG, p.14-15, September, 1987.
- KOSTURKIEWICZ, B.; JANEWICZ, A.; MAGDZIARZ, A. **Results of briquetting and combustion process on binder-free coking coal.** *Polish Journal of Environmental Studies*, v.23, n.4, 2014
- LELA, B; BARIŠIĆ, M; NIŽETIĆ, S. **Cardboard/sawdust briquettes as biomass fuel: Physical-mechanical and thermal characteristics.** *Waste Management*, v.47, p.236-245, 2016.

- LESTER, E.; GONG, M.; THOMPSON, A. **A method for source apportionment in biomass/coal blends using thermogravimetric analysis.** *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, v.80, p.111-117, 2007.
- LI, R.; TENG, W.; LI, Y.; WANG, W.; CUI, R.; YANG, T. **Potential recovery of phosphorus during the fluidized bed incineration of sewage sludge.** *Journal of Cleaner Production*, v.140, p.964-970, 2017
- LIN, Y.; LIAO, Y.; YU, Z.; FANG, S.; LIN, Y.; FAN, Y.; MA, X. **Co-pyrolysis kinetics of sewage sludge and oil shale thermal decomposition using TGA–FTIR analysis.** *Energy Conversion and Management*, v. 118, p. 345-352, 2016.
- LI, M., LI, W.; LIU, S. **Hydrothermal synthesis, characterization, and KOH activation of carbon spheres from glucose.** *Carbohydrate research*, v. 346, n. 8, p. 999-1004, 2011.
- LIN, Y.; LIAO, Y.; YU, Z.; FANG, S.; MA, X. **The investigation of co-combustion of sewage sludge and oil shale using thermogravimetric analysis.** *Thermochimica Acta*, v.653, p.71-78, 2017.
- LIPPEL. **Equipamentos de alta performance.** 2012. Disponível em: <[www.lippel.com.br](http://www.lippel.com.br)>. Acesso abril de 2017.
- LUBWAMA, M.; YIGA, V. A. **Development of groundnut shells and bagasse briquettes as sustainable fuel sources for domestic cooking applications in Uganda.** *Renewable Energy*, 2017.
- LUCENA, D. A.; MEDEIROS, R. D.; FONSECA, U. T.; ASSIS, P. S. **Aglomeración de moinha de carvão vegetal e sua possível aplicação em alto-forno e geração de energia.** *Tecnologia em Metalurgia e Materiais*. v.4, n.4, p.1-6. 2008.
- MAGDZIARZ, A; WERLE, S. **Analysis of the combustion and pyrolysis of dried sewage sludge by TGA and MS.** *Waste management*, v.34, n.1, p.174-179, 2014.
- MARCOS MARTÍN, F. **Otros aprovechamientos forestales.** Ed. Fernando Martín Asín. Madrid, 1997. 62 p.
- MARQUES, M. O.; MELO, W. J.; MARQUES, T. A. **Metais Pesados e o uso de Biossólidos na Agricultura.** In: TSUTIYA M.T.; Camparini, J.B.; Alem Sobrinho, P.; Hespanhol, I. Biossólidos na agricultura. São Paulo: SABESP, 2001. p.365-403.
- MARSOLLA, A. **Planta de briquetagem de carvão vegetal.** São Paulo: Rosa Madeireira, 1998. 76 p.

- MARTINS, M. P.; BENÍCIO, E. L.; JÚNIOR, A. F. D.; DE ALMEIDA, R. B.; DE CARVALHO, A. M.; YAMAJI, F. M. **Produção e avaliação de briquetes de finos de carvão vegetal compactados com resíduo celulósico proveniente da indústria de papel e celulose.** *Revista Árvore*, v.40, n.1, p.173-180, 2016.
- MEIRA, A. M. **Diagnóstico sócio-ambiental e tecnológico da produção de carvão vegetal no município de Pedra Bela.** Estado de São Paulo. 2002. 99p. – Escola Superior de Agricultura “Luiz de Queiroz” – USP, Piracicaba - SP, 2002. Tese (Doutorado)
- MEIRELES, M. E. F.; ALVES, J. C. M. Gestão de resíduos: as possibilidades de construção de uma rede solidária entre associações de catadores de materiais recicláveis. In. VII Congresso Nacional de Excelência em Gestão, 2011. **Anais..**
- MELO, W.J.; MARQUES, M.O. **Potencial do lodo de esgoto como fonte de nutrientes para as plantas.** In: Betitoli, W. e Camargo, O. A. (eds). Impacto ambiental do uso agrícola do lodo de esgoto. Jaguariúna, SP. EMPRAPA *Meio Ambiente*, p.11-24, 2000.
- MENENDEZ, J.A.; DOMÍNGUEZ, A.; INGUANZO, M.; PIS J.J. Microwaveinduced drying, pyrolysis and gasification (NWDPG) of sewage sludge: Vitrification of the solid residue. *J. Appl. Pyrolysis* 74, 2005-406 412p. **Anais...**
- MITSUOKA, K.; HAYASHI, S.; AMANO, H.; KAYAHARA, K.; SASAOAKA, E.; UDDIN, M. A. **Gasification of woody biomass char with CO<sub>2</sub>: The catalytic effects of K and Ca species on char gasification reactivity.** *Fuel Processing Technology*, v.92, p.26–31, 2011.
- MOGHTADERI, B.; MEESRI C.; WALL, T. F. **Pyrolytic characteristics of blended coal and woody biomass.** *Fuel*, v.83, p.745-750, 2004.
- MOLLOY, R.; MCLAUGHLIN, M.; WARNE, M.; HAMON, R.; KOOKANA, R.; SAISON, C. **Background and scope for establishing a list of prohibited substances and guideline limits for levels of contaminants in fertilizers.** Adelaide: CSIRO Land and Water Client Report April, 2005. 62p. Disponível em: <<https://publications.csiro.au/rpr/download?pid=procite:744ac5b2-691d-4d98-a2bc-2003b520038f&dsid=DS1>> Acesso em maio de 2017.

- MORAIS, S. A. L.; NASCIMENTO, E. A.; MELO D. C. **Análise da madeira de *Pinus oocarpa* parte I** – estudo dos constituintes macromoleculares e extrativos voláteis. *Revista Árvore*. v.29, n.3, p.461-470, 2004.
- MORO, J. P. Briquetagem de finos de carvão vegetal. In: 2ª Jornada de Engenharia dos Países de Língua Portuguesa. Rio de Janeiro, 1987. v.1. p.1-14. **Anais...**
- MUAZU, R. I.; STEGEMANN, J. A. **Effects of operating variables on durability of fuel briquettes from rice husks and corn cobs**. *Fuel Processing Technology*, v. 133, p. 137-145, 2015.
- MURTA, A. L. S.; DE FREITAS, M. A. V. **Análise da viabilidade de produção de biodiesel de óleo residual de fritura na marinha**. *SBI Journal*, n.15, 2012.
- NDINDENG, S. A.; MBASSI, J. E. G.; MBACHAM, W. F.; MANFUL, J.; GRAHAM-ACQUAAH, S.; MOREIRA, J.; DOSSOU, J.; FUTAKUCHI, K. **Quality optimization in briquettes made from rice milling by-products**. *Energy for Sustainable Development*, v.29, p.24-31, 2015.
- NITSCHKE, M.; PASTORE, G. M. **Biossurfactantes: Propriedades e aplicações**. *Química Nova*. v.25, p.772-776, 2002
- NOGUEIRA, L. A. H.; LORA, E. E. S. **Dendroenergia: fundamentos e aplicações**. 2ed. Rio de Janeiro: Interciência, 2003. 200p.
- NOGUEIRA, M.; RENDEIRO, G. **Caracterização energética da biomassa vegetal**. In: RENDEIRO, G. *et al.* (eds). *Combustão e gaseificação de biomassa sólida*. Brasília: MME, 2008. p.52-63.
- NORGATE, T.; LANGBERG, D. **Environmental and Economic Aspects of Charcoal Use in Steelmaking**. *ISIJ International*, v.49, n.4, p.587-595, 2009.
- NUVOLARI, A. **Esgoto sanitário: coleta, transporte, tratamento e reuso agrícola**. 2ed. São Paulo: Blucher, 2011. 565p
- OBERNBERGER, I.; THEK, G. **The pellet handbook: The production and thermal utilisation of pellets**. London: Earthscan, 2010. 593 p.
- OLADEJI, J. T. **Fuel characterization of briquettes produced from corncob and rice husk residues**. *The Pacific Journal of Science and Technology*, v. 11, n. 1, p. 101-106, 2010.
- OLADEJI, J. T.; ENWEREMADU, C. C. **The effects of some processing parameters on physical and densification characteristics of corncob briquettes**. *International Journal of Energy Engineering*, v. 2, n. 1, p. 22-27, 2012.

- OLIVEIRA, J. D.; VIVACQUA FILHO, A.; MENDES, M. G.; GOMES, P. A. **Produção de carvão vegetal: aspectos técnicos.** Produção e utilização de carvão vegetal. Belo Horizonte: CETEC, p.60-73, 1982.
- OLORUNNISOLA, A. **Production of fuel briquettes from waste paper and coconut husk admixtures.** Agricultural Engineering International: CIGR EJournal., 2007.
- OULDGHIRI, F.; ALLALI, N.; QUIROGA, J. M.; RODRÍGUEZ-BARROSO, M. R. **TG-FTIR analysis on pyrolysis and combustion of marine sediment.** *Infrared Physics & Technology*, v. 78, p. 268-274, 2016.
- PARSHETTI, G. K.; LIU, Z.; JAIN, A.; SRINIVASAN, M. P.; BALASUBRAMANIAN, R. **Hydrothermal carbonization of sewage sludge for energy production with coal.** *Fuel*, v.111, p.201-210, 2013.
- PEDROZA, M. M.; VIEIRA, G. E. G.; DE SOUSA, J. F.; DE CASTILHO PICKLER, A.; LEAL, E. R. M.; DA CRUZ MILHOMEN, C. **Produção e tratamento de lodo de esgoto - uma revisão.** *Revista Liberato*, v.11, n.16, p.147-157, 2010.
- PEDROZA, Marcelo M. **Bio-óleo e Biogás da degradação termoquímica de lodo de esgoto doméstico em cilindro rotativo.** Rio Grande do Norte – Natal: Centro de Tecnologia - Departamento de Engenharia Química Programa de Pós-graduação em Engenharia Química, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, 2011. 73p. Tese (Doutorado).
- PEREGRINA, C.; ARLABOSSE, P.; LECOMTE, D.; RUDOLPH, V. **Heat and mass transfer during fry-drying of sewage sludge.** *Drying technology*, v.24, n.7, p.797-818, 2006.
- PEREIRA, F. A.; CARNEIRO, A. C. O.; VITAL, B. R.; DELLA LÚCIA, R. M.; PATRÍCIO JÚNIOR, W.; BIANCHE, J. J. **Propriedades físico-químicas de briquetes aglutinados com adesivo de silicato de sódio.** *Floresta e Ambiente*. v.16, n.1, p.23-29, 2009.
- PEREIRA, M. J. **Energia: Eficiência e Alternativas.** Rio de Janeiro: Ciência Moderna, 2009. 126p.
- PIMENTA, A. S.; SANTOS, R. C. D.; CARNEIRO, A. C. D. O.; CASTRO, R. V. O. **Charcoal briquettes produced with recycled coconut pith.** *Ciência Florestal*, v.25, n.1, p.137-144, 2015.
- PINHEIRO, Cyntia H. R. **Zn, Ni, Cr, Cu, Fe e S em lodo de esgoto: comportamento químico, adsorção e proposta de tratamento.** São Paulo: Universidade de São Paulo,

2007. 52 p. Tese (Doutorado). Disponível em: <<http://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/44/44134/tde-15052008-153050/en.php>> Acesso em fevereiro de 2017.
- PINHEIRO, P. C. C.; SAMPAIO, R. S.; REZENDE, M. E. A. D.; VIANA, E. **A produção de carvão vegetal: teoria e prática**. 1ed. Belo Horizonte, 2006. 120p.
- POKORNA, E.; POSTELMANS, N.; JENICEK, P.; SCHREURS, S.; CARLEER R.; YPERMAN, J. **Study of bio-oils and solids from flash pyrolysis of sewage sludges**. *Fuel*, v.88, p.1344-1350, 2009.
- PRASITYOUSIL, J.; MUENJINA, A. **Properties of solid fuel briquettes produced from rejected material of municipal waste composting**. *Procedia Environmental Sciences*, v.17, p.603-610, 2013.
- PROMDEE, K.; CHANVIDHWATANAKIT, J.; SATITKUNE, S.; BOONMEE, C.; KAWICHAJ, T.; JARERNPRASERT, S.; VITIDSANT, T. **Characterization of carbon materials and differences from activated carbon particle (ACP) and coal briquettes product (CBP) derived from coconut shell via rotary kiln**. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, v. 75, p. 1175-1186, 2017.
- PROTÁSIO, T. D. P.; BUFALINO, L.; MENDES, R. F.; RIBEIRO, M. X.; TRUGILHO, P. F.; LEITE, E. R. D. S. **Torrefação e carbonização de briquetes de resíduos do processamento dos grãos de café**. *Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental, Campina Grande*, v.16, n.11, p.1252-1258, 2012.
- QI, D.; WANG, Q.; WANG, QI.; HUANG, Q.; YIN, P. **Study on Saponification Technology of Waste Edible Oil**. In: *Bioinformatics and Biomedical Engineering*, 2009. ICBBE 2009. 3rd International Conference on, IEEE, 2009. p.1-4
- QUARTERONI, A.; SALERI, F. **Approximation of functions and data**. In: *Scientific Computing with MATLAB and Octave*. Springer Berlin Heidelberg, 2006. p.71-99.
- QUIRINO, W. F.; BRITO, J. O. **Briquetagem de resíduos ligno-celulósicos**. Brasília, DF: LPF/IBAMA, 1991. Disponível em: <<http://www.funtec.org.br/arquivos/briquetagem.pdf>> Acesso em janeiro de 2016.
- QUIRINO, W. F.; VALE, A. T.; ANDRADE, A. P. A.; ABREU, L. S. A.; AZEVEDO, A. C. S. **Poder calorífico da madeira e de materiais lignocelulósicos**. *Revista da Madeira*. v.89, p.100-106, abr. 2005.
- TEAM, R. C. R. **A language and environment for statistical computing**. **R Foundation for Statistical Computing, Vienna, Austria**. 2015. ISBN 3 900051-07-0, Disponível em: <<http://www.R-project.org>>

- RAHAMAN, S. A.; SALAM, P. A. **Characterization of cold densified rice straw briquettes and the potential use of sawdust as binder.** *Fuel Processing Technology*, v. 158, p. 9-19, 2017.
- REED, T. B.; TREZEK, G.; DIAZ, L. **Biomass densification energy requirements.** In: **Thermal conversion of solid waste and biomass.** Washington D. C.: American Chemical Society, 1980. p.177-189
- REIS, B. de O.; SILVA, I. T.; SILVA, M. O.; ROCHA, B. R. P. **Produção de briquetes energéticos a partir de caroços de açaí.** In: 4th ENCONTRO DE ENERGIA NO MEIO RURAL, 2002, Campinas. *Proceedings online...* Disponível em: <[http://www.proceedings.scielo.br/scielo.php?script=sci\\_arttext&pid=MSC0000000022002000200044&lng=en&nrm=abn](http://www.proceedings.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=MSC0000000022002000200044&lng=en&nrm=abn)>. Acesso em maio de 2017.
- ROMÁN, S.; NABAIS, J. M. V.; LAGINHAS, C.; LEDESMA, B.; GONZÁLEZ, J. F. **Hydrothermal carbonization as an effective way of densifying the energy content of biomass.** *Fuel Processing Technology*, v. 103, p. 78-83, 2012.
- ROUSSET, P.; CALDEIRA-PIRES, A.; SABLÓWSKI, A.; RODRIGUES, T. **LCA of eucalyptus wood charcoal briquettes.** *Journal of Cleaner Production*, v.19, n.14, p.1647-1653, 2011.
- RUIZ-GÓMEZ, N.; QUISPE, V.; ÁBREGO, J.; ATIENZA-MARTÍNEZ, M.; MURILLO, M. B.; GEA, G. **Co-pyrolysis of sewage sludge and manure.** *Waste management*, v. 59, p.211-221, 2017.
- SABESP - Companhia de Saneamento Básico do Estado de São Paulo. **Reciclagem de óleo de cozinha**, 2011. Disponível em:<<http://site.sabesp.com.br>>. Acesso em dezembro de 2015
- SAHU, S. G.; MUKHERJEE, A.; KUMA, M.; ADAK, A. K.; SARKAR, P.; BISWAS, S.; TIWARI, H. P.; DAS, A.; BANERJEE, P. K. **Evaluation of combustion behaviour of coal blends for use in pulverized coal injection (PCI).** *Applied Thermal Engineering*, v.73, p.1014-1021, 2014.
- SALEME, J. E. F. **Estudo básico para briquetagem de carvão vegetal.** Ouro Preto: Escola de Minas e Metalurgia, 1992. 19 p.
- SÁNCHEZ, M. E.; MENÉNDEZ, J. A.; DOMÍNGUEZ, A.; PIS, J. J.; MARTÍNEZ, O.; CALVO, L. F.; BERNAD, P. L.. **Effect of pyrolysis temperature on the composition of the oils obtained from sewage sludge.** *Biomass and Bioenergy*, v.33, p.933-940, 2009.

- SANEPAR. COMPANHIA DE SANEAMENTO DO PARANÁ. **Relatórios de Indicadores Estratégicos do Sistema de Informações Sanepar: SIS**. Cascavel, 2015.
- SANEPAR. COMPANHIA DE SANEAMENTO DO PARANÁ. **Laudo Técnico: 021-0708**. Unidade Regional de Cascavel. Sistema de Informações Sanepar: SIS. Cascavel, 2008.
- SANTIAGO, A. R.; DE ANDRADE, A. M. **Carbonização de resíduos do processamento mecânico da madeira de eucalipto**. *Ciência Florestal*, v. 15, n. 1, p. 1-7, 2005.
- SANTORO, A.; HELD, A.; LINSINGER, T. P.; PEREZ, A.; RICCI, M. **Comparison of total and aqua regia extractability of heavy metals in sewage sludge: The case study of a certified reference material**. *TrAC Trends in Analytical Chemistry*, 2017.
- SANTOS, C. **Estatística descritiva - Manual de auto-aprendizagem**. 1ed. Lisboa: Edições Silabo, 2007. 264p
- SANTOS, R. C. dos. **Parâmetros de qualidade da madeira e do carvão vegetal de clones de eucalipto**. Departamento de Ciências Florestais, Universidade Federal de Lavras. Minas Gerais: Lavras, 2010. 159p. Tese (Doutorado em Ciências e Tecnologia da Madeira)
- SCHIELD, M. SCHIELD, Milo. Correlation, determination and causality in introductory statistics. **American Statistical Association, Section on Statistical Education**, Augsburg College, 1995.
- SCHNEIDER A; VON MÜHLEN C. **Caracterização cromatográfica de compostos orgânicos presentes nos resíduos sólidos provenientes de indústria de reciclagem de papel e sua aplicação na produção de briquetes de carvão vegetal**. *Quím. Nova*, v.34, n.9, p.1556-1561, 2011. Disponível em: <<http://www.scielo.br/pdf/qn/v34n9/v34n9a14.pdf>> acesso em dezembro de 2015.
- SEVILLA, M.; MACIÁ-AGULLÓ, J. A.; FUERTES, A. B. **Hydrothermal carbonization of biomass as a route for the sequestration of CO<sub>2</sub>: Chemical and structural properties of the carbonized products**. *Biomass and Bioenergy*, v. 35, p. 3152–3159, 2011.
- SHEN, L.; ZHANG, D. **Low-temperature pyrolysis of sewage sludge and putrescible garbage for fuel oil production**. *Energy & Fuel*, v.84, p.809-815, 2004.

- SILVA, D. A. **Avaliação da eficiência energética em uma indústria de painéis compensados.** 182p.– Setor de Ciências Agrárias – Universidade Federal do Paraná. Curitiba. 2001. Tese (Doutorado em Ciências Florestais)
- SILVA, D. A.; RÓZ, A. L.; PIRES, A. A. F.; CARVALHO, A. M.; NAKASHIMA, G.T.; PÁDUA, F. A.; YAMAJI, F. M. **A Influência da Umidade em Propriedades Mecânicas de Briquetes Produzidos com Resíduos de Madeira (*Eucalyptus sp. e Pinus sp.*).** *Revista Virtual de Química*, v.9, n.3, Data de publicação na Web: 4 de maio de 2017.
- SILVEIRA, M. L.; BRZUSZEK, R. K.; ANDRIONI, R. R.; SAMPAIO, R. S. Benefícios metalúrgicos e ambientais do uso de biomassa na fabricação de ferro primário em altos-fornos. In: Seminário de Redução de Minério de Ferro e Matérias-Primas, 12., Vila Velha. São Paulo: ABM, 2002, p.79-86. **Anais...**
- SOCOL, V. T.; PAULINO, E. C.; PEREIRA, J. T.; CASTRO, E. A.; COSTA, A. O.; HENNING L.; ANDREOLI, C. **Organismos patogênicos presentes em lodo de esgoto a ser aplicado no solo e a Resolução nº375 do CONAMA.** 1ª ed. Botucatu: FEPAF, p. 83-112, 2010
- SOUCHIE, F. F.; MARIMON JUNIOR, B. H.; PETTER, F. A.; MADARI, B. E.; MARIMON, B. S.; LENZA, E. **Carvão pirogênico como condicionante para substrato de mudas de *Tachigalivulgaris* L.G. Silva & H.C. Lima.** *Ciência Florestal*. v.21, n.4, p.811-821, 2011.
- SRIVASTAVA, N. S. L.; NARNAWARE, S. L.; MAKWANA, J. P.; SINGH, S. N.; VAHORA, S. **Investigating the energy use of vegetable market waste by briquetting.** *Renewable Energy*, v.68, p.270-275, 2014.
- STOLARSKI, M. J.; SZCZUKOWSKI, S.; TWORKOWSKI, J.; KRZYŻANIAK, M.; GULCZYŃSKI, P.; MLECZEK, M. **Comparison of quality and production cost of briquettes made from agricultural and forest origin biomass.** *Renewable energy*, v.57, p.20-26, 2013.
- SUN, B.; YU, J.; TAHMASEBI, A.; HAN, Y. **An experimental study on binderless briquetting of Chinese lignite: Effects of briquetting conditions.** *Fuel Processing Technology*, v.124, p.243-248, 2014.
- TEISANO, T. **Briquetes comprimidos de aparas de serragem.** *Revista da Madeira*, São Paulo, v.32, n.383, p.11-12, nov. 1983.

- TEIXEIRA, C. M.; MARTINS, M. P.; YAMAMOTO, H.; CHRISOSTOMO, W.; YAMAJI, F. M. **Caracterização Química de Resíduos de Eucalyptus sp. de Floresta de Curta Rotação para a Produção de Bioenergia.** *Revista Virtual de Química*, v. 8, n. 5, 2016
- TEIXEIRA, S. R.; PENA, A. F. V.; MIGUEL, A. G. **Briquetting of charcoal from sugarcane bagasse fly ash (scbfa) as an alternative fuel.** *Waste management*, v.30, n.5, p.804-807, 2010.
- THODE FILHO, S.; DA SILVA SANTOS, A. S.; DE ALMEIDA, T. M.; DA SILVA, E. R. **Tecnologia ambiental aplicada ao gerenciamento e processamento do óleo vegetal residual no estado do Rio de Janeiro.** *Revista Eletrônica em Gestão, Educação e Tecnologia Ambiental*, v.15, n.15, p.3026-3035, 2013.
- TILLMAN, D. **Wood as an energy resource.** New York: Academic Press, 1978.
- TOKLU, E. **Biomass energy potential and utilization in Turkey.** *Renewable Energy*, v.107, p.235-244, 2017.
- TOMELERI, J. O. P.; VALENTIM, L. B.; DA SILVA, J. P.; YAMAJI, F. M.; DE PÁDUA, F. A. **Caracterização química e energética de epicarpo residual do pinhão manso (*Jatropha curcas* L.) e briquete produzido.** *Revista Virtual de Química*, 2017.
- TSUTIYA, M. T. **Características de biossólidos gerados em estações de tratamento de esgotos.** In: TSUTIYA *et al.* Biossólidos na agricultura. São Paulo: SABESP, 2001. p.89- 132.
- TOLMASQUIM, M. T. **Novo modelo do setor elétrico brasileiro.** Rio de Janeiro: Synergia, 2011. 238p.
- VALE, A. T. D.; MENDES, R. M.; AMORIM, M. R. S.; DANTAS, V. F. D. S. **Potencial energético da biomassa e carvão vegetal do epicarpo e da torta do pinhão-manso (*Jatropha curcas*).** *Cerne*, Lavras, v.17, n.2, p.267-273, 2011.
- VIEIRA, G. E. G. **Fontes alternativas de energia – Processo aperfeiçoado de conversão térmica.** Universidade Federal Fluminense, Rio de Janeiro, 2004. 181p. Tese (Doutorado).
- VIEIRA, G. E. G.; PEDROZA, M. M.; SOUSA, J. F.; PEDROZA, C. M. **O Processo de Pirólise como alternativa para o aproveitamento do potencial energético de lodo de esgoto – uma revisão.** *Revista Liberato*, Novo Hamburgo, v.12, n.17, p.01-106, jan./jun. 2011.

- VON SPERLING, M. **Introdução à qualidade das águas e ao tratamento de esgotos.**- 3ed. Belo Horizonte: Departamento de Engenharia Sanitária e Ambiental, Universidade Federal de Minas Gerais. v.1. 2005. 452p.
- WILDNER, L. B. A.; HILLIG, C. **Reciclagem de óleo comestível e fabricação de sabão como instrumentos de educação ambiental.** *Revista Eletrônica em Gestão, Educação e Tecnologia Ambiental*, v.5, n.5, p.813-824, 2012.
- WZOREK, M. **Characterisation of the properties of alternative fuels containing sewage sludge.** *Fuel processing technology*, v.104, p.80-89, 2012.
- XIA, X.; SUN, Y.; WU, K.; JIANG, Q. **Optimization of a straw ring-die briquetting process combined analytic hierarchy process and grey correlation analysis method.** *Fuel Processing Technology*, v.152, p.303-309, 2016.
- YANK, A.; NGADI, M.; KOK, R. **Physical properties of rice husk and bran briquettes under low pressure densification for rural applications.** *Biomass and Bioenergy*, v.84, p.22-30, 2016.
- YUAN, S.; DAI, Z.; ZHOU, Z.; CHEN, X.; YU, G.; WANG, F. **Rapid co-pyrolysis of rice straw and a bituminous coal in a high-frequency furnace and gasification of the residual char.** *Bioresource Technology*, v.109, p.188–197, 2012.
- YUAN, X.; HUANG, H.; ZENG, G.; LI, H.; WANG, J.; ZHOU, C.; ZHU, H; PEI, X; LIU, Z. **Total concentrations and chemical speciation of heavy metals in liquefaction residues of sewage sludge.** *Bioresource Technology*, v.102, n.5, p.4104-4110, 2011.
- ZHANG, B.; FU, P.; LIU, Y.; YUE, F.; CHEN, J.; ZHOU, H.; ZHENG, C. **Investigation on the ignition, thermal acceleration and characteristic temperatures of coal char combustion.** *Applied Thermal Engineering*, v.113, p.1303-1312, 2017.
- ZHU, W.; SONG, W.; LIN, W. **Catalytic gasification of char from co-pyrolysis of coal and biomass.** *Fuel Processing Technology*, v.89, p.890-896, 2008.

**APÊNDICE 1 - ANÁLISE DE VARIÂNCIA PARA O BRIQUETE-1 DO PLANEJAMENTO (DBC) – ANOVA.**

Primeiramente analisou-se a interação entre a umidade e o aglutinante. Como a interação foi significativa, fez-se o desdobramento destes fatores.

Tabela 1 - Análise de variância da resistência mecânica dos briquetes – 1, 100:0% lodo:finos de carvão.

	<b>Grau de Liberdade</b>	<b>Soma dos Quadrados</b>	<b>Quadros Médios</b>	<b>F<sub>calculado</sub></b>	<b>P-valor</b>
Bloco	1	111111	111111	13,647	0,001*
Umidade	2	1435772	717886	88,172	0,000*
Aglutinante	2	32906	16453	2,021	0,153 <sup>ns</sup>
Interação	4	137911	34478	4,235	0,009*
Resíduo	26	211689	8142		
Total	35	1929389			

\* : significativo à 5%; <sup>ns</sup> : não significativo à 5%

Como a interação entre a umidade e o aglutinante foi significativa, fez-se o desdobramento destes fatores, primeiramente o aglutinante dentro de cada nível de umidade e posteriormente a umidade dentro de cada nível de aglutinante.

Desdobrando a variável umidade dentro de cada nível de aglutinante, percebe-se que de acordo com o teste F, as médias de todos os fatores são estatisticamente diferentes, ou seja, significativos, apresentando p-valor abaixo de 0,05 como observado na Tabela 2.

Tabela 2 - Análise de variância desdobrando a umidade dentro de cada nível de aglutinante.

	<b>Grau de Liberdade</b>	<b>Soma dos Quadrados</b>	<b>Quadros Médios</b>	<b>F<sub>calculado</sub></b>	<b>P-valor</b>
Bloco	1	111111	111111	13,647	0,001*
0% de Aglutinante na Umidade	2	639266,67	319633,33	39,2579	0,000*
7,5% de Aglutinante na Umidade	2	747016,67	373508,33	45,8749	0,000*
15% de Aglutinante na Umidade	2	187400,00	93700,00	11,5084	0,0003*
Resíduo	26	211689	8142		
Total	35	1929389			

\* : significativo à 5%; <sup>ns</sup> : não significativo à 5%

A partir do teste de Tukey o primeiro desdobramento da umidade dentro do nível 0 de aglutinante pode ser observado na Tabela 3.

Tabela 3 - Teste de Tukey para a umidade dentro do nível 0 de aglutinante.

<b>Umidade (%)</b>	<b>Média da resistência mecânica</b>
--------------------	--------------------------------------

0	692,5a
6	277,5b
12	152,5b

Letras iguais representam igualdade estatística a nível de 5%.

O teste de Tukey mostrou que quando usado 6% ou 12% de umidade, a resistência mecânica do briquete diferiu significativamente daquela obtida no teste sem umidade. As resistências mecânicas obtidas com 6 e 12 % de umidade não diferiram estatisticamente entre si à nível de 5 % de significância. Percebe-se que com o aumento da umidade houve uma redução na resistência mecânica para esse nível de aglutinante.

O desdobramento da umidade dentro do nível 7,5 de aglutinante pode ser observado na Tabela 4.

Tabela 4 - Teste de Tukey para a umidade dentro do nível 7,5% de aglutinante.

<i>Umidade (%)</i>	<i>Média da resistência mecânica</i>
0	767,5a
6	357,5b
12	170,0c

Letras iguais representam igualdade estatística a nível de 5%.

Pelo teste de Tukey, percebe-se que quando a quantidade de aglutinante é 7,5%, os níveis de umidade 0%, 6% e 12% proporcionam diferenças significativas na resistência mecânica do briquete, ou seja, quanto maior a quantidade de água na mistura, menor a resistência para todos os níveis de água.

O desdobramento da umidade dentro do nível 15% de Aglutinante pode ser observado na Tabela 5.

Tabela 5 - Teste de Tukey para a umidade dentro do nível 15% de aglutinante.

<i>Umidade (%)</i>	<i>Média da resistência mecânica</i>
0	507,5a
6	377,5a
12	202,5b

Letras iguais representam igualdade estatística a nível de 5%.

De acordo com os resultados (teste de Tukey) apresentados na Tabela 5, percebe-se que quando a quantidade de aglutinante é 15%, os níveis de umidade 0% e 6% não são significativos. A diferença significativa na resistência mecânica do briquete, para 15% de aglutinante, ocorre apenas quando a quantidade de água adicionada a mistura foi de 12%, essa quantidade reduz a resistência do briquete o que não é viável comercialmente.

Da mesma maneira que foram realizados os desdobramentos da umidade dentro de cada nível de aglutinante, a análise de variância foi realizada para verificar os efeitos do aglutinante em cada nível de umidade.

Tabela 6 – Análise de variância desdobrando o aglutinante dentro de cada nível de umidade.

	<i>Grau de Liberdade</i>	<i>Soma dos Quadrados</i>	<i>Quadros Médios</i>	<i>F<sub>calculado</sub></i>	<i>P-valor</i>
Bloco	1	111111	111111	13,647	0,001*
0% de Umidade no Aglutinante	2	143266,7	71633,33	8,7981	0,001*
6% de Umidade no Aglutinante	2	22400,0	11200,00	1,3756	0,271 <sup>ns</sup>
12% de Umidade no Aglutinante	2	5150,0	2575,00	0,3163	0,732 <sup>ns</sup>
Resíduo	26	211689	8142		
Total	35	1929389			

\* : significativo à 5%; <sup>ns</sup> : não significativo à 5%

Os resultados da análise de variância (Tabela 6) mostraram que a interação entre os blocos foi significativa, ou seja, que a média da resistência mecânica dos briquetes imersos são estatisticamente diferentes dos briquetes não-imersos, considerando 5% de significância.

De acordo com os resultados do Teste F, as médias do fator aglutinante são estatisticamente iguais para os níveis 6 e 12% de umidade, sendo verificado no quadro de análise de variância como não significativos apresentando um p-valor maior que 0,05. A interação entre a umidade e o aglutinante foi significativa apenas para o nível 0% de umidade. Dessa forma o desdobramento do aglutinante dentro do nível 0 de umidade pode ser observado na Tabela 7.

Tabela 7 - Teste de Tukey para o aglutinante dentro do nível 0 de umidade.

<i>Aglutinante (%)</i>	<i>Média da resistência mecânica</i>
7,5	767,5a
0	692,5a
15	507,5b

Letras iguais representam igualdade estatística a nível de 5%.

Pelo teste de Tukey apresentados (Tabela 7), observa-se que quando a quantidade de aglutinante na composição do briquete for 0% ou 7,5%, a resistência não é significativamente alterada. Para esse nível de umidade a resistência mecânica do briquete é alterada somente quando se emprega 15% de aglutinante na composição do briquete.

## APÊNDICE 2 - ANÁLISE DE VARIÂNCIA PARA O BRIQUETE-2 DO PLANEJAMENTO (DBC) – ANOVA

A análise de variância do briquete – 2 com composição 85% lodo e 15% finos de carvão apresentaram diferença significativa entre os blocos assim como nos resultados obtidos com o briquete -1 (100% lodo). Isso representa que a imersão em óleo nas condições investigadas nesta tese, alteram significativamente a resistência mecânica dos briquetes. Essa diferença significativa, segundo o teste de Tukey, indica que esse procedimento (imersão em óleo quente) diminui a resistência mecânica do briquete.

Tabela 8 - Análise de variância da resistência mecânica dos briquetes – 2, 85:15% lodo:finos de carvão.

	<i>Grau de Liberdade</i>	<i>Soma dos Quadrados</i>	<i>Quadros Médios</i>	<i>F<sub>calculado</sub></i>	<i>P-valor</i>
Bloco	1	63336	63336	16,138	0,000*
Umidade	2	24267	12133	3,0916	0,062 <sup>ns</sup>
Aglutinante	2	112867	56433	14,3795	0,000*
Interação	4	26567	6642	1,6923	0,182 <sup>ns</sup>
Resíduo	26	102039	3925		
Total	35	329075			

\* : significativo à 5%; <sup>ns</sup> : não significativo à 5%

Na Tabela 8 a interação não é significativa, isso analisando os efeitos simples, representa que a imersão em óleo residual não altera a média da resistência para briquetes com esta composição (85:15% lodo:finos de carvão). De acordo com o Teste F, as medias do fator umidade são estatisticamente iguais. Para essa composição de briquete a quantidade de água na mistura não altera a resistência mecânica. Como a análise de variância demonstra um valor significativo para o aglutinante, aplica-se o teste de Tukey para esse fator.

Tabela 9 - Teste de Tukey para o aglutinante.

<i>Aglutinante (%)</i>	<i>Média da resistência mecânica</i>
15	257,5a
7,5	199,17a
0	120,83b

Letras iguais representam igualdade estatística a nível de 5%.

Os resultados do teste de Tukey para o briquete -2 (Tabela 9) mostram que na ausência de aglutinante (0%) a resistência do briquete é alterada significativamente, já para os níveis 7,5% e 15% são estatisticamente iguais.

Logo, conclui-se que para essa proporção de matéria prima a adição de umidade (H<sub>2</sub>O) seria um gasto desnecessário, não viável comercialmente.

### APÊNDICE 3 - ANÁLISE DE VARIÂNCIA PARA O BRIQUETE-3 DO PLANEJAMENTO (DBC) – ANOVA

O resultado da análise de variância para o briquete – 3 (50% lodo e 50% finos de carvão), revela que não houve interação entre os blocos, isso significa que a imersão em óleo nessa proporção na composição do briquete, não altera a resistência mecânica estatisticamente com 95% de confiança. Foram atribuídos valores de resistência 0 para os briquetes não formados.

Tabela 10 - Análise de variância da resistência mecânica dos briquetes – 3, 50:50% lodo:finos de carvão.

	<i>Grau de Liberdade</i>	<i>Soma dos Quadrados</i>	<i>Quadros Médios</i>	<i>F<sub>calculado</sub></i>	<i>P-valor</i>
Bloco	1	44	44	0,5	0,485 <sup>ns</sup>
Umidade	2	95939	47969	540,96	0,000*
Aglutinante	2	103406	51703	583,06	0,000*
Interação	4	54028	13507	152,32	0,000*
Resíduo	26	2306	89		
Total	35	255722			

\* : significativo à 5%; <sup>ns</sup> : não significativo à 5%

A interação entre a umidade e o aglutinante foi significativa, dessa forma, realizou-se o desdobramento dessa interação.

Tabela 11 - Análise de variância desdobrando a umidade dentro de cada nível de aglutinante.

	<i>Grau de Liberdade</i>	<i>Soma dos Quadrados</i>	<i>Quadros Médios</i>	<i>F<sub>calculado</sub></i>	<i>P-valor</i>
Bloco	1	44,44	44,44	0,5012	0,485 <sup>ns</sup>
0% de Aglutinante na Umidade	2	0,00	0,00	0,00	1,000 <sup>ns</sup>
7,5% de Aglutinante na Umidade	2	49616,67	24808,33	279,77	0,000*
15% de Aglutinante na Umidade	2	100350,00	50175,00	565,83	0,000*
Resíduo	26	2305,56	88,68		
Total	35	255722,22	7306,35		

\* : significativo à 5%; <sup>ns</sup> : não significativo à 5%

As medias do fator umidade dentro do nível 0 de Aglutinante de acordo com o teste F, são estatisticamente iguais, não sendo estatisticamente significativo. Dessa forma o teste de Tukey foi realizado apenas para os níveis de 7,5 e 15% de aglutinante.

Tabela 12 - Teste de Tukey para umidade dentro do nível 7.5% de aglutinante.

<i>Umidade (%)</i>	<i>Média da resistência mecânica</i>
12	140,0a
6	132,5a
0	000,0b

L Letras iguais representam igualdade estatística a nível de 5%.

Os resultados (Tabela 12) mostraram que não houve formação de briquete sem adição de água para o nível 7,5% de aglutinante. O teste de Tukey nos níveis 6% e 12% de umidade mostram que não houve diferença na produção de briquetes com essa composição de 50:50% lodo: finos de carvão.

Da mesma forma fez-se o desdobramento da umidade dentro do nível 15 de aglutinante e os resultados podem ser observados na Tabela 13.

Tabela 13 - Teste de Tukey para a umidade dentro do nível 15% de aglutinante.

<i>Umidade (%)</i>	<i>Média da resistência mecânica</i>
6	210,0a
12	172,5b
0	0,0c

Letras iguais representam igualdade estatística a nível de 5%.

Na Tabela13 os resultados indicam que mesmo tendo a quantidade máxima de aglutinante (15%) para o briquete – 3 (50% lodo de esgoto e 50% finos de carvão), não houve formação de briquete sem umidade. De acordo com o teste de Tukey os níveis 6% e 12% de umidade são estatisticamente diferentes para produção de briquetes com essa composição.

A Tabela 14 apresenta o desdobramento do aglutinante dentro de cada nível de umidade.

Tabela 14 - Análise de variância desdobrando o aglutinante dentro de cada nível de umidade.

	<i>Grau de Liberdade</i>	<i>Soma dos Quadrados</i>	<i>Quadros Médios</i>	<i>F calculado</i>	<i>P-valor</i>
Bloco	1	44	44	0,5	0,485 <sup>ns</sup>
Umidade	2	95939	47969	540,96	0,000*
0% de Umidade no Aglutinante	2	0,00	0,00	0,00	1,00 <sup>ns</sup>
6% de Umidade no Aglutinante	2	90216,67	45108,33	508,69	0,000*
12% de Umidade no Aglutinante	2	67216,67	33608,33	379,00	0,000*
Resíduo	26	2305,56	88,68		
Total	35	255722,22	7306,35		

\* : significativo à 5%; <sup>ns</sup> : não significativo à 5%

Para o Teste F, as medias do fator aglutinante dentro do nível 0 de umidade são estatisticamente iguais, não sendo significativo por meio do cálculo de variância. Para o nível 6 e 12% de umidade foram significativos apresentando um p-valor menor que 0,05. Dessa

forma, os resultados do desdobramento do aglutinante dentro do nível 6% de umidade encontram-se na Tabela 15 e para o nível 12% na Tabela 16.

Tabela 15 - Teste de Tukey para o aglutinante dentro do nível 6% de umidade.

<i>Aglutinante (%)</i>	<i>Média da resistência mecânica</i>
15	210,0a
7,5	132,5b
0	000,0c

Letras iguais representam igualdade estatística a nível de 5%.

A partir dos resultados apresentados na Tabela 15 é possível verificar que para o nível 6% de umidade não ocorre formação de briquete sem aglutinante na composição de 50% finos de carvão. O mesmo ocorre para o nível 12% de umidade (Tabela 16).

Tabela 16 - Teste de Tukey para o aglutinante dentro do nível 12% de umidade.

<i>Aglutinante (%)</i>	<i>Média da resistência mecânica</i>
15	172,5a
7,5	140,0b
0	000,0c

Letras iguais representam igualdade estatística a nível de 5%.

Logo percebe-se que quando a quantidade de lodo de esgoto for de 50:50% lodo:finos de carvão, os briquetes só serão formados em presença de umidade e aglutinante. Para os briquetes com 0:100% lodo:finos de carvão só foi produzido briquetes com o máximo de umidade (12%) e aglutinante (15%).

**APÊNDICE 4 - ANÁLISE DE VARIÂNCIA PARA AS VARIÁVEIS DEPENDENTES DENSIDADE, PODER CALORÍFICO E RESISTÊNCIA MECÂNICA DO PLANEJAMENTO (DCCR) - (ANOVA)**

O modelo é válido no nível de significância de 5% e representa os resultados experimentais obtidos dentro da faixa estabelecida nos níveis para as variáveis em estudo, sendo os resultados apresentados na Tabelas 17 (ANOVA)

Tabela 17 - ANOVA do DCCR para a densidade do briquete

	<b>Soma dos Quadrados</b>	<b>Grau de Liberdade</b>	<b>Quadrado Médio</b>	<b>F<sub>calculado</sub></b>	<b>p-valor</b>
<b>Mistura (L)</b>	0,010880	1	0,010880	2,044269	0,178296 <sup>ns</sup>
<b>Mistura (Q)</b>	0,000292	1	0,000292	0,054813	0,818838 <sup>ns</sup>
<b>Umidade (L)</b>	0,025807	1	0,025807	4,848929	0,047962*
<b>Umidade (Q)</b>	0,000422	1	0,000422	0,079301	0,783044 <sup>ns</sup>
<b>Pressão (L)</b>	0,009087	1	0,009087	1,707380	0,215814 <sup>ns</sup>
<b>Pressão (Q)</b>	0,005009	1	0,005009	0,941129	0,351136 <sup>ns</sup>
<b>Aditivo (L)</b>	0,025545	1	0,025545	4,799764	0,048934*
<b>Aditivo (Q)</b>	0,009029	1	0,009029	1,696516	0,217188 <sup>ns</sup>
<b>Mistura e Umidade</b>	0,001278	1	0,001278	0,240137	0,632944 <sup>ns</sup>
<b>Mistura e Pressão</b>	0,001351	1	0,001351	0,253759	0,623560 <sup>ns</sup>
<b>Mistura e Aditivo</b>	0,000068	1	0,000068	0,012788	0,911832 <sup>ns</sup>
<b>Umidade e Pressão</b>	0,000138	1	0,000138	0,025941	0,874725 <sup>ns</sup>
<b>Umidade e Aditivo</b>	0,004590	1	0,004590	0,862435	0,371362 <sup>ns</sup>
<b>Pressão e Aditivo</b>	0,003752	1	0,003752	0,704887	0,417559 <sup>ns</sup>
<b>Erro</b>	0,063867	12	0,005322		
<b>Total</b>	0,158145	26			

(L) : efeito linear; (Q) efeito quadrático; \* : significativo à 5%; <sup>ns</sup> : não significativo à 5%.

Pela ANOVA, as variáveis umidade e aditivo apresentaram  $F_{cal} > F_{tab}$ , indicando maior significância para a densidade do briquete. Pela análise estatística (Tabela17), verifica-se que quanto maior o  $F_{calculado}$ , mais significativo é o valor de p-valor, o que demonstra coerência na análise. Esses resultados também são verificados no gráfico de Pareto da Fig. 4.9 (a).

Para o estudo da influência dos fatores mistura, pressão, umidade e aditivo no poder calorífico, foi realizada a análise de variância a partir dos dados obtidos no DCCR, e os resultados podem ser observados na Tabela 18.

Tabela18 - ANOVA do planejamento DCCR para o poder calorífico dos briquetes

	Soma dos Quadrados	Grau de Liberdade	Quadrado Médio	F <sub>calculado</sub>	p-valor
<b>Mistura (L)</b>	11,11393	1	11,11393	17,04264	0,001400*
<b>Mistura (Q)</b>	0,02162	1	0,02162	0,03315	0,858565 <sup>ns</sup>
<b>Umidade (L)</b>	1,02341	1	1,02341	1,56935	0,234164 <sup>ns</sup>
<b>Umidade (Q)</b>	0,90274	1	0,90274	1,38431	0,262181 <sup>ns</sup>
<b>Pressão (L)</b>	0,01664	1	0,01664	0,02552	0,875734 <sup>ns</sup>
<b>Pressão (Q)</b>	0,13384	1	0,13384	0,20524	0,658604 <sup>ns</sup>
<b>Aditivo (L)</b>	7,62979	1	7,62979	11,69990	0,005074*
<b>Aditivo (Q)</b>	0,02676	1	0,02676	0,04103	0,842866 <sup>ns</sup>
<b>Mistura e Umidade</b>	0,17264	1	0,17264	0,26474	0,616230 <sup>ns</sup>
<b>Mistura e Pressão</b>	0,27301	1	0,27301	0,41864	0,529798 <sup>ns</sup>
<b>Mistura e Aditivo</b>	0,64481	1	0,64481	0,98878	0,339669 <sup>ns</sup>
<b>Umidade e Pressão</b>	0,88172	1	0,88172	1,35207	0,267518 <sup>ns</sup>
<b>Umidade e Aditivo</b>	0,01501	1	0,01501	0,02301	0,881948 <sup>ns</sup>
<b>Pressão e Aditivo</b>	0,01809	1	0,01809	0,02774	0,870494 <sup>ns</sup>
<b>Erro</b>	7,82550	12	0,65212		
<b>Total</b>	30,81986	26			

(L) : efeito linear; (Q) efeito quadrático; \* : significativo à 5%; <sup>ns</sup> : não significativo à 5%.

Pela ANOVA as variáveis mistura e aditivo apresentaram  $F_{cal} > F_{tab}$ , indicando maior significância no poder calorífico do briquete.

A partir dos resultados apresentados na Tabela18, verifica-se que existem duas variáveis significativas neste tratamento, sendo estas a mistura e o aditivo. Essas variáveis apresentaram um menor p-valor admitindo maior significância.

Na Tabela 19, percebe-se que não houveram fatores significativos nos resíduos resultantes da queima do material por esse planejamento estatístico. Nenhuma variável apresentou significância, ou seja, não apresentaram p-valor menor que 0,05. Porém por meio da matriz de Pearson Fig. 4.14, foi possível identificar uma correlação linear dos resíduos com o poder calorífico, quanto mais resíduos menor o poder calorífico.

Tabela 19 - ANOVA para o planejamento DCCR dos resíduos resultantes da queima dos briquetes

	<b>SQ</b>	<b>Gl</b>	<b>QM</b>	<b>F</b>	<b>p-valor</b>
<b>Mistura (L)</b>	79,4248	1	79,42482	4,458636	0,056376 <sup>ns</sup>
<b>Mistura (Q)</b>	38,2704	1	38,27041	2,148369	0,168429 <sup>ns</sup>
<b>Umidade (L)</b>	13,7713	1	13,77135	0,773076	0,396533 <sup>ns</sup>
<b>Umidade (Q)</b>	44,5060	1	44,50601	2,498414	0,139946 <sup>ns</sup>
<b>Pressão (L)</b>	0,1262	1	0,12615	0,007082	0,934323 <sup>ns</sup>
<b>Pressão (Q)</b>	3,3180	1	3,31801	0,186262	0,673699 <sup>ns</sup>
<b>Aditivo (L)</b>	53,4613	1	53,46135	3,001136	0,108804 <sup>ns</sup>
<b>Aditivo (Q)</b>	8,2502	1	8,25021	0,463138	0,509079 <sup>ns</sup>
<b>Mistura e Umidade</b>	0,8372	1	0,83723	0,046999	0,832012 <sup>ns</sup>
<b>Mistura e Pressão</b>	0,0552	1	0,05522	0,003100	0,956514 <sup>ns</sup>
<b>Mistura e Aditivo</b>	0,0210	1	0,02103	0,001180	0,973159 <sup>ns</sup>
<b>Umidade e Pressão</b>	3,7442	1	3,74422	0,210188	0,654812 <sup>ns</sup>
<b>Umidade e Aditivo</b>	2,7060	1	2,70602	0,151907	0,703549 <sup>ns</sup>
<b>Pressão e Aditivo</b>	0,9312	1	0,93123	0,052276	0,823000 <sup>ns</sup>
<b>Erro</b>	213,7644	12	17,81370		
<b>Total</b>	433,3467	26			

(L) : efeito linear; (Q) efeito quadrático;

Foi realizada a ANOVA para verificar a influência das variáveis independentes e seus efeitos na resistência mecânica dos briquetes, os resultados podem ser observados na Tabela 20.

Tabela 20 - ANOVA no DCCR para a resistência mecânica dos briquetes

	<b>SQ</b>	<b>GI</b>	<b>QM</b>	<b>F</b>	<b>p-valor</b>
<b>Mistura (L)</b>	157464	1	157464,0	3,26825	0,095746 <sup>ns</sup>
<b>Mistura (Q)</b>	68705	1	68705,3	1,42602	0,255487 <sup>ns</sup>
<b>Umidade (L)</b>	550854	1	550854,0	11,43328	0,005455*
<b>Umidade (Q)</b>	30805	1	30805,3	0,63938	0,439477 <sup>ns</sup>
<b>Pressão (L)</b>	45067	1	45066,7	0,93538	0,352556 <sup>ns</sup>
<b>Pressão (Q)</b>	25025	1	25025,3	0,51941	0,484895 <sup>ns</sup>
<b>Aditivo (L)</b>	216	1	216,0	0,00448	0,947719 <sup>ns</sup>
<b>Aditivo (Q)</b>	13601	1	13601,3	0,28230	0,604891 <sup>ns</sup>
<b>Mistura e Umidade</b>	356409	1	356409,0	7,39747	0,018614*
<b>Mistura e Pressão</b>	169	1	169,0	0,00351	0,953747 <sup>ns</sup>
<b>Mistura e Aditivo</b>	27225	1	27225,0	0,56507	0,466713 <sup>ns</sup>
<b>Umidade e Pressão</b>	625	1	625,0	0,01297	0,911204 <sup>ns</sup>
<b>Umidade e Aditivo</b>	18225	1	18225,0	0,37827	0,550016 <sup>ns</sup>
<b>Pressão e Aditivo</b>	3721	1	3721,0	0,07723	0,785815 <sup>ns</sup>
<b>Erro</b>	578158	12	48179,9		
<b>Total</b>	1818443	26			

(L) : efeito linear; (Q) efeito quadrático; \* : significativo à 5%; <sup>ns</sup> : não significativo à 5%.

As variáveis significativas pela ANOVA da resistência mecânica foram a umidade e a interação da umidade com a mistura. Efeitos negativos (Tabela 3 do apêndice 5) causados pela umidade, ou seja, quanto mais umidade menor a resistência mecânica. Efeitos positivos (Tabela 3 do apêndice 5), quanto a interação da umidade com a mistura, sendo que com os finos de carvão a umidade contribui para o aumento da resistência mecânica.

## **APÊNDICE 5 - TABELA DE EFEITOS PARA A DENSIDADE, PODER CALORÍFICO E RESISTÊNCIA MECÂNICA DO PLANEJAMENTO (DCCR)**

Pela análise (Tabela 1) de efeitos para a densidade foi possível identificar a umidade e o aditivo como as duas variáveis independentes significativas a 95% de confiança.

Com a análise de efeitos da Tabela 2 para o poder calorífico dos briquetes, foi possível identificar que a mistura (quantidade de finos de carvão) e o aditivo são as duas variáveis independentes significativas a 95% de confiança. A mistura e o aditivo apresentaram os maiores efeitos significativos, mostrando influência positiva. Todas as outras variáveis foram não significativas, ou seja apresentaram um p-valor acima de 0,05.

A partir dos resultados apresentados na Tabela 3 identifica-se que a mistura e a umidade/mistura como variáveis significativas para a resistência mecânica, com os menores p-valor.

O modelo é válido no nível de significância de 5% e tem representatividade para os resultados experimentais obtidos dentro da faixa estabelecida nos níveis para as variáveis em estudo conforme os resultados apresentados nas tabelas 1, 2 e 3.

Tabela 1 - Efeitos do DCCR para a densidade do briquete.

	Efeito	Erro Padrão	Pareto	P	-95%	+95%	Coefficiente	Erro Padrão	-95%	+95%
<b>Média</b>	<b>1,278000</b>	<b>0,042120</b>	<b>30,34207</b>	<b>0,000000</b>	<b>1,186229</b>	<b>1,369771</b>	<b>1,278000</b>	<b>0,042120</b>	<b>1,186229</b>	<b>1,369771</b>
Mistura (L)	-0,042583	0,029783	-1,42978	0,178296	-0,107475	0,022309	-0,021292	0,014892	-0,053738	0,011154
Mistura (Q)	0,007396	0,031590	0,23412	0,818838	-0,061432	0,076224	0,003698	0,015795	-0,030716	0,038112
<b>Umidade (L)</b>	<b>-0,065583</b>	<b>0,029783</b>	<b>-2,20203</b>	<b>0,047962</b>	<b>-0,130475</b>	<b>-0,000691</b>	<b>-0,032792</b>	<b>0,014892</b>	<b>-0,065238</b>	<b>-0,000346</b>
Umidade (Q)	0,008896	0,031590	0,28160	0,783044	-0,059932	0,077724	0,004448	0,015795	-0,029966	0,038862
Pressão (L)	0,038917	0,029783	1,30667	0,215814	-0,025975	0,103809	0,019458	0,014892	-0,012988	0,051904
Pressão (Q)	0,030646	0,031590	0,97012	0,351136	-0,038182	0,099474	0,015323	0,015795	-0,019091	0,049737
<b>Aditivo (L)</b>	<b>-0,065250</b>	<b>0,029783</b>	<b>-2,19084</b>	<b>0,048934</b>	<b>-0,130142</b>	<b>-0,000358</b>	<b>-0,032625</b>	<b>0,014892</b>	<b>-0,065071</b>	<b>-0,000179</b>
Aditivo (Q)	0,041146	0,031590	1,30250	0,217188	-0,027682	0,109974	0,020573	0,015795	-0,013841	0,054987
Mistura e Umidade	0,017875	0,036477	0,49004	0,632944	-0,061601	0,097351	0,008937	0,018238	-0,030801	0,048676
Mistura e Pressão	0,018375	0,036477	0,50375	0,623560	-0,061101	0,097851	0,009188	0,018238	-0,030551	0,048926
Mistura e Aditivo	0,004125	0,036477	0,11309	0,911832	-0,075351	0,083601	0,002063	0,018238	-0,037676	0,041801
Umidade e Pressão	0,005875	0,036477	0,16106	0,874725	-0,073601	0,085351	0,002938	0,018238	-0,036801	0,042676
Umidade e Aditivo	-0,033875	0,036477	-0,92867	0,371362	-0,113351	0,045601	-0,016937	0,018238	-0,056676	0,022801
Pressão e Aditivo	0,030625	0,036477	0,83958	0,417559	-0,048851	0,110101	0,015313	0,018238	-0,024426	0,055051

Tabela 2 - Tabela de efeitos para o DCCR do poder calorífico.

	Efeito	Erro Padrão	Pareto	P	-95%	+95%	Coefficiente	Erro Padrão	-95%	+95%
<b>Média</b>	<b>13,42667</b>	<b>0,466235</b>	<b>28,79808</b>	<b>0,000000</b>	<b>12,41083</b>	<b>14,44250</b>	<b>13,42667</b>	<b>0,466235</b>	<b>12,41083</b>	<b>14,44250</b>
<b>Mistura (L)</b>	<b>1,36100</b>	<b>0,329678</b>	<b>4,12827</b>	<b>0,001400</b>	<b>0,64269</b>	<b>2,07931</b>	<b>0,68050</b>	<b>0,164839</b>	<b>0,32135</b>	<b>1,03965</b>
<b>Mistura (Q)</b>	0,06367	0,349676	0,18207	0,858565	-0,69821	0,82555	0,03183	0,174838	-0,34911	0,41277
<b>Umidade (L)</b>	0,41300	0,329678	1,25274	0,234164	-0,30531	1,13131	0,20650	0,164839	-0,15265	0,56565
<b>Umidade (Q)</b>	0,41142	0,349676	1,17657	0,262181	-0,35046	1,17330	0,20571	0,174838	-0,17523	0,58665
<b>Pressão (L)</b>	-0,05267	0,329678	-0,15975	0,875734	-0,77097	0,66564	-0,02633	0,164839	-0,38549	0,33282
<b>Pressão (Q)</b>	0,15842	0,349676	0,45304	0,658604	-0,60346	0,92030	0,07921	0,174838	-0,30173	0,46015
<b>Aditivo (L)</b>	<b>1,12767</b>	<b>0,329678</b>	<b>3,42051</b>	<b>0,005074</b>	<b>0,40936</b>	<b>1,84597</b>	<b>0,56383</b>	<b>0,164839</b>	<b>0,20468</b>	<b>0,92299</b>
<b>Aditivo (Q)</b>	-0,07083	0,349676	-0,20257	0,842866	-0,83271	0,69105	-0,03542	0,174838	-0,41636	0,34552
<b>Mistura e Umidade</b>	-0,20775	0,403771	-0,51452	0,616230	-1,08749	0,67199	-0,10388	0,201886	-0,54375	0,33600
<b>Mistura e Pressão</b>	0,26125	0,403771	0,64702	0,529798	-0,61849	1,14099	0,13063	0,201886	-0,30925	0,57050
<b>Mistura e Aditivo</b>	-0,40150	0,403771	-0,99438	0,339669	-1,28124	0,47824	-0,20075	0,201886	-0,64062	0,23912
<b>Umidade e Pressão</b>	-0,46950	0,403771	-1,16279	0,267518	-1,34924	0,41024	-0,23475	0,201886	-0,67462	0,20512
<b>Umidade e Aditivo</b>	0,06125	0,403771	0,15169	0,881948	-0,81849	0,94099	0,03063	0,201886	-0,40925	0,47050
<b>Pressão e Aditivo</b>	-0,06725	0,403771	-0,16655	0,870494	-0,94699	0,81249	-0,03363	0,201886	-0,47350	0,40625

(L) : efeito linear; (Q) efeito quadrático;

Tabela 3 - Tabela de efeitos para o DCCR na resistência mecânica.

	<b>Efeito</b>	<b>Erro Padrão</b>	<b>Pareto</b>	<b>P</b>	<b>-95%</b>	<b>+95%</b>	<b>Coefficiente</b>	<b>Erro Padrão</b>	<b>-95%</b>	<b>+95%</b>
<b>Média</b>	<b>340,000</b>	<b>126,7279</b>	<b>2,68291</b>	<b>0,019929</b>	<b>63,884</b>	<b>616,116</b>	<b>340,000</b>	<b>126,7279</b>	<b>63,884</b>	<b>616,1163</b>
<b>Mistura (L)</b>	-162,000	89,6101	-1,80783	0,095746	-357,244	33,244	-81,000	44,8051	-178,622	16,6219
<b>Mistura (Q)</b>	113,500	95,0459	1,19416	0,255487	-93,587	320,587	56,750	47,5230	-46,794	160,2936
<b>Umidade (L)</b>	<b>-303,000</b>	<b>89,6101</b>	<b>-3,38131</b>	<b>0,005455</b>	<b>-498,244</b>	<b>-107,756</b>	<b>-151,500</b>	<b>44,8051</b>	<b>-249,122</b>	<b>-53,8781</b>
<b>Umidade (Q)</b>	76,000	95,0459	0,79961	0,439477	-131,087	283,087	38,000	47,5230	-65,544	141,5436
<b>Pressão (L)</b>	-86,667	89,6101	-0,96715	0,352556	-281,910	108,577	-43,333	44,8051	-140,955	54,2885
<b>Pressão (Q)</b>	68,500	95,0459	0,72070	0,484895	-138,587	275,587	34,250	47,5230	-69,294	137,7936
<b>Aditivo (L)</b>	-6,000	89,6101	-0,06696	0,947719	-201,244	189,244	-3,000	44,8051	-100,622	94,6219
<b>Aditivo (Q)</b>	50,500	95,0459	0,53132	0,604891	-156,587	257,587	25,250	47,5230	-78,294	128,7936
<b>Mistura e Umidade</b>	<b>298,500</b>	<b>109,7496</b>	<b>2,71983</b>	<b>0,018614</b>	<b>59,376</b>	<b>537,624</b>	<b>149,250</b>	<b>54,8748</b>	<b>29,688</b>	<b>268,8119</b>
<b>Mistura e Pressão</b>	-6,500	109,7496	-0,05923	0,953747	-245,624	232,624	-3,250	54,8748	-122,812	116,3119
<b>Mistura e Aditivo</b>	82,500	109,7496	0,75171	0,466713	-156,624	321,624	41,250	54,8748	-78,312	160,8119
<b>Umidade e Pressão</b>	-12,500	109,7496	-0,11390	0,911204	-251,624	226,624	-6,250	54,8748	-125,812	113,3119
<b>Umidade e Aditivo</b>	67,500	109,7496	0,61504	0,550016	-171,624	306,624	33,750	54,8748	-85,812	153,3119
<b>Pressão e Aditivo</b>	-30,500	109,7496	-0,27791	0,785815	-269,624	208,624	-15,250	54,8748	-134,812	104,3119

