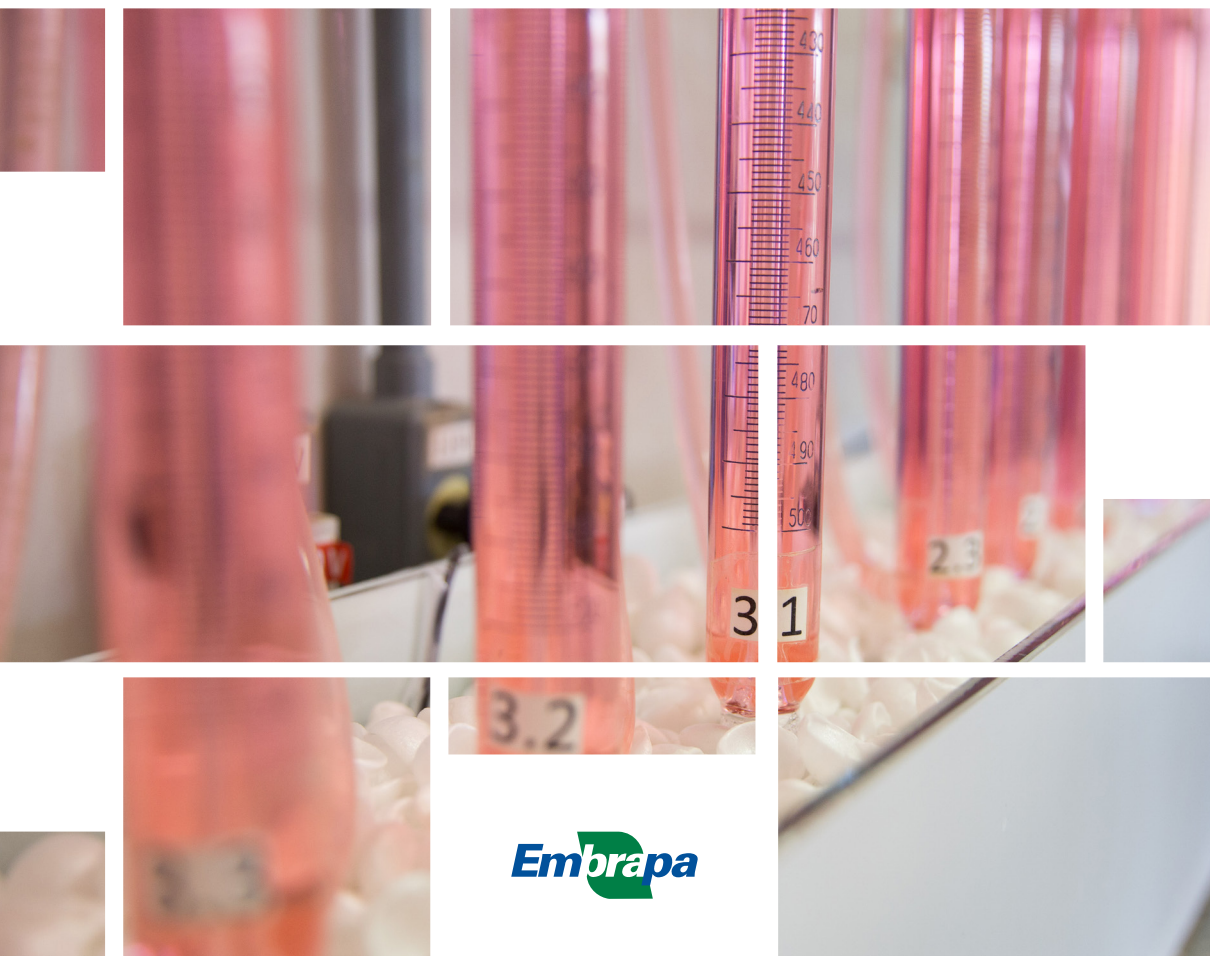


Estudo interlaboratorial em digestão anaeróbia

Relato de atividades e desempenho
dos laboratórios em 2018-2019



**Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária
Embrapa Suínos e Aves
Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento**

DOCUMENTOS 214

Estudo interlaboratorial em digestão anaeróbia

Relato de atividades e desempenho dos laboratórios em 2018-2019

*Ricardo Luís Radis Steinmetz
Evandro Carlos Barros
Airton Kunz
Fabiane Goldschmidt Antes
Taís Carla Gaspareto
Deisi Cristina Tapparo
Rafael Favretto
João Fernando Ferri da Silva
Bruno Venturin
Gabriela Bonassa
Helga Cristina Fuhrmann Dinnebier
Alice Chiapetti Bolsan
Eduarda Gabriela Teixeira*

Autores

Embrapa Suínos e Aves
Concórdia, SC
2020

Exemplares desta publicação podem ser adquiridos na:

Embrapa Suínos e Aves
Rodovia BR 153 - KM 110
Caixa Postal 321
89.715-899, Concórdia, SC
Fone: (49) 3441 0400
Fax: (49) 3441 0497
www.embrapa.br
www.embrapa.br/fale-conosco/sac

Comitê Local de Publicações
da Embrapa Suínos e Aves

Presidente
Marcelo Miele

Secretária-Executiva
Tânia Maria Biavatti Celant

Membros
Airton Kunz
Clarissa Silveira Luiz Vaz
Gerson Neudi Scheuermann
Jane de Oliveira Peixoto
Monalisa Leal Pereira

Supervisão editorial
Tânia Maria Biavatti Celant

Revisão técnica
Martha Mayumi Higarashi
Rodrigo da Silveira Nicoloso

Revisão de texto
Lucas Scherer Cardoso

Normalização bibliográfica
Claudia Antunes Arrieche

Projeto gráfico da coleção
Carlos Eduardo Felice Barbeiro

Editoração eletrônica
Vivian Fracasso

Foto da capa
Lucas Scherer Cardoso

1ª edição
Versão eletrônica (2020)

Todos os direitos reservados.

A reprodução não autorizada desta publicação, no todo ou em parte,
constitui violação dos direitos autorais (Lei nº 9.610).

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)
Embrapa Suínos e Aves

Estudo interlaboratorial em digestão anaeróbia: relato de atividades e desempenho
dos laboratórios em 2018-2019/ Ricardo Luís Radis Steinmetz ... [et al.]. - Concórdia:
Embrapa Suínos e Aves, 2020.

56 p.; 21 cm. (Documentos / Embrapa Suínos e Aves, ISSN 01016245; 214).

1. Análise laboratorial. 2. Digestão anaeróbica. 3. Biogás. 4. Tecnologia. 5. laboratório.
6. Boas Práticas. I. Título. II. Série. III. Steinmetz, Ricardo Luís Radis. IV. Barros, Evandro
Carlos. V. Kunz, Airton. VI. Antes, Fabiane Goldschmidt. VII. Gaspareto, Tais Carla. VIII.
Tapparo, Deisi Cristina. IX. Favretto, Rafael. X. Silva, João Fernando Ferri da. XI. Venturin,
Bruno. XII. Bonassa, Gabriela. XIII. Dinnebier, Helga Cristina Fuhrmann. XIV. Bolsan, Alice
Chiapetti. XV. Teixeira, Eduarda Teixeira.

CDD. 547.3

Autores

Airton Kunz

Químico industrial, doutor em Química, pesquisador da Embrapa Suínos e Aves, Concórdia, SC

Alice Chiapetti Bolsan

Graduanda em Ciências Biológicas pela Universidade do Oeste de Santa Catarina, Joaçaba, SC

Bruno Venturin

Engenheiro ambiental e sanitária, mestre em Ciência e Tecnologia Ambiental, doutorando do programa de pós-graduação em Engenharia Agrícola da Universidade Estadual do Oeste do Paraná, Cascavel, PR

Deisi Cristina Tapparo

Engenheira sanitária e ambiental, mestre em Engenharia Agrícola, doutoranda do programa de pós-graduação em Engenharia Agrícola da Universidade Estadual do Oeste do Paraná, Cascavel, PR

Eduarda Gabriela Teixeira

Graduanda em Biologia pela Universidade do Oeste de Santa Catarina, Joaçaba, SC

Evandro Carlos Barros

Engenheiro agrônomo, mestre em Fisiologia Vegetal, analista da Embrapa Suínos e Aves, Concórdia, SC

Fabiane Goldschmidt Antes

Química industrial, doutora em Química, analista da Embrapa Suínos e Aves, Concórdia, SC

Gabriela Bonassa

Graduada em Tecnologia em Biocombustíveis com habilitação em Química, mestre em Engenharia de Energia na Agricultura, doutoranda do programa de pós-graduação em Engenharia Agrícola da Universidade Estadual do Oeste do Paraná, Cascavel, PR

Helga Cristina Fuhrmann Dinnebier

Engenheira sanitaria e ambiental, mestre em Ciência e Tecnologia Ambiental, técnica laboratorista no Complexo Laboratorial de Ciência e Tecnologia (CLCT) da Universidade do Contestado, Concórdia, SC

João Fernando Ferri da Silva

Engenheiro sanitaria e ambiental, mestrando do programa de pós-graduação em Engenharia Agrícola da Universidade Estadual do Oeste do Paraná, Cascavel, PR

Rafael Favretto

Engenheiro sanitaria e ambiental, mestre em Ciências Ambientais, Universidade do Estado de Santa Catarina, Lages, SC

Ricardo Luís Radis Steinmetz

Químico industrial, doutor em Engenharia Química, analista da Embrapa Suínos e Aves, Concórdia, SC

Taís Carla Gaspareto

Engenheira sanitaria e ambiental, mestre em Ciência e Tecnologia Ambiental pela Universidade Federal da Fronteira Sul, Erechim, RS

Apresentação

A Embrapa Suínos e Aves, como uma das ações do projeto Biogásfert, iniciou em 2013 ensaios interlaboratoriais com vistas a identificar e solidificar uma rede colaborativa brasileira de ensaios em laboratório para digestão anaeróbia.

Em 2017 esta rede foi expandida à América Latina e Caribe com a participação de laboratórios de diferentes instituições de fora do Brasil. O principal objetivo desta rede tem sido uniformizar as metodologias envolvendo os estudos em digestão anaeróbia, assim, gerando robustez e confiabilidade aos processos em nível de laboratório.

Isso contribui para o aumento da segurança e confiabilidade dos dados fornecidos pelos laboratórios, que atuam tanto em pesquisa quanto em prestação de serviço, possibilitando reflexo na qualidade dos projetos de P&D&I.

Outro ponto importante diz respeito a geração de dados com maior rigor analítico e segurança técnica para subsidiar os processos de tomada de decisão para novas unidades geradoras de biogás ou a intervenção em plantas já existentes.

O que é apresentado aqui neste documento é o resultado da quarta edição deste estudo interlaboratorial com 26 laboratórios inscritos.

Desejamos uma boa leitura a todos!

Airton Kunz

Chefe Adjunto de Pesquisa e Desenvolvimento da Embrapa Suínos e Aves

Sumário

Introdução.....	9
Objetivos.....	9
Metodologia.....	10
Cadastramento e forma de participação	10
Cronograma, tipos de amostras e parâmetros ensaiados	13
Teste de homogeneidade e estabilidade.....	15
Avaliação de desempenho dos laboratórios	15
Índice de participação	16
Resultados.....	17
Resultados dos ensaios de homogeneidade e estabilidade	17
Resultados para amostra sintética (celulose microcristalina).....	18
Resultados amostra natural A (Café).....	31
Resultados amostra natural B (Farinha de milho).....	42

Comentários e considerações finais	54
Parâmetros ST, SV e relação SV/ST.....	54
Parâmetros PBB e PBM.....	55
Considerações finais	55
Referências	56

Introdução

O Estudo Interlaboratorial em Digestão Anaeróbia surgiu em 2014 com o intuito de conhecer a capacidade analítica dos laboratórios brasileiros que realizam bioensaios cinéticos de digestão anaeróbia e que possam vir a contribuir para produzir dados técnicos sobre os potenciais de produção de biogás e/ou biometano. Entre 2014 e 2016, participaram do estudo 30 laboratórios do Brasil.

Em 2017 foi iniciada a colaboração com Red de Biodigestores para Latin America y el Caribe (RedBioLAC) agregando especialistas da América Latina, por intermédio do grupo de trabalho de laboratório, que culminou no encontro presencial e distribuição de amostras durante o X Encontro da RedBioLAC que aconteceu em outubro de 2018, em Foz do Iguaçu/Brasil (www.redbiolac.org/encuentros).

O Estudo Interlaboratorial é financiado pelo projeto Rede BiogásFert – “Tecnologias para produção e uso de biogás e fertilizantes a partir do tratamento de dejetos animais no âmbito do Plano ABC” (www.embrapa.br/sui-nos-e-aves/biogasfert). As informações apresentadas neste relatório são os resultados de atividades realizadas na 4ª edição do estudo, realizada no período 2018/2019, e apresenta o desempenho dos laboratórios participantes.

Objetivos

O Ensaio Interlaboratorial em Digestão Anaeróbia tem o propósito de:

- Conhecer o estado atual de desempenho (eficácia e eficiência) dos laboratórios que desenvolvam atividades de pesquisa e/ou análises na área de digestão anaeróbia e afins;
- Harmonizar procedimentos analíticos e estudos cinéticos anaeróbios;
- Monitorar continuamente o desempenho dos laboratórios;
- Propiciar subsídios aos laboratórios para a identificação e solução de problemas analíticos;

- Permitir a integração e troca de informações entre os laboratórios participantes;
- Agregar valor ao controle da qualidade dos laboratórios.

Metodologia

Cadastramento e forma de participação

A inscrição dos laboratórios foi realizada por meio do preenchimento de cadastro eletrônico que continha informações básicas sobre cada instituição/laboratório, além de descrição da metodologia utilizada por cada participante. A participação dos laboratórios foi voluntária, sem custos de inscrição. A coleta, o preparo, embalagem, ensaios de homogeneidade e estabilidade, além da distribuição de amostras foram custeados pelo Projeto Rede BiogásFert e realizados no Laboratório de Estudos em Biogás da Embrapa Suínos e Aves, em Concórdia/SC/Brasil. Na Tabela 1 são identificados os laboratórios inscritos, em ordem alfabética.

Ao total inscreveram-se 26 laboratórios. Destes, 25 tiveram oportunidade de receber as amostras geradas no estudo. Os laboratórios foram identificados de forma aleatória (por sorteio) com códigos entre 01 a 25. Para fins de confidencialidade e rastreabilidade, todas as tratativas (ex.: envio de amostras, comunicação de resultados e relatórios) foram identificadas com base no código de cada laboratório, sendo que, somente o próprio laboratório foi informado de seu código. As letras “A” e “B” identificam a diferença de metodologias praticadas pelo mesmo laboratório, ou seja, quando o laboratório utilizou dois métodos distintos para analisar as amostras.

Após realização dos ensaios, os laboratórios comunicaram os resultados de três repetições para cada ensaio realizado por intermédio de formulário eletrônico. Os resultados foram compilados pela equipe organizadora do estudo conforme descrito no item “Avaliação de desempenho dos laboratórios”.

Tabela 1. Relação dos laboratórios inscritos, em ordem alfabética.

Instituição	Departamento/Laboratório	País	Nome do representante
Biotechal	Laboratório	Brasil	Simony Camila Fabris
Centro Internacional de Energias Renováveis - Biogás (CIBiogás-ER)	Laboratório de Biogás	Brasil	Juliana Gaio Somer
Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária - Embrapa Gado de Leite	Laboratório de Microbiologia do Leite	Brasil	Marcelo Henrique Otenio
Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária - Embrapa Suínos e Aves	Laboratório de Estudos em Biogás	Brasil	Ricardo Luis Radis Steinmetz
Fundação Universidade Regional de Blumenau - FURB	Programa de Pós-Graduação em Engenharia Ambiental	Brasil	Joel Dias da Silva
Instituto de Investigaciones Biológicas Clemente Estable	Laboratorio de Ecología Microbiana	Uruguai	Victoria de la Sovera Martínez
Instituto de Tecnologia para o Desenvolvimento - LACTEC	Laboratório de Tratamento de Resíduos e Aproveitamento Energético	Brasil	Thiago Carvalho de Mello
Instituto Federal de Goiás/Universidade Federal de Goiás	Departamento de Química IFG Escola de Agronomia UFG	Brasil	Sérgio Botelho de Oliveira
Instituto Nacional de Tecnología Agropecuaria - INTA	Laboratório de Calidad de Suelos Agua y Alimentos	Argentina	Mariano Butti
NETUM Valorización de Residuos	NETUM	Uruguai	Guillermo Zinola
Universidad de Piura*	Laboratorio de Sistemas Automáticos de Control	Peru	Luis Torres
Universidad EARTH	CIDER	Costa Rica	Joaquin Viquez Arias
Universidad Industrial de Santander	Laboratorio de Biotecnología	Colômbia	Liliana Castro
Universidad Nacional de Cuyo	Facultad de Ciencias Agrarias - Laboratorio de Química General e Inorgánica	Argentina	Andrea Roxana Hidalgo

Continua...

Tabela 1. Continuação.

Instituição	Departamento/Laboratório	País	Nome do representante
Universidad Nacional de Villa María - CIT Conicet	Laboratorio Ciencias Basicas y Aplicadas	Argentina	Maria Jose Galvan
Universidad Nacional del Centro de la Provincia de Buenos Aires	Facultad de Ingeniería Laboratorio de Bioenergía	Argentina	Verónica Córdoba
Universidad Técnica Federico Santa María	Laboratorio de valorización de residuos	Chile	Andrea Carvajal - Valentina Wyman
Universidade do Vale do Taquari - UNIVATES	Laboratório de Biorreatores Tecnovates	Brasil	Odorico Konrad
Universidade Estadual de Ponta Grossa - UEPG	Engenharia Civil/Saneamento	Brasil	Maria Magdalena Ribas Dóll
Universidade Estadual do Oeste do Paraná - UNIOESTE	Laboratório de Análise de Resíduos Agroindustriais	Brasil	Mônica Sarolli Silva de Mendonça Costa
Universidade Federal de Minas Gerais - UFMG	Departamento de Engenharia Sanitária e Ambiental	Brasil	Claúdio Leite de Souza
Universidade Federal de Pernambuco - UFPE	Centro de Tecnologia e Geociências Grupo de Resíduos Sólidos	Brasil	José Fernando Thomé Jucá
Universidade Federal do ABC - UFABC	Centro de Engenharia, Modelagem e Ciências Sociais Aplicadas - Laboratório de Análise e Caracterização da Biomassa	Brasil	Gilberto Martins
Universidade Federal do Paraná - UFPR	Laboratório de Engenharia Ambiental Francisco Borsari Netto	Brasil	Larissa Firmino de Lima
Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro - UFRRJ	Solos	Brasil	Érika Flávia Machado Pinheiro
Universidade Tecnológica Federal do Paraná - Campus Medianeira	Departamento de Ciências Biológicas e Ambientais	Brasil	Thiago Edwiges

* Efetuou a inscrição para participação no estudo, porém, não logrou participar da distribuição das amostras (atividade presencial).

Cronograma, tipos de amostras e parâmetros ensaiados

O interlaboratorial foi realizado conforme o cronograma da Tabela 2.

Tabela 2. Cronograma de atividades.

Atividade	Período
Inscrições	01/junho a 27/julho de 2018
Preparo de amostras	Agosto/setembro de 2018
Sorteio dos códigos	Laboratório de Microbiologia do Leite
Distribuição de amostras	21 de setembro de 2018*
Análises laboratoriais	Outubro de 2018 a abril de 2019
Análise estatística	Maio a setembro de 2019
Relatório de desempenho	Outubro/novembro

*Presencial, durante o X Encontro RedBioLAC, Foz do Iguaçu/PR/Brasil.

Foram preparados três tipos de amostras conforme Tabela 3:

Tabela 3. Amostras.

Amostra	Quantidade (por embalagem)	Descrição
Sintética	120 g	Celulose microcristalina de elevada pureza, Type 20, Sigma-Aldrich, 20 µm.
Natural A	100 g	Borra de café processada, seca a 60 °C até massa constante, moída e peneirada (< 1 mm).
Natural B	110 g	Farinha de milho comercial, <i>in natura</i> , peneirada (< 2 mm).

As amostras foram preparadas no Laboratório de Estudos em Biogás (LEB) da Embrapa Suínos e Aves (Concórdia, SC). Frações de 100 g a 120 g das amostras foram condicionadas em embalagens de alumínio recoberto em PEAD, seladas termicamente sob vácuo (Embaladora TSMaq Dz300). Do conjunto de amostras embaladas, foi efetuada amostragem aleatória para realização dos ensaios de homogeneidade, de estabilidade e para armazenamento como contra-provas (armazenadas a - 20 °C).

Uma embalagem de cada tipo de amostra foi entregue ao representante de cada laboratório que esteve presente durante o X Encontro RedBioLAC, dia 21 de setembro de 2018, em Foz do Iguaçu/PR/Brasil. Por um equívoco na logística, o laboratório n° 12 não recebeu a amostra natural A (café). Dentre os laboratórios brasileiros que não puderam enviar representantes e participar presencialmente da entrega de amostras, as mesmas foram enviadas aos laboratórios inscritos por serviço postal (Correios). O tempo entre o preparo no LEB e o recebimento das amostras pelos laboratórios variou entre 10 a 15 dias.

Os parâmetros ensaiados foram:

- **Sólidos Totais (ST):** secagem a 105 °C até massa constante [$g_{ST}/g_{amostra}$].
- **Sólidos Voláteis (SV):** diferença entre sólidos totais e sólidos fixos (SF) após calcinação a 550 °C até massa constante [$g_{SV}/g_{amostra}$].
- **Potencial Bioquímico de Biogás (PBB) e/ou Potencial Bioquímico de Metano (PBM):** resultado do ensaio cinético da digestão anaeróbia da amostra em teste batelada, sob condições mesofílicas, baseado no volume acumulado e normalizado (corrigido a 0 °C e 1 atm) de gás (biogás e/ou metano) em relação à massa de sólidos voláteis da amostra adicionada no teste [$mL_N/g_{SVadicionado}$]. Para isso a comissão organizadora recomendou o uso do procedimento “VDI 4630 - Fermentation of organic materials - Characterisation of the substrate, sampling, collection of material data, fermentation tests” (Verein Deutscher Ingenieure, 2016), ou adaptações dos procedimentos ISO 11734 (International Organization for Standardization, 1995) ou ASTM E2170-01 (ASTM International, 2008) para permitir equivalência de métodos. Cada laboratório efetuou uso das metodologias de análise de sua escolha, conforme rotinas analíticas já praticadas em cada local.

Após os ensaios, os laboratórios informaram os resultados em três vias (triplicata) por meio de formulário eletrônico, respeitando as unidades de medida estabelecidas. Foi permitido que cada laboratório pudesse participar de forma parcial, informando os resultados de um ou mais parâmetro ensaiado, caso não lograsse realizar todos os ensaios para todas as amostras.

Teste de homogeneidade e estabilidade

Foram executados ensaios de homogeneidade e estabilidade, usando como referência os parâmetros ST, SV e PBB. Para os testes de homogeneidade foram separadas 3 amostras aleatórias, as quais foram analisadas em triplicata para os parâmetros citados. Para avaliação da homogeneidade foi utilizado ANOVA (fator único) com significância de 0,05.

Para avaliação da estabilidade, foi utilizado procedimento recomendado na ISO 13528 - Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparison (International Organization for Standardization, 2015). Para os testes de estabilidade foram separados 4 grupos de amostras, com os quais foram realizados ensaios em triplicata nos intervalos de tempo 0, 49, 88 e 132 dias de armazenamento após preparo e embalagem. Durante o período as amostras foram armazenadas em condições ambiente (20 ± 2 °C, ao abrigo da luz). Após cada intervalo de tempo, foi avaliada a estabilidade por intermédio da verificação da hipótese abaixo:

$$|x - y| < 0,3\sigma$$

Onde: x é a média aritmética do teste de homogeneidade, y é a média obtida após cada período e σ é o desvio padrão robusto geral obtido no interlaboratorial. Se no período avaliado a hipótese descrita na equação for verdadeira, considerou-se que a amostra se manteve estável.

Avaliação de desempenho dos laboratórios

A avaliação do desempenho dos laboratórios foi baseada na estatística robusta e foi utilizado o critério score Z para avaliar o desempenho dos laboratórios conforme a seguinte equação:

$$Z = \frac{(x_i - x^*)}{s^{**}}$$

Onde: x_i é a média aritmética dos resultados individuais informados pelo laboratório, x^* é a média robusta dos resultados de todos os laboratórios, s^{**} é o desvio padrão robusto. Para definição dos valores robustos, foram também descartados resultados em que os laboratórios reportaram algum tipo de pro-

blema durante o ensaio (ex.: vazamento de gás, problemas com desempenho do inóculo, variação excessiva de pH, etc). A aceitação para inclusão de valores na média robusta e desvio padrão robusto foi efetuada com base nos resultados pertencentes ao intervalo $x \pm 3s$. Os valores superiores e inferiores a este intervalo foram excluídos da média robusta e desvio padrão robusto.

A interpretação do escore Z foi definida como:

se $|Z| \leq 2 \rightarrow$ desempenho satisfatório;

se $2 > |Z| \leq 3 \rightarrow$ desempenho suspeito ou questionável;

se $|Z| > 3 \rightarrow$ desempenho insatisfatório.

Além da avaliação por intermédio do escore Z (que baliza a o resultado de cada laboratório frente ao desempenho dos demais participantes), também foram utilizados o valores de referência para a amostra de celulose: $PBB_{\text{máx}}$ de 750 mL_N de biogás/ g_{SV} (Verein Deutscher Ingenieure, 2016), $PBM_{\text{teórico}}$ de $415 \text{ mL}_N \text{ CH}_4/g_{SV}$ (Buswell e Neave, 1930) e $PBM_{\text{máx}}$ de $350 \pm 29 \text{ mL}_N \text{ CH}_4/g_{SV}$ (Wang et al., 2014).

Índice de participação

O índice de participação foi a relação percentual entre a quantidade de laboratórios que entregaram resultados ponderada pelo número total de laboratórios participantes.

Resultados

Resultados dos ensaios de homogeneidade e estabilidade

A seguir são apresentados resultados dos ensaios de homogeneidade (Tabela 4) e de estabilidade (Tabela 5) para as amostras sintética e natural.

Tabela 4. Valores de F e valor- P para ANOVA (fator único; $p = 0,05$) de resultados do ensaio de homogeneidade.

Amostra	Parâmetro	F	Valor- P	F crítico
Sintética Celulose	ST	0,002510114	0,997494081	5,1432528
	SV	0,001811799	0,998190387	5,1432528
	PBB	0,066094675	0,936714152	5,1432528
Natural A Café	ST	0,472451493	0,644844798	5,1432528
	SV	0,050891492	0,950787533	5,1432528
	PBB	0,025737265	0,974698105	5,1432528
Natural B Farinha de milho	ST	0,005392159	0,994627166	5,1432528
	SV	0,028699642	0,971840840	5,1432528
	PBB	0,165484959	0,851222317	5,1432528

Conclusões:

Amostra sintética (Celulose) = homogênea para ST, SV e PBB.

Amostra natural A (Café) = homogênea para ST, SV e PBB.

Amostra natural B (Farinha de milho) = homogênea para ST, SV e PBB.

Tabela 5. Resultados do ensaio de estabilidade.

Amostra	Parâmetro	Função	49 dias	88 dias	123 dias
Sintética Celulose	ST	0,3 σ	0,002572	0,002572	0,002572
		x - y	0,000033	0,000234	0,000267
	SV	0,3 σ	0,006978	0,006978	0,006978
		x - y	0,000588	0,000101	0,000689
	PBB	0,3 σ	41	41	41
		x - y	5	2	7
Natural A Café	ST	0,3 σ	0,003398	0,003398	0,003398
		x - y	0,002788	0,000243	0,002546
	SV	0,3 σ	0,007005	0,007005	0,007005
		x - y	0,000948	0,001473	0,000525
	PBB	0,3 σ	15	15	15
		x - y	4	1	3
Natural B Farinha de milho	ST	0,3 σ	0,002073	0,002073	0,002073
		x - y	0,000218	0,000725	0,000507
	SV	0,3 σ	0,016844	0,016844	0,016844
		x - y	0,002669	0,000502	0,003171
	PBB	0,3 σ	24	24	24
		x - y	11	5	6

Conclusões:

Amostra sintética (Celulose) = estável para ST, SV e PBB.

Amostra natural A (Café) = estável para ST, SV e PBB.

Amostra natural B (Farinha de milho) = estável para ST, SV e PBB.

Resultados para amostra sintética (celulose microcristalina)

Na Tabela 6 são apresentados os valores informados pelos laboratórios após ensaios de ST da amostra sintética (celulose microcristalina). No mesmo quadro são apresentados os valores de média individual, desvio padrão individual e escore Z.

Tabela 6. Resultados de ST da amostra sintética (celulose microcristalina).

Código do laboratório	ST ($g_{ST}/g_{amostra}$)					Escore Z da média
	Rep 1	Rep 2	Rep 3	Média	Desvio padrão	
01	0,94	0,95	0,95	0,95	0,01	-0,39
02	0,95	0,94	0,94	0,94	0,01	-0,78
03	Resultados não informados					
04	Resultados não informados					
05	Resultados não informados					
06	0,95	0,95	0,95	0,95	0,00	0,00
07	1,00	1,00	1,00	1,00	0,00	5,83
08	0,97	0,96	0,97	0,97	0,01	1,94
09	0,97	0,97	0,97	0,97	0,00	2,33
10	0,95	0,95	0,95	0,95	0,00	-0,47
11	Resultados não informados					
12	0,95	0,95	0,95	0,95	0,00	0,00
13	Resultados não informados					
14	0,95	0,96	0,96	0,96	0,01	0,78
15	0,96	0,96	0,96	0,96	0,00	1,17
16	0,95	0,95	0,95	0,95	0,00	0,00
17	0,95	0,95	0,95	0,95	0,00	0,00
18	0,95	0,95	0,95	0,95	0,00	0,00
19	0,95	0,95	NI	0,95	0,00	0,00
20	Resultados não informados					
21	0,94	0,94	0,94	0,94	0,00	-1,17
22	0,96	0,96	0,96	0,96	0,00	1,17
23	Resultados não informados					
24	0,94	0,95	0,96	0,95	0,01	0,00
25	Resultados não informados					

NI = não informado.

Na Tabela 7 são apresentados os valores de média e desvio padrão considerando todo o conjunto de dados. Também é apresentado o índice de participação dos laboratórios e o percentual de resultados satisfatórios para o parâmetro ST na amostra sintética. A Figura 1 demonstra a representação gráfica dos valores de escore Z, em ordem crescente, para o parâmetro ST da amostra sintética dos laboratórios participantes.

Tabela 7. Estatísticas obtidas para os resultados de ST da amostra sintética (celulose).

Parâmetro calculado	Valor	Unidade de medida
Média robusta (x^{**})	0,95	$g_{ST}/g_{amostra}$
Desvio robusto (s^{**})	0,01	$g_{ST}/g_{amostra}$
Índice de participação ^a	68,0	%
Resultados satisfatórios ($ Z \leq 2$) ^b	88,2	%

^a que informaram resultados com base no total de participantes.

^b com base no número de laboratórios que informaram resultados.

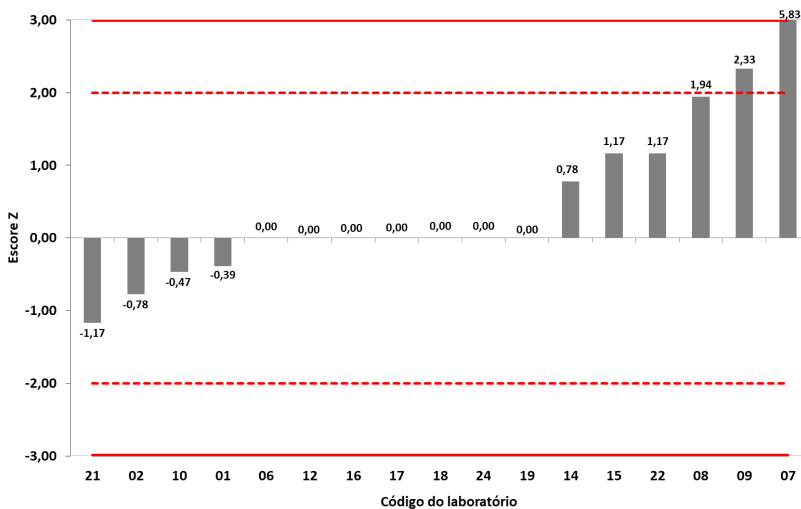


Figura 1. Representação gráfica dos valores de Z obtidos para o parâmetro ST de cada um dos laboratórios participantes para a média das três repetições da amostra sintética. As linhas vermelhas representam o valor para os limites de desempenho (sendo: $|Z| \leq 2$ = satisfatório; $2 < |Z| \leq 3$ = suspeito; $|Z| > 3$ = insatisfatório).

Na Tabela 8 são apresentados os valores informados pelos laboratórios após ensaios de SV da amostra sintética (celulose microcristalina). No mesmo quadro são apresentados os valores de média individual, desvio padrão individual e escore Z.

Tabela 8. Resultados de SV da amostra sintética (celulose microcristalina).

Código do laboratório	SV ($\text{g}_{\text{ST}}/\text{g}_{\text{amostra}}$)					Escore Z da média
	Rep 1	Rep 2	Rep 3	Média	Desvio padrão	
01	0,94	0,94	0,95	0,94	0,01	-0,29
02	0,94	0,93	0,94	0,94	0,01	-0,57
03	Resultados não informados					
04	Resultados não informados					
05	1,00	1,00	1,00	1,00	0,00	2,14
06	0,95	0,95	0,95	0,95	0,00	0,00
07	1,00	1,00	1,00	1,00	0,00	2,15
08	0,97	0,96	0,96	0,96	0,01	0,57
09	0,97	0,97	0,97	0,97	0,00	0,86
10	0,94	0,94	0,94	0,94	0,00	-0,47
11	Resultados não informados					
12	0,95	0,95	0,95	0,95	0,00	0,00
13	Resultados não informados					
14	0,95	0,96	0,96	0,96	0,01	0,29
15	0,96	0,96	0,96	0,96	0,00	0,43
16	0,94	0,94	0,94	0,94	0,00	-0,43
17	0,95	0,92	0,91	0,93	0,02	-1,00
18	0,95	0,95	0,95	0,95	0,00	0,00
19	0,91	0,90	NI	0,91	0,01	-1,93
20	Resultados não informados					
21	0,94	0,94	0,94	0,94	0,00	-0,43
22	Resultados não informados					
23	Resultados não informados					
24	0,91	0,95	0,96	0,94	0,03	-0,43
25	Resultados não informados					

NI = não informado.

Na Tabela 9 são apresentados os valores de média e desvio padrão de todo o conjunto de dados. Também é apresentado o índice de participação dos laboratórios e o percentual de resultados satisfatórios para o parâmetro SV na amostra sintética. A Figura 2 demonstra a representação gráfica dos valores de escore Z, em ordem crescente, para o parâmetro SV da amostra sintética dos laboratórios participantes.

Tabela 9. Estatísticas obtidas para os resultados de SV da amostra sintética (celulose).

Parâmetro calculado	Valor	Unidade de medida
Média robusta (x^{**})	0,95	$g_{SV}/g_{amostra}$
Desvio robusto (s^{**})	0,02	$g_{SV}/g_{amostra}$
Índice de participação ^a	68,0	%
Resultados satisfatórios ($ Z \leq 2$) ^b	88,2	%

^a que informaram resultados com base no total de participantes.

^b com base no número de laboratórios que informaram resultados.

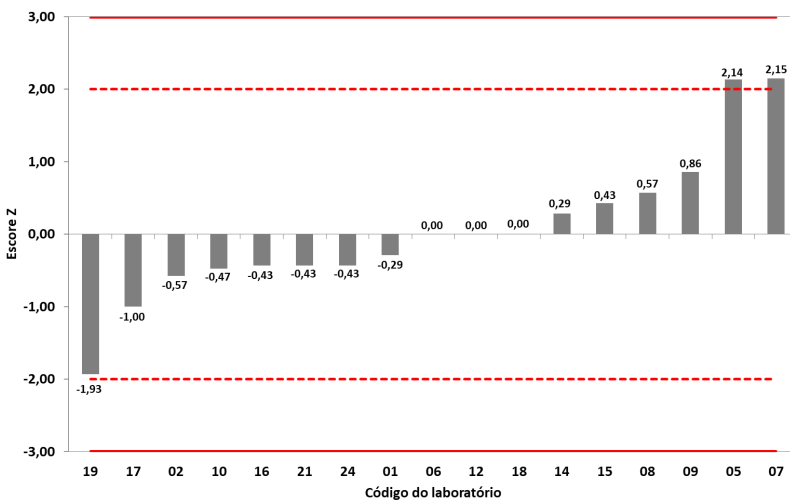


Figura 2. Representação gráfica dos valores de Z obtidos para o parâmetro SV de cada um dos laboratórios participantes para a média das três repetições da amostra sintética. As linhas vermelhas representam o valor para os limites de desempenho (sendo: $|Z| \leq 2$ = satisfatório; $2 < |Z| \leq 3$ = suspeito; $|Z| > 3$ = insatisfatório).

Na Tabela 10 são apresentados os resultados da relação SV/ST entre as médias de da amostra sintética (celulose microcristalina) e escore Z de cada laboratório.

Tabela 10. Resultados da relação SV/ST entre as médias obtidas pelos laboratórios para a amostra sintética (celulose microcristalina).

Código do laboratório	SV/ST (% m/m)	
	Média	Escore Z da média
01	99,6	-0,14
02	99,3	-0,42
03	Resultados não informados	
04	Resultados não informados	
05	Resultados informados parcialmente	
06	100,0	0,14
07	100,0	0,14
08	99,7	-0,14
09	100,0	0,14
10	99,3	-0,45
11	Resultados não informados	
12	100,0	0,14
13	Resultados não informados	
14	100,0	0,14
15	100,0	0,14
16	98,9	-0,70
17	97,5	-1,81
18	100,0	0,14
19	95,3	-3,62
20	Resultados não informados	
21	100,0	0,14
22	Resultados informados parcialmente	
23	Resultados não informados	
24	98,9	-0,70
25	Resultados não informados	

Na Tabela 11 são apresentados os valores de média e desvio padrão de todo o conjunto de dados, o índice de participação dos laboratórios e o percentual de resultados satisfatórios para a relação SV/ST da amostra sintética. A Figura 3 demonstra a representação gráfica dos valores de escore Z, em ordem crescente, para relação SV/ST da amostra sintética informada pelos laboratórios participantes.

Tabela 11. Estatísticas obtidas para os resultados de relação SV/ST da amostra sintética (celulose).

Parâmetro calculado	Valor	Unidade de medida
Média robusta (x^{**})	99,8	% (m/m)
Desvio robusto (s^{**})	1,3	% (m/m)
Índice de participação ^a	64,0	%
Resultados satisfatórios ($ Z \leq 2$) ^b	93,8	%

^a que informaram resultados com base no total de participantes.

^b com base no número de laboratórios que informaram resultados.

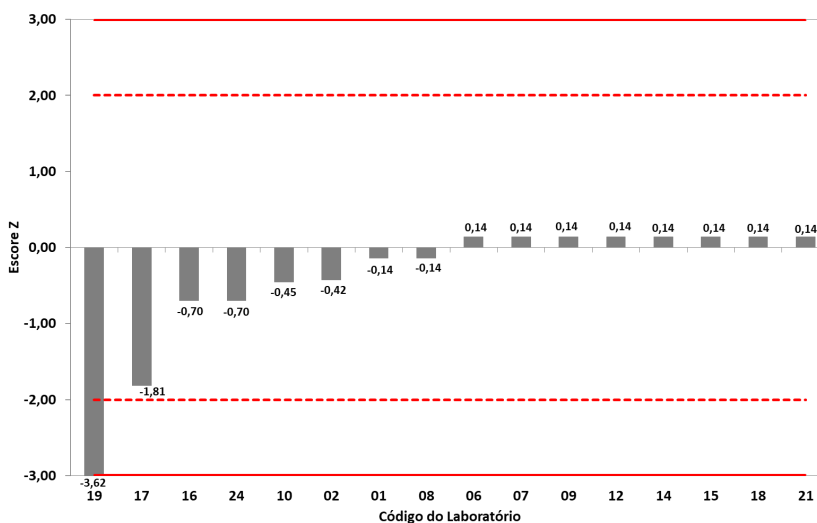


Figura 3. Representação gráfica dos valores de Z obtidos para a relação entre médias de SV/ST dos laboratórios participantes para a amostra sintética. As linhas vermelhas representam o valor para os limites de desempenho (sendo: $|Z| \leq 2$ = satisfatório; $2 < |Z| \leq 3$ = suspeito; $|Z| > 3$ = insatisfatório).

Na Tabela 12 são apresentados os resultados de PBB entre as médias da amostra sintética (celulose microcristalina) e escore Z de cada laboratório. Também são apresentadas as concentrações de metano obtidas pelos laboratórios.

Tabela 12. Resultados de PBB da amostra sintética (celulose microcristalina).

Código do laboratório	PBB (mL _N biogás/g _{SV})			Desvio padrão	Escore Z da média**	CH ₄ (% v/v)				
	Rep 1	Rep 2	Rep 3			Média	Rep 1	Rep 2	Rep 3	Média
01	Resultados não informados									
02	Resultados não informados									
03	Resultados não informados									
04	Resultados não informados									
05	200	183	203	195	200	-4,05	60	60	60	0
06	720	720	713	718	720	-0,24	Resultado não informado			
07	Resultados não informados									
08	674	655	684	671	15	-0,58	45	38	46	43
09	614	578	631	608	27	-1,04	63*	64*	39*	55
10	Resultados não informados									
11	Resultados não informados									
12	372,98	359,52	404,53	379	23	-2,71	30	25	25	27
13	Resultados não informados									
14	Resultados não informados									
15	677	715	674	689	23	-0,45	38*	38*	37*	38

Continua...

Tabela 12. Continuação.

Código do laboratório	PBB (mL _N biogás/g _{SV})			CH ₄ (% v/v)			Desvio padrão			
	Rep 1	Rep 2	Rep 3	Média	Desvio padrão	Escore Z da média**		Rep 1	Rep 2	Rep 3
16	Resultados não informados									
17	Resultados não informados									
18	635	662	669	655	18	-0,69	51*	52*	50*	51
19	367,4	408,8	384,4	387	21	-2,65	Resultado não informado			1
20	Resultados não informados									
21	Resultados não informados									
22	Resultados não informados									
23	Resultados não informados									
24A	729	733	739	734	5	-0,12	50	50	50	50
25	Resultados não informados									0

*Valores de concentração de metano não informado pelo laboratório. Resultado estimado com base na comparação entre PBB e PBM.

** Para determinação do Escore Z foi considerado x** = 750 mL_N de biogás/g_{SV} (VDI, 2016).

Na Tabela 13 são apresentados os valores de média e desvio padrão de todo o conjunto de dados, o índice de participação dos laboratórios e o percentual de resultados satisfatórios para PBB da amostra sintética. A Figura 4 demonstra a representação gráfica dos valores de escore Z, em ordem crescente, para PBB da amostra sintética informada pelos laboratórios participantes. Já a Figura 5 apresenta os valores médios de PBB e apresenta comparativo com valores de referência.

Tabela 13. Estatísticas obtidas para os resultados de PBB da amostra sintética (celulose microcristalina).

Parâmetro calculado	Valor	Unidade de medida
Média robusta (x^{**})	666	$\text{mL}_N \text{ biogás/g}_{\text{SV}}$
Desvio robusto (s^{**})	137	$\text{mL}_N \text{ biogás/g}_{\text{SV}}$
Mediana da concentração de CH_4	50	% (v/v)
Desvio padrão para concentração de CH_4	12	% (v/v)
Participação ^a	36,0	%
Resultados satisfatórios ($ Z \leq 2$) ^b	66,7	%

^a que informaram resultados com base no total de inscritos.

^b com base no número de laboratórios que informaram resultados.

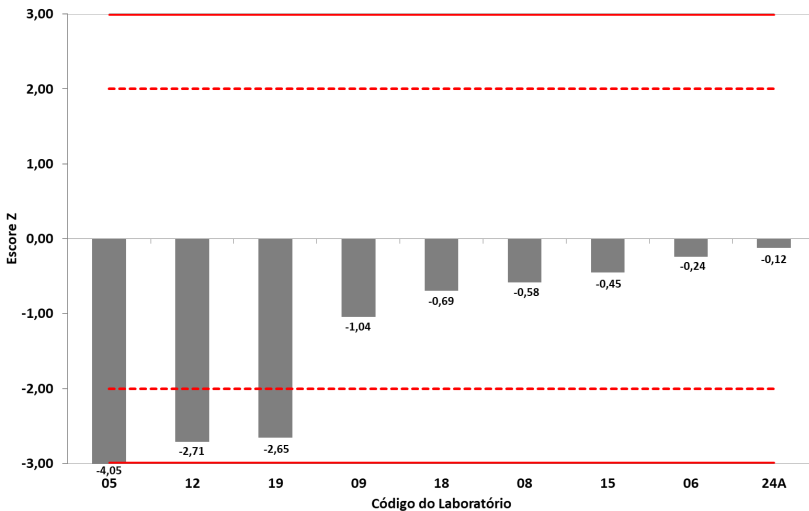


Figura 4. Representação gráfica dos valores de Z obtidos para o parâmetro PBB de cada um dos laboratórios participantes para a média das três repetições da amostra sintética. As linhas vermelhas representam o valor para os limites de desempenho (sendo: $|Z| \leq 2$ = satisfatório; $2 < |Z| \leq 3$ = suspeito; $|Z| > 3$ = insatisfatório).

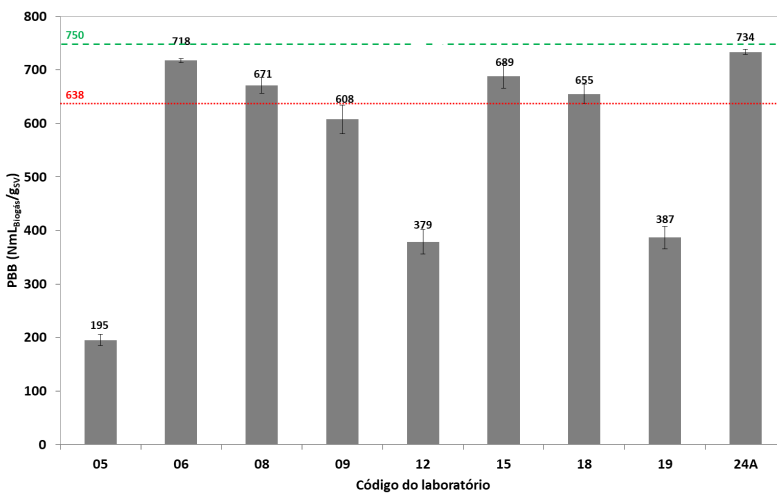


Figura 5. Valores de PBB obtidos pelos laboratórios para amostra sintética. Linhas verticais representam desvio padrão das 3 repetições informadas pelos laboratórios. Comparação com valor de referência 750 mL_N biogás/g_{SV} (tracejado verde) conforme VDI 4630 (2016) e limite inferior de 85% de recuperação (638 mL_N biogás/g_{SV} - pontilhado vermelho) conforme Holliger et al. (2016).

A Tabela 14 apresenta os resultados de PBM das médias e escore Z de cada laboratório obtidas para a amostra sintética (celulose microcristalina).

Tabela 14. Resultados de PBM da amostra sintética (celulose microcristalina).

Código do laboratório	PBM (mL _N metano/g _{sv})					Escore Z da média
	Rep 1	Rep 2	Rep 3	Média	Desvio padrão	
01	323	366	322	337	25	-0,31
02	Resultados não informados					
03	Resultados não informados					
04	Resultados não informados					
05	120	110	122	117	6	-3,41
06	Resultados não informados					
07	225	202	263	230	31	-1,82
08	392	381	398	390	9	0,44
09	385	368	243	332	78	-0,38
10	431	433	486	450	31	1,28
11	Resultados não informados					
12	112*	90*	101*	101	11	-3,64
13	Resultados não informados					
14	Resultados não informados					
15	258	272	248	259	12	-1,41
16	497	398	462	452	50	1,32
17	340	342	329	337	7	-0,31
18	323	342	335	333	10	-0,36
19	Resultados não informados					
20	Resultados não informados					
21	Resultados não informados					
22	Resultados não informados					
23	Resultados não informados					
24A	365*	367*	370*	367	3	0,11
24B	359	356	361	359	3	0,00
25	Resultados não informados					

*Resultados estimados com base na comparação entre PBB e a concentração de metano informada.

Na Tabela 15 são apresentados os valores de média e desvio padrão robustos do conjunto de dados informados pelos laboratórios, o índice de participação dos laboratórios e o percentual de resultados satisfatórios para PBM da amostra sintética. A Figura 6 demonstra a representação gráfica dos valores de escore Z, em ordem crescente, para PBM da amostra sintética informada pelos laboratórios participantes. A Figura 7 apresenta os valores médios de PBM e apresenta comparativo com valores de referência.

Tabela 15. Estatísticas obtidas para os resultados de PBM da amostra sintética (celulose).

Parâmetro calculado	Valor	Unidade de medida
Média robusta (x^{**})	359	$\text{mL}_N \text{CH}_4/\text{g}_{\text{SV}}$
Desvio robusto (s^{**})	71	$\text{mL}_N \text{CH}_4/\text{g}_{\text{SV}}$
Participação ^a	52,0	%
Resultados satisfatórios ($ Z \leq 2$) ^b	84,6	%

^a que informaram resultados com base no total de inscritos.

^b com base no número de laboratórios que informaram resultados.

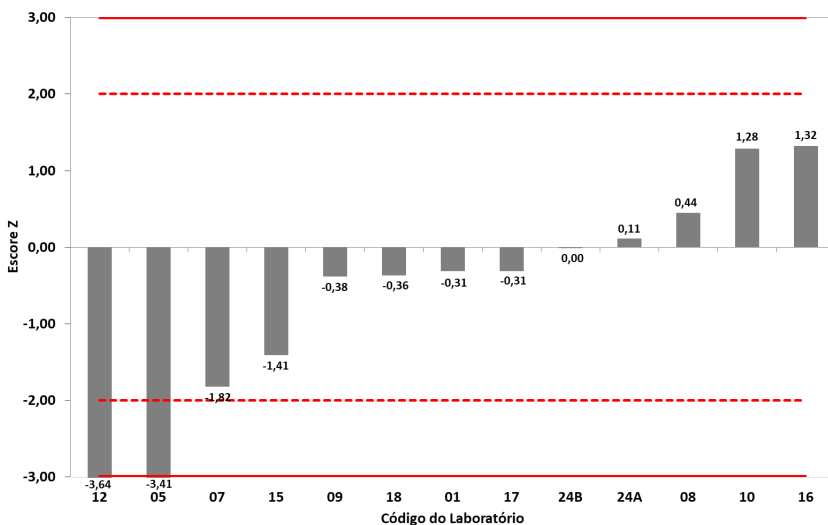


Figura 6. Representação gráfica dos valores de Z obtidos para o parâmetro PBM de cada um dos laboratórios participantes para a média das três repetições da amostra sintética. As linhas vermelhas representam o valor para os limites de desempenho (sendo: $|Z| \leq 2$ = satisfatório; $2 < |Z| \leq 3$ = suspeito; $|Z| > 3$ = insatisfatório).

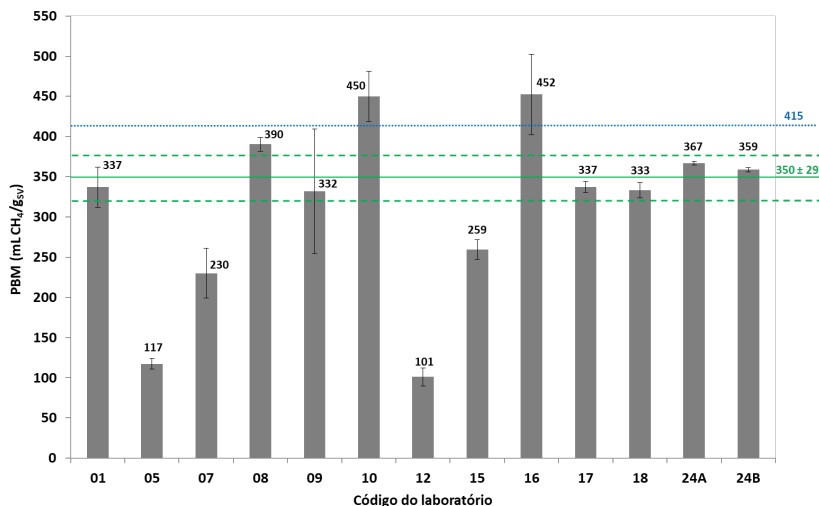


Figura 7. Valores de PBM obtidos pelos laboratórios para amostra sintética. Linhas verticais representam desvio padrão das 3 repetições informadas pelos laboratórios. Comparação com valor de PBM_{teórico} 415 mL_N CH₄/g_{SV} (azul – Buswell e Neave, 1930) e faixa de referência de PBM de 350 ± 29 mL_N CH₄/g_{SV} (verde - Wang et al., 2014).

Resultados amostra natural A (Café)

Na Tabela 16 são apresentados os valores informados pelos laboratórios após ensaios de ST da amostra natural A (café). No mesmo quadro são apresentados os valores de média individual, desvio padrão individual e escore Z.

Tabela 16. Resultados de ST da amostra natural A (café).

Código do laboratório	ST (g _{ST} /g _{amostra})					Escore Z da média
	Rep 1	Rep 2	Rep 3	Média	Desvio padrão	
01	0,95	0,95	0,95	0,95	0,00	0,00
02	0,93	0,93	0,93	0,93	0,00	-1,77
03	Resultados não informados					
04	Resultados não informados					
05	Resultados não informados					
06	0,95	0,95	0,95	0,95	0,00	0,00

Continua...

Tabela 16. Continuação.

Código do laboratório	ST ($g_{ST}/g_{amostra}$)					Desvio padrão	Escore Z da média
	Rep 1	Rep 2	Rep 3	Média			
07	0,96	0,97	0,94	0,96	0,02	0,59	
08	0,95	0,95	0,95	0,95	0,00	0,00	
09	0,96	0,96	0,96	0,96	0,00	0,88	
10	0,92	0,93	0,93	0,93	0,00	-1,94	
11	Resultados não informados						
12	Laboratório não recebeu a amostra						
13	0,95	0,94	0,95	0,95	0,00	-0,35	
14	0,96	0,96	0,96	0,96	0,00	0,88	
15	0,95	0,95	0,95	0,95	0,00	0,00	
16	0,92	0,93	0,93	0,93	0,01	-2,06	
17	0,95	0,95	0,95	0,95	0,00	0,00	
18	0,95	0,95	0,95	0,95	0,00	0,00	
19	0,93	0,94	NI	0,94	0,01	-1,32	
20	Resultados não informados						
21	0,94	0,93	0,93	0,93	0,01	-1,47	
22	0,93	0,95	0,95	0,94	0,01	-0,59	
23	Resultados não informados						
24	0,95	0,94	0,95	0,95	0,01	-0,29	
25	Resultados não informados						

NI = não informado.

Na Tabela 17 são apresentados os valores de média e desvio padrão considerando todo o conjunto de dados. Também é apresentado o índice de participação dos laboratórios e o percentual de resultados satisfatórios para o parâmetro ST na amostra natural A (café). A Figura 8 demonstra a representação gráfica dos valores de escore Z, em ordem crescente, para o parâmetro ST da amostra natural A dos laboratórios participantes.

Tabela 17. Estatísticas obtidas para os resultados de ST da amostra natural A (café)

Parâmetro calculado	Valor	Unidade de medida
Média robusta (x^{**})	0,95	$g_{ST}/g_{amostra}$
Desvio robusto (s^{**})	0,01	$g_{ST}/g_{amostra}$
Participação ^a	70,8	%
Resultados satisfatórios ($ Z \leq 2$) ^b	94,1	%

^a que informaram resultados com base no total de inscritos.

^b com base no número de laboratórios que informaram resultados.

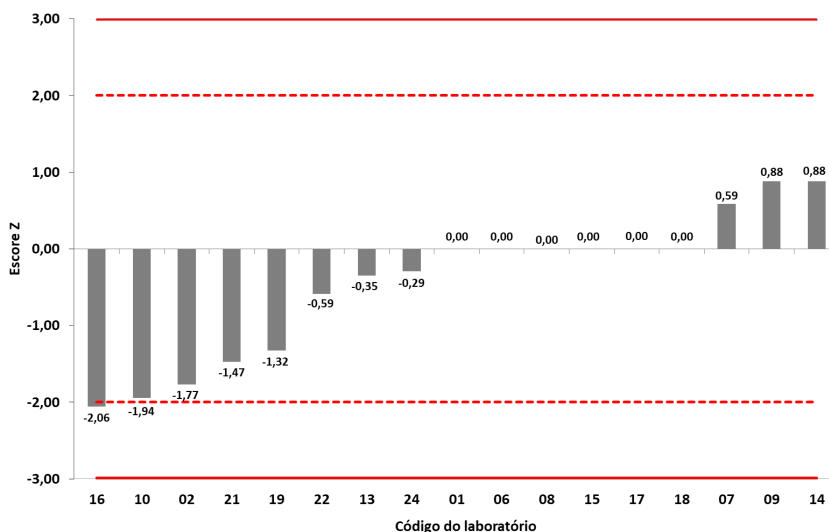


Figura 8. Representação gráfica dos valores de Z obtidos para o parâmetro ST de cada um dos laboratórios participantes para a média das três repetições da amostra natural A. As linhas vermelhas representam o valor para os limites de desempenho (sendo: $|Z| \leq 2$ = satisfatório; $2 < |Z| \leq 3$ = suspeito; $|Z| > 3$ = insatisfatório).

Na Tabela 18 são apresentados os valores informados pelos laboratórios após ensaios de SV da amostra natural A (café). Também são apresentados os valores de média individual, desvio padrão individual e escore Z obtidos para cada laboratório.

Tabela 18. Resultados de SV da amostra natural A (café).

Código do laboratório	SV ($g_{SV}/g_{amostra}$)					Escore Z da média
	Rep 1	Rep 2	Rep 3	Média	Desvio padrão	
01	0,92	0,92	0,92	0,92	0,00	0,00
02	0,90	0,89	0,89	0,89	0,01	-1,14
03	Resultados não informados					
04	Resultados não informados					
05	0,97	0,97	0,97	0,97	0,00	2,17
06	0,92	0,92	0,92	0,92	0,00	0,00
07	0,91	0,93	0,94	0,93	0,02	0,29
08	0,92	0,91	0,92	0,92	0,01	-0,14
09	0,93	0,93	0,92	0,93	0,01	0,29
10	0,89	0,90	0,91	0,90	0,01	-0,83
11	Resultados não informados					
12	Laboratório não recebeu a amostra					
13	0,97	0,98	0,99	0,98	0,01	2,57
14	0,93	0,93	0,93	0,93	0,00	0,43
15	0,92	0,92	0,92	0,92	0,00	0,00
16	0,89	0,90	0,91	0,90	0,01	-0,86
17	0,89	0,92	0,89	0,90	0,02	-0,86
18	0,92	0,93	0,93	0,93	0,01	0,29
19	0,89	0,90	NI	0,90	0,01	-1,07
20	Resultados não informados					
21	0,91	0,91	0,91	0,91	0,00	-0,43
22	0,92	0,92	0,92	0,92	0,00	0,00
23	Resultados não informados					
24	0,91	0,90	0,92	0,91	0,01	-0,43
25	Resultados não informados					

NI: Não informado.

Na Tabela 19 são apresentados os valores de média e desvio padrão, considerando todo o conjunto de dados válidos. Também é apresentado o índice de participação dos laboratórios e o percentual de resultados satisfatórios para o parâmetro SV na amostra natural A (café). A Figura 9 demonstra a

representação gráfica dos valores de escore Z, em ordem crescente, para o parâmetro SV da amostra sintética dos laboratórios participantes.

Tabela 19. Estatísticas obtidas para os resultados de SV da amostra natural A.

Parâmetro calculado	Valor	Unidade de medida
Média robusta (x^{**})	0,92	$g_{SV}/g_{amostra}$
Desvio robusto (s^{**})	0,02	$g_{SV}/g_{amostra}$
Participação ^a	75,0	%
Resultados satisfatórios ($ Z \leq 2$) ^b	88,89	%

^a que informaram resultados com base no total de inscritos.

^b com base no número de laboratórios que informaram resultados.

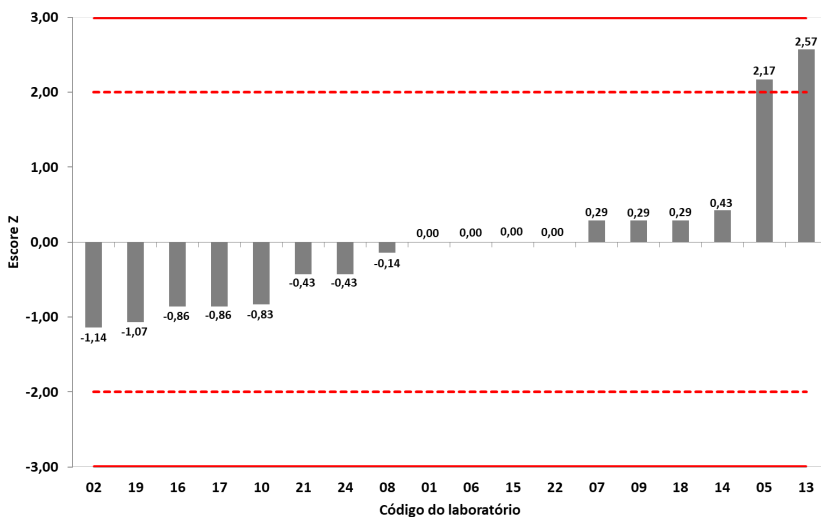


Figura 9. Representação gráfica dos valores de Z obtidos para o parâmetro SV de cada um dos laboratórios participantes para a média das três repetições da amostra natural A. As linhas vermelhas representam o valor para os limites de desempenho (sendo: $|Z| \leq 2$ = satisfatório; $2 < |Z| \leq 3$ = suspeito; $|Z| > 3$ = insatisfatório).

Na Tabela 20 são apresentados os resultados da relação SV/ST entre as médias da amostra natural A (café) e escore Z de cada laboratório. Na Tabela 21 são apresentados os valores de média e desvio padrão de todo o conjunto de dados, o índice de participação dos laboratórios e o percentual de resultados

satisfatórios para a relação SV/ST. A Figura 10 demonstra a representação gráfica dos valores de escore Z, em ordem crescente, para relação SV/ST da amostra natural A informada pelos laboratórios participantes.

Tabela 20. Resultados de relação entre as médias SV/ST da amostra natural A (café).

Código do laboratório	SV/ST (% m/m)	
	Média	Escore Z da média
01	96,8	0,00
02	96,1	-1,07
03	Resultados não informados	
04	Resultados não informados	
05	Resultados informados parcialmente	
06	96,8	0,00
07	96,9	0,03
08	96,5	-0,48
09	96,5	-0,43
10	97,1	0,29
11	Resultados não informados	
12	Laboratório não recebeu a amostra	
13	103,6	9,20
14	96,9	0,04
15	96,8	0,00
16	97,1	0,38
17	94,7	-2,87
18	97,5	0,96
19	95,7	-1,53
20	Resultados não informados	
21	97,5	0,90
22	97,5	0,93
23	Resultados não informados	
24	96,1	-0,98
25	Resultados não informados	

Tabela 21. Estatísticas obtidas para os resultados de relação SV/ST da amostra natural A.

Parâmetro calculado	Valor	Unidade de medida
Média robusta (x^{**})	96,8	% (m/m)
Desvio robusto (s^{**})	0,7	% (m/m)
Participação ^a	70,8	%
Resultados satisfatórios ($ Z \leq 2$) ^b	88,2	%

^a que informaram resultados com base no total de inscritos.

^b com base no número de laboratórios que informaram resultados.

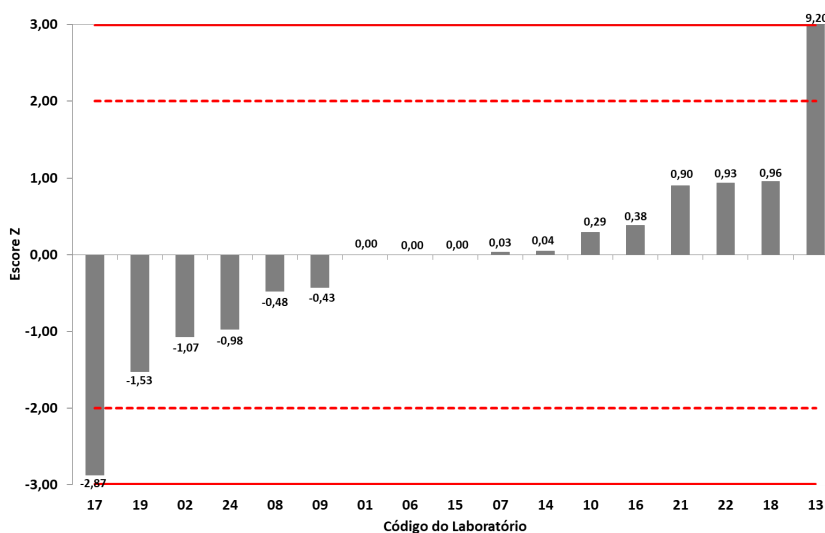


Figura 10. Representação gráfica dos valores de Z obtidos para a relação entre médias de SV/ST de cada um dos laboratórios participantes para a amostra natural A. As linhas vermelhas representam o valor para os limites de desempenho (sendo: $|Z| \leq 2$ = satisfatório; $2 < |Z| \leq 3$ = suspeito; $|Z| > 3$ = insatisfatório).

Na Tabela 22 são apresentados os resultados de PBB entre as médias da amostra natural A (café) e o escore Z obtido por cada laboratório. Também são apresentadas as concentrações de metano obtidas pelos laboratórios. Na Tabela 23 são apresentados os valores de média e desvio padrão de todo o conjunto de dados, o índice de participação dos laboratórios e o percentual

de resultados satisfatórios para PBB da amostra sintética. A Figura 11 demonstra a representação gráfica dos valores de escore Z, em ordem crescente, para PBB da amostra natural A.

Tabela 22. Resultados de PBB da amostra natural A (café).

Código do laboratório	PBB (mL _N biogás/g _{SV})			Média	Desvio padrão	Escore Z da média**	CH ₄ (% v/v)				
	Rep 1	Rep 2	Rep 3				Rep 1	Rep 2	Rep 3	Média	Desvio padrão
01	Resultados não informados										
02	Resultados não informados										
03	Resultados não informados										
04	Resultados não informados										
05	397	415	412	408	10	-2,22	60	60	60	60	0
06	506	510	498	505	6	-0,34	Resultado não informado				
07	Resultados não informados										
08	506	522	525	518	10	-0,08	61	60	60	60	1
09	Resultados não informados										
10	Resultados não informados										
11	Resultados não informados										
12	Laboratório não recebeu a amostra										
13	Resultados não informados										
14	Resultados não informados										
15	619	574	553	582	34	1,17	51*	50*	51*	51	1
16	Resultados não informados										

Continua...

Tabela 22. Continuação.

Código do laboratório	PBB (mL _N biogás/g _{SV})			Média	Desvio padrão	Score Z da média**	CH ₄ (% v/v)			Desvio padrão	
	Rep 1	Rep 2	Rep 3				Rep 1	Rep 2	Rep 3		Média
17	Resultados não informados										
18	536	507	524	522	15	0,01	60*	60*	61*	60	1
19	535,6	528,4	NI	532	5	0,19	Resultado não informado				
20	Resultados não informados										
21	Resultados não informados										
22	506	515	492	504	12	-0,34	65*	69*	67*	67	2
23	Resultados não informados										
24A	561	583	552	565	16	0,84	59	59	59	59	0
25	Resultados não informados										

NI: Não informado

Tabela 23. Estatísticas obtidas para os resultados de PBB da amostra natural A (café).

Parâmetro calculado	Valor	Unidade de medida
Média robusta para PBB _{máx} (x^{**})	522	mL _N biogás/g _{SV}
Desvio robusto para PBB _{máx} (s^{**})	51	mL _N biogás/g _{SV}
Mediana da concentração de CH ₄	60	% (v/v)
Desvio padrão para concentração de CH ₄	5	% (v/v)
Participação ^a	33,3	%
Resultados satisfatórios ($ Z \leq 2$) ^b	87,5	%

^a que informaram resultados com base no total de inscritos.

^b com base no número de laboratórios que informaram resultados.

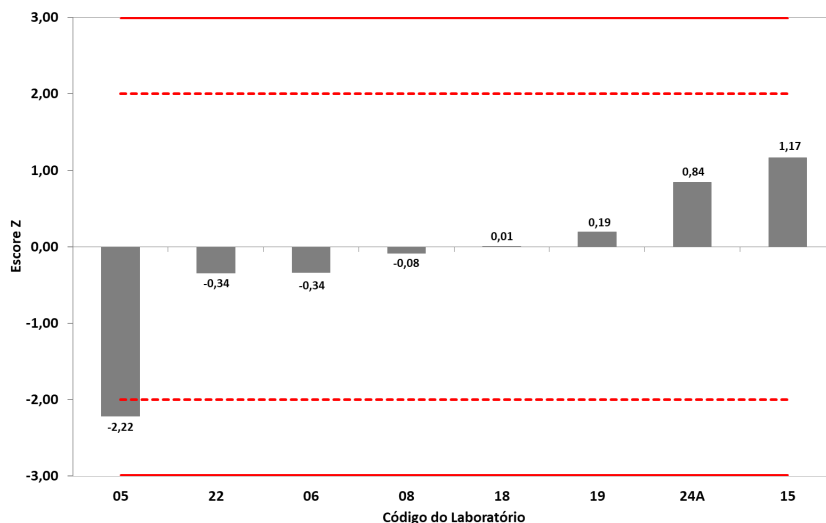


Figura 11. Representação gráfica dos valores de Z obtidos para o parâmetro PBB de cada um dos laboratórios participantes para a média das três repetições da amostra natural A. As linhas vermelhas representam o valor para os limites de desempenho (sendo: $|Z| \leq 2$ = satisfatório; $2 < |Z| \leq 3$ = suspeito; $|Z| > 3$ = insatisfatório).

A Tabela 24 apresenta os resultados de PBM das médias e escore Z de cada laboratório obtidos para a amostra natural A (café). Na Tabela 25 são apresentados os valores de média e desvio padrão robustos do conjunto de dados informados pelos laboratórios, o índice de participação dos laboratórios e o percentual de resultados satisfatórios para PBM da amostra natural A. A

Figura 12 demonstra a representação gráfica dos valores de escore Z, em ordem crescente, para PBM.

Tabela 24. Resultados de PBM da amostra natural A (café).

Código do laboratório	PBM (mL _N metano/g _{sv})					Escore Z da média
	Rep 1	Rep 2	Rep 3	Média	Desvio padrão	
01	129	121	209	153	49	-4,47
02	Resultados não informados					
03	Resultados não informados					
04	Resultados não informados					
05	238	249	247	245	6	-1,93
06	Resultados não informados					
07	157	146	312	205	93	-3,03
08	286	295	297	293	6	-0,60
09	311	318	280	303	20	-0,32
10	NI	369	393	381	17	1,84
11	Resultados não informados					
12	Laboratório não recebeu a amostra					
13	Resultados não informados					
14	Resultados não informados					
15	317	287	284	296	18	-0,51
16	295	340	333	323	24	0,23
17	310	297	307	305	7	-0,27
18	321	305	321	316	9	0,03
19	Resultados não informados					
20	Resultados não informados					
21	Resultados não informados					
22	331	353	330	338	13	0,65
23	Resultados não informados					
24A	331*	344*	326*	334	9	0,53
24B	328	336	324	329	6	0,41
25	Resultados não informados					

*Resultados estimados com base na comparação entre PBB e a concentração de metano informada.

NI: Não informado.

Tabela 25. Estatísticas obtidas para os resultados de PBM da amostra natural A (café).

Parâmetro calculado	Valor	Unidade de medida
Média robusta (x^{**})	315	$\text{mL}_N \text{CH}_4/\text{g}_{\text{SV}}$
Desvio robusto (s^{**})	36	$\text{mL}_N \text{CH}_4/\text{g}_{\text{SV}}$
Participação ^a	54,2	%
Resultados satisfatórios ($ Z \leq 2$) ^b	84,6	%

^a que informaram resultados com base no total de inscritos.

^b com base no número de laboratórios que informaram resultados.

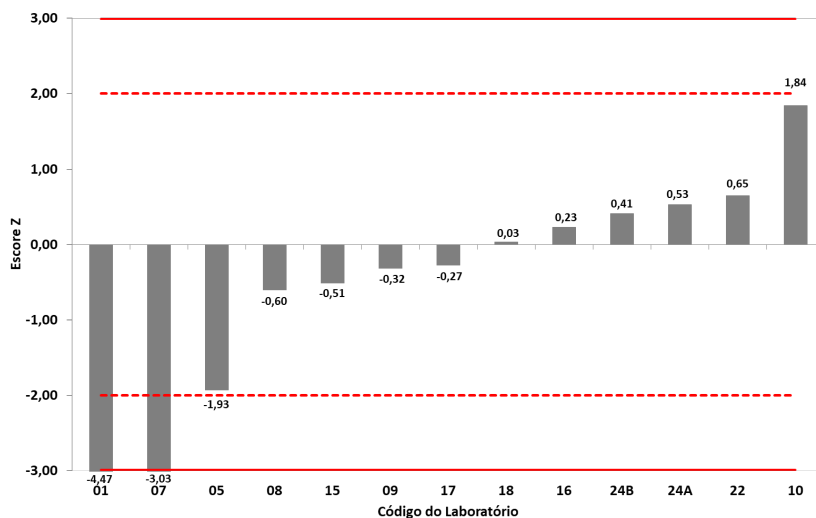


Figura 12. Representação gráfica dos valores de Z obtidos para o parâmetro PBM de cada um dos laboratórios participantes para a média das três repetições da amostra natural A. As linhas vermelhas representam o valor para os limites de desempenho (sendo: $|Z| \leq 2$ = satisfatório; $2 < |Z| \leq 3$ = suspeito; $|Z| > 3$ = insatisfatório).

Resultados amostra natural B (Farinha de milho)

A Tabela 26 apresenta os valores informados pelos laboratórios após ensaios de ST da amostra natural B (farinha de milho). No mesmo quadro são apresentados os valores de média individual, desvio padrão individual e escore Z.

Tabela 26. Resultados de ST da amostra natural B (farinha de milho).

Código do laboratório	ST ($g_{ST}/g_{amostra}$)				Desvio padrão	Escore Z da média
	Rep 1	Rep 2	Rep 3	Média		
01	0,87	0,87	0,87	0,87	0,00	0,00
02	0,86	0,86	0,86	0,86	0,00	-1,45
03	Resultados não informados					
04	Resultados não informados					
05	Resultados não informados					
06	0,87	0,87	0,87	0,87	0,00	0,00
07	0,95	0,96	0,97	0,96	0,01	13,03
08	0,88	0,88	0,88	0,88	0,00	1,45
09	0,88	0,88	0,88	0,88	0,00	1,45
10	0,87	0,87	0,87	0,87	0,00	-0,39
11	Resultados não informados					
12	0,87	0,87	0,87	0,87	0,00	0,00
13	0,86	0,86	0,86	0,86	0,00	-1,13
14	0,88	0,88	0,87	0,88	0,01	0,96
15	0,87	0,87	0,87	0,87	0,00	0,00
16	0,87	0,87	0,87	0,87	0,00	0,00
17	0,87	0,87	0,87	0,87	0,00	0,00
18	0,86	0,86	0,87	0,86	0,01	-0,96
19	0,87	0,87	NI	0,87	0,00	0,00
20	Resultados não informados					
21	0,87	0,87	0,87	0,87	0,00	0,00
22	0,86	0,86	0,86	0,86	0,00	-1,45
23	Resultados não informados					
24	0,86	0,86	0,89	0,87	0,02	0,00
25	Resultados não informados					

Na Tabela 27 são apresentados os valores de média e desvio padrão considerando todo o conjunto de dados. Também é apresentado o índice de participação dos laboratórios e o percentual de resultados satisfatórios para o parâmetro ST na amostra natural B (farinha de milho). A Figura 13 demonstra

a representação gráfica dos valores de escore Z, em ordem crescente, para o parâmetro ST da amostra natural B obtidos pelos laboratórios participantes.

Tabela 27. Estatísticas obtidas para os resultados de ST da amostra natural B (farinha de milho).

Parâmetro calculado	Valor	Unidade de medida
Média robusta (x^{**})	0,87	$g_{ST}/g_{amostra}$
Desvio robusto (s^{**})	0,01	$g_{ST}/g_{amostra}$
Participação ^a	72,0	%
Resultados satisfatórios ($ Z \leq 2$) ^b	94,4	%

^a que informaram resultados com base no total de inscritos.

^b com base no número de laboratórios que informaram resultados.

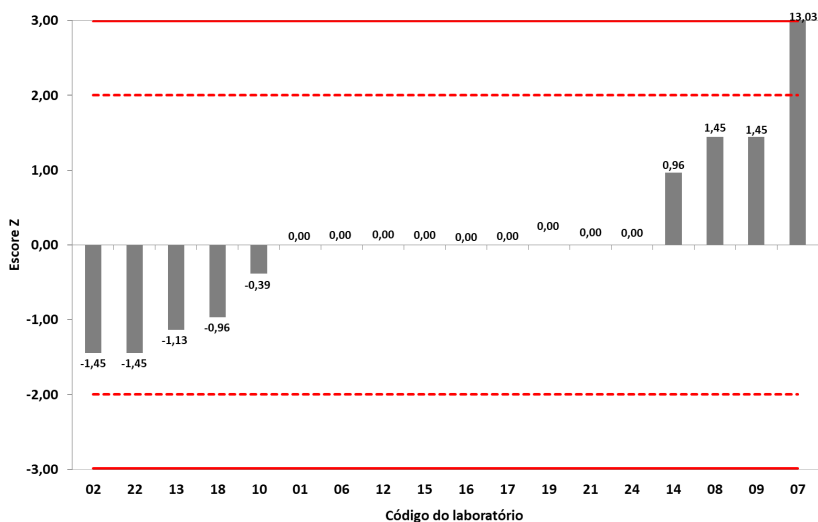


Figura 13. Representação gráfica dos valores de Z obtidos para o parâmetro ST de cada um dos laboratórios participantes para a média das três repetições da amostra natural B. As linhas vermelhas representam o valor para os limites de desempenho (sendo: $|Z| \leq 2$ = satisfatório; $2 < |Z| \leq 3$ = suspeito; $|Z| > 3$ = insatisfatório).

Na Tabela 28 são apresentados os valores informados pelos laboratórios após ensaios de SV da amostra natural B (farinha de milho). Também são apresentados os valores de média individual, desvio padrão individual e escore Z obtidos para cada laboratório.

Tabela 28. Resultados de SV da amostra natural B (farinha de milho).

Código do laboratório	SV ($g_{SV}/g_{amostra}$)					Escore Z da média
	Rep 1	Rep 2	Rep 3	Média	Desvio padrão	
01	0,83	0,81	0,86	0,83	0,03	-0,48
02	0,84	0,84	0,85	0,84	0,01	-0,31
03	Resultados não informados					
04	Resultados não informados					
05	1,00	1,00	1,00	1,00	0,00	2,42
06	0,86	0,86	0,87	0,86	0,01	0,05
07	0,95	0,96	0,94	0,95	0,01	1,59
08	0,88	0,88	0,88	0,88	0,00	0,35
09	0,88	0,87	0,88	0,88	0,01	0,29
10	0,85	0,86	0,86	0,86	0,01	-0,08
11	Resultados não informados					
12	0,87	0,87	0,87	0,87	0,00	0,17
13	0,99	0,98	0,99	0,99	0,01	2,25
14	0,87	0,88	0,87	0,87	0,01	0,23
15	0,86	0,87	0,86	0,86	0,01	0,05
16	0,84	0,86	0,86	0,85	0,01	-0,13
17	0,79	0,76	0,76	0,77	0,02	-1,61
18	0,86	0,86	0,86	0,86	0,00	-0,01
19	0,76	0,76	NI	0,76	0,00	-1,79
20	Resultados não informados					
21	0,87	0,87	0,86	0,87	0,01	0,11
22	0,86	0,86	0,86	0,86	0,00	-0,01
23	Resultados não informados					
24	0,83	0,85	0,89	0,86	0,03	-0,07
25	Resultados não informados					

NI: Não informado.

A Tabela 29 apresenta os valores de média e desvio padrão do conjunto de dados. Também apresenta o índice de participação dos laboratórios e o percentual de resultados satisfatórios para o parâmetro SV na amostra natural B (farinha de milho). A Figura 14 demonstra a representação gráfica dos valores

de escore Z, em ordem crescente, para o parâmetro SV da amostra natural B obtidos pelos laboratórios.

Tabela 29. Estatísticas obtidas para os resultados de SV da amostra natural B (farinha de milho).

Parâmetro calculado	Valor	Unidade de medida
Média robusta (x^{**})	0,86	$g_{SV}/g_{amostra}$
Desvio robusto (s^{**})	0,06	$g_{SV}/g_{amostra}$
Participação ^a	76,0	%
Resultados satisfatórios ($ Z \leq 2$) ^b	89,5	%

^a que informaram resultados com base no total de inscritos.

^b com base no número de laboratórios que informaram resultados.

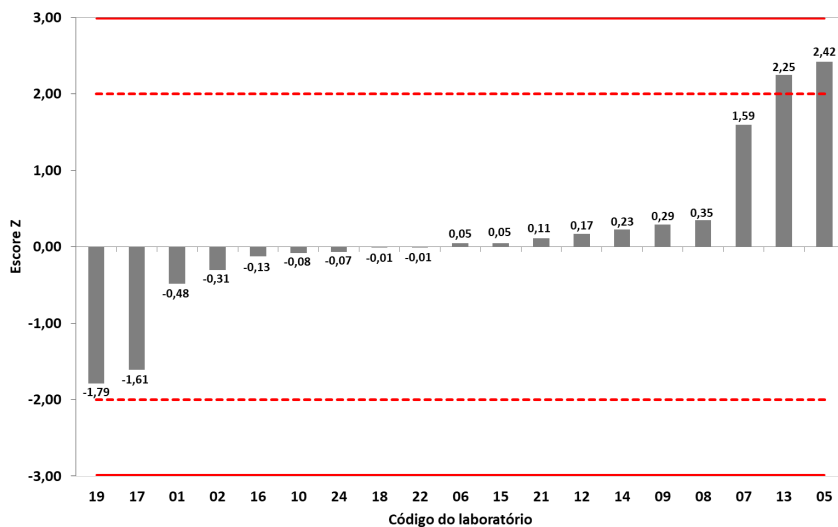


Figura 14. Representação gráfica dos valores de Z obtidos para o parâmetro SV de cada um dos laboratórios participantes para a média das três repetições da amostra natural B. As linhas vermelhas representam o valor para os limites de desempenho (sendo: $|Z| \leq 2$ = satisfatório; $2 < |Z| \leq 3$ = suspeito; $|Z| > 3$ = insatisfatório).

Na Tabela 30 são apresentados os resultados da relação SV/ST entre as médias da amostra natural B (farinha de milho) e escore Z de cada laboratório.

Tabela 30. Resultados de relação entre as médias SV/ST da amostra natural B (farinha de milho).

Código do laboratório	SV/ST (% m/m)	
	Média	Escore Z da média
01	95,8	-1,22
02	98,1	-0,41
03	Resultados não informados	
04	Resultados não informados	
05	Resultados informados parcialmente	
06	99,2	0,00
07	99,0	-0,10
08	100,0	0,27
09	99,6	0,14
10	98,7	-0,19
11	Resultados não informados	
12	100,0	0,27
13	114,4	5,37
14	99,6	0,14
15	99,2	0,00
16	98,1	-0,41
17	88,5	-3,79
18	99,6	0,13
19	87,4	-4,19
20	Resultados não informados	
21	99,6	0,14
22	100,0	0,27
23	Resultados não informados	
24	98,5	-0,27
25	Resultados não informados	

Na Tabela 31 são apresentados os valores de média e desvio padrão de todo o conjunto de dados, o índice de participação dos laboratórios e o percentual de resultados satisfatórios para a relação SV/ST da amostra sintética. A Figura 15 demonstra a representação gráfica dos valores de escore Z, em

ordem crescente, para relação SV/ST da amostra sintética informada pelos laboratórios participantes.

Tabela 31. Estatísticas obtidas para os resultados de relação SV/ST da amostra natural B.

Parâmetro calculado	Valor	Unidade de medida
Média robusta (x^{**})	99,2	% (m/m)
Desvio robusto (s^{**})	2,8	% (m/m)
Participação ^a	72,0	%
Resultados satisfatórios ($ Z \leq 2$) ^b	83,3	%

^a que informaram resultados com base no total de inscritos.

^b com base no número de laboratórios que informaram resultados.

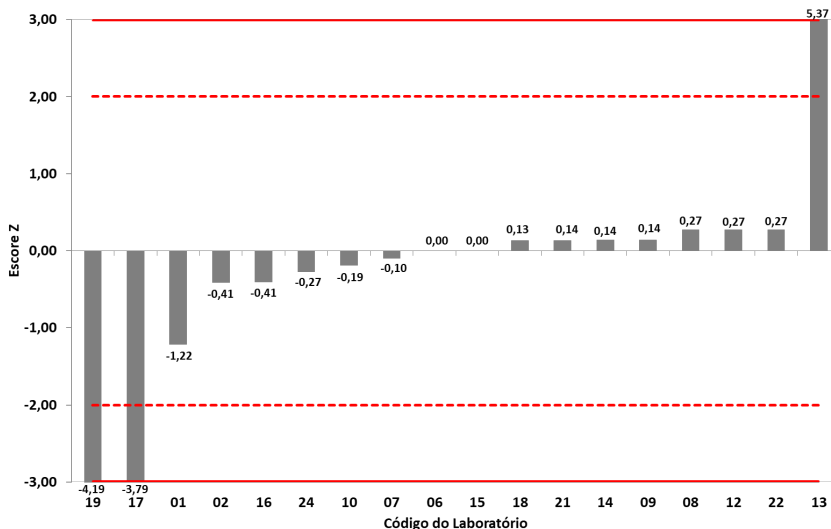


Figura 15. Representação gráfica dos valores de Z obtidos para a relação entre médias de SV/ST de cada um dos laboratórios participantes para a amostra natural B. As linhas vermelhas representam o valor para os limites de desempenho (sendo: $|Z| \leq 2$ = satisfatório; $2 < |Z| \leq 3$ = suspeito; $|Z| > 3$ = insatisfatório).

Na Tabela 32 são apresentados os resultados de PBB obtidos pelos laboratórios, contendo as médias da amostra natural B (farinha de milho) e escore Z obtido por cada laboratório. Também são apresentadas as concentrações

de metano obtidas pelos laboratórios. Na Tabela 33 são apresentados os valores de média e desvio padrão de todo o conjunto de dados, o índice de participação dos laboratórios e o percentual de resultados satisfatórios para PBB da amostra sintética. A Figura 16 demonstra a representação gráfica dos valores de escore Z, em ordem crescente, para PBB da amostra sintética informada pelos laboratórios participantes.

Tabela 32. Resultados de PBB da amostra natural B (farinha de milho).

Código do laboratório	PBB (mL _N biogás/g _{SV})			Escore Z			CH ₄ (% v/v)				
	Rep 1	Rep 2	Rep 3	Média	Desvio padrão	da média**	Rep 1	Rep 2	Rep 3	Média	Desvio padrão
01	Resultados não informados										
02	58	56	61	58	3	-8,08	0,3	0,7	0,4	0,5	0
03	Resultados não informados										
04	Resultados não informados										
05	882	790	840	837	46	1,79	60	60	60	60	0
06	724	758	733	738	18	0,54	Resultado não informado				
07	Resultados não informados										
08	669	676	672	672	4	-0,30	59	60	56	58	2
09	Resultados não informados										
10	Resultados não informados										
11	Resultados não informados										
12	728	653	738	706	46	0,13	40	40	40	40	0
13	Resultados não informados										

Continua...

Tabela 32. Continuação.

Código do laboratório	PBB (mL _N biogás/g _{SV})			Média	Desvio padrão	Escore Z da média**	CH ₄ (% v/v)				
	Rep 1	Rep 2	Rep 3				Rep 1	Rep 2	Rep 3	Média	Desvio padrão
14	Resultados não informados										
15	870	840	792	834	39	1,75	51*	49*	53*	51	2
16	Resultados não informados										
17	Resultados não informados										
18	691	669	667	676	13	-0,26	51*	49*	49*	50	1
19	233,1	542,9	315,4	364	160	-4,21	Resultado não informado				
20	Resultados não informados										
21	Resultados não informados										
22	684	645	682	670	22	-0,33	54*	54*	52*	53	1
23	Resultados não informados										
24A	726	696	674	699	26	0,03	61	61	61	61	0
25	Resultados não informados										

**Valores de concentração de metano não informado pelo laboratório. Resultado estimado com base na comparação entre PBB e PBBM.

Tabela 33. Estatísticas obtidas para os resultados de PBB da amostra natural B (farinha de milho).

Parâmetro calculado	Valor	Unidade de medida
Média robusta para PBB (x^{**})	696	mL_N biogás/ g_{SV}
Desvio robusto para PBB (s^{**})	79	mL_N biogás/ g_{SV}
Mediana da concentração de CH_4	54	% (v/v)
Desvio padrão para concentração de CH_4	7	% (v/v)
Participação ^a	40,0	%
Resultados satisfatórios ($ Z \leq 2$) ^b	80,0	%

^a que informaram resultados com base no total de inscritos.

^b com base no número de laboratórios que informaram resultados.

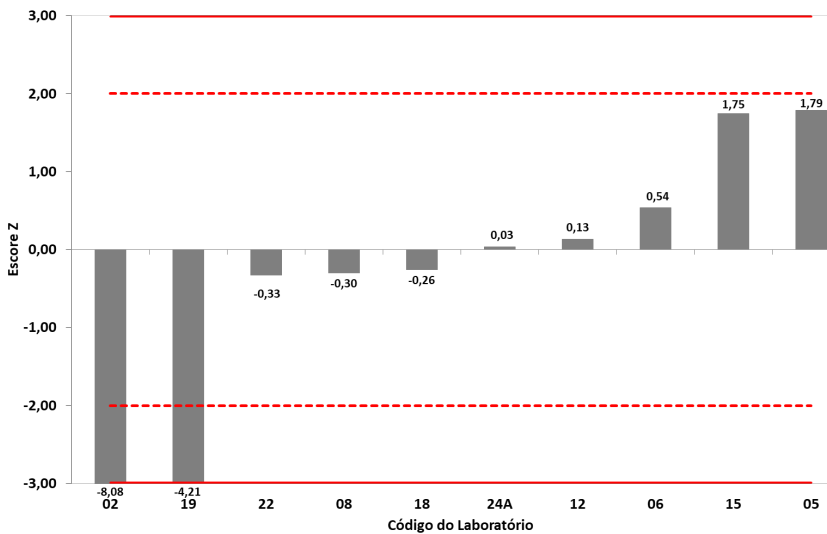


Figura 16. Representação gráfica dos valores de Z obtidos para o parâmetro PBB de cada um dos laboratórios participantes para a média das três repetições da amostra natural B. As linhas vermelhas representam o valor para os limites de desempenho (sendo: $|Z| \leq 2$ = satisfatório; $2 < |Z| \leq 3$ = suspeito; $|Z| > 3$ = insatisfatório).

A Tabela 34 apresenta os resultados de PBM das médias e escore Z de cada laboratório obtidas para a amostra natural B (farinha de milho). Na Tabela 35 são apresentados os valores de média e desvio padrão robustos do conjunto de dados informados pelos laboratórios, o índice de participação dos laboratórios e o percentual de resultados satisfatórios para PBM da amostra natural

A. A Figura 17 demonstra a representação gráfica dos valores de escore Z, em ordem crescente, para PBM da amostra natural A.

Tabela 34. Resultados de PBM da amostra natural B (farinha de milho).

Código do laboratório	PBM (mL _N metano/g _{sv})					Escore Z da média
	Rep 1	Rep 2	Rep 3	Média	Desvio padrão	
01	209	201	210	207	5	-2,32
02	0,2*	0,4*	0,2*	0,3	0,1	-5,17
03	Resultados não informados					
04	Resultados não informados					
05	529	474	504	502	28	1,78
06	Resultados não informados					
07	351	383	375	370	17	-0,06
08	402	407	405	405	3	0,42
09	-22	-29	-42	-31	10	-5,61
10	299	NI	302	301	2	-1,02
11	Resultados não informados					
12	291	261	295	283	19	-1,27
13	Resultados não informados					
14	Resultados não informados					
15	440	413	420	424	14	0,70
16	385	362	342	363	22	-0,15
17	397	375	394	389	12	0,20
18	352	329	324	335	15	-0,54
19	Resultados não informados					
20	Resultados não informados					
21	Resultados não informados					
22	368	347	354	356	11	-0,24
23	Resultados não informados					
24A	443*	425*	411*	426	16	0,72
24B	395	373	371	380	13	0,08
25	Resultados não informados					

*Resultados estimados com base na comparação entre PBB e a concentração de metano informada.

NI: Não informado

Tabela 35. Estatísticas obtidas para os resultados de PBM da amostra natural B (farinha de milho).

Parâmetro calculado	Valor	Unidade de medida
Média robusta (x^{**})	374	$\text{mL}_N \text{CH}_4/\text{g}_{\text{SV}}$
Desvio robusto (s^{**})	72	$\text{mL}_N \text{CH}_4/\text{g}_{\text{SV}}$
Participação ^a	60,0	%
Resultados satisfatórios ($ Z \leq 2$) ^b	80,0	%

^a que informaram resultados com base no total de inscritos.

^b com base no número de laboratórios que informaram resultados.

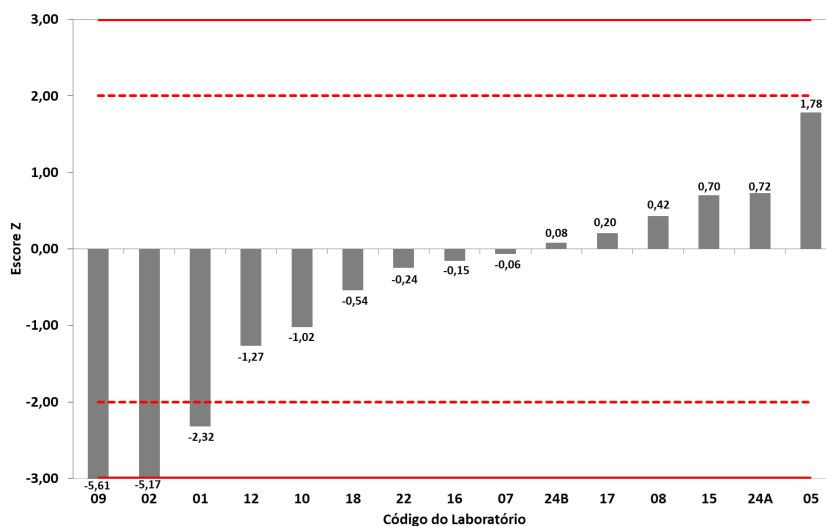


Figura 17. Representação gráfica dos valores de Z obtidos para o parâmetro PBM de cada um dos laboratórios participantes para a média das três repetições da amostra natural B. As linhas vermelhas representam o valor para os limites de desempenho (sendo: $|Z| \leq 2$ = satisfatório; $2 < |Z| \leq 3$ = suspeito; $|Z| > 3$ = insatisfatório).

Comentários e considerações finais

Parâmetros ST, SV e relação SV/ST

Recomendamos que os resultados de desempenho para a série de sólidos sejam avaliados tanto de forma individual para cada parâmetro, mas também avaliados em conjunto com os demais resultados. Por exemplo, incertezas no teor de SV estão diretamente relacionadas com as incertezas dos ensaios de PBB e PBM, pois o volume de gás é ponderado pela massa de SV utilizada no ensaio de digestão anaeróbia. Já as incertezas relacionadas ao teor de ST estão relacionadas com incertezas na estimativa dos potenciais quando são convertidos para a base natural (base úmida) da amostra.

Mesmo que todas as amostras tenham apresentado homogeneidade e estabilidade efetiva para ST, SV e relação SV/ST, variações no processo de estocagem e manipulação das amostras em cada laboratório podem promover variações na umidade das amostras. Por este motivo, é importante relacionar o desempenho em ST e SV com a relação SV/ST. Ou seja, caso o laboratório tenha apresentado baixo desempenho na análise de ST e/ou SV, mas a relação SV/ST tenha obtido desempenho satisfatório, é possível que tenham ocorrido variações naturais de umidade sem que tenha ocorrido a degradação da amostra. Nestes casos é recomendado que os laboratórios efetuem a verificação de seus procedimentos de manipulação e armazenamento das amostras.

Quando o laboratório apresentou baixo desempenho para a relação SV/ST, é aconselhado que também sejam reavaliados os procedimentos analíticos de cada ensaio. É importante que os laboratórios que forneceram resultados superiores a 100% para a relação SV/ST que verifiquem as possíveis fontes de erro. Valores superiores a 100% expressam que a amostra apresentou mais SV do que todo o conteúdo de sólidos contido nela. Ou seja, estes laboratórios devem efetuar uma análise crítica para identificar o motivo do resultado de SV ter sido superior ao resultado de ST, o que não condiz com a realidade ou pode ser um indicativo da ocorrência de erros sistemáticos.

Parâmetros PBB e PBM

Os ensaios de digestão anaeróbia para geração dos resultados de PBB e PBM são o foco principal do estudo interlaboratorial. A equipe técnica do interlaboratorial recomenda atenção aos laboratórios que não obtiveram valores superiores a 85% de recuperação na análise da celulose microcristalina. Os laboratórios que obtiveram resultados médios inferiores a $638 \text{ Nm}_{\text{Lbiogás}}/\text{g}_{\text{SV}}$ devem reavaliar as condições do inóculo anaeróbio utilizado, pois indica que o inóculo utilizado não se apresenta aclimatado para substratos com matriz celulósica.

Considerações finais

Obtivemos maior número de inscritos com relação a edição anterior (de 17 em 2016/2017 para 25 em 2018/2019), consequência do importante apoio efetuado pela RedBioLAC. A diversificação da participação de laboratórios da América Latina amplia a credibilidade dos resultados.

Os laboratórios que efetuaram cadastro e lograram enviar resultados de PBB e PBM variou entre 33 e 60%. Este índice de participação ainda é considerado baixo pela organização do estudo. Recomendamos aos laboratórios que não conseguiram enviar resultados também efetuar os ensaios nas amostras e utilizar as informações deste relatório para fins de análise crítica interna, assim, usufruir das informações disponibilizadas e criar mecanismos que viabilizem a proficiência. Por outro lado, dentre os laboratórios que enviaram resultados o índice de assertividade (resultados satisfatórios > 66%) foi bastante relevante. Isso demonstra proficiência e qualidade técnica entre os participantes. Também recomendamos aos laboratórios a manutenção do processo de melhoria contínua baseado na análise crítica.

Por fim, a organização agradece a colaboração de todos os laboratórios e instituições participantes.

Referências

- ASTM INTERNATIONAL. **ASTM E2170-01** Standard test method for determining anaerobic biodegradation potential of organic chemicals under methanogenic conditions. West Conshohocken, 2008. 5 p.
- BUSWELL, A. M.; NEAVE, S. L. **Laboratory studies of sludge digestion**. Springfield, Illinois, USA: Jeffersons Printing & Stationery Co, 1930. 84 p. (State Water Survey. Bulletin, 30).
- HOLLIGER, C.; ALVES, M.; ANDRADE, D. et al. Towards a standardization of biomethane potential tests. **Water Science & Technology**, v. 74, n. 11, p. 2515, 2016.
- INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. **ISO 11734**: water quality: evaluation of the "ultimate" anaerobic biodegradability of organic compounds in digested sludge - method by measurement of the biogas production. Geneve, 1995. 13 p.
- INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. **ISO 13528**: statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons. Geneve, 2015. 90 p.
- VEREIN DEUTSCHER INGENIEURE. **VDI 4630**: fermentation of organic materials: characterisation of the substrate, sampling, collection of material data, fermentation tests. Berlin: Verlag des Vereins Deutscher Ingenieure, 2016. 92 p.
- WANG B.; NGES I. A.; NISTOR M.; LIU J. Determination of methane yield of cellulose using different experimental setups. **Water Science & Technology**, v. 70, n. 4, p. 599-604, 2014.



Suínos e Aves

Apoio



MINISTÉRIO DA
AGRICULTURA, PECUÁRIA
E ABASTECIMENTO



PÁTRIA AMADA
BRASIL
GOVERNO FEDERAL